



HAL
open science

Suivi de microtextures dans l'aluminium en grande déformation à chaud

Romain Quey

► **To cite this version:**

Romain Quey. Suivi de microtextures dans l'aluminium en grande déformation à chaud. Mécanique [physics.med-ph]. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 2009. Français. NNT : 2009EMSE0012 . tel-00414120v3

HAL Id: tel-00414120

<https://theses.hal.science/tel-00414120v3>

Submitted on 3 Dec 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.

N° d'ordre : 522 SGM

THÈSE

présentée par

Romain QUEY

pour obtenir le grade de
Docteur de l'École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne

Spécialité : Sciences et Génie des Matériaux

SUIVI DE MICROTEXTURES DANS L'ALUMINIUM EN GRANDE DÉFORMATION À CHAUD

soutenue à Saint-Étienne, le 17 avril 2009

Membres du jury

| | | | |
|------------------------|----------|---------|----------------------------------------------|
| Président : | Yvan | CHASTEL | Professeur, Mines ParisTech |
| Rapporteurs : | Claude | ESLING | Professeur, Université de Metz |
| | Samuel | FOREST | Directeur de recherche CNRS, Mines ParisTech |
| Examineur : | Philippe | LEQUEU | Ingénieur de recherche, Rio Tinto Alcan CRV |
| Directeur de thèse : | Julian | DRIVER | Directeur de recherche, ENSM-SE |
| Codirecteur de thèse : | David | PIOT | Chargé de recherche, ENSM-SE |

Spécialités doctorales :

SCIENCES ET GENIE DES MATERIAUX
 MECANIQUE ET INGENIERIE
 GENIE DES PROCEDES
 SCIENCES DE LA TERRE
 SCIENCES ET GENIE DE L'ENVIRONNEMENT
 MATHEMATIQUES APPLIQUEES
 INFORMATIQUE
 IMAGE, VISION, SIGNAL
 GENIE INDUSTRIEL
 MICROELECTRONIQUE

Responsables :

J. DRIVER Directeur de recherche – Centre SMS
 A. VAUTRIN Professeur – Centre SMS
 G. THOMAS Professeur – Centre SPIN
 B. GUY Maître de recherche – Centre SPIN
 J. BOURGOIS Professeur – Centre SITE
 E. TOUBOUL Ingénieur – Centre G2I
 O. BOISSIER Professeur – Centre G2I
 JC. PINOLI Professeur – Centre CIS
 P. BURLAT Professeur – Centre G2I
 Ph. COLLOT Professeur – Centre CMP

Enseignants-chercheurs et chercheurs autorisés à diriger des thèses de doctorat (titulaires d'un doctorat d'État ou d'une HDR)

| | | | | |
|-------------------|--------------|-------------|-------------------------------------|------|
| AVRIL | Stéphane | MA | Mécanique & Ingénierie | CIS |
| BATTON-HUBERT | Mireille | MA | Sciences & Génie de l'Environnement | SITE |
| BENABEN | Patrick | PR 2 | Sciences & Génie des Matériaux | CMP |
| BERNACHE-ASSOLANT | Didier | PR 0 | Génie des Procédés | CIS |
| BIGOT | Jean-Pierre | MR | Génie des Procédés | SPIN |
| BILAL | Essaïd | DR | Sciences de la Terre | SPIN |
| BOISSIER | Olivier | PR 2 | Informatique | G2I |
| BOUCHER | Xavier | MA | Génie Industriel | G2I |
| BOUDAREL | Marie-Reine | MA | Génie Industriel | DF |
| BOURGOIS | Jacques | PR 0 | Sciences & Génie de l'Environnement | SITE |
| BRODHAG | Christian | MR | Sciences & Génie de l'Environnement | SITE |
| BURLAT | Patrick | PR 2 | Génie industriel | G2I |
| COLLOT | Philippe | PR 1 | Microélectronique | CMP |
| COURNIL | Michel | PR 0 | Génie des Procédés | SPIN |
| DAUZERE-PERES | Stéphane | PR 1 | Génie industriel | CMP |
| DARRIEULAT | Michel | ICM | Sciences & Génie des Matériaux | SMS |
| DECHOMETS | Roland | PR 1 | Sciences & Génie de l'Environnement | SITE |
| DESRAYAUD | Christophe | MA | Mécanique & Ingénierie | SMS |
| DELAFOSSÉ | David | PR 1 | Sciences & Génie des Matériaux | SMS |
| DOLGUI | Alexandre | PR 1 | Génie Industriel | G2I |
| DRAPIER | Sylvain | PR 2 | Mécanique & Ingénierie | SMS |
| DRIVER | Julian | DR | Sciences & Génie des Matériaux | SMS |
| FOREST | Bernard | PR 1 | Sciences & Génie des Matériaux | CIS |
| FORMISYN | Pascal | PR 1 | Sciences & Génie de l'Environnement | SITE |
| FORTUNIER | Roland | PR 1 | Sciences & Génie des Matériaux | SMS |
| FRACZKIEWICZ | Anna | MR | Sciences & Génie des Matériaux | SMS |
| GARCIA | Daniel | CR | Génie des Procédés | SPIN |
| GIRARDOT | Jean-Jacques | MR | Informatique | G2I |
| GOEURIOT | Dominique | MR | Sciences & Génie des Matériaux | SMS |
| GOEURIOT | Patrice | MR | Sciences & Génie des Matériaux | SMS |
| GRAILLOT | Didier | DR | Sciences & Génie de l'Environnement | SITE |
| GROSSEAU | Philippe | MR | Génie des Procédés | SPIN |
| GRUY | Frédéric | MR | Génie des Procédés | SPIN |
| GUILHOT | Bernard | DR | Génie des Procédés | CIS |
| GUY | Bernard | MR | Sciences de la Terre | SPIN |
| GUYONNET | René | DR | Génie des Procédés | SPIN |
| HERRI | Jean-Michel | PR 2 | Génie des Procédés | SPIN |
| KLÖCKER | Helmut | MR | Sciences & Génie des Matériaux | SMS |
| LAFOREST | Valérie | CR | Sciences & Génie de l'Environnement | SITE |
| LERICHE | Rodolphe | CR | Mécanique et Ingénierie | SMS |
| LI | Jean-Michel | EC (CCI MP) | Microélectronique | CMP |
| LONDICHE | Henry | MR | Sciences & Génie de l'Environnement | SITE |
| MOLIMARD | Jérôme | MA | Mécanique et Ingénierie | SMS |
| MONTHEILLET | Frank | DR 1 CNRS | Sciences & Génie des Matériaux | SMS |
| PERIER-CAMBY | Laurent | PR1 | Génie des Procédés | SPIN |
| PIJOLAT | Christophe | PR 1 | Génie des Procédés | SPIN |
| PIJOLAT | Michèle | PR 1 | Génie des Procédés | SPIN |
| PINOLI | Jean-Charles | PR 1 | Image, Vision, Signal | CIS |
| STOLARZ | Jacques | CR | Sciences & Génie des Matériaux | SMS |
| SZAFNICKI | Konrad | CR | Sciences & Génie de l'Environnement | SITE |
| THOMAS | Gérard | PR 0 | Génie des Procédés | SPIN |
| VALDIVIESO | François | MA | Sciences & Génie des Matériaux | SMS |
| VAUTRIN | Alain | PR 0 | Mécanique & Ingénierie | SMS |
| VIRICELLE | Jean-Paul | MR | Génie des procédés | SPIN |
| WOLSKI | Krzysztof | CR | Sciences & Génie des Matériaux | SMS |
| XIE | Xiaolan | PR 1 | Génie industriel | CIS |

Glossaire :

| | |
|----------|---------------------------------------|
| PR 0 | Professeur classe exceptionnelle |
| PR 1 | Professeur 1 ^{ère} catégorie |
| PR 2 | Professeur 2 ^{ème} catégorie |
| MA(MDC) | Maître assistant |
| DR (DR1) | Directeur de recherche |
| Ing. | Ingénieur |
| MR(DR2) | Maître de recherche |
| CR | Chargé de recherche |
| EC | Enseignant-chercheur |
| ICM | Ingénieur en chef des mines |

Centres :

| | |
|------|-----------------------------------------------------------|
| SMS | Sciences des Matériaux et des Structures |
| SPIN | Sciences des Processus Industriels et Naturels |
| SITE | Sciences Information et Technologies pour l'Environnement |
| G2I | Génie Industriel et Informatique |
| CMP | Centre de Microélectronique de Provence |
| CIS | Centre Ingénierie et Santé |

Remerciements

Ce travail a été réalisé au sein du centre Sciences des Matériaux et des Structures (SMS) de l'École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne, dans le laboratoire Plasticité, Endommagement et Corrosion des Matériaux (PECM, CNRS UMR 5146).

Je remercie mes directeurs de thèse, Julian Driver et David Piot pour la confiance qu'ils m'ont témoignée et la liberté dont j'ai pu profiter pour mener ces travaux. Il faut souligner que les échanges avec Julian sont toujours remarquablement instructifs, et sa manière toujours positive d'aborder les problèmes ainsi que son dynamisme caractéristique ont été des éléments que j'ai beaucoup appréciés. Merci donc de m'en avoir fait profiter. Je remercie également Roland Logé et Heba Resk, du CEMEF, pour notre collaboration.

Il est très agréable de pouvoir réunir plusieurs scientifiques de premier plan pour sa soutenance de thèse. Claude Esling et Samuel Forest m'ont fait l'honneur d'être rapporteurs ; je les remercie sincèrement pour leurs commentaires nombreux, avisés et bienveillants. Mes remerciements également à Yvan Chastel pour avoir présidé le jury, et pour la sympathie dont il a fait preuve tout au long de la journée. Je remercie finalement Philippe Lequeu pour avoir assuré la composante industrielle de ce jury tout en ayant à se replonger dans des problèmes scientifico-scientifiques près de 20 ans après les avoir quittés !

Je remercie également les chercheurs du laboratoire ayant contribué à ce travail, et en particulier Claire Maurice pour l'initiation à l'EBSD et à la manipulation d'orientations. Mes remerciements également aux techniciens / ingénieurs pour leur assistance chaleureuse, notamment Gilles Blanc et Prisca Lévêque pour la métallographie, Séverine Girard-Insardi pour la compression plane et Paul Jouffrey pour le MEB. Je remercie finalement les doctorants, qui contribuent à une ambiance de travail agréable : Adeline, Adrien, Alban, Emmanuel, Fabrice, Mathieu, Laurent, Quentin, Rébecca. . .

Je ne peux terminer sans remercier les personnes extérieures à l'école ayant contribué indirectement à ce travail. Je tiens tout d'abord à remercier Fabrice Barbe, enseignant-chercheur à l'INSA de Rouen, non seulement pour m'avoir poussé dans la marmite de la recherche quand j'étais élève-ingénieur. . . , mais aussi pour nos échanges sur différents sujets depuis. Sur le plan scientifique, l'approche « mécanique numérique » cultivée à ses côtés constitue une véritable richesse dans un environnement local plutôt composé de physiciens. Je remercie finalement chaleureusement ma famille et belle famille pour leur soutien sans faille, et en particulier ma femme, Magalie, qui a démontré au jour le jour résistance et endurance au cours de ces années.

Table des matières

| | |
|----------------------------------------------------------------------------|------------|
| Remerciements | iii |
| Introduction générale | xv |
| I Revue bibliographique | 1 |
| I.1 Mécanique du cristal | 2 |
| I.2 Mécanique du polycristal, modèles de transition d'échelles | 6 |
| I.3 Textures cristallographiques | 10 |
| I.4 Rotations cristallines de grains individuels | 17 |
| I.5 Bilan bibliographique et objectifs de la thèse | 28 |
| II Méthodes et outils expérimentaux | 31 |
| II.1 Protocole expérimental | 32 |
| II.2 Matériau | 33 |
| II.3 Échantillon tranché | 36 |
| II.4 Essai de compression plane | 41 |
| II.5 Technique EBSD | 44 |
| II.6 Conclusion | 48 |
| III Méthodes et outils mathématiques pour l'étude des microtextures | 49 |
| III.1 Introduction | 50 |
| III.2 Description d'orientations | 51 |
| III.3 Manipulation d'orientations | 56 |
| III.4 Distributions locales d'orientations | 62 |
| III.5 orilib | 69 |
| III.6 Conclusion | 71 |
| IV Validation expérimentale du suivi de microtextures | 73 |
| IV.1 Compression plane | 74 |
| IV.2 Aspect de la surface interne | 76 |
| IV.3 Influence de la surface interne | 82 |
| IV.4 Conclusion | 87 |

| | | |
|------------|-----------------------------------------------------------------------------------|------------|
| V | Rotations des grains individuels | 89 |
| V.1 | Introduction | 90 |
| V.2 | Microtextures | 91 |
| V.3 | Rotations moyennes | 98 |
| V.4 | Propriétés intragranulaires | 106 |
| V.5 | Fragmentation | 116 |
| V.6 | Variabilité à orientation constante des rotations | 122 |
| V.7 | Développement de la texture | 127 |
| V.8 | Synthèse et discussion | 140 |
| VI | Comparaison avec les modèles de Taylor, autocohérent et RSI | 143 |
| VI.1 | Introduction | 144 |
| VI.2 | Modèles | 144 |
| VI.3 | Macrottextures | 149 |
| VI.4 | Rotations moyennes | 152 |
| VI.5 | Comparaison des rotations moyennes grain par grain | 157 |
| VI.6 | Variabilité à orientation constante des rotations | 162 |
| VI.7 | Développement de la texture | 164 |
| VI.8 | Synthèse et Discussion | 178 |
| VII | Conclusion générale | 183 |
| VII.1 | Résumé du mémoire | 183 |
| VII.2 | Perspectives | 186 |
| A | Description d'orientations : compléments | 189 |
| A.1 | Descripteurs basés sur les systèmes de coordonnées | 190 |
| A.2 | Descripteur basé sur trois rotations successives | 194 |
| A.3 | Quel descripteur pour quelle application? | 196 |
| A.4 | Opérateurs de symétrie cubique | 198 |
| B | Résultats expérimentaux : compléments | 201 |
| B.1 | Loi de comportement du matériau | 202 |
| B.2 | Microtextures de l'échantillon A | 203 |
| B.3 | Orientations moyennes de l'échantillon B | 204 |
| B.4 | Chemins de rotation : distribution de α entre axes successifs | 209 |
| B.5 | Influences des incertitudes de mesures sur la variabilité des rotations | 211 |
| C | Modèle RSI : compléments | 213 |
| C.1 | Calcul de la contrainte caractéristique du voisinage | 214 |
| C.2 | Effet de l'interaction intergranulaire sur les grandeurs mécaniques | 216 |

| | | |
|----------|--------------------------------------------------|------------|
| D | Comparaison avec le modèle éléments finis | 223 |
| D.1 | Modélisation | 224 |
| D.2 | Rotations des grains individuels | 225 |
| D.3 | Discussion | 227 |

Table des figures

| | | |
|--------|-----------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| I.1 | Modèle Lamel : empilements de grains. | 9 |
| I.2 | Textures de compression plane expérimentales d'un alliage d'aluminium. | 13 |
| I.3 | Textures de compression plane simulées d'un alliage d'aluminium. | 15 |
| I.4 | Suivi de grains dans des tôles multicristallines, par Skalli <i>et al.</i> [10]. | 18 |
| I.5 | Suivi de grains dans un échantillon tranché, par Barrett et Levenson [12]. | 21 |
| I.6 | Suivi de grains dans un échantillon tranché, par Pancha. <i>et al.</i> [13]. | 22 |
| I.7 | Suivi de grains dans une microstructure colonnaire, par Kalidindi <i>et al.</i> [57]. | 23 |
| I.8 | Suivi de grains par micro. 3D par diffraction des RX, par Poulsen <i>et al.</i> [14]. | 25 |
| | | |
| II.1 | Déroulement de l'étude expérimentale. | 33 |
| II.2 | Macrotecture initiale. | 34 |
| II.3 | Microstructures initiales des échantillons A et B. | 35 |
| II.4 | Élaboration d'un échantillon tranché. | 37 |
| II.5 | Polissage électrolytique : schéma du dispositif utilisé. | 38 |
| II.6 | Élaboration d'un échantillon tranché : zone d'analyse. | 40 |
| II.7 | Dispositif de compression plane. | 42 |
| II.8 | Méthode EBSD : formation d'un diagramme de Kikuchi. | 46 |
| II.9 | Méthode EBSD : détermination d'une orientation. | 46 |
| | | |
| III.1 | Description d'orientations : systèmes de coordonnées. | 51 |
| III.2 | Description d'une orientation par un axe / angle de rotation. | 52 |
| III.3 | Composition de rotations. | 57 |
| III.4 | Changement de système de coordonnées. | 57 |
| III.5 | Quelques orientations cristallographiquement équivalentes. | 58 |
| III.6 | Symétrie par rapport à un plan du SdC de référence. | 59 |
| III.7 | Désorientation entre deux cristaux. | 61 |
| III.8 | Dispersion locales d'orientations : exemples. | 62 |
| III.9 | Calcul d'une orientation moyenne : principe général. | 64 |
| III.10 | Calcul d'une orientation moyenne : effet Umklapp. | 64 |
| III.11 | Propriétés d'une dispersion d'orientations : distribution de désorientations. | 66 |
| III.12 | Propriétés d'une dispersion d'orientations : description de l'anisotropie. | 68 |
| | | |
| IV.1 | Courbes contrainte-déformation des échantillons A et B. | 74 |

| | | |
|------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| IV.2 | Déformation subie par l'échantillon B : empreintes de microdureté. | 75 |
| IV.3 | Observation dans le plan de la surface interne. | 76 |
| IV.4 | Topographie de la surface interne. | 78 |
| IV.5 | Évolution de la topographie de la surface interne au cours de la déformation. | 79 |
| IV.6 | Influence de l'aspect froissé de la surface interne sur les distances. | 81 |
| IV.7 | Influence de la surface interne sur les macrotextures. | 83 |
| IV.8 | Influence de la surface interne sur les orientations des grains. | 85 |
| IV.9 | Influence de la surface interne sur les champs intragranulaires. | 87 |
| V.1 | Macrotextures de l'échantillon B à $\varepsilon = 0$ et $\varepsilon = 1.2$ | 90 |
| V.2 | Microtextures de l'échantillon B. | 94 |
| V.3 | Rotation unimodale d'un grain. | 95 |
| V.4 | Rotation bimodale (fragmentation) d'un grain. | 96 |
| V.5 | Classification des grains selon leurs modes de rotation. | 97 |
| V.6 | Rotations moyennes par rapport aux orientations initiales. | 99 |
| V.7 | Rotations moyennes incrémentales. | 101 |
| V.8 | Rotations incrémentales : corrélation entre les incréments successifs. | 103 |
| V.9 | Définitions des rotation moyenne cumulée θ_{cum} et rendement de rotation η_r | 104 |
| V.10 | Rotations moyennes cumulées aux déformations successives. | 105 |
| V.11 | Rendements des rotations totales des grains. | 105 |
| V.12 | Dispersion intragranulaires : désorientations moyennes. | 108 |
| V.13 | Dispersion intragranulaires : corrélation des désorientations moyennes. | 108 |
| V.14 | Dispersion intragranulaires : anisotropies. | 109 |
| V.15 | Dispersion intragranulaires : corrélations des anisotropies. | 109 |
| V.16 | Dispersion intragranulaires : directions principales d'anisotropie. | 110 |
| V.16 | Champs de désorientations intragranulaires. | 113 |
| V.17 | Sous-structures pour une même zone suivie au cours de la déformation. | 115 |
| V.18 | Caractérisation de la fragmentation. | 117 |
| V.19 | Nombre de grains fragmentés. | 117 |
| V.20 | Fragmentation : symétrie par rapport aux axes de l'échantillon. | 118 |
| V.21 | Fragmentation : cas des orientations symétriques. | 120 |
| V.22 | Fragmentation : exemples. | 121 |
| V.23 | Variabilité des rotations moyennes au premier incrément de déformation. | 124 |
| V.24 | Variabilité des dispersion intragranulaires. | 126 |
| V.25 | Variabilité des orientations finales. | 126 |
| V.26 | Macrotextures à $\varepsilon = 0$ et $\varepsilon = 1.2$ après simplifications. | 128 |
| V.27 | Désorientations par rapport à la fibre β | 129 |
| V.28 | Stabilité des orientations initialement dans la fibre β : désorientations. | 131 |
| V.29 | Angles de rotation des grains des ensembles \mathcal{G}_i | 135 |
| V.30 | Axes de rotation des grains des ensembles \mathcal{G}_i | 136 |
| V.31 | Chemins de rotation des grains des ensembles \mathcal{G}_i : angles θ_i | 137 |

| | | |
|-------|------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| V.32 | Chemins de rotation des grains des ensembles \mathcal{G}_i : angles α | 137 |
| V.33 | Chemins de rotation des grains des ensembles \mathcal{G}_i : rendement de rot. η_r | 137 |
| V.34 | Définition du rendement de la convergence η_c | 138 |
| V.35 | Évolution des désorientations par rapport à la composante finale (ens. \mathcal{G}_2). | 139 |
| V.36 | Rendements de la convergence vers les composantes de textures. | 139 |
| VI.1 | Conditions mécaniques obtenues par application du modèle de Taylor. | 145 |
| VI.2 | Représentation habituelle de polycristal dans le modèle RSI. | 146 |
| VI.3 | Modélisation de la microstructure réelle. | 149 |
| VI.4 | Macrot textures expérimentale et simulées à $\varepsilon = 1.2$ | 151 |
| VI.5 | Angles de rotation expérimentaux et simulés. | 153 |
| VI.6 | Axes de rotation expérimentaux et simulés. | 153 |
| VI.7 | Chemins de rotation expérimentaux et simulés : angles de rotation. | 155 |
| VI.8 | Chemins de rotation expérimentaux et simulés : axes de rotation. | 156 |
| VI.9 | Chemins de rotation expérimentaux et simulés : rendements de rotation. | 156 |
| VI.10 | Corrélation des angles de rotations incrémentaux entre exp. et simulation. | 158 |
| VI.11 | Corrélation des axes de rotation incrémentaux entre exp. et simulation. | 159 |
| VI.12 | Corrélation des orientations finales entre expérience et simulation. | 160 |
| VI.13 | Variabilité des rotations : comparaison entre expérience et simulation. | 163 |
| VI.14 | Variabilité des orientations finales : comparaison entre exp. et simulation. | 163 |
| VI.15 | Désorientations par rapport à la fibre β pour les modèles. | 165 |
| VI.16 | Stabilité des composantes (ensemble \mathcal{G}_1) ; simulations. | 167 |
| VI.17 | Comparaison des composantes finales des grains ; exp. vs simulation. | 171 |
| VI.18 | Angles de rotation des grains des ensembles \mathcal{G}_i ; modèle de Taylor. | 173 |
| VI.19 | Axes de rotation des grains des ensembles \mathcal{G}_i ; modèle de Taylor. | 174 |
| VI.20 | Corrélation entre angles de rot. successifs des ensembles \mathcal{G}_i ; mod. de Taylor. | 175 |
| VI.21 | Corrélation entre axes de rot. successifs des ensembles \mathcal{G}_i ; mod. de Taylor. | 175 |
| VI.22 | Rendements de rotation η_r des grains des ensembles \mathcal{G}_i ; modèle de Taylor. | 175 |
| VI.23 | Évolution des désori. par rap. à la composante finale (ens. \mathcal{G}_2) ; Taylor. | 176 |
| VI.24 | Rendements de convergence η_c : comparaison entre exp. et simulation. | 177 |
| VII.1 | Analyse de la recristallisation : essai sur l'échantillon A. | 188 |
| A.1 | Description d'une orientation par les indices de Miller. | 191 |
| A.2 | Description d'une orientation par une figure de pôles. | 193 |
| A.3 | Description d'une orientation par une figure de pôles inverse. | 194 |
| A.4 | Description d'une orientation par les angles d'Euler. | 195 |
| B.1 | Détermination de la loi de comportement du matériau. | 202 |
| B.2 | Microtextures de l'échantillon A. | 203 |
| B.3 | Décomposition des distributions de α | 210 |
| B.4 | Effet des incertitudes de mesure sur les variabilités. | 212 |

| | | |
|-----|-----------------------------------------------------------------------|-----|
| C.1 | Modèle RSI : distributions des déformations. | 221 |
| D.1 | Modèle de microstructure employé pour la simulation EF. | 224 |
| D.2 | Angles de rotation : comparaison aux modèles de Taylor et EF. | 226 |
| D.3 | Axes de rotation : comparaison aux modèles de Taylor et EF. | 226 |
| D.4 | Dispersion intragranulaire : comparaison au modèle EF. | 227 |

Liste des tableaux

| | | |
|------|--------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| I.1 | Composantes de textures rencontrées en compression plane. | 11 |
| II.1 | Élaboration d'un échantillon tranché : gamme de polissage. | 38 |
| II.2 | Polissage électrolytique : liste des paramètres adoptés. | 39 |
| IV.1 | Tilts utilisés pour les analyses EBSD des échantillons A et B. | 80 |
| IV.2 | Influence de l'aspect froissé de la surface interne sur les orientations. | 82 |
| IV.3 | Influence de la surface interne sur les orientations des grains. | 86 |
| V.1 | Variabilité des dispersions aux différentes déformations. | 125 |
| V.2 | Stabilité des orientations initialement dans la fibre β : composantes. | 131 |
| V.3 | Convergence des orientations dans la fibre β : composantes. | 132 |
| VI.1 | Macrotextures : positions et intensités des composantes. | 150 |
| VI.2 | Stabilité des orientations ini. dans la fibre β : composantes ; simulations. | 166 |
| VI.3 | Convergence des orientations dans la fibre β : composantes ; simulations. | 169 |
| VI.4 | Comparaison des composantes finales des grains ; exp. vs simulation. | 170 |
| A.1 | Indices de Miller calculés à partir d'une matrice de rotation. | 192 |
| B.1 | Orientations moyennes des 207 grains de l'échantillon B. | 208 |

Introduction générale

La production des produits métalliques fait généralement intervenir des opérations de mise en forme par déformation plastique, que ce soit lors de la réalisation du matériau constituant (laminage, extrusion) ou de celle du produit fini (emboutissage). La mise en forme par déformation plastique modifie profondément la microstructure du matériau. Celle-ci influence les traitements thermomécaniques succédant, tels que la recristallisation, ou les propriétés mécaniques finales. L'optimisation des propriétés mécaniques nécessite de modifier les microstructures, ce qui requiert l'analyse et la modélisation de leurs évolutions.

La déformation plastique du polycristal est intimement liée aux mécanismes de déformation des grains. Le cristal constituant a un comportement anisotrope, et chaque grain a une orientation propre, évoluant sous l'effet de la déformation appliquée. Cela produit *in fine* une distribution non uniforme des orientations cristallines, c'est la « texture cristallographique ». Celle-ci est responsable de l'anisotropie des propriétés mécaniques du produit fini, mais aussi de sa formabilité. Il est donc naturel que les textures cristallographiques intéressent les industriels et scientifiques depuis longtemps.

Les premiers travaux, menés au début du vingtième siècle, ont permis d'identifier les mécanismes de déformation du cristal, consistant en des glissements sur des systèmes cristallographiques bien définis [1]. Depuis, les recherches ont été accompagnées d'importantes avancées concernant les outils tant expérimentaux, théoriques, que de simulation. Des dispositifs expérimentaux de laboratoire ont été développés pour pouvoir reproduire les modes de déformation rencontrés en industrie et contrôler précisément les conditions de déformation. En parallèle, des outils théoriques ont été proposés pour décrire quantitativement les textures à partir des mesures effectuées par diffraction des rayons X. De plus, dans les vingt dernières années, la méthode EBSD, utilisée dans un MEB, a connu un essor important, et a rendu possible l'analyse fine des microstructures sur de larges plages, sous la forme de cartographies d'orientations. Elle permet aujourd'hui de mener des analyses sur des régions allant de quelques dizaines de nanomètres à plusieurs centimètres, en effectuant plusieurs dizaines de mesures d'orientations par seconde. L'accroissement des capacités informatiques a également rendu possible des simulations de plus en plus fines de la déformation des polycristaux.

Les modes de déformation du cristal ont été étudiés préférentiellement sur des monocristaux, par exemple en compression plane [2, 3]. Cela a permis d'identifier les mécanismes mis en jeu, notamment la nature et les paramètres de glissement des systèmes de glissement, et d'étudier la rhéologie.

Dans un polycristal, les grains, du fait de leur comportement anisotrope, interagissent et se déforment différemment les uns des autres, en accord avec les conditions d'équilibre mécanique entre grains voisins. La transition d'échelle du monocristal au polycristal est donc une étape nécessaire à la prédiction de textures, et fait l'objet d'intenses recherches [4]. Alors que l'équilibre mécanique entre grains ne peut être respecté que par l'hétérogénéité des champs mécaniques en leur sein, des modèles simplifiés ont été proposés. Ils sont basés sur l'hypothèse de champs intragranulaires homogènes, et ils rendent compte de l'interaction intergranulaire selon différentes approches [5–7]. L'équilibre mécanique peut être assuré par l'utilisation de la méthode éléments finis [8], mais elle est d'utilisation excessivement lourde pour l'étude des textures [9].

L'étude expérimentale de l'interaction intergranulaire est très délicate, car il faut pouvoir suivre les grains au sein même de la matière au cours de la déformation. La démarche généralement adoptée pour évaluer les modèles est donc plutôt de confronter les textures prédites aux textures expérimentales. Cette approche s'avère relativement pauvre, car l'effet de l'interaction intergranulaire sur les rotations des grains individuels n'est évalué que globalement.

Une approche alternative consiste à observer les rotations des grains individuels dans un polycristal, et à les comparer aux rotations prédites. À ce jour, de telles études sont très rares. Certains auteurs ont employé des structures granulaires 2D, ce qui permet d'étudier certains phénomènes compte tenu des degrés de liberté restants, sans pour autant être assurément représentatif d'un cas réel [10, 11]. Le cas de polycristaux 3D a été abordé selon deux stratégies distinctes. La première consiste à utiliser un « échantillon tranché », initialement coupé en deux selon un plan médian, et à suivre la microstructure sur la surface ainsi créée au cours de la déformation [12, 13]. Cette approche a été appliquée à une déformation de 0.5. La seconde méthode consiste à suivre les grains par microscopie 3D par diffraction des rayons X, dans un synchrotron [14]. Si, dans le principe, il s'agit clairement de la meilleure méthode, il apparaît qu'elle est limitée en résolution et mode de déformation (aujourd'hui, traction de 6 %).

Nous avons choisi dans cette étude de suivre l'évolution de grains dans un « échantillon tranché » déformé en compression plane, par EBSD. Ceci semble en effet être la méthode la plus prometteuse pour le suivi de grains en grande déformation.

Ce document s'articule autour de six chapitres. La revue bibliographique (chapitre I) décrit tout d'abord les mécanismes de déformation du monocristal et du polycristal, ainsi que les modèles existants. Nous traitons ensuite des textures cristallographiques expérimentales et simulées. Nous décrivons enfin en détail les travaux existants concernant le suivi des rotations de grains dans un polycristal.

Les deux chapitres suivants (II et III) concernent l'exposé des outils utilisés dans cette thèse, tout d'abord du point de vue expérimental, puis de la description mathématique et de l'étude des microtextures.

Le chapitre IV est un chapitre de pré-résultats, destiné à évaluer et valider le cadre d'application de notre démarche expérimentale.

Nous présentons ensuite les résultats proprement dits. Le chapitre V comporte les résultats concernant les rotations des grains observées expérimentalement. Elles sont étudiées en termes de rotation moyenne, mais aussi en termes de dispersion intragranulaire, ou encore à l'échelle de la sous-structure. Le chapitre VI consiste en une comparaison des principales propriétés de rotation mises en évidence aux prédictions issues de modèles standards : modèle de Taylor ou modèle autocohérent, ou d'un modèle récent : le modèle RSI, développé au sein du laboratoire.

L'étude des textures de déformation est une thématique de recherche forte et historique de l'École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne. La présente thèse s'inscrit dans cette continuité, et fait suite à de nombreuses thèses parmi lesquelles celles de Maurice (1994) [15], Pérocheau (1999) [16] et Robert (2005) [17], et également à mon Master (2005) [18].

Chapitre -I-

Revue bibliographique

Sommaire

| | | |
|------------|---------------------------------------------------------------------|-----------|
| I.1 | Mécanique du cristal | 2 |
| I.1.1 | Cinématique du cristal | 3 |
| I.1.2 | Comportement rigide-plastique | 4 |
| I.1.3 | Comportement viscoplastique | 5 |
| I.2 | Mécanique du polycristal, modèles de transition d'échelles . | 6 |
| I.2.1 | Modèles de Taylor et modèle statique | 6 |
| I.2.2 | Modèles autocohérents | 7 |
| I.2.3 | Modèles Éléments Finis | 7 |
| I.2.4 | Modèles de type Taylor | 8 |
| I.3 | Textures cristallographiques | 10 |
| I.3.1 | Outils de description | 10 |
| I.3.2 | Textures observées | 12 |
| I.3.3 | Textures simulées | 14 |
| I.3.4 | Discussion | 16 |
| I.4 | Rotations cristallines de grains individuels | 17 |
| I.4.1 | Tôles à gros grains | 17 |
| I.4.2 | Échantillon tranché | 19 |
| I.4.3 | Microstructure colonnaire | 23 |
| I.4.4 | Microscopie 3D par diffraction des rayons X | 24 |
| I.4.5 | Discussion | 26 |
| I.5 | Bilan bibliographique et objectifs de la thèse | 28 |

Ce chapitre aborde en premier lieu la déformation plastique du cristal et du polycristal, et leurs descriptions respectives dans le cadre de la modélisation continue de la plasticité cristalline (sections I.1 et I.2). Nous abordons alors les travaux sur les textures cristallographiques, observées et prédites, en explicitant les différences (section I.3). La dernière partie consiste en une description détaillée des travaux existants sur l'étude des rotations cristallines à l'échelle du grain – travaux auxquels notre étude s'apparente (section I.4).

I.1 Mécanique du cristal

La déformation plastique d'un cristal s'opère le plus souvent par glissement de dislocations individuelles sur des systèmes cristallographiques particuliers [1]. Dans le cadre de la modélisation continue de la plasticité cristalline, dans lequel nous nous plaçons, ce phénomène est décrit en moyenne, à l'échelle des systèmes de glissements.

Les systèmes de glissements actifs sont généralement composés d'un plan dense et d'une direction dense. Pour l'aluminium comme pour les autres matériaux de structure cristalline cubique à faces centrées (CFC), ce sont, en déformation à froid (température ambiante), les douze systèmes octaédriques, $\{111\}\langle 110 \rangle$. Cependant, comme le glissement des dislocations est un phénomène thermiquement activé, d'autres systèmes peuvent être actifs à plus haute température. Pour l'aluminium, il a été montré qu'à des températures homologues (T/T_f) supérieures à 0.6, les systèmes non octaédriques $\{100\}$ et $\{110\}\langle 110 \rangle$ sont aussi actifs [2, 3].

La description formelle de la déformation plastique du cristal est établie depuis de nombreuses années et largement décrite dans la littérature. Les formulations rencontrées dépendent toutefois du contexte d'utilisation (petites ou grandes déformations), de la méthode de résolution du problème (modèles de type Taylor, modèle Éléments Finis, ...), ainsi que du choix du référentiel. Pour les modèles de type Taylor appliqués aux grandes déformations, cadre d'étude qui nous concerne plus particulièrement, Van Houtte fournit dans ses articles des descriptions détaillées et pédagogiques [7, 19]. (On la retrouve également dans mon rapport de Master [18] qui constitue une base logique de cette partie.) Un gradient de vitesse connu est imposé à tout élément de volume (monocristallin) du milieu considéré. L'objectif est d'obtenir *in fine* une loi d'évolution de l'orientation cristallographique. La résolution du système fait intervenir une *loi d'évolution cinématique* et un *principe énergétique*. Nous nous plaçons, pour sa formulation, dans le référentiel du polycristal.

Dans ce chapitre, $\underline{\mathbf{a}}$ et $\underline{\mathbf{a}}$ représentent un vecteur et un tenseur du second ordre, respectivement, et $:$ et \otimes représentent les produits contracté et dyadique.

I.1.1 Cinématique du cristal

Le gradient de vitesse $\underline{\underline{L}}$ peut être décomposé comme suit,

$$\underline{\underline{L}} = \underline{\underline{\Omega}}^r + \underline{\underline{L}}^p \quad (\text{I.1})$$

$\underline{\underline{L}}$ est imposé, et les termes de droite sont inconnus. $\underline{\underline{\Omega}}^r$ est le tenseur de rotation du réseau cristallin (tenseur antisymétrique) – que nous souhaitons déterminer, et $\underline{\underline{L}}^p$ est la contribution à $\underline{\underline{L}}$ due à la déformation plastique. $\underline{\underline{L}}^p$ peut être exprimé en fonction des glissements sur les systèmes cristallographiques.

Un *système de glissement* s peut être décrit par la normale au plan de glissement $\underline{\mathbf{n}}^s$ et la direction de glissement $\underline{\mathbf{b}}^s$ (vecteur de Burgers normé). On définit à partir de ces propriétés le *tenseur de Schmid* : $\underline{\underline{T}}^s = \underline{\mathbf{b}}^s \otimes \underline{\mathbf{n}}^s$. De plus, la *vitesse de glissement* est notée $\dot{\gamma}^s$ et la *cission résolue* τ^s .

$\underline{\underline{L}}^p$ peut être exprimé comme une combinaison linéaire des glissements sur les N systèmes cristallographiques potentiels,

$$\underline{\underline{L}}^p = \sum_{s=1}^N \underline{\underline{T}}^s \dot{\gamma}^s \quad (\text{I.2})$$

L'expression de $\underline{\underline{L}}$ devient donc,

$$\underline{\underline{L}} = \underline{\underline{\Omega}}^r + \sum_{s=1}^N \underline{\underline{T}}^s \dot{\gamma}^s \quad (\text{I.3})$$

Il est possible de s'affranchir des termes représentant des rotations en ne considérant que la partie symétrique; l'expression résultante est celle du *tenseur vitesse de déformation* $\dot{\underline{\underline{E}}}$,

$$\dot{\underline{\underline{E}}} = \sum_{s=1}^N \underline{\underline{M}}^s \dot{\gamma}^s \quad (\text{I.4})$$

où $\underline{\underline{M}}^s = \frac{1}{2}(\underline{\underline{T}}^s + \underline{\underline{T}}^{sT})$ est le *tenseur de Schmid symétrisé*. Les seules inconnues restantes sont donc les $\dot{\gamma}^s$ qui, une fois déterminées, permettent de calculer le tenseur de rotation du réseau cristallin $\underline{\underline{\Omega}}^r$ via l'équation I.3.

L'équation I.4 représente en fait un système de cinq équations (nombre de variables indépendantes de $\dot{\underline{\underline{E}}}$), pour N inconnues : les valeurs des $\dot{\gamma}^s$. Pour accommoder une déformation plastique arbitraire, il faut donc au moins cinq systèmes activables indépendamment. Comme nous l'avons signalé précédemment, pour l'aluminium (et plus généralement pour les matériaux CFC), il y a (au moins) douze systèmes activables indépendamment, si bien que les vitesses de glissement sur les systèmes ne peuvent pas être déterminées de façon unique. Il est nécessaire de disposer d'un critère supplémentaire; il est de nature *énergétique* et fait intervenir la *loi de comportement* du matériau.

I.1.2 Comportement rigide-plastique

Le *comportement rigide-plastique* est généralement observé à basse température. Le critère d'activation des systèmes de glissement est le *critère de Schmid* : un système de glissement est actif ($\dot{\gamma}^s \neq 0$) si et seulement si sa cission résolue τ^s est égale à la cission résolue critique τ_c^s (indépendante de la vitesse de déformation). En termes mathématiques,

$$\begin{cases} \tau^s - \tau_c^s & \leq 0 \\ \dot{\gamma}^s & \geq 0 \\ (\tau^s - \tau_c^s) \dot{\gamma}^s & = 0 \end{cases} \quad (\text{I.5})$$

La cission résolue τ^s peut être reliée à la *contrainte déviatorique* $\underline{\sigma}'$ via la *loi de Schmid*,

$$\tau^s = \underline{M}^s : \underline{\sigma}' \quad (\text{I.6})$$

La combinaison du critère et de la loi de Schmid constitue la *loi de Schmid généralisée*.

a) La théorie de Taylor-Bishop-Hill

Taylor d'une part, et Bishop et Hill d'autre part, ont formulé des principes énergétiques différents, mais équivalents.

En 1938, Taylor propose que, parmi toutes les combinaisons possibles pour les $\dot{\gamma}^s$, celle à choisir est telle que la puissance interne dissipée par le glissement est minimale,

$$P^{int} = \sum_{s=1}^N \tau_c^s |\dot{\gamma}^s| \quad \text{minimale} \quad (\text{I.7})$$

En 1951, Bishop et Hill utilisent la loi de Schmid généralisée pour construire la surface de plasticité du cristal dans l'espace des contraintes déviatoriques (de dimension 5), le *polyèdre de Bishop et Hill* (cas des CFC, systèmes $\{111\}\langle 110 \rangle$). Ils appliquent ensuite le principe de la puissance maximale pour déterminer la contrainte $\underline{\sigma}'$ correspondant à la déformation $\dot{\underline{E}}$ imposée. L'expression de la puissance est,

$$P^{ext} = \underline{\sigma}' : \dot{\underline{E}} \quad \text{maximale} \quad (\text{I.8})$$

Puisque la puissance extérieure, « fournie » au volume, est entièrement dissipée par glissement sur les systèmes cristallographiques, nous avons $P^{int} = P^{ext}$. De plus, Bishop et Hill ont montré que leur approche était équivalente à celle de Taylor ; elle est donc généralement dénommée la *théorie de Taylor-Bishop-Hill*.

Parmi ces deux options, il est souvent plus commode de maximiser la puissance de déformation extérieure, c.-à-d. de rechercher la contrainte $\underline{\sigma}'$. Comme la surface de plasticité est un polyèdre dont les faces sont planes, l'état de contrainte $\underline{\sigma}'$ se trouve sur un sommet (dans le cas général) ; il suffit donc de chercher le sommet correspondant. Les systèmes potentiellement actifs peuvent ensuite être identifiés via la loi de Schmid généralisée (équations I.5 et I.6), et les glissements correspondants calculés via l'équation I.4, moyennant éventuellement les hypothèses complémentaires pour lever les indéterminations (sous-section b)). La rotation du cristal peut ensuite être obtenue via l'équation I.3.

b) Indéterminations cinématiques

Lorsque plusieurs τ_c^s sont égaux, bien que l'état de contrainte puisse être déterminé de façon unique, plus de 5 systèmes sont activables (6 ou 8 pour les CFC), et il n'est donc pas possible de déterminer les glissements de façon unique. C'est ce que l'on nomme l'*indétermination cinématique*. Ce cas est problématique, car les différentes combinaisons de glissements possibles conduisent à des *vitesse de rotation* $\tilde{\Omega}^r$ différentes. Dans la pratique, ce cas est fréquemment considéré, par exemple pour l'aluminium, qui présente un écrouissage quasi isotrope [20].

Au cours des dernières décennies, des méthodes ont été proposées pour lever ces indéterminations [19], par exemple : considérer la moyenne de toutes les solutions obtenues, considérer une solution au hasard, maximiser le glissement primaire, etc. Renouard et Wintenberger [21] propose en quelque sorte d'étendre la théorie de Taylor-Bishop-Hill en minimisant la puissance interne au second ordre. Cette approche a par ailleurs reçu une validation expérimentale pour la rotation cristalline [10], et c'est celle que nous utilisons.

I.1.3 Comportement viscoplastique

Le comportement viscoplastique est généralement observé à haute température. La vitesse de déformation influence le comportement mécanique, ce qui est souvent traduit par une loi puissance entre la vitesse de glissement $\dot{\gamma}^s$ et la cission résolue τ^s , par exemple,

$$\dot{\gamma}^s = \dot{\gamma}_0 \left| \frac{\tau^s}{\tau_0} \right|^{1/m} \text{sgn}(\tau^s) \quad (\text{I.9})$$

où m est la sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation, et $\dot{\gamma}_0$ et τ_0 des grandeurs de référence de la dimension d'une vitesse de glissement et d'une cission résolue, respectivement.

Cette loi bijective entre cission résolue et glissement permet de résoudre le problème sans ambiguïtés. En substituant $\dot{\gamma}^s$ par son expression (équation I.9) dans l'équation I.4, et compte tenu de la loi de Schmid (équation I.6), le problème est réduit à un système de cinq équations (les cinq composantes indépendantes de $\dot{\tilde{\mathbf{E}}}$) et cinq inconnues (les cinq composantes indépendantes de $\tilde{\boldsymbol{\sigma}}'$),

$$\dot{\tilde{\mathbf{E}}} = \sum_{s=1}^N \tilde{\mathbf{M}}^s \dot{\gamma}_0 \left(\frac{\tilde{\mathbf{M}}^s : \tilde{\boldsymbol{\sigma}}'}{\tau_0} \right)^{1/m} \quad (\text{I.10})$$

Ce système d'équations non linéaires peut être résolu par une approche itérative (par exemple l'algorithme de Newton-Raphson) avec comme estimation initiale la solution du problème rigide-plastique associé.

Pour une valeur relativement faible de m (de l'ordre de 0.03), les résultats obtenus sont proches de ceux correspondant au comportement rigide-plastique. Des auteurs préfèrent alors utiliser le comportement viscoplastique même en déformation à froid afin d'éviter les ambiguïtés du problème de Taylor-Bishop-Hill [19].

I.2 Mécanique du polycristal, modèles de transition d'échelles

Dans un agrégat polycristallin soumis à une déformation, les grains (initialement monocristallins) tendent à se déformer différemment les uns des autres du fait de leur comportement anisotrope et des différences d'orientations. Cependant, l'équilibre mécanique impose qu'il y ait, au sein du polycristal et plus particulièrement aux joints de grains, compatibilité des contraintes et des déformations, c.-à-d. continuité du vecteur contrainte et du vecteur déplacement (en l'absence d'endommagement). Ceci résulte en des hétérogénéités de déformation au sein du polycristal et au sein des grains individuels. La déformation d'un grain est donc conditionnée non seulement par sa réponse propre à la sollicitation imposée, mais aussi par celles des grains voisins.

Une étape obligée de la modélisation de la déformation du polycristal est donc la transition d'échelle du monocristal au polycristal, permettant de relier la déformation d'un grain à celle du polycristal. Au cours des dernières décennies, divers modèles ont été proposés. On distingue les modèles extrémaux (modèle de Taylor et modèle statique) qui traitent les grains indépendamment, des modèles prenant en compte l'interaction intergranulaire, tels que les modèles autocohérents ou éléments finis, ou encore les modèles spécialement conçus pour la prédiction de textures, dérivés du modèle de Taylor.

Cette section vise à présenter les principes de ces modèles, en soulignant leurs effets sur les champs mécaniques (contrainte et déformation). Leur efficacité pour la prédiction de textures est discutée en section I.3.

I.2.1 Modèles de Taylor et modèle statique

Dans le cas du *modèle de Taylor*, proposé en 1938, le gradient de vitesse \underline{L} est supposé uniforme au sein du polycristal. En tout lieu, il est donc égal à celui imposé au polycristal. Pour tout grain, la vitesse de déformation $\dot{\underline{E}}$ est donc connue, tandis que la rotation du cristal $\underline{\Omega}^r$ peut varier puisqu'elle dépend de l'orientation cristalline. À noter que la réponse d'un tel modèle est une borne supérieure pour la puissance de déformation. Pour ce qui est de l'équilibre mécanique, ce modèle assure a fortiori la compatibilité des déformations, mais, puisque les contraintes varient d'un grain à l'autre, la compatibilité des contraintes n'est pas respectée.

Honneff et Mecking [22] ont proposé des variantes du modèle de Taylor, dits *modèles de Taylor à contraintes relâchées*, dont le principe est d'assouplir l'hypothèse de Taylor. Dans le cas de modes de déformation imposant aux grains des formes aplaties ou allongées, les auteurs proposent de « relâcher » certaines composantes de cisaillement, c.-à-d. de laisser les grains se déformer librement selon ces composantes (condition de contrainte nulle). Par exemple, pour le cas du laminage, les grains ont une taille plus importante dans la direction de laminage que dans la direction de compression, voire la direction transverse

(longueur \gg largeur \gg épaisseur). Il est alors proposé de relâcher en premier lieu la composante L_{13} , ce qui correspond au modèle « lath », voire également la composante L_{23} , ce qui correspond au modèle « pancake ».

Le *modèle statique*, proposé en 1949, est le dual du modèle de Taylor : la contrainte est supposée uniforme dans le polycristal (et égale à la contrainte imposée au polycristal), tandis que le gradient de vitesse peut varier de grain à grain. Cette approche constitue une borne inférieure pour la puissance de déformation. Elle assure a fortiori la compatibilité des contraintes, mais la compatibilité des déformations n'est pas respectée.

Dans un souci de clarification, nous pouvons ici souligner que, pour les matériaux CFC, les modèles de Taylor fournissent des textures voisines des textures expérimentales, ce qui n'est pas le cas du modèle statique. C'est pourquoi les modèles de Taylor constituent la base du développement de modèles plus élaborés, décrits en sous-section I.2.4.

I.2.2 Modèles autocohérents

L'approche autocohérente a des applications variées en mécanique des milieux hétérogènes. L'hypothèse fondamentale consiste à considérer que chaque grain est une inclusion ellipsoïdale dans un Milieu Homogène Equivalent (MHE), dont le comportement est le comportement moyen du polycristal. Puisque le voisinage de chaque grain représente l'ensemble du polycristal, l'interaction intergranulaire est dite *globale*. Cette approche a été appliquée pour la première fois par Kröner en 1961, dans le cas d'un comportement élastique. La résolution du problème est alors directement fondée sur le problème de l'inclusion d'Eshelby, selon lequel les champs mécaniques et a fortiori l'orientation sont homogènes au sein de l'inclusion (l'équilibre mécanique entre inclusion et MHE étant respecté).

Dans le cas d'un comportement non-linéaire (par ex. viscoplastique), le problème de l'inclusion d'Eshelby ne peut pas être exploité directement, car la déformation au sein de l'inclusion n'est en général plus homogène. Des modèles adaptées à l'élasto-viscoplasticité et aux grandes déformations ont été proposés par Molinari *et al.* [23] et Lebensohn et Tomé [5]. Lebensohn et Tomé sont d'ailleurs les auteurs des logiciels EPSC et VPSC (Elasto-Plastic et Visco-Plastic Self Consistent) [24,25], utilisés dans cette thèse et constituant des standards *de facto* pour les prédictions de textures.

Ces modèles où chaque grain est considéré plongé dans le MHE sont dits *1-site*. Des modèles où plusieurs grains sont considérés simultanément, dits *N-sites*, ont également été proposés (par ex. [26]). Ils restent toutefois moins utilisés.

I.2.3 Modèles Éléments Finis

Comme l'approche autocohérente, l'approche Éléments Finis (EF) est employée pour diverses applications en mécanique des matériaux hétérogènes. Elle est appliquée à la prédiction de textures cristallographiques de deux façons différentes.

La première stratégie est de représenter chaque grain par un élément fini, ou même un point d'intégration dans un maillage à éléments cubiques [27–30]. L'objectif visé est alors d'introduire une interaction intergranulaire *locale*, où l'équilibre mécanique est respecté au sens des éléments finis. Par contre, les champs mécaniques et l'orientation ne varient pas (ou peu) au sein des grains.

La seconde stratégie consiste à discrétiser finement les grains pour rendre compte des hétérogénéités intragranulaires en contrainte, déformation, et orientation. La première étude de ces hétérogénéités est due à Barbe *et al.* [8, 31] pour un polycristal de nickel en petites déformations. Cette méthode reste très rarement utilisée pour l'étude des textures [9, 32, 33], car le nombre de grains élevé et les grandes déformations rendent les simulations extrêmement coûteuses en temps de calcul et en mémoire requise.

I.2.4 Modèles de type Taylor

Au cours des quinze dernières années, de nombreux auteurs ont développé des modèles spécialement dédiés à la prédiction de textures de déformation. Ces modèles dérivent du modèle de Taylor ; ils conservent l'hypothèse de champs intragranulaires homogènes, mais visent à prendre en compte l'interaction intergranulaire de manière simplifiée ; ils sont dits *modèles de type Taylor*. Cela a conduit à une collection assez importante de modèles [7, 30, 32, 34–36], dont un grand nombre sont par ailleurs d'origine européenne. Nous restreignons ici notre description aux modèles les plus connus. Notre laboratoire s'inscrit également dans ces développements via un modèle qui sera décrit plus précisément par la suite [37, 38].

a) Modèle de Sarma et Dawson

Sarma et Dawson ont proposé en 1996 le premier modèle de type Taylor [32]. Ce modèle intègre l'interaction intergranulaire en intervenant sur les complaisances des grains. Il est appliqué au cas d'un comportement viscoplastique. Il fait intervenir les étapes suivantes :

1. La *complaisance* de chaque grain \mathcal{S}^g est calculée en réécrivant l'équation I.10 sous la forme : $\dot{\mathbf{E}} = \mathcal{S}^g \boldsymbol{\sigma}'$.
2. La *complaisance relative* de chaque grain \mathcal{Q}^g est tout d'abord définie par rapport à la moyenne des complaisances des grains voisins (en nombre n) : $\mathcal{Q}^g = \mathcal{S}^g \langle \mathcal{S}^g \rangle_n^{-1}$. Puis, pour satisfaire l'égalité de la moyenne de la déformation des grains à la déformation macroscopique, elle est ensuite normée par rapport à la moyenne des complaisances relatives de l'ensemble des grains, ce qui conduit à l'opérateur $\mathcal{P}^g = \mathcal{Q}^g \langle \mathcal{Q}^g \rangle^{-1}$.
3. L'état de déformation effectivement subi par chaque grain est ensuite calculé par $\dot{\mathbf{E}}^g = \mathcal{P}^g \dot{\mathbf{E}}^M$ où $\dot{\mathbf{E}}^M$ est la déformation appliquée au polycristal.
4. La composante de rotation $\dot{\mathbf{\Omega}}^g$ ne peut pas être obtenue selon le même schéma, mais il apparaît dans les simulations EF que leurs variations sont du même ordre

de grandeur que celles des composantes de déformation [6]. Les auteurs proposent de lier son écart par rapport à la valeur appliquée $\tilde{\Omega}^M$ à l'écart entre $\tilde{\mathbf{E}}^g$ et $\tilde{\mathbf{E}}^M$. La loi est ajustée par rapport aux résultats des simulations EF.

b) Modèles Lamel et ALamel

Le modèle Lamel [30, 39] dérive des modèles de Taylor à contraintes relâchées et s'applique également au cas de grains aplatis ou allongés, rencontrés en laminage. Des multicristaux composés de deux grains sont considérés. Les deux grains de forme parallélépipédique partagent une face commune de normale DN, voir figure I.1. La déformation moyenne du multicristal est égale à la déformation macroscopique, mais pour les grains lui appartenant, les cisaillements sont relâchés¹. De cette manière, la compatibilité des déformations est assurée au joint de grains.

Le modèle ALamel (« Advanced Lamel ») [7] est une amélioration du modèle précédent, permettant de le rendre applicable à tout mode de déformation. L'interaction décrite précédemment est appliquée non pas à des multicristaux, mais à chaque joint de grains. En chaque joint de grains, le gradient de vitesse macroscopique est imposé à l'ensemble des deux zones de part et d'autre du joint et la compatibilité des contraintes est respectée. Avec ce modèle, les grains eux-mêmes sont donc divisés en plusieurs zones pouvant avoir des champs mécaniques (contrainte et déformation) et orientations différents.

c) Modèle GIA

Le modèle GIA [35, 40] est assez proche du modèle Lamel. Des multicristaux constitués de huit grains de forme parallélépipédique sont considérés (deux grains dans chaque direction de l'espace). Comme pour le modèle Lamel, le gradient de vitesse macroscopique est imposé au multicristal, et les cisaillements sont relâchés pour les grains individuels. La différence principale est que les incompatibilités de déformation présentes au sein du multicristal sont prises en compte par un terme énergétique de pénalisation associé aux dislocations géométriquement nécessaires. Ce modèle fait par conséquent intervenir des paramètres physiques propres au matériau, tels que le vecteur de Burgers.

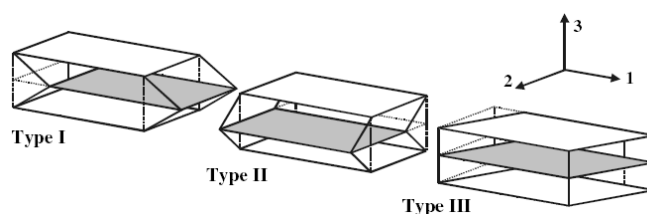


Fig. I.1 : Modèle Lamel : les deux grains considérés ont une face de normale DN commune. Les trois schémas illustrent les relâchements des cisaillements autorisés. D'après [7].

¹La composante de cisaillement 12 est un cas particulier, voir le détail du modèle [30].

I.3 Textures cristallographiques

Au cours des dernières décennies, de nombreux travaux ont été menés sur les textures cristallographiques. Du fait des problématiques industrielles, ces travaux concernent pour la plupart la mise en forme par laminage à chaud de matériaux de structures cristallines cubiques, voire plus particulièrement des alliages d'aluminium. Néanmoins, pour une structure cristallographique donnée (par exemple CFC), tous les matériaux présentent des textures cristallographiques familières, la variable physique influant étant l'énergie de faute d'empilement [41]. Il est même possible de faire le lien entre les textures des CFC et des CC [42].

Malgré cela, ce n'est qu'au cours des années 1980 que des études quantitatives des textures et des effets des paramètres de déformation ont vu le jour. Tout d'abord, des outils mathématiques pour la description quantitative des textures ont été proposés : le calcul de Fonction de Distribution des Orientations Cristallines (FDOC). Par ailleurs, des dispositifs expérimentaux de laboratoire visant à reproduire les modes de déformation industriels ont été mis en place, notamment les dispositifs de compression plane pour modéliser le laminage industriel. De plus, l'accroissement des capacités informatiques a permis la prédiction de textures, et la comparaison de ces dernières aux textures observées.

I.3.1 Outils de description

a) Composantes de textures et fibres

Les textures cristallographiques correspondent généralement à une distribution préférentielle d'orientations autour d'orientations discrètes particulières, les *composantes de texture*. Celles couramment rencontrées dans le cas de matériaux CFC déformés en compression plane ou laminage sont listées dans le tableau I.1.

Il est parfois plus commode de se référer à des lignes dans l'espace des orientations, pouvant être définies par une rotation autour d'un axe fixe, dénommées *fibres d'orientations* [43]. Dans le cas de matériaux CFC, les deux fibres présentes sont dénommées α et β . La fibre α comprend les orientations qui ont une direction $\langle 011 \rangle$ parallèle à DN : Goss $\{110\}\langle 001 \rangle$ et Laiton $\{110\}\langle 112 \rangle$. La fibre β , moins symétrique, comprend les orientations Cuivre $\{112\}\langle 111 \rangle$, S $\{123\}\langle 634 \rangle$ et Laiton $\{110\}\langle 112 \rangle$, et est la fibre principale.

b) Figure de pôles

La méthode historique de représentation des textures est la figure de pôles (voir une description en sous-section A.1.3), et elle est aujourd'hui encore très utilisée. Ceci est dû au fait que la méthode expérimentale originelle pour la mesure de textures, la *diffraction des rayons X*, caractérise la distribution des *pôles* et non des orientations (voir par exemple [42] pour une description détaillée). Une distribution non uniforme sur la figure de pôles dénote

| Nom | Indices de Miller |
|---------|-----------------------------------------|
| S1 | $\{123\}\langle 6\bar{3}4\rangle$ |
| S2 | $\{123\}\langle \bar{6}34\rangle$ |
| S3 | $\{12\bar{3}\}\langle 634\rangle$ |
| S4 | $\{12\bar{3}\}\langle \bar{6}34\rangle$ |
| Laiton1 | $\{110\}\langle 1\bar{1}2\rangle$ |
| Laiton2 | $\{110\}\langle \bar{1}12\rangle$ |
| Cuivre1 | $\{112\}\langle 11\bar{1}\rangle$ |
| Cuivre2 | $\{112\}\langle \bar{1}\bar{1}1\rangle$ |
| Goss | $\{110\}\langle 001\rangle$ |
| Cube | $\{001\}\langle 100\rangle$ |

Tab. I.1 : Composantes de textures rencontrées dans les matériaux CFC déformés en compression plane (ou laminage).

l'existence d'une distribution non uniforme des orientations cristallines.² Toutefois, il est en fait nécessaire de disposer de deux figures de pôles complémentaires pour décrire une distribution d'orientations, via la fonction de distribution des orientations cristallines.³

c) Fonction de distribution des orientations cristallines

La *fonction de distribution des orientations cristallines* (FDOC, ODF en anglais) est l'outil mathématique qui décrit la distribution des orientations quantitativement. Elle est couramment notée $f(g)$ où g représente l'orientation, et est définie par,

$$f(g) dg = \frac{dV_g}{V} \quad (\text{I.11})$$

où V est le volume de l'espace des orientations et dV_g le volume d'orientations dans l'élément de volume dg centré sur g . Une propriété particulière de $f(g)$ est d'avoir une moyenne égale à 1 ; une distribution uniforme d'orientations a donc une FDOC constante égale à 1.

La FDOC peut être obtenue par *inversion de figures de pôles*, étape obligée lors d'une caractérisation de textures par diffraction des rayons X [42]. Elle peut également être calculée à partir d'orientations discrètes en représentant chaque orientation par une distribution continue, généralement gaussienne. La FDOC est habituellement calculée dans l'espace d'Euler $(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$ (voir sous-section A.2.1), en appliquant la méthode des harmoniques

²À noter qu'à une distribution uniforme sur une figure de pôles ne correspond pas nécessairement une distribution uniforme des orientations, voir [44].

³Il est alors possible de calculer la FDOC jusqu'au rang $l_{max} = 22$ de sa décomposition en harmoniques sphériques. D'un point de vue théorique, une infinité de figures de pôles sont nécessaires pour calculer une FDOC de manière exacte.

sphériques [42, 45]. Une méthode directe peut également être employée en contrepartie d'un temps de calcul plus important [46].

Pour la représentation graphique de la FDOC dans l'espace d'Euler, les trois angles sont portés sur trois axes orthogonaux, et on effectue un ensemble de coupes selon des plans à φ_2 constant (généralement par pas de 5°). Les propriétés de symétrie de l'échantillon et du cristal conduisent à une réduction du volume nécessaire de l'espace d'Euler. Dans le cas nous concernant d'un matériau de structure cristalline cubique et d'un échantillon de symétrie orthotrope, on emploie généralement le domaine $(\varphi_1, \phi, \varphi_2) \in [0, 90[$ [47, 48].⁴ Une FDOC est illustrée en figure I.2.

I.3.2 Textures observées

Pour un matériau et une déformation donnés, les intensités de la FDOC le long des fibres dépendent des paramètres de déformation que sont la température et la vitesse de déformation. Les études systématiques de l'influence de ces paramètres restent toutefois rares.

L'un des premiers travaux quantitatifs pour les CFC est dû à Hirsch et Lücke [46]. Les auteurs ont décrit en grand détail les textures de déformation d'un alliage de Cu-(0 à 30%)Zn déformé en laminage à froid. L'effet du Zn, affectant l'énergie de faute d'empilement du matériau, est clairement mis en évidence : par exemple, pour une déformation logarithmique⁵ de 0.9, la distribution des orientations le long de la fibre β tendant à être uniforme pour le Cu pur, est fortement répartie sur la composante Laiton pour les forts taux de Zn.

Maurice et Driver [49] ont étudié les effets de la température et de la vitesse de déformation sur les textures pour des alliages d'aluminium. Ils sont illustrés en figure I.2. Après déformation de 1.5 à froid, la texture est principalement constituée de la fibre β , avec une répartition sur les différents composants approximativement uniforme. Lorsque la déformation est appliquée à chaud (par ex. 400°C), d'une part la texture est plus intense, et d'autre part, la composante Laiton devient prédominante. La composante Cube est également affectée : quasiment absente à froid, elle est légèrement développée à chaud. Les auteurs attribuent cette augmentation de la proportion des composants Laiton et Cube à la présence de glissement sur des systèmes non octaédriques, hypothèse qu'ils valident par une étude sur des monocristaux. Pour ce qui est de la vitesse de déformation, il est mis en évidence qu'une vitesse de déformation inférieure conduit à une texture plus intense.

⁴Ce domaine n'est pas le domaine de volume minimal et contient en fait trois fois chaque orientation, mais il présente l'avantage d'être cubique.

⁵Dans toute l'étude, les déformations sont les déformations logarithmiques.

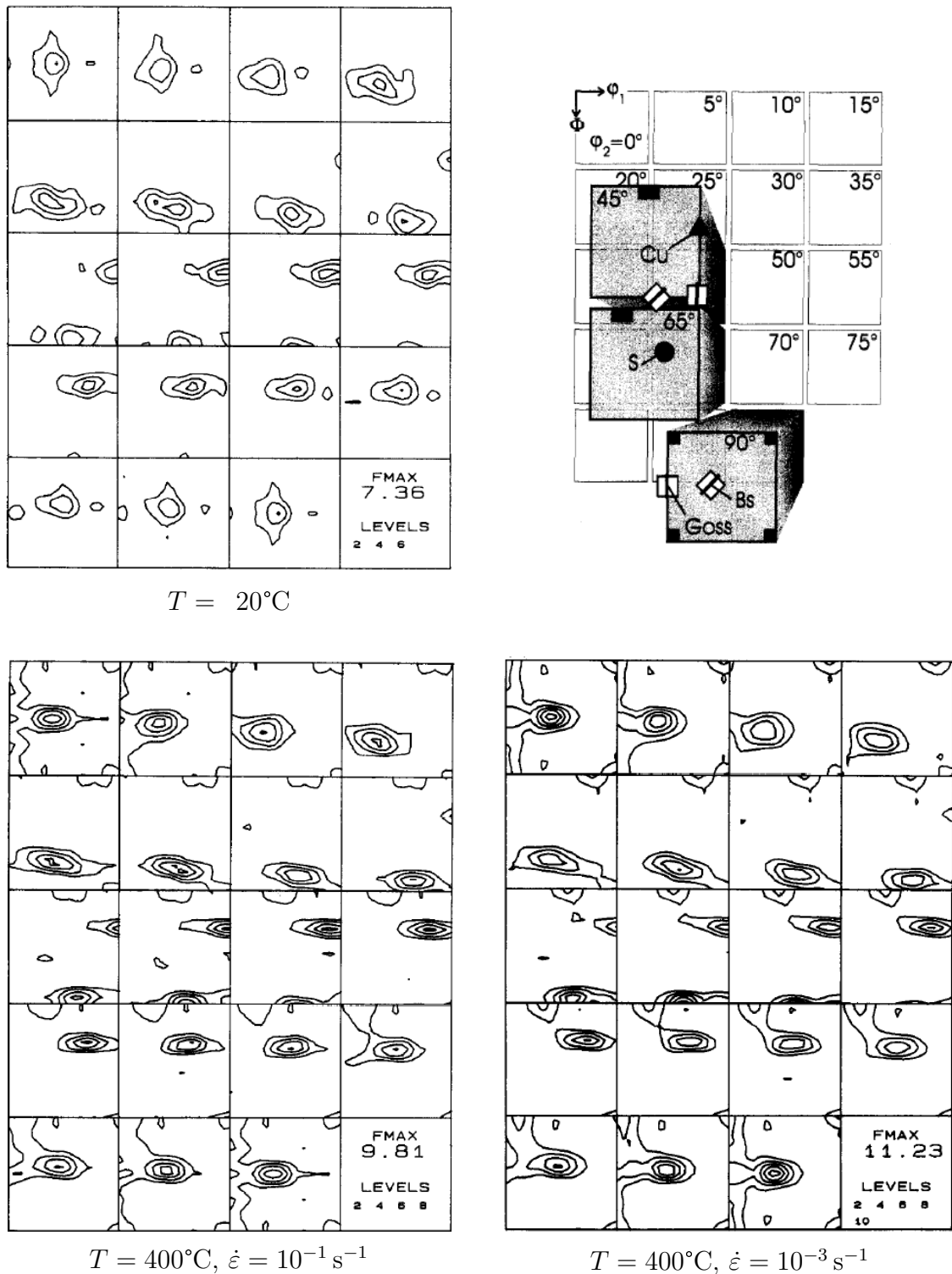


Fig. I.2 : Textures de compression plane expérimentales d'un alliage d'aluminium Al-1%Mn-1%Mg à $\epsilon = 1.5$, d'après [49]. Influence de la température et de la vitesse de déformation. La légende indique les positions des principales composantes de texture.

I.3.3 Textures simulées

Nous présentons ici les principales caractéristiques des prédictions de textures fournies par les modèles décrits en section I.2.

a) Modèles de Taylor, modèle statique et modèle autocohérent

Les prédictions des modèles de Taylor et du modèle statique ont fait l'objet de comparaisons exhaustives aux résultats expérimentaux. Il fait aujourd'hui consensus que les modèles de Taylor fournissent, au moins pour les matériaux CFC, des prédictions correctes d'un point de vue *qualitatif*, entendu au sens où la répartition des orientations se fait bien sur la fibre principale, β . Par contre, les prédictions ne sont pas satisfaisantes d'un point de vue *quantitatif* : d'une part la répartition entre les différentes composantes est généralement insatisfaisante, et, d'autre part, les intensités de FDOC sont largement surestimées. Pour ce qui est du modèle statique, il ne fournit pas de prédictions satisfaisantes. Les travaux de Hirsch et Lücke [50] illustrent ces différents points.

Maurice et Driver ont appliqué les modèles de Taylor et le modèle autocohérent de Lebensohn et Tomé au cas expérimental de déformation à chaud présenté à la section précédente [51]. Les FDOC obtenues sont illustrées en figure I.3. ⁶ Il apparaît tout d'abord que l'intensité moyenne des composantes de la fibre β est largement surestimée. Ensuite, au sein de la fibre β , la composante Laiton est sous-estimée par rapport aux composantes Cuivre et S. Sur ces deux points, le modèle autocohérent fournit des résultats légèrement plus satisfaisants que le modèle de Taylor. Une étude comparative similaire entre modèle de Taylor et modèle autocohérent a été menée par Harren [52]. Il apparaît également que les deux modèles fournissent des résultats voisins.

b) Modèles Éléments Finis

En 1998, Bachu et Kalidindi appliquent la méthode Éléments Finis au cas de la compression plane d'un alliage de cuivre [28]. Le maillage employé est 2D ou 3D, et chaque grain est représenté par un élément ou un point d'intégration. La déformation appliquée est de 1.2. Les textures prédites sont comparées à celles fournies par le modèle de Taylor et aux résultats expérimentaux de Hirsch et Lücke [46]. L'étude de la sensibilité des résultats aux paramètres du maillage met en évidence de fortes variations sur les textures prédites, et les auteurs concluent à la nécessité d'utiliser une modélisation 3D. Par rapport au modèle de Taylor, les résultats obtenus ici sont en bien meilleur accord qualitatif avec les résultats expérimentaux, avec une répartition des orientations presque uniforme le long de la fibre β .

Zhao *et al.* [9] ont étudié en détail l'influence de la densité du maillage sur les champs intragranulaires et les prédictions de textures. La déformation considérée est ici de 0.7.

⁶Noter tout de même que la déformation est ici de 2.

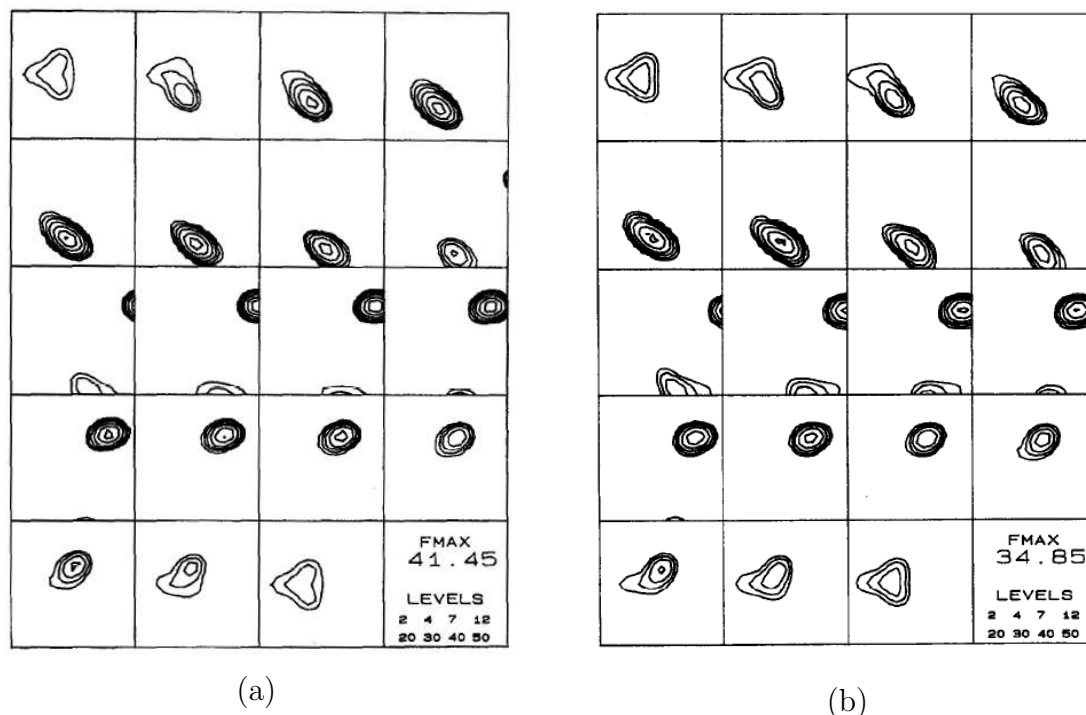


Fig. I.3 : Textures de compression plane simulées d'un alliage d'aluminium (systèmes octaédriques seuls, comportement viscoplastique avec $m = 0.1$) à $\varepsilon = 2.0$ [51]. (a) Modèle de Taylor FC, (b) modèle autocohérent (VPSC).

Les grains sont représentés par des octaèdres tronqués discrétisés en 192, 1536 et 12288 éléments, successivement. Les auteurs montrent que le niveau de discrétisation intragranulaire affecte largement les résultats et ils constatent une convergence pour les niveaux de discrétisation les plus élevés. Les résultats sont en bon accord avec les expériences menées sur le cuivre [46]. Néanmoins, dans l'attente de techniques de remaillage encore balbutiantes, la distorsion excessive des éléments au cours de la déformation interdit de mener de telles simulations à des taux de déformation tels que ceux rencontrés en mise en forme industrielle.

c) Modèles de type Taylor

En 2005, Van Houtte *et al.* appliquent différents modèles au cas d'un alliage d'aluminium AA1200 laminé à froid à une déformation de 3 [7]. Les modèles testés sont : Taylor et Taylor à contraintes relâchées, autocohérent, éléments finis (un élément par grain) et GIA. Pour la comparaison, les auteurs définissent un critère basé sur les FDOC : $\int [f_{exp}(g) - f_{sim}(g)]^2 dg / \int f_{exp}^2(g) dg$, les intégrales étant calculées sur tout l'espace des orientations. Une valeur de 0 signifie que les FDOC sont identiques. Selon ce critère, les performances des modèles Lamel, ALamel et GIA sont meilleures que celles du modèle de Taylor et du modèle autocohérent. Elles sont par ailleurs proches de celles du modèle Él-

ments Finis (un élément par grain), modèle référence pour les auteurs. Toutefois, les profils d'intensité de la FDOC le long de la fibre β illustrent une texture prédite majoritairement Cuivre, alors qu'elle est plutôt Cuivre + S expérimentalement.

I.3.4 Discussion

Il apparaît que les modèles d'utilisation courante : modèles de Taylor, modèle autocohérent et modèles de type Taylor, prédisent des textures qualitativement satisfaisantes, avec, notamment, une fibre β bien développée. Cependant, l'équilibre entre les trois composantes de la fibre, Cuivre, S et Laiton, est rarement correct. Comme les modèles ne prennent pas en compte les paramètres microstructuraux tels que l'énergie de faute d'empilement, dont l'influence est un fait expérimental, ils ne peuvent être (au mieux) pleinement satisfaisants que pour une classe de matériau relativement étroite (alliage particulier, etc.). Par contre, une tendance générale de ces modèles est de surestimer l'intensité globale de la FDOC, ce qui paraît être dû au fait commun que les champs mécaniques et l'orientation soient uniformes au sein des grains. Ceci est d'ailleurs confirmé par le fait que les modélisations par éléments finis où les grains sont discrétisés finement permettent, elles, de diminuer l'intensité de la texture.

Dans le but de clarifier l'origine de ces différences, des auteurs proposent de comparer les rotations cristallines observées et prédites non pas en termes de textures, mais de rotation des grains individuels. Ces études sont relativement rares puisque par nature difficiles à réaliser ; nous en fournissons dans la section suivante une description que nous espérons exhaustive à ce jour.

I.4 Rotations cristallines de grains individuels

Les études visant à caractériser les rotations cristallines de grains individuels se voient confrontées au fait qu'il n'est pas réalisable, aujourd'hui encore, de suivre l'évolution au cours du temps de microstructures polycristallines tridimensionnelles soumises à de grandes déformations, tout du moins à l'échelle du grain. Nous présentons ici les différentes approches proposées dans la littérature pour contourner ce problème. Ces études incluent une confrontation des résultats expérimentaux aux modèles de plasticité cristalline (modèle de Taylor principalement).

I.4.1 Tôles à gros grains

En 1985, Skalli *et al.* [10] testent la validité des modèles de Taylor à contraintes relâchées sur un cas expérimental s'en rapprochant au plus. Ils utilisent pour cela des tôles multicristallines d'aluminium de haute pureté dont l'épaisseur est environ dix fois inférieure à la taille de grains dans le plan de la tôle ($\bar{d} \simeq 10 - 40$ mm), voir figure I.4 (a). Les grains ont donc des formes de « crêpes », configuration pour laquelle s'applique l'hypothèse de relâchement de type pancake. Les tôles sont soumises à une déformation de type compression plane, appliquée par laminage. Les orientations de 19 grains sont mesurées par diffraction des rayons X initialement et à des déformations successives de 0.17, 0.43, 0.87 et 1.45.

Les auteurs observent que, pour ce cas expérimental particulier, les grains d'orientations initiales proches, bien que de voisinages différents, tournent de la même manière ; la rotation des grains ne dépend donc que de leurs orientations propres. Les rotations moyennes, représentées sur des figures de pôles inverse, sont alors comparées aux prédictions du modèle de Taylor et au modèle à contraintes relâchées de type pancake ; un exemple est donné en figure I.4 (b). Parmi les 15 orientations initiales distinctes, 3 sont en accord quantitatif avec le modèle de Taylor, 6 avec le modèle pancake, et les 6 autres sont en accord modéré ou faible avec les deux modèles.

Les auteurs montrent que le relâchement de type pancake s'applique aux grains pour lesquels il abaisse de plus de 20 % l'énergie de déformation plastique par rapport au modèle de Taylor. Dans de tels cas, le gain compense l'énergie associée aux incompatibilités de déformation. Si le gain est inférieur à 10 %, alors les grains suivent une déformation de type Taylor pur.

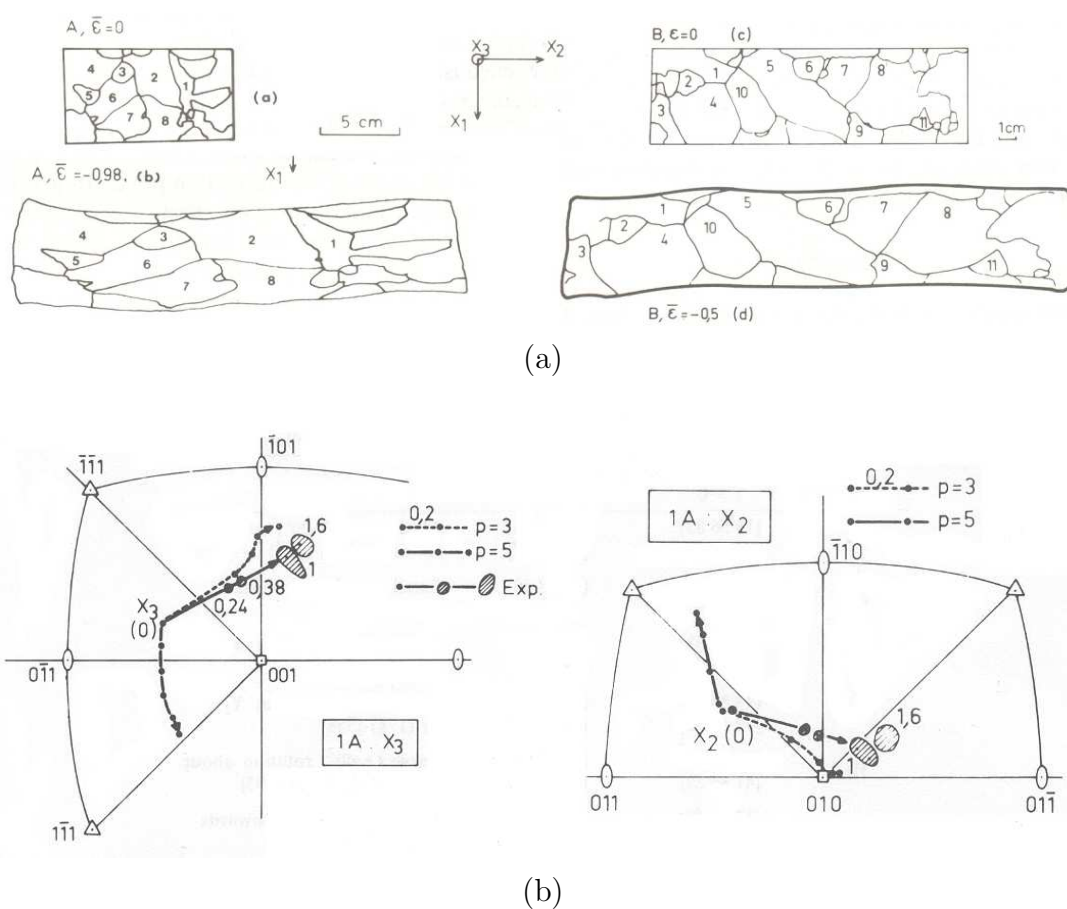


Fig. I.4 : Suivi de grains dans des tôles multicristallines, par Skalli *et al.* [10]. (a) Tôles A et B, avant et après déformation. (b) Résultats pour le grain 1 de la tôle A, en accord avec le modèle pancake ($p = 3$).

I.4.2 Échantillon tranché

En 1939, Barrett et Levenson [12] mènent la première étude permettant de suivre l'évolution de l'orientation cristalline de grains au sein même d'un polycristal. Ils suivent 25 grains dans un échantillon polycristallin d'aluminium de pureté commerciale déformé en compression uniaxiale à froid. Ils utilisent pour cela un « split sample », terme que nous pouvons traduire par « échantillon tranché », constitué de deux parties accolées selon la direction de compression. La microstructure est observée au centre de l'échantillon, et n'est donc pas affectée par le frottement en ses extrémités. Les deux « surfaces internes » de l'échantillon sont illustrées en figure I.5 (a). Les orientations sont mesurées par diffraction des rayons X initialement et à trois déformations successives : 0.12, 0.37 et 0.92.

Les auteurs rapportent tout d'abord de larges dispersions d'orientations au sein des grains, d'autant plus prononcées que la déformation n'augmente : 7 à 10° à 0.12, 2 à 3 fois supérieures à 0.37 et 4 à 5 fois supérieures à 0.92. Les rotations cristallines moyennes obtenues sont illustrées sur la figure I.5 (b). En s'appuyant sur ces données expérimentales, les auteurs indiquent que des grains d'orientations proches peuvent tourner différemment. Ces rotations sont ensuite comparées aux prédictions du modèle de Taylor, illustrées en figure I.5 (c). Le problème de l'indétermination des équations de Taylor, non résolu en 1939, empêche le calcul de la rotation cristalline sans ambiguïté (doubles flèches, sur la figure), mais les auteurs considèrent que le modèle est en accord avec les résultats expérimentaux dans 50 à 70 % des cas.

Les auteurs concluent ainsi que la composante de texture de compression observée, (110) parallèle à la direction de compression, ne doit être vue comme affectant les grains individuellement, mais plutôt comme un lieu duquel les grains ont tendance à être proches au cours de la déformation, un lieu d'« équilibre dynamique ». Ils associent l'accord modéré avec le modèle de Taylor aux hétérogénéités de déformation à l'échelle de la microstructure.

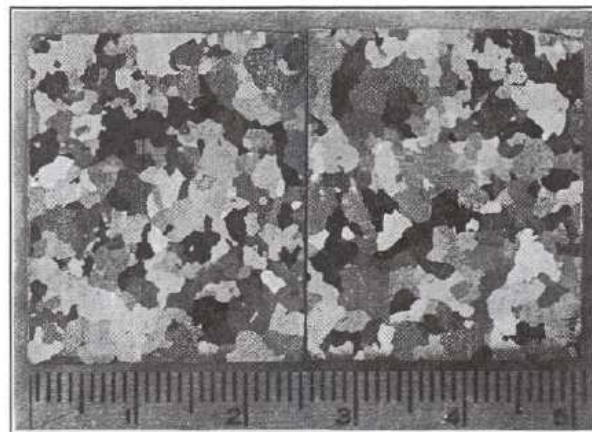
En 1996, Panchanadeeswaran, Becker et Doherty [13, 53, 54] adaptent cette étude au cas de la compression plane à chaud pour le même matériau (aluminium de pureté commerciale). La surface interne a pour normale la direction transverse, voir figure I.6 (a). La déformation de 0.5 est appliquée en une passe. Du fait de difficultés expérimentales, la déformation de l'échantillon contient également une composante de cisaillement dans le plan DL-DN, d'une amplitude égale à un tiers de la déformation en compression, voir figure I.6 (b). Cependant, les auteurs, après discussion détaillée, considèrent qu'elle n'a d'autre influence que d'adoucir la texture. Les orientations de 58 grains sont mesurées par EBSD initialement et après déformation ; quelques dizaines de mesures par grain sont effectuées. Les rotations sont illustrées sur des figure de pôles, voir un exemple en figure I.6 (c).

Comme Barrett et Levenson, les auteurs rapportent tout d'abord une large dispersion des orientations dans les grains, souvent supérieures à 25°, puis mènent une comparaison aux prédictions du modèle de Taylor. Une tendance générale du modèle est de sous-estimer

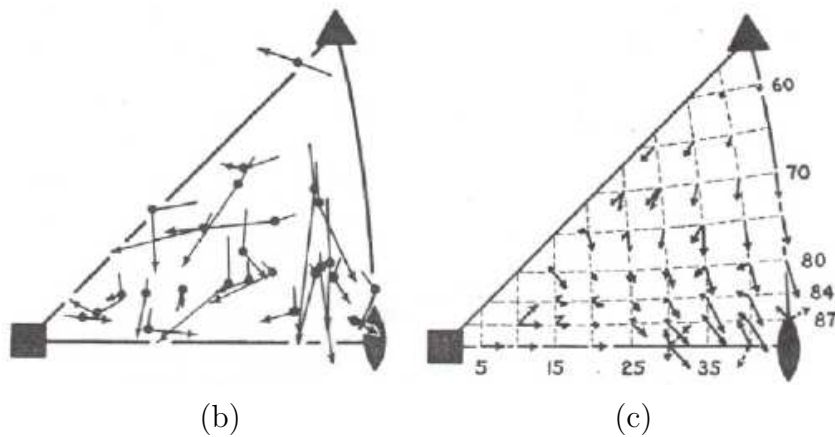
les amplitudes de rotation. Le modèle est satisfaisant pour 9 grains d'orientations Cuivre et Goss, pour lesquelles les rotations sont faibles. Dans tous les autres cas, les prédictions sont éloignées, et aux auteurs de conclure : « Le modèle [de Taylor] échoue presque complètement pour la prédiction des changements d'orientations mesurés à l'échelle du grain. Le modèle ne prédit pas les grande rotations observées. Pour seulement 9 des 58 grains, le modèle est en accord – sur le fait que ces grains tournent peu. Dans tous les autres cas, les rotations observées et prédites sont différentes en termes d'amplitude et de direction. ». Les auteurs appliquent également une modélisation par éléments finis 2D. L'accord n'est pas meilleur qu'avec le modèle de Taylor, si ce n'est pour la moyenne des angles de rotation. Une étude critique de la modélisation 2D montre toutefois que les rotations prennent place favorablement dans le plan modélisé (indépendamment de son orientation géométrique), et donc qu'une modélisation 3D serait préférable.

Les auteurs proposent des explications sur cet « échec quasi total » du modèle de Taylor à l'échelle du grain malgré l'accord relatif pour la texture. Pour ce qui est de la formation de la fibre β , effectivement prédite malgré le désaccord pour les rotations de grains individuels, les auteurs signalent qu'il est possible que les grains tournent bien à la fois expérimentalement et dans la simulation vers des composantes de la fibre β , mais que ce ne soit pas les mêmes, et que cela se compense. Concernant la surestimation de l'intensité de la texture par le modèle malgré des rotations d'amplitude plus faibles, les auteurs indiquent que les rotations expérimentales sont gouvernées par deux tendances contradictoires : d'une part, les grains tendent à tourner vers des orientations stables, et, d'autre part, l'interaction intergranulaire leur impose de maintenir l'équilibre mécanique. Ainsi, les orientations expérimentales n'évolueraient pas directement vers les composantes stables, ce qui tendrait à rendre les textures moins intenses.

D'autres auteurs ont fait usage d'échantillons tranchés. En 1998, Samajdar *et al.* [55] ont appliqué cette méthode au cas d'un acier IF (Interstitial Free) déformé à froid à des taux n'excédant pas 0.2. Au-delà, les auteurs rapportent ne pas avoir pu effectuer d'analyse EBSD du fait des « irrégularités de surface ». J'ai pu discuter de ce point avec le professeur Samajdar à l'occasion de la conférence ICOTOM 15, lequel m'a précisé que ces irrégularités étaient en fait *macroscopiques*, et de ce fait particulièrement gênantes pour l'analyse EBSD. En 2008, Merriman *et al.* [56] ont utilisé un échantillon tranché dans le cas d'un aluminium de pureté commerciale déformé à froid à 0.35, pour étudier l'évolution des densités de dislocations en fonction de l'orientation. Il faut noter que, contrairement aux études précédentes, les auteurs ont placé un lubrifiant *entre* les deux demi-échantillons. D'après leur argumentaire, il semble que leur objectif n'était pas tant de considérer des grains au centre d'un polycristal, mais plutôt d'éloigner la surface d'observation des parois du dispositif de compression plane.



(a)



(b)

(c)

Fig. I.5 : Suivi de grains dans un échantillon tranché en compression uniaxiale, par Barrett et Levenson [12]. (a) Les deux « surfaces internes » en contact lors de la compression. (b) Rotations expérimentales moyennes aux deux premières passes. La queue de la flèche, le disque et la tête de la flèche représente les orientations initiales, à 0.12 et à 0.37, respectivement. (c) Rotations prédites par le modèle de Taylor pour une déformation de 0.03 (les doubles flèches indiquent les différentes possibilités du fait de l'indétermination des équations de Taylor).

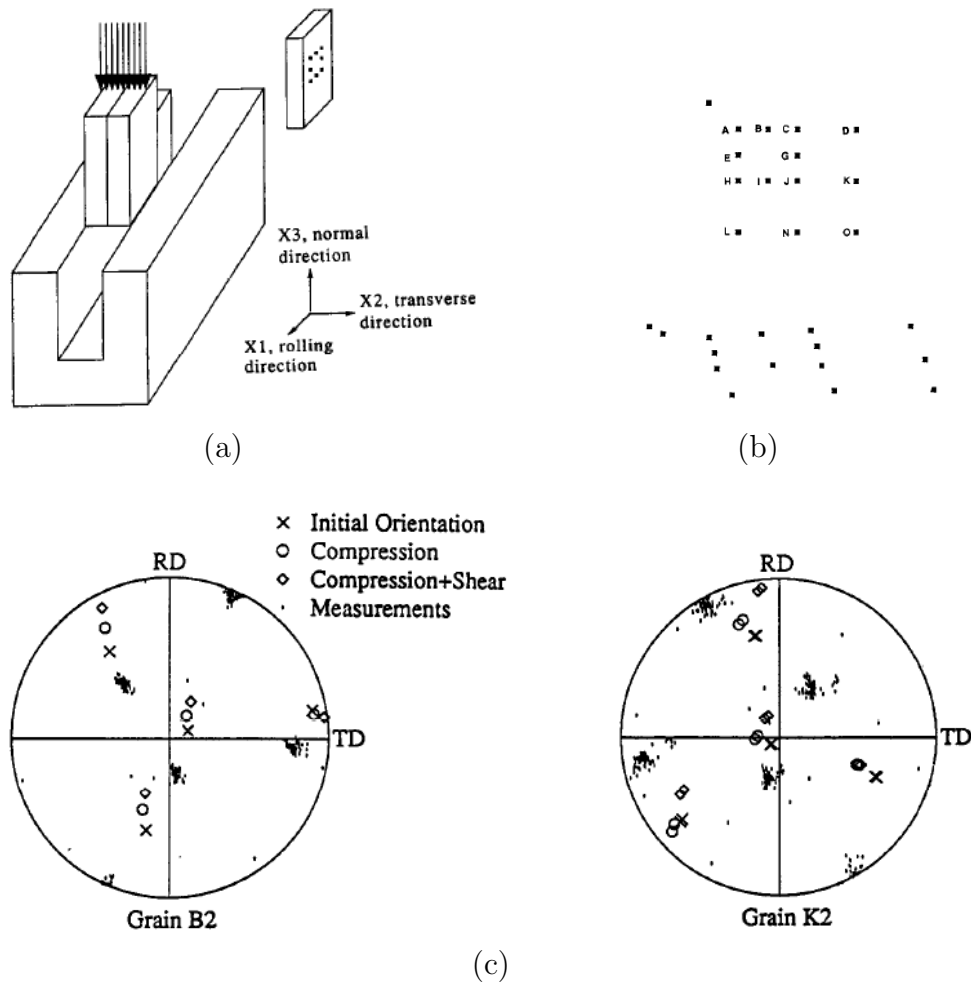


Fig. I.6 : Suivi de grains dans un échantillon tranché en compression plane, par Panchanadeswaran *et al.* [13]. (a) Échantillon tranché et dispositif de compression plane. (b) Positions des empreintes de microdureté avant et après déformation (noter la composante de cisaillement). (c) Exemples de résultats pour deux grains ; échec du modèle de Taylor.

I.4.3 Microstructure colonnaire

En 2004, Kalidindi *et al.* [57] emploient une microstructure multicristalline d'aluminium de pureté commerciale, constituée de grains de morphologie colonnaire, voir figure I.7 (a). Elle est déformée en compression plane à froid, selon une direction radiale. Comme cette microstructure est obtenue par solidification dirigée, elle comporte une forte texture de fibre, en fait d'axe (100) parallèle à la direction DT tournée de 10° par rapport à DN, voir figure I.7 (b). Les microstructures composées de 19 grains sont observées sur une face de l'échantillon, initialement et après déformation de 0.5.

Les auteurs notent que 4 grains se décomposent. C'est en particulier le cas de grains proches de Cube, formant des bandes de déformation alternées, une sous-structure observée auparavant sur des monocristaux d'orientation Cube [58]. Pour les autres grains, les rotations mesurées sont tout d'abord brièvement comparées aux prédictions du modèle de Taylor et d'un modèle éléments finis (et illustrées par des figures de pôles pour 3 grains particuliers). Les auteurs concluent que, comme pour leurs travaux menés antérieurement sur un échantillon tranché [13], le modèle de Taylor est insatisfaisant pour la prédiction des rotations des grains. Le modèle éléments finis est ici meilleur, permettant notamment de reproduire les hétérogénéités de déformation expérimentales. Pour expliquer l'échec du modèle de Taylor, les auteurs déterminent ensuite par la simulation et pour chaque grain, (i) la déformation conduisant à la rotation observée et (ii) la déformation permettant de minimiser l'énergie de déformation. Pour cela, en plus de la déformation de compression plane imposée, les cisaillements possibles expérimentalement sont autorisés (c.-à-d. ceux du plan DL-DN). Les auteurs montrent une corrélation qualitative entre les déformations (i) et (ii) pour 50 % des grains. De plus, ces grains sont les grains « durs » ; les grains « mous » ont tendance à subir la déformation des grains durs (et gros) voisins.

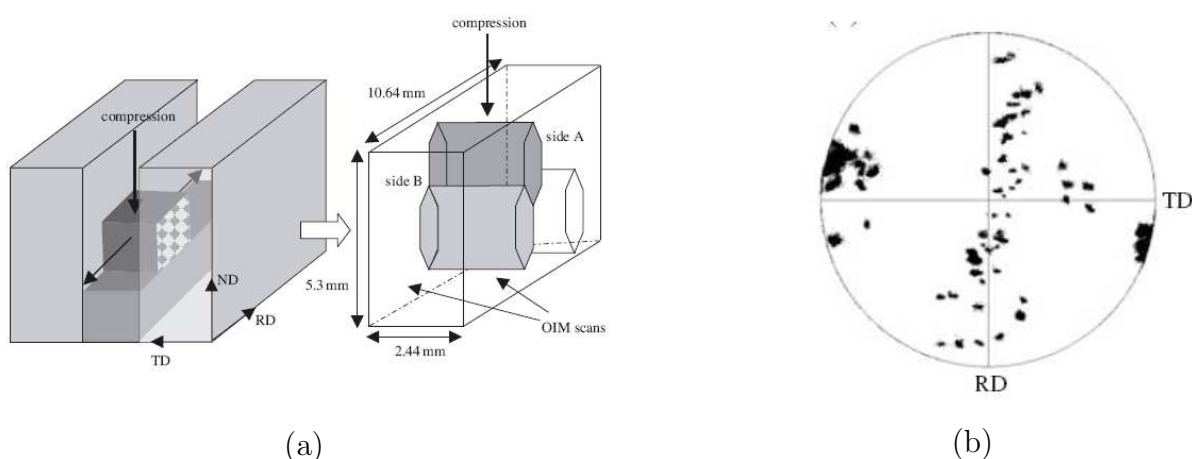


Fig. I.7 : Suivi de grains à l'aide d'une microstructure colonnaire, par Kalidindi *et al.* [57]. (a) Schéma de la microstructure déformée en compression plane, (b) Texture de fibre (100).

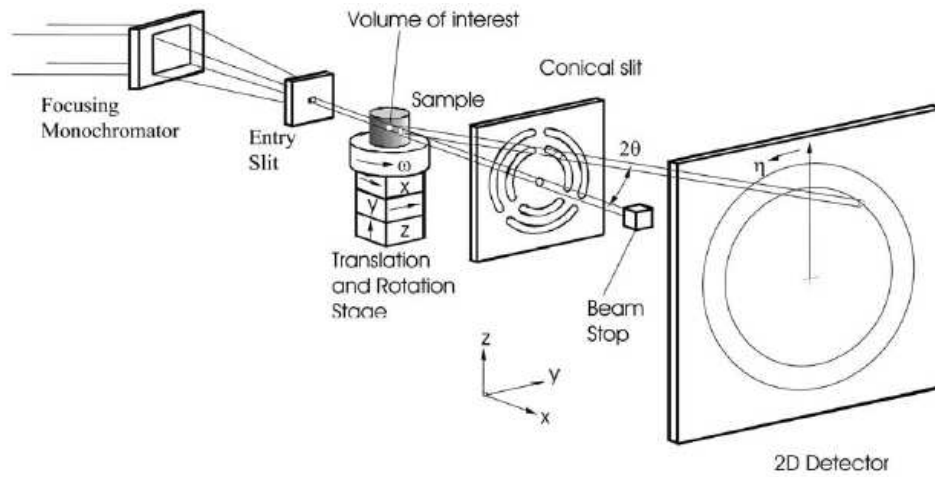
I.4.4 Microscopie 3D par diffraction des rayons X

En 2003, Poulsen *et al.* [14] observent les rotations cristallines de grains au sein d'un polycristal par *microscopie 3D par diffraction des rayons X*, que nous nommerons par la suite « microscopie 3D ». Mis en œuvre dans un synchrotron (à l'ESRF, Grenoble), les rayons X de haute intensité sont focalisés en un faisceau d'un diamètre de $5\ \mu\text{m}$ ayant une profondeur de pénétration d'environ 1 cm dans un matériau de faible masse atomique tel que l'aluminium. Le dispositif expérimental est illustré en figure I.8 (a). Cette technique est appliquée à un polycristal d'aluminium de pureté commerciale ($\bar{d} = 75\ \mu\text{m}$) déformé en traction uniaxiale à 6 %. Elle donne principalement accès aux rotations moyennes des grains, qui sont représentées par les auteurs sur une figure de pôles inverse, voir figure I.8 (b). Avec cette méthode, il y a diffraction de tous les grains simultanément, ce qui impose que les dispersions d'orientations intragranulaires soient modérées pour que les orientations des grains puissent être indexées. C'est ce qui limite le taux de déformation, encore actuellement de 6 %.

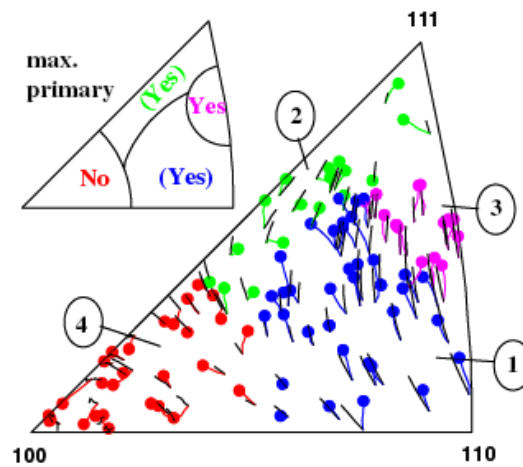
En s'appuyant sur ces résultats, les auteurs notent une forte dépendance de la rotation à l'orientation du grain ; l'interaction intergranulaire se traduisant par des rotations légèrement différentes pour des grains d'orientations pourtant proches. Les auteurs identifient alors quatre régions sur la figure de pôles inverse au sein desquelles les grains ont des comportements proches (elles sont illustrées et numérotées sur la figure I.8 (b)).

Dans un deuxième article [59], les auteurs comparent principalement ces observations aux prédictions des modèles de Sachs et Taylor. Le meilleur accord est obtenu avec le modèle de Taylor (même figure). Les auteurs le qualifient de satisfaisant dans trois des régions étudiées, mais pas dans la dernière pour laquelle les rotations expérimentales sont très variables. Les auteurs précisent que ces variations sont par ailleurs bien prédites par un modèle autocohérent. En 2008, Winther [60] traite conjointement les observations des rotations cristallines et des sous-structures pour déterminer les systèmes de glissement actifs. L'auteur conclut également à une forte dépendance à l'orientation du grain.

La microscopie 3D a récemment été appliquée à l'observation de la croissance de grains dans un alliage d'aluminium identique au nôtre, Al-0.1%Mn [61].



(a)



(b)

Fig. I.8 : Suivi de grains dans un échantillon d'aluminium en traction uniaxiale de 6 % par microscopie 3D par diffraction des rayons X, par Poulsen *et al.* [14]. (a) Schéma du dispositif expérimental. (b) Rotations expérimentales moyennes (en couleur, disque = orientation finale) et rotations prédites par le modèle de Taylor (trait noir). Les couleurs distinguent les quatre classes d'orientations.

I.4.5 Discussion

Nous avons décrit dans cette section les travaux caractérisant les rotations de grains individuels et qui les confrontent aux prédictions des modèles de plasticité cristalline. Deux d'entre eux s'appuient sur des *structures granulaires 2D* : les *tôles à gros grains* et les *microstructures colonnaires*. Leur intérêt est qu'ils restreignent le nombre de degrés de liberté du problème, à la fois pour la microstructure et pour la déformation qu'elle subit, ce qui permet d'exacerber les effets des degrés de liberté restants. La contrepartie est une perte de généralité par rapport au cas d'un polycristal réel. Les deux autres approches, *l'échantillon tranché* et la *microscopie 3D*, traitent au contraire de grains pouvant se déformer selon toutes les composantes, et tourner en conséquence. Il est moins aisé d'interpréter les résultats obtenus, car la morphologie et le voisinage des grains ne sont pas complètement connus. Les discussions des résultats obtenus sont donc plus maigres. Cependant, ces deux approches semblent être les seules solutions pour traiter le cas de grains effectivement au sein d'un polycristal.

Dans le principe, la caractérisation par microscopie 3D est la meilleure méthode. Les orientations des grains sont analysées *in situ*, dans un matériau massif soumis à déformation. Malheureusement, les limites de cette méthode sont doubles. Le *mode de sollicitation*, imposé par le dispositif expérimental, semble nécessairement axisymétrique et à température ambiante. En tout cas, il paraît impossible d'utiliser cette méthode pour une opération de type mise en forme des matériaux (par ex., compression plane), dans la mesure où des outils entourent l'échantillon. La *résolution spatiale* est actuellement de $5\ \mu\text{m}$ (dimension du faisceau). Cette limite est particulièrement handicapante pour le niveau de déformation applicable. En effet, la déformation accroît la dispersion des orientations à l'intérieur des grains et, au-delà d'une certaine déformation, il n'est plus possible de déterminer l'orientation du volume d'analyse – la limite est aujourd'hui encore de 6 %. L'utilisation d'un échantillon tranché présente des avantages sur la microscopie 3D. En effet, les travaux existants prouvent qu'il est possible d'utiliser cette méthode à de bien plus grandes déformations, atteignant au moins 0.5. De plus, la caractérisation par EBSD, possible avec cette approche, a une résolution spatiale bien meilleure que celle de la microscopie 3D, actuellement de l'ordre de 20 nm (dans un microscope électronique à balayage à émission de champ). Par contre, l'utilisation d'un échantillon tranché souffre d'un inconvénient, qui est que le lieu d'observation est situé sur une surface interne de l'échantillon. Les microstructures de part et d'autre de cette surface interne ne correspondent pas, si bien que la surface interne constitue une sorte de joint de grains. Pourtant, il n'y a a fortiori pas de liaisons physiques entre les deux parties de l'échantillon – ce rôle de joint de grains n'est donc pas assuré. Pour ce point, Panchanadeeswaran *et al.* [13] ont mené une étude de validation. Ils ont comparé la texture sur la surface interne avec la texture dans un échantillon standard (référence), et ils confirment qu'elles sont semblables. Le mode de déformation sur la surface interne doit donc être similaire à celui rencontré dans un échantillon standard. De plus, les auteurs observent peu de traces de glissement sur la

surface interne, ce qui indique qu'il y a continuité du déplacement au cours de la déformation. Les auteurs qualifient ainsi la surface interne de « joint de grains mécanique ». L'autre objection possible pour cette approche réside dans le fait que la caractérisation est menée sur la surface interne, donc sur des joints de grains. Là encore, Panchanadeeswaran *et al.* ont mené une étude de validation. Après avoir mesuré les orientations des grains (après déformation), ils ont poli la surface de manière à enlever $15\ \mu\text{m}$ de matière, et ils ont renouvelé les mesures. Les auteurs indiquent que les orientations moyennes obtenues avant et après polissage sont très proches, et donc que l'orientation mesurée sur la surface interne est représentative de l'orientation en volume du grain. Clairement, Panchanadeeswaran *et al.* ont montré que l'utilisation d'un échantillon tranché permet le suivi de grains au sein d'un polycristal en grande déformation.

Les résultats obtenus dans les différentes études et les conclusions tirées sont relativement divergentes. . . Les investigations sur tôles à gros grains et microstructures colonnaires tendent à indiquer que le modèle de Taylor est souvent en désaccord avec les rotations expérimentales. Les auteurs analysent l'effet de cisaillements additionnels à la déformation appliquée, et mettent en évidence des relations entre leurs activations et la dureté des grains. Dans le cas des tôles à gros grains, ceci valide les approches Taylor à contraintes relâchées. Pour le cas de l'échantillon tranché en compression uniaxiale, Barrett et Levenson concluent que le modèle de Taylor est satisfaisant dans 50 à 70 % des cas. Pour le cas de l'échantillon tranché en compression plane, Panchanadeeswaran *et al.* indiquent que les prédictions du modèle de Taylor sont un quasi total échec. Pour le cas de la microscopie 3D, Winther *et al.* concluent que le modèle de Taylor est satisfaisant dans environ 75 % des cas. . . Il faut également noter le caractère qualitatif des comparaisons effectuées, menée par observation des rotations sur des figures de pôles.

À ce point de notre argumentaire, il est souhaitable de discuter des conditions expérimentales dans lesquelles ont été réalisées les différentes études sur échantillon tranché. Pour l'étude de Barrett et Levenson, menée en 1939, les orientations ont été caractérisées par diffraction des rayons X, sur une partie seulement des grains, indépendamment, par exemple, d'éventuelles fragmentations. Il est raisonnable de penser que l'incertitude sur les orientations obtenues soient grandes. Pour ce qui est de l'étude de Panchanadeeswaran *et al.*, menée en 1995, les techniques de cartographies EBSD utilisées étaient encore balbutiantes. Là aussi, les incertitudes de mesure ont pu être grandes. Mais un point majeur susceptible de remettre en cause les conclusions de l'étude, malgré les argumentaires des auteurs, reste la composante de cisaillement intense (d'une amplitude d'un tiers de la composante de compression) survenue du fait de « difficultés expérimentales ». Il nous semble que l'influence de cette composante additionnelle sur la rotation des grains ait pu être grande. Le lecteur aura d'ailleurs peut-être noté en figure I.6 (c) que les prédictions du modèle de Taylor pour lesquelles la composante de cisaillement est prise en compte ou non peuvent différer sensiblement. De plus, il est possible que les composantes de compression et de cisaillement n'aient été subies de manière conjointe, mais plutôt successive, auquel cas les rotations des grains auraient pu être sensiblement affectées.

I.5 Bilan bibliographique et objectifs de la thèse

La formation des textures de déformation, notamment en compression plane, a fait l'objet d'intenses investigations au cours du siècle passé. Elle reste toutefois en partie difficile à modéliser quantitativement. Depuis les travaux pionniers de Schmid et Boas, puis ceux de Taylor, un travail important a été mené sur la description du comportement du cristal. Des investigations ont été menées sur monocristaux pour la résolution de l'indétermination cinématique (déformation à froid) (par exemple [21]), et pour la nature des systèmes de glissement (déformation à chaud) [49]. Les effets de l'interaction intergranulaire sont bien plus délicats à étudier expérimentalement. L'approche largement adoptée a donc été de tester différentes hypothèses en les incorporant dans des modèles, puis en comparant les textures prédites à celles observées expérimentalement. Ceci a notamment conduit au développement de diverses variantes du modèle de Taylor, visant à intégrer l'interaction intergranulaire de manière simplifiée [7, 30, 32, 35], et conduisant à des améliorations modérées des prédictions de textures.

Clairement, les scientifiques ont manqué, pour aider à la compréhension de la déformation des grains et asseoir les modélisations, de méthodes de caractérisation expérimentale des rotations des grains au sein d'un polycristal. Quelques approches ont tout de même été proposées, la plupart au cours des quinze dernières années. Elles s'appuient sur différentes options expérimentales : structure granulaire 2D [10, 57], échantillon tranché permettant de suivre les grains sur une surface interne de l'échantillon au cours de la déformation [12, 13], et microscopie 3D par diffraction des rayons X [14]. Les rotations sont principalement comparées au modèle de Taylor. Après l'étude et la confrontation des résultats obtenus, il subsiste un véritable trouble sur la capacité ou non des modèles de plasticité cristalline, et en premier lieu du modèle de Taylor, à prédire les rotations de grains individuels. Ce trouble nous semble alimenté, d'une part, par les incertitudes sur les résultats des expériences menées, et d'autre part, par le caractère qualitatif des comparaisons des rotations observées et prédites.

Nous nous proposons dans cette étude de suivre la rotation de grains au sein d'un polycristal par l'utilisation d'un échantillon tranché et de caractérisations fines et systématiques par EBSD. Panchanadeeswaran *et al.* [13] ont illustré le potentiel de cette méthode, mais les conditions expérimentales de leur étude nous paraissent peu satisfaisantes, notamment en termes de conditions de sollicitation et de caractérisation microstructurale. Par opposition à l'approche par microscopie 3D, n'offrant accès qu'aux orientations moyennes des grains et non aux microtextures, nous qualifions notre approche de « *suivi de microtextures* » (en anglais, « *microtexture tracking* ») – le terme « *tracking* » a d'ailleurs déjà été introduit par Lauridsen *et al.* pour le cas de la microscopie 3D [62]. L'évolution de la microstructure est étudiée en détail, et les rotations des grains individuels sont comparées aux rotations simulées. Nous employons pour cela des *critères quantitatifs*, ce qui permet notamment de lever le doute sur la validité des comparaisons existantes.

Pour cette étude, nous disposons de moyens expérimentaux largement validés par de nom-

breuses études antérieures, notamment un dispositif de compression plane permettant d'appliquer des déformations à vitesse et température contrôlées et de figer la microstructure par trempe, et une caractérisation microstructurale fine par EBSD dans un MEB FEG. Nous disposons d'autre part de modèles, notamment le modèle de Taylor ou le modèle autocohérent VPSC (standards), ainsi qu'un modèle de type Taylor développé au sein du laboratoire (la version actuelle ayant fait l'objet de mon Master [18]). Une modélisation par Éléments Finis a également été menée dans le cadre d'une collaboration avec le CEMEF (Mines ParisTech).

Chapitre -II-

Méthodes et outils expérimentaux

Sommaire

| | | |
|-------------|-----------------------------------------------|-----------|
| II.1 | Protocole expérimental | 32 |
| II.2 | Matériau | 33 |
| II.3 | Échantillon tranché | 36 |
| II.3.1 | Dimensions | 36 |
| II.3.2 | Polissage mécanique | 36 |
| II.3.3 | Polissage électrolytique | 38 |
| II.3.4 | Marquage de la zone d'étude | 39 |
| II.3.5 | Fermeture | 39 |
| II.3.6 | Interpasse | 39 |
| II.4 | Essai de compression plane | 41 |
| II.4.1 | Dispositif expérimental | 41 |
| II.4.2 | Déroulement des essais | 43 |
| II.5 | Technique EBSD | 44 |
| II.5.1 | Principe de la méthode EBSD | 44 |
| II.5.2 | Dispositif expérimental et démarche | 47 |
| II.6 | Conclusion | 48 |

Ce chapitre est dédié à la description de notre étude de « suivi de microtextures » et des outils expérimentaux intervenant. Nous précisons en premier lieu le déroulement général de l'étude, puis nous décrivons les différents outils utilisés. Sont détaillés successivement le matériau d'étude, l'élaboration et l'utilisation de l'échantillon tranché, le dispositif de déformation par compression plane puis le dispositif de caractérisation microstructurale (EBSD). Au fil du chapitre, nous nous employons à distinguer les spécificités propres à notre approche.

II.1 Protocole expérimental

Notre étude expérimentale de « suivi de microtextures » est globalement composée, pour un échantillon donné, d'une succession de déformations et caractérisations microstructurales. Elle fait intervenir les mêmes étapes (et outils associés) que celles rencontrées dans les études de macro ou microtextures de déformation, à savoir, élaboration du matériau et de l'échantillon, déformation, préparation à l'observation et caractérisation microstructurale. La spécificité de notre étude provient du fait que la microstructure est suivie, au cours de la déformation, ce qui résulte une séquence différente.

La première étape reste naturellement l'élaboration de l'échantillon : traitements thermomécaniques afin d'obtenir une microstructure initiale adaptée à l'étude (section II.2), et préparation de l'échantillon (section II.3). La zone d'étude est alors analysée, préalablement à la déformation. Suivent ensuite des cycles où alternent déformation (section II.4) et caractérisation microstructurale (section II.5). L'étude est donc relativement longue et complexe ; elle nécessite de plus que toutes les étapes soient conclues avec succès.

Cette étude a été réalisée sur deux échantillons distincts, dénommés A et B. Les cycles de déformation / caractérisation microstructurale sont illustrés sur la figure II.1. En guise d'essai préliminaire, l'échantillon A a subi deux cycles pour atteindre une déformation totale de 0.4. Cet échantillon a ensuite fait l'objet d'une analyse topographique (section IV.2) et a été sujet aux essais de recristallisation postdéformation (section VII.2). L'échantillon B a fait l'objet d'une étude plus complète pour ce qui est du suivi des rotations cristallines et a subi cinq cycles, atteignant ainsi une déformation totale de 1.6.

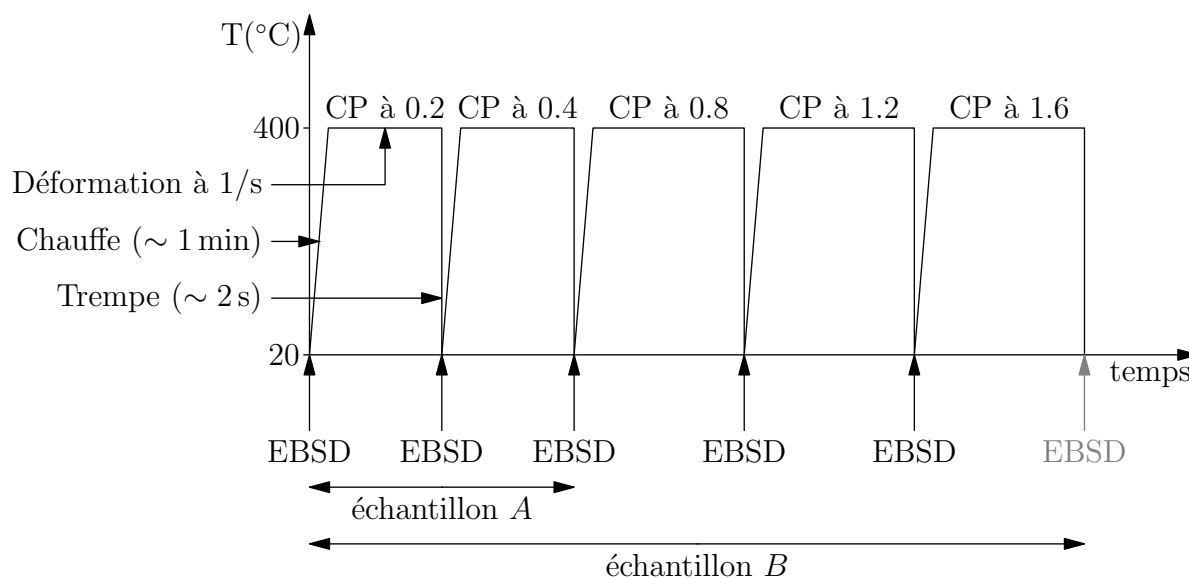


Fig. II.1 : Déroulement de l'étude expérimentale : cycles de déformation et de caractérisation microstructurale appliqués aux échantillons A et B.

II.2 Matériau

Le matériau choisi a été fourni par Alcan CRV sous forme de lingots après coulée (n° 3442 C). Il s'agit d'un alliage d'aluminium binaire de haute pureté contenant 0.1 % massique de manganèse (Al-0.1Mn). Le manganèse est en solution solide de substitution. L'intérêt est que, bien qu'en faible quantité, le manganèse confère au matériau une bonne résistance à la recristallisation dont est dépourvu l'aluminium pur, via l'effet « solute drag », sans pour autant modifier significativement le comportement mécanique [63]. La résistance à la recristallisation est une propriété essentielle dans le cadre de notre étude, car elle assure l'intégrité des microstructures de déformation au cours des différents traitements thermomécaniques.

Par ailleurs, ce matériau est utilisé plus largement au sein de notre groupe de recherche, notamment dans le cadre de thèses ayant trait à la restauration et à la recristallisation : Glez (2002) [64], Lens (2004) [65], Barou (2008) [66] et Albou (en cours) [67].

À l'état initial, le matériau présentait une microstructure polycristalline grossière, avec une taille de grains de l'ordre de 3 mm. Les dispositifs expérimentaux, notamment de déformation (compression plane), ou de caractérisation (MEB + EBSD), imposant des dimensions d'échantillon limitées – de l'ordre d'1 cm³, et l'étude visée requérant un nombre de grains relativement élevé – plusieurs centaines, il s'est avéré nécessaire de diminuer la taille de grains. Le matériau a pour cela été soumis à un protocole classique, combinant déformation à froid, puis traitement thermique de recristallisation. Un bloc de 100 × 60 × 20 mm a tout d'abord été usiné dans le lingot en respectant ses axes, puis déformé grâce à un laminoir de laboratoire, en appliquant des passes successives de 1 mm

de réduction jusqu'à une hauteur finale de 12 mm, ce qui représente une déformation totale proche de 0.5. Par la suite, les échantillons destinés aux essais de compression plane, d'une dimension de $8 \times 4 \times 10$ mm, y ont été usinés, toujours en respectant les axes (voir sous-section II.3.1 pour le détail). Enfin, le matériau a été soumis au traitement thermique de recristallisation : chauffe à 530°C pendant 5 min, sous flux d'argon, puis trempe à l'eau.

Deux exemples de microstructures ainsi obtenues sont illustrés sur la figure II.3. Ils représentent les deux échantillons (A et B) effectivement exploités dans cette étude. Même s'ils ont été obtenus via le même traitement thermomécanique et présentent tous deux des microstructures globalement recristallisées, leurs morphologies sont relativement différentes. Notamment, l'échantillon A comporte de nombreux grains relativement gros et accolés, avec, en outre, des orientations assez proches (voir les traits fins sur la figure II.3 : désorientations comprises entre 5° et 15°). Ces caractéristiques ont été constatées sur une proportion importante d'échantillons ($> 50\%$). Il est donc important de mener une sélection postcaractérisation de l'échantillon à étudier, afin de disposer d'une microstructure polycristalline relativement homogène facilitant d'autant plus la suite de l'étude.

La texture cristallographique a été caractérisée à partir de plusieurs échantillons (5000 grains au total) afin d'assurer sa représentativité statistique. Il apparaît qu'elle est quasiment absente, voir figure II.2.

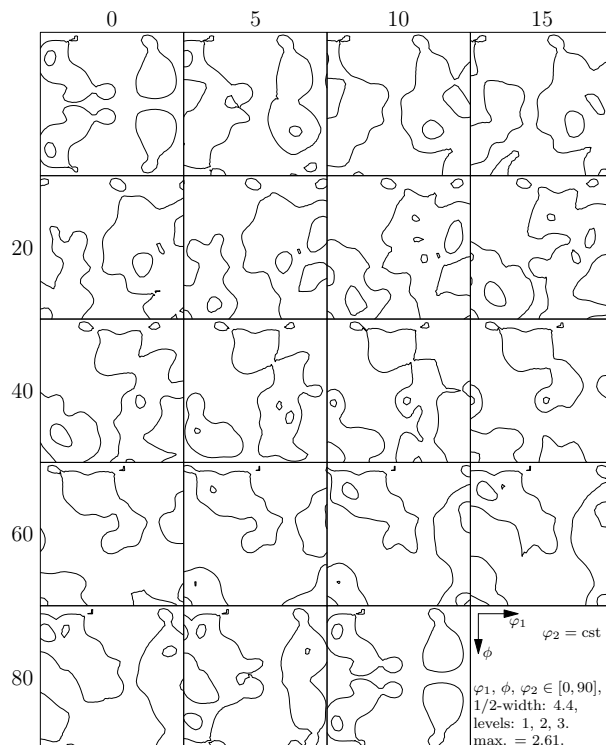
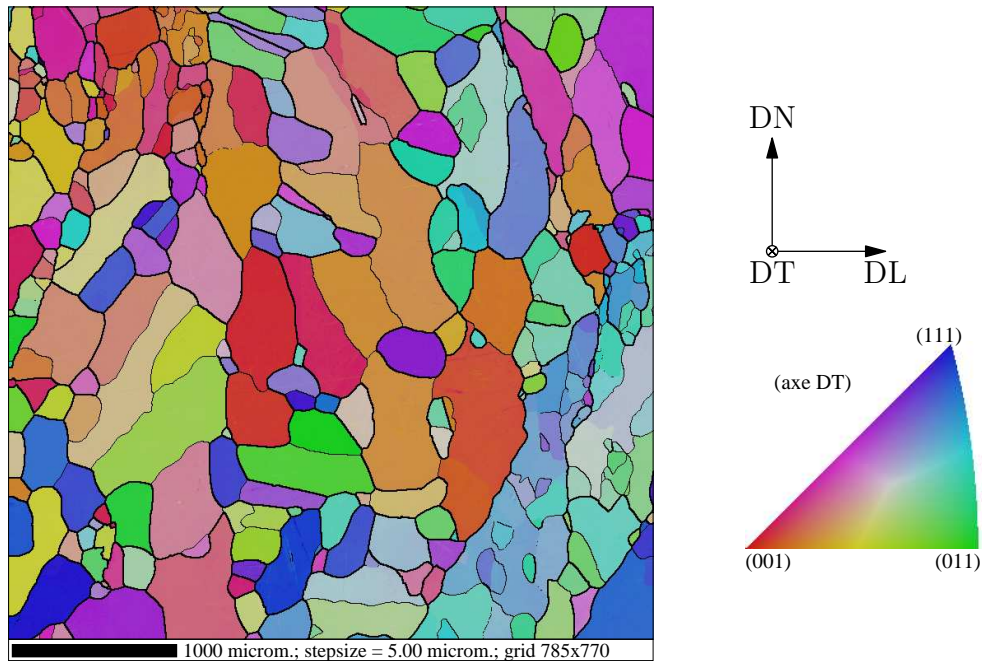
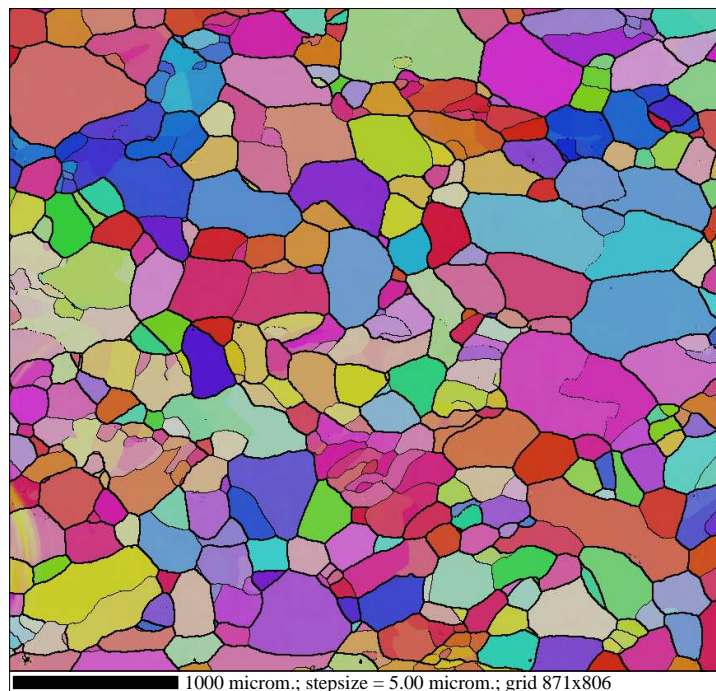


Fig. II.2 : Macrotecture initiale du matériau d'étude, calculée à partir d'environ 5000 grains, et apparaissant comme quasi absente (distribution uniforme).



(a)



(b)

Fig. II.3 : Microstructures initiales. (a) Échantillon A, (b) échantillon B. L'échantillon B présente une microstructure plus homogène. Cartes figure de pôles inverse + joints (traits épais > 15°, fins > 5°).

II.3 Échantillon tranché

L'élaboration des demi-échantillons doit être menée avec deux objectifs : leurs dimensions doivent être telles que l'échantillon tranché (une fois les demi-échantillons accolés) convienne pour l'essai de compression plane, et les surfaces internes doivent convenir pour une analyse par EBSD. D'après les études précédemment menées [12, 13], il pourrait suffire que seule la surface d'observation soit préparée pour l'analyse par EBSD, mais nous préparons tout de même les deux surfaces internes pour prévenir au maximum que la zone d'analyse ne soit affectée.

II.3.1 Dimensions

Les dimensions de l'échantillon tranché, comme pour un échantillon standard, sont contraintes par les dispositifs expérimentaux de préparation (polissage), de déformation (compression plane, voir section II.4) et dans une moindre mesure d'observation (MEB, voir section II.5) :

- La largeur doit être égale à celle du couloir du dispositif de compression plane : 7 mm, avec un intervalle de tolérance de $[-0.1 \text{ mm}, +0.05 \text{ mm}]$.
- La hauteur maximale est fixée par le dispositif de compression plane : 15 mm. Par ailleurs, la hauteur doit être suffisante pour que la zone d'étude soit peu affectée par le frottement au cours de la déformation, et aussi être assez faible pour limiter l'encombrement de l'échantillon, ce qui est sensible lors des étapes de polissage et d'observation. Nous choisissons : 10 mm.
- La longueur est définie de manière à minimiser les frottements et éviter le flambement. Une étude réalisée dans notre groupe de recherche, [68], préconise un facteur hauteur / longueur de 1.2. Nous choisissons ainsi pour longueur : 8 mm.

Les dimensions des demi-échantillons sont donc de : $8 \times 3.5 \times 10 \text{ mm}$. Ils sont en fait tout d'abord usinés à une dimension de $8 \times 4 \times 10 \text{ mm}$ pour disposer d'une quantité suffisante de matière à abraser par polissage.¹

II.3.2 Polissage mécanique

Le polissage mécanique a pour but de préparer les surfaces des demi-échantillons au polissage électrolytique tout en portant leurs largeurs à la dimension finale de 3.5 mm. Il est effectué manuellement, sans enrobage (car un désenrobage détériorerait à coup sûr l'échantillon), en utilisant un porte-échantillon micrométrique de marque Struers.

Un tel porte-échantillon, illustré sur la figure II.4, permet de contrôler précisément l'épaisseur de matière abrasée, de conserver une bonne planéité de la surface polie et un

¹Pour rappel, c'est à ce stade, après usinage et avant polissage, que le traitement thermique de recristallisation est réalisé (section II.2).

bon parallélisme entre celle-ci et la surface collée (les faces de normale DT). Le porte-échantillon est principalement constitué de trois parties : un support, un plot solidaire du support durant le polissage, et une vis micrométrique ayant rôle de butée lors du polissage. L'échantillon est collé sur le plot grâce à un film de colle cyanocrylate d'une épaisseur estimée de 0.1 mm.² La vis micrométrique permet de contrôler la quantité de matière abrasée avec une précision de 0.02 mm.

Classiquement, le polissage est tout d'abord effectué par contact avec un disque tournant muni d'une succession de papiers abrasifs en SiC de granulométries décroissantes (P500 à P2400) ; la lubrification est effectuée à l'eau. Lors de ces étapes, la largeur des demi-échantillons est portée à sa valeur finale de 3.5 mm. Pour améliorer l'état de surface, des disques tissés sont ensuite utilisés, avec des pâtes diamantées de granulométrie 3 μm puis 1 μm ; la lubrification est effectuée avec une solution à base d'alcool. Le détail de la gamme de polissage adoptée est présenté sur le tableau II.1.

Les échantillons sont ensuite dissociés du plot en plaçant l'ensemble (plot + échantillons) dans un bain de dichlorométhane. Le temps nécessaire à la dissolution complète de la colle est généralement de plusieurs heures.³

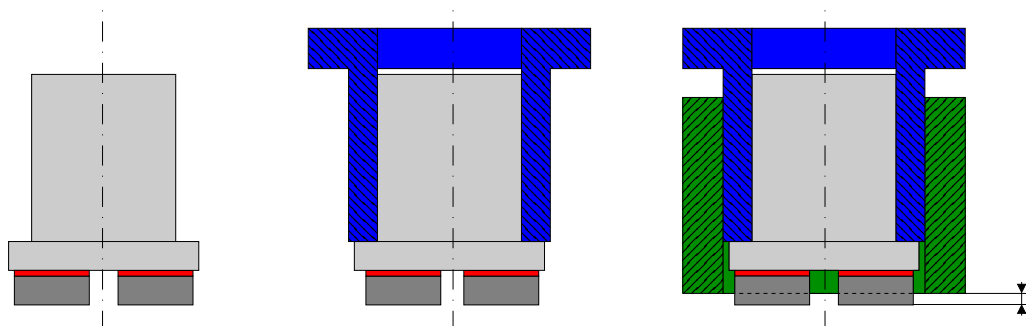


Fig. II.4 : Élaboration d'un échantillon tranché : schéma du porte-échantillon micrométrique. Gauche : plot (gris clair), sur lequel sont collés deux échantillons (gris foncé, colle en rouge) ; centre : ajout du support (bleu) ; droite : ajout de la vis micrométrique (vert). Les éléments d'assemblages ne sont pas représentés. L'épaisseur de matériau abrasée par polissage est indiquée par la double flèche.

²Une faible quantité de colle, déposée par l'intermédiaire d'une tête d'épingle par exemple, peut suffire. Vingt minutes sont nécessaires au séchage. L'expérience montre qu'il vaut mieux mettre trop peu de colle et avoir à coller à nouveau l'échantillon plutôt que d'en mettre trop et ne pas parvenir à le décoller une fois le polissage terminé. . .

³Afin de stopper l'évaporation rapide du dichlorométhane, il est judicieux de le recouvrir directement d'eau (qui est moins dense).

| Étape | Nature du polissage | Épaisseur abrasée |
|-------|-----------------------------------------------|-------------------|
| 1 | papier SiC P500 | 0.30 mm |
| 2 | papier SiC P800 | 0.10 mm |
| 3 | papier SiC P1000 | 0.06 mm |
| 4 | papier SiC P2400 | 0.04 mm |
| 5 | disque tissé + pâte diamantée 3 μm | 0.00 mm |
| 6 | disque tissé + pâte diamantée 1 μm | 0.00 mm |

Tab. II.1 : Élaboration d'un échantillon tranché : gamme de polissage.

II.3.3 Polissage électrolytique

Le polissage électrolytique consiste en la dissolution anodique d'un métal suivant une réaction de type $M \rightarrow M^{n+} + ne^-$. Cette réaction prend place préférentiellement là où le matériau forme des « crêtes », ce qui tend au cours du temps à rendre sa surface parfaitement plane, « polie miroir ». De plus, le polissage électrolytique permet de retirer la couche de matière écrouie par le polissage mécanique.

Le dispositif expérimental associe un récipient contenant un électrolyte (la température pouvant être contrôlée), un générateur de tension, une cathode et l'échantillon jouant le rôle d'anode, voir figure II.5. Pour un échantillon donné, le polissage fait intervenir de nombreux paramètres : nature, température et agitation de l'électrolyte, tension appliquée, durée du polissage, distances entre les différents éléments et méthodes de rinçage et de séchage. Les paramètres effectivement utilisés pour notre étude sont précisés dans le tableau II.2. La vitesse de dissolution du métal lors du polissage électrolytique a été mesurée sur un échantillon témoin, tout paramètre étant égal par ailleurs. Elle est évaluée par mesure de l'évolution de la largeur de l'échantillon au cours du temps. La valeur obtenue est de 0.5 $\mu\text{m/s}$, et donc 10 μm sont dissous au cours du polissage.

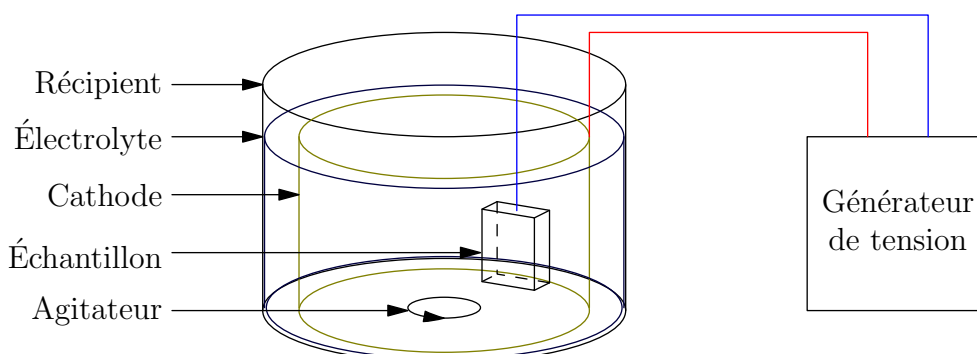


Fig. II.5 : Polissage électrolytique : schéma du dispositif utilisé.

| | |
|-------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Matériau | Al-0.1Mn |
| Échantillon | parallélépipède de $8 \times 3.5 \times 10$ mm |
| Électrolyte | solution Struers A2I ^a , $\simeq 0.8$ L, $T \simeq 5^\circ\text{C}$ (stockage de la solution) |
| Agitation | intensité modérée |
| Tension | 28 V appliquée, 26 V effective (mesurée au cours du polissage) |
| Durée | 20 s |
| Distances | échantillon à mi-chemin entre le tourbillon provoqué par l'agitateur et la cathode, et à au moins 2 cm sous la surface |
| Rinçage / Séchage | eau / air |

^aSolution commerciale de composition inconnue, mais fournissant les meilleurs résultats. Une solution de (20% HNO_3 + 80% CH_3OH) peut aussi être utilisée à $T < -5^\circ\text{C}$ [64].

Tab. II.2 : Polissage électrolytique : liste des paramètres adoptés.

II.3.4 Marquage de la zone d'étude

La zone d'étude est alors repérée sur l'une des surfaces internes, voir figure II.6 (milieu). D'une dimension de 4×4 mm et située au centre de la surface interne, elle est marquée par un jeu d'empreintes de microdureté appliquées tous les millimètres en utilisant une charge de 10 g. Une empreinte est également appliquée en un coin de l'échantillon pour faciliter son orientation. De plus, il est nécessaire de renouveler les empreintes au cours de la déformation pour les préserver.

II.3.5 Fermeture

Préalablement à la fermeture de l'échantillon tranché, il est important de nettoyer les surfaces internes pour chasser toute poussière qui, si présente, serait incrustée dans la matière pendant la déformation et masquerait une partie de la microstructure lors de sa caractérisation (un jet d'air pur suffit). Il faut ensuite accoler les deux demi-échantillons, et les maintenir en position en plaçant un point de colle cyanocrylate à chaque coin de la surface interne, ce qui est nécessaire pour éviter que l'échantillon ne s'ouvre au cours de l'essai de compression plane et de la trempe (voir figure II.6 (droite)).

II.3.6 Interpasse

Après déformation et trempe, une étape préliminaire à la caractérisation microstructurale est d'« ébavurer » l'échantillon par polissage mécanique afin de rendre les surfaces à nouveau planes, ce qui est nécessaire au bon positionnement de l'échantillon lors de sa caractérisation, et à la passe de compression suivante. L'échantillon tranché peut ensuite

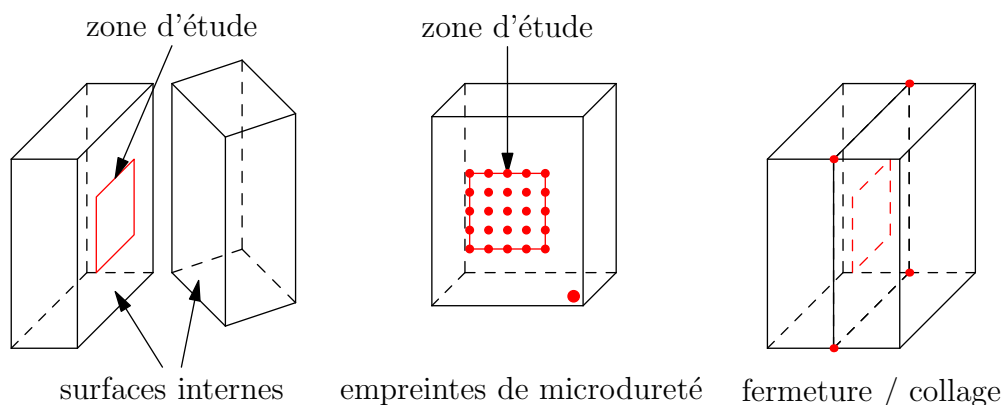


Fig. II.6 : Élaboration d'un échantillon tranché : marquage de la zone d'analyse et fermeture (collage des deux demi-échantillons).

être ouvert manuellement, et les demi-échantillons stockés comme tout échantillon (papier non peluchant puisque l'échantillon est très sensible aux rayures + sachet nylon). Avant la caractérisation microscopique, comme avant la (re)fermeture de l'échantillon, les poussières sont chassées par un jet d'air pur. Lors de la refermeture, les demi-échantillons doivent être replacés dans leurs positions originelles, c.-à-d. que les microstructures de la surface interne doivent à nouveau correspondre. Cela est d'autant plus facilité que les reliefs des deux demi-échantillons sont marqués. Aux grandes déformations, la fermeture est relativement aisée et la position peut être déterminée « à la main ». Par contre, aux déformations faibles ($\varepsilon = 0.2$), la fermeture s'avère délicate et il peut être nécessaire d'utiliser un microscope optique pour positionner précisément les demi-échantillons.

Dans le principe, le traitement appliqué aux surfaces internes est donc assez primaire. . . Néanmoins, l'étape critique de l'expérience est l'éjection de l'échantillon du dispositif de déformation, suivie de sa trempe : il est possible que l'échantillon s'ouvre et que les surfaces soient alors souillées par le bain de trempe. Dans ce cas, un nettoyage aux ultrasons peut être approprié, mais il ne doit être appliqué que si nécessaire, car le séchage de demi-échantillons déformés est plus délicat que celui d'échantillons plans : du fait du relief, l'eau a tendance à ne pas vraiment être chassée lors du séchage, mais plutôt à rester emprisonnée et à s'évaporer, ce qui ne conduit pas à des conditions de propreté optimales. Si ce nettoyage n'est pas suffisant, le dernier recours est un polissage électrolytique flash ($\simeq 3$ s) qui peut permettre de nettoyer la surface tout en ne retirant que très peu de matière. Cela n'a été appliqué qu'une seule fois dans nos expériences. De toute façon, il est nécessaire d'appliquer le nettoyage aux ultrasons avant même de tenter l'analyse par EBSD, car la surface serait alors fortement contaminée au carbone.

II.4 Essai de compression plane

L'essai de compression plane encastrée (en anglais, « Channel-die ») permet de simuler en laboratoire des conditions de déformation proches de celles rencontrées lors du laminage en industrie. Le mode de déformation est toutefois plus simple et les paramètres de déformation moins nombreux : température, vitesse de déformation et déformation appliquée, peuvent être contrôlés précisément. De plus, après déformation à chaud, l'échantillon peut être trempé afin de figer sa microstructure pour l'observation (menée à froid).

II.4.1 Dispositif expérimental

Le dispositif de compression plane utilisé a initialement été développé par Maurice [2,15]. Depuis, il a été largement utilisé et modifié par de nombreux doctorants du groupe, notamment Morère [69], Basson [70] et Pérocheau [16]. La version actuelle du dispositif est décrite en détail dans un article de Maurice *et al.* [71] d'où sont tirées avantageusement une partie des informations générales présentées ici.

a) Dispositif de compression plane

Le dispositif est illustré sur la figure II.7. Il est composé de deux éléments principaux : une matrice et un poinçon, ainsi que d'un doigt mécanique permettant l'éjection de l'échantillon.

La *matrice* comporte deux flancs et un tas. L'un des flancs est mobile (à droite, sur l'illustration) de manière à faciliter les manipulations, notamment l'insertion de l'échantillon et sa trempe. Lors de la déformation, les trois éléments de la matrice sont pressés par un vérin hydraulique de manière à éliminer tout déplacement transversal. L'échantillon prend place dans le *couloir*, de largeur 7 mm, laissé libre au sein de la matrice. Le *poinçon*, de largeur légèrement inférieure à celle du couloir, se déplace verticalement dans celui-ci pour appliquer la compression à l'échantillon. La vitesse de déplacement est réglée de manière à appliquer une vitesse de déformation constante au cours de l'essai, comprise entre 10^{-4} et 10^2 s^{-1} . Des cartouches chauffantes et des thermocouples insérés dans les outils (flancs de la matrice et poinçon) permettent leurs mises en température indépendantes – la température maximale est d'environ 600°C . Le *doigt mécanique* permet de pousser l'échantillon dans un bain d'eau après déformation – le temps de trempe est d'une à deux secondes. À noter que les éléments en contact avec l'échantillon (flancs, tas et poinçon) sont amovibles de manière à faciliter leur nettoyage après l'essai.

b) Lubrification

La lubrification est un point important de l'essai de compression plane, pour minimiser les effets de frottement. En déformation à froid, l'échantillon est communément entouré d'un film de Téflon (épaisseur : $50 \mu\text{m}$). Le Téflon est reconnu comme étant un très

bon lubrifiant, avec un coefficient de frottement de l'ordre de 10^{-2} [72]. En déformation à chaud, une double lubrification est généralement utilisée, car le Téflon se détériore plus rapidement qu'à froid, ce qui limiterait la durée des essais (quelques minutes), la température ($< 450^{\circ}\text{C}$) et la déformation applicable (< 1). L'échantillon est alors enduit d'une suspension liquide de graphite, séché, puis entouré comme précédemment d'un film de Téflon.

Pour nos essais, bien que réalisés à chaud, les conditions tant en température (400°C), durée d'essai (< 1 min) qu'en déformation (de l'ordre de 0.4) sont telles qu'une lubrification au Téflon est suffisante. Cette opportunité est un point important pour notre étude, car après déformation, l'échantillon est analysé « tel quel », sans enrobage, nettoyage ou polissage supplémentaire. Si du graphite devait être utilisé, il poserait problème par la suite, lors de l'analyse par EBSD (contamination de l'échantillon et pollution du MEB, impossibilité de poursuivre l'étude).

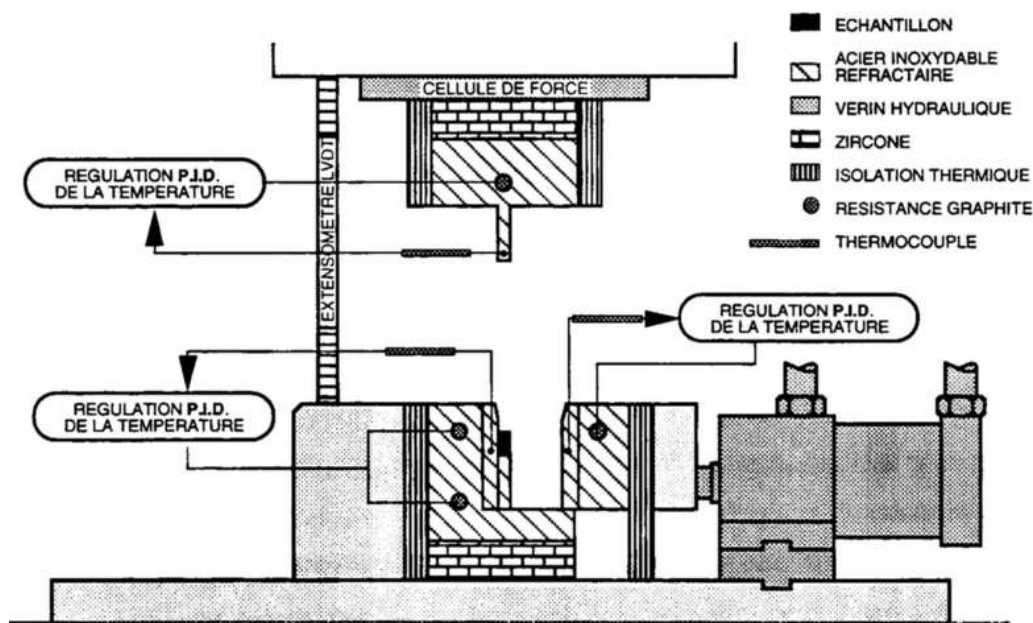


Fig. II.7 : Dispositif de compression plane, d'après [2]. (Le doigt mécanique n'est pas représenté.)

II.4.2 Déroulement des essais

Les étapes principales des essais sont les suivantes,

1. Préparation de l'échantillon : pose du lubrifiant au Téflon.
2. Mise à température des outils (400°C).
3. Montée du poinçon + ouverture du couloir.
4. Insertion de l'échantillon.
5. Fermeture du couloir.
6. Mise à température de l'ensemble (outils + échantillon). Les étapes précédentes créent une baisse de la température des outils de l'ordre de 10 à 15°C. La (re)montée en température de l'ensemble nécessite moins d'une minute [71].
7. Descente du poinçon = déformation de l'échantillon à vitesse constante contrôlée (1 s^{-1}).
8. Ouverture rapide du couloir et remontée du poinçon.
9. Poussée de l'échantillon dans un bac d'eau = trempe + récupération de l'échantillon.
10. Refroidissement et nettoyage du dispositif.

La durée d'un essai en lui-même, c.-à-d. permettant d'obtenir un échantillon déformé, peut être relativement limitée ($< 30\text{ min}$). Par contre, le refroidissement du dispositif, nécessaire à son nettoyage, se faisant par convection, nécessite environ 90 min.

Le logiciel pilotant le dispositif fournit les efforts et déplacements mesurés au niveau de la traverse. L'approche nécessaire à la détermination de la loi de comportement est détaillée dans une étude de Chovet *et al.* [68].

II.5 Technique EBSD

La technique EBSD permet de cartographier une surface d'analyse d'un échantillon via ses orientations cristallographiques. Cette section comprend une description des fondements physiques de cette technique (sous-section II.5.1), ainsi que du dispositif expérimental et de la démarche mise en œuvre (sous-section II.5.2).

II.5.1 Principe de la méthode EBSD

La méthode EBSD (« Electron BackScatter Diffraction », en français « Diffraction des électrons rétrodiffusés »), plus rarement nommée BKD (« Backscatter Kikuchi Diffraction »), voit ses fondements remonter aux travaux de Kikuchi menés en 1928 (pour la transmission) puis à Alam (pour la rétrodiffusion). Depuis, la méthode EBSD n'a cessé de se développer, et au début des années 1990, elle fut complètement automatisée [73], permettant ainsi de construire des cartographies d'orientations cristallographiques semblables à celles que l'on obtient aujourd'hui. Pour un historique plus détaillé, le lecteur pourra par exemple se reporter au récit de Dingley [74]. Les systèmes EBSD actuels permettent de l'ordre d'une trentaine de mesures d'orientations par seconde, alors que certains constructeurs annoncent des dispositifs permettant d'effectuer plus de 1000 analyses par seconde (enregistrement des diagrammes de diffraction seul).

a) Formation d'un diagramme de Kikuchi

Randle présente de manière pédagogique les principes de la méthode EBSD dans divers ouvrages [74, 75], dont sont inspirées en grande partie les informations présentées ici.

La méthode EBSD consiste donc à faire interagir un faisceau incident d'électrons avec la matière. Les interactions électrons-matière résultantes sont diverses : absorption, production d'électrons rétrodiffusés, secondaires et Auger, et de rayons X. La technique EBSD est basée sur l'étude des électrons rétrodiffusés et leur diffraction au contact de la structure cristalline, formant des diagrammes de Kikuchi permettant de déterminer l'orientation cristallographique du volume d'analyse. Pour augmenter la proportion de ces électrons, l'échantillon est fortement incliné, habituellement d'un angle de 70°. La figure II.8 illustre le principe de la méthode (formation d'une bande de Kikuchi).

Dès lors qu'il est au contact de la matière, le faisceau d'électrons n'est plus unidirectionnel, mais, du fait des chocs avec les atomes, est diffusé *dans toutes les directions*. L'angle d'incidence du faisceau n'a donc d'autre importance que d'influencer la proportion d'électrons rétrodiffusés ; elle est multipliée par environ 2.5 pour une inclinaison de 70° [76]. Du fait de la présence d'une structure cristalline, la plupart des électrons vérifient la *loi de Bragg* vis-à-vis de plans atomiques, selon laquelle une diffraction a lieu,

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta_B \quad (\text{II.1})$$

n est l'ordre de diffraction ($n = 1$ pour l'EBSD), λ la longueur d'onde des électrons, d_{hkl} la distance interréticulaire des plans $\{hkl\}$ ⁴, et θ_B l'angle auquel la diffraction a lieu. En pratique, seuls des plans denses sont visibles (θ_B petit).

Le lieu du rayonnement résultant est la surface d'un cône d'axe confondu à la normale au plan $\{hkl\}$ et de demi-angle au sommet $90^\circ - \theta_B$. La source d'électrons peut être considérée entre les plans atomiques, si bien que deux cônes sont générés pour chaque famille de plans, ce sont les *cônes de Kossel*. Les valeurs usuelles de λ et d_{hkl} conduisent via l'équation II.1 à des angles θ_B de l'ordre de 0.5° . Les cônes de Kossel sont donc quasiment « plats ». Leurs intersections avec l'écran d'observation sont des portions de coniques si « plates » qu'elles semblent être des droites parallèles. Ce sont les *lignes de Kikuchi*, délimitant une *bande de Kikuchi*. L'ensemble de bandes de Kikuchi forme un *diagramme de Kikuchi*. Le nombre de bandes sur le diagramme dépend de l'angle solide couvert par l'écran ; celui-ci doit donc être assez grand et proche de la zone d'analyse. Pourvu que le nombre de bandes soit assez important (on analyse les positions respectives des bandes), le diagramme définit complètement l'orientation cristalline du volume d'analyse.

b) Indexation

L'*indexation* est la détermination de l'orientation cristallographique à partir du diagramme de Kikuchi, voir figure II.9. Les lignes de Kikuchi sont considérées rectilignes et le diagramme de Kikuchi est représenté dans *l'espace de Hough* de coordonnées (ρ, θ) . C'est une méthode couramment employée en analyse d'images pour la reconnaissance de formes (ici de droites) [77]. La *transformée de Hough* consiste à associer à une droite sur le diagramme de Kikuchi un point dans l'espace de Hough : une droite sur le diagramme de Kikuchi, définie par l'équation $r = x \cos \theta + y \sin \theta$, est représentée par un point de coordonnées (r, θ) dans l'espace de Hough. Le diagramme de Kikuchi ayant pour intensité $I(x, y)$ en un point de coordonnées (x, y) , sa *transformée de Hough* est définie par,

$$\check{I}(\rho, \theta) = \iint_{x,y} I(x, y) \delta(\rho - x \cos \theta - y \sin \theta) dx dy \quad (\text{II.2})$$

où $\delta(\bullet) = \text{cste} \neq 0$ si $\bullet = 0$ (au pas de la grille définissant le diagramme de Kikuchi près) et $\delta(\bullet) = 0$ sinon.

La procédure d'indexation consiste à détecter les lieux de haute intensité de la transformée de Hough, représentant les bandes de Kikuchi, et à étudier leurs positions. Cette étape est effectuée par un logiciel, qui doit pour cela disposer des informations sur la structure cristalline du matériau analysé. Après indexation, une estimation de l'erreur sur l'orientation calculée est retournée (le MAD). Une valeur faible garantit une bonne précision de la mesure de l'orientation (habituellement $\simeq 0.5^\circ$).

Il faut souligner que cette procédure est très robuste, car un diagramme de Kikuchi peu contrasté l'est bien davantage après transformée de Hough du fait de sa nature intégrative.

⁴Pour les structures cubiques, $d_{hkl} = a/\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$ où a est le paramètre de maille.

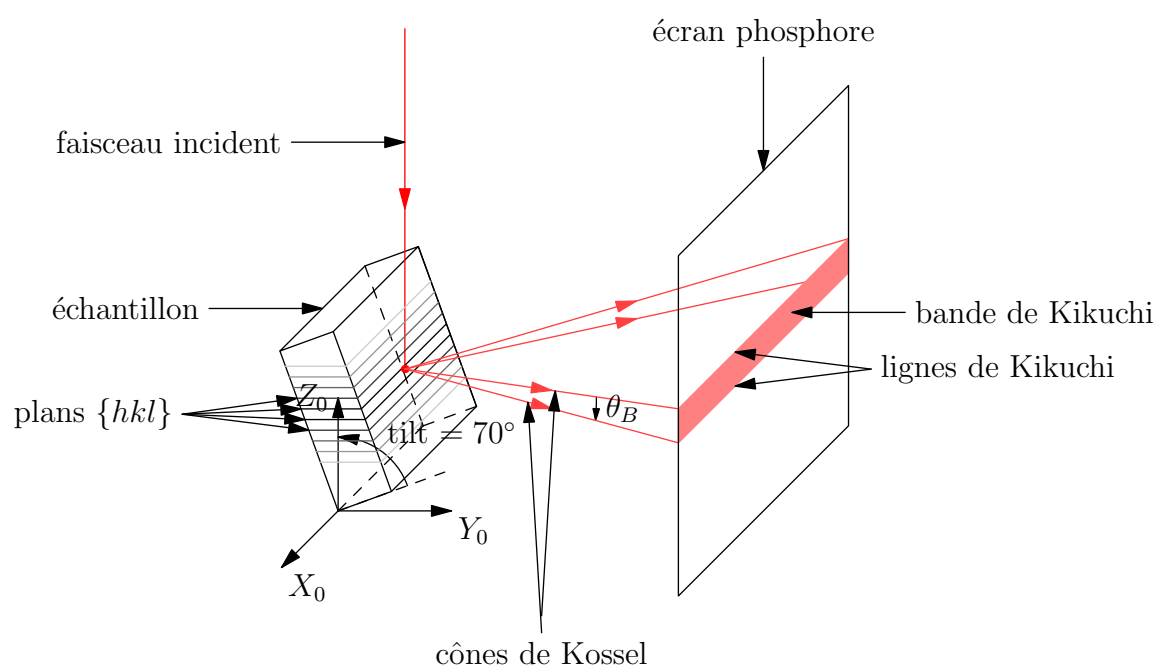


Fig. II.8 : Méthode EBSD – formation d'un diagramme de Kikuchi.

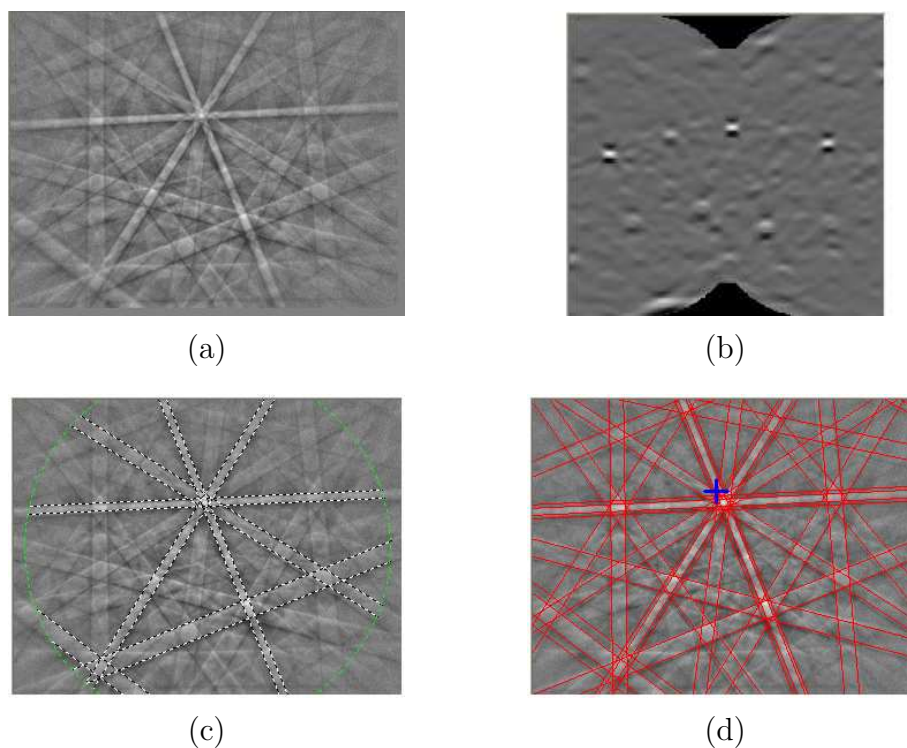


Fig. II.9 : Méthode EBSD : détermination d'une orientation. (a) Diagramme de Kikuchi, (b) Transformée de Hough, (c) Détection des bandes de Kikuchi – le cercle vert contient la portion du diagramme de Kikuchi utilisée, (d) Indexation de l'orientation.

II.5.2 Dispositif expérimental et démarche

Le système d'analyse EBSD que nous avons utilisé, de la société HKL, est implanté dans un microscope électronique à balayage à émission de champ (MEB FEG) JSM 6500F. Une fois les paramètres d'analyse ajustés [tension d'accélération : 20 kV, distance de travail : 18.1 mm, ouverture de diaphragme : 3 – 4], et les réglages usuels effectués, l'échantillon est incliné – « tilté », d'un angle de 70° par rapport au plan horizontal. Au cours de l'analyse EBSD, les électrons rétrodiffusés sont captés par un écran phosphore. Les diagrammes de Kikuchi apparaissant sur l'écran sont filmés par une caméra CCD qui renvoie l'image au logiciel d'indexation. Le signal obtenu nécessite d'être traité ; notamment, le fond continu, préalablement acquis sur une grande plage d'analyse (en mode balayage), est soustrait du diagramme de Kikuchi. Lorsque le diagramme paraît de bonne qualité, les paramètres de projection (notamment distance échantillon – écran) sont ajustés. La plage d'acquisition, généralement constituée de multiples sous-plages dont les cartographies sont ensuite accolées, peut alors être choisie et l'analyse lancée.

Avec le dispositif actuel et dans les conditions usuelles, de 12 à 15 orientations peuvent être déterminées par seconde (30 dans des conditions optimales). Cela permet, par exemple, en une douzaine d'heures, la cartographie d'une plage de 4×4 mm avec un pas de $5 \mu\text{m}$, ou de 0.4×0.4 mm avec un pas de $0.5 \mu\text{m}$.

La *résolution angulaire* sur une mesure d'orientation dépend de la nature de l'échantillon et des paramètres de réglage utilisés. Dans sa thèse, Glez [64] a quantifié expérimentalement cette résolution dans des conditions expérimentales semblables aux nôtres, et a obtenu une valeur de 0.43° (écart type des désorientations par rapport à l'orientation moyenne). Cette valeur est tout à fait suffisante pour notre étude, mais elle peut être problématique pour d'autres applications, notamment l'étude de sous-structures, ce qui motive le développement de nouveaux outils [78, 79].

La *résolution spatiale* a été déterminée par Humphreys *et al.* [80] avec un équipement et un matériau semblable au nôtre (MEB FEG et aluminium) : elle est de l'ordre de 20 nm, ce qui est également suffisant pour notre étude.

II.6 Conclusion

Nous avons présenté dans ce chapitre le matériau, les outils expérimentaux, ainsi que la méthode adoptée pour poursuivre notre étude de « suivi de microstructures ».

- Le *matériau* employé, un alliage binaire Al-0.1Mn, peut être soumis à une déformation à chaud (puis trempé) sans subir de recristallisation, ce qui nous permet de préserver les microstructures de déformation.
- Le *dispositif de compression plane* permet d’appliquer un mode de déformation similaire à celui rencontré lors du laminage industriel. De plus, il permet de contrôler précisément les différents paramètres intervenant, que sont la température, la vitesse de déformation et la déformation totale. Nous avons choisi des conditions proches de celles rencontrées en laminage industriel : température de 400°C, vitesse de déformation de 1 s^{-1} , et déformation vraie totale allant jusqu’à 1.6.
- L’*EBSD, installé dans un MEB*, permet la caractérisation de la microstructure. Par exemple, en une douzaine d’heures, nous pouvons construire des cartographies d’orientations cristallographiques sur une surface de $4 \times 4\text{ mm}^2$ par pas de $5\text{ }\mu\text{m}$. Pour une microstructure polycristalline ayant une taille de grains de $300\text{ }\mu\text{m}$, cela permet de couvrir *plusieurs centaines de grains* tout en obtenant *plusieurs centaines de mesures d’orientations cristallographiques par grain*. Il résulte que nous pouvons étudier la macrotecture, les orientations individuelles des grains, mais aussi les dispersions d’orientations intragranulaires. De plus, la résolution du dispositif, tant angulaire ($\simeq 0.5^\circ$) que spatiale ($\simeq 20\text{ nm}$), permet également de poursuivre des investigations à l’échelle des sous-grains.
- L’*échantillon tranché* est conçu de manière à être apte à la déformation par compression plane comme à la caractérisation microstructurale tout au long de l’étude expérimentale. Son élaboration peut être menée systématiquement, mais son utilisation est relativement délicate, car il faut éviter que la surface d’observation ne soit salie au cours de l’étude.

L’étude expérimentale orchestre ces différents éléments. Elle consiste en une succession de cycles comportant déformation puis caractérisation microstructurale et permet ainsi le suivi de la microstructure au cours de la déformation. Son évolution, et notamment celle des grains individuels, peut alors être étudiée, via des posttraitements adéquats.

Préalablement à cette étude, il est nécessaire de disposer d’outils de description mathématique de la microstructure. C’est l’objet du chapitre suivant qui introduit, en parallèle à celui-ci, les méthodes et outils *mathématiques* pour l’étude des microtextures.

Chapitre -III-

Méthodes et outils mathématiques pour l'étude des microtextures

Sommaire

| | | |
|--------------|-----------------------------------------------------------------------|-----------|
| III.1 | Introduction | 50 |
| III.2 | Description d'orientations | 51 |
| | III.2.1 Systèmes de coordonnées, orientations | 51 |
| | III.2.2 Descripteurs basés sur une rotation autour d'un axe | 52 |
| III.3 | Manipulation d'orientations | 56 |
| | III.3.1 Opérations élémentaires | 56 |
| | III.3.2 Changement de système de coordonnées | 56 |
| | III.3.3 Symétrie du cristal | 58 |
| | III.3.4 Symétrie de l'échantillon | 59 |
| | III.3.5 Désorientations | 60 |
| III.4 | Distributions locales d'orientations | 62 |
| | III.4.1 Orientation moyenne | 63 |
| | III.4.2 Distribution de désorientations | 65 |
| | III.4.3 Propriétés d'anisotropie | 66 |
| III.5 | orilib | 69 |
| | III.5.1 Documentation | 69 |
| | III.5.2 Version exécutable | 69 |
| | III.5.3 Dans un programme C ou C++ | 70 |
| III.6 | Conclusion | 71 |

III.1 Introduction

L'étude des orientations et de leurs distributions nécessite de s'appuyer sur des outils mathématiques. En fait, l'espace des orientations est un espace $SO(3)$ (« groupe orthogonal spécial 3D »), non euclidien [81]. Il résulte qu'en pratique, la manipulation de ces éléments est assez délicate. La description même des orientations fait intervenir de nombreuses formulations, des très communs angles d'Euler aux moins connus quaternions. Le très large domaine d'utilisation des rotations et orientations (science des matériaux, dynamique du vol, robotique, etc.) conduit par ailleurs à une diversité des appellations, conventions ou notations dans les ouvrages pouvant porter à confusion.

Dans le domaine des textures, ces outils sont d'utilisation courante, d'autant plus que, par exemple pour la simple description d'orientations, aucun d'entre eux n'apporte pleine satisfaction dans l'ensemble des applications. Ils ont d'ailleurs fait l'objet de nombreux articles et ouvrages dans les dernières décennies (par exemple, [42, 75, 81, 82]), pour certains de référence. Il reste qu'il est obligatoire de mener des études croisées de ces sources d'information, non seulement parce qu'aucune n'est exhaustive, mais aussi parce que l'expérience montre que les formulations proposées peuvent être imprécises (contexte d'applications, etc.) ou manquer de généralisation (cas particuliers non traités), voire faire l'objet d'erreurs de calcul ou de fautes de frappe. Cela conduit *in fine* à de réelles difficultés pour l'utilisateur final.

Ce chapitre vise à définir précisément les outils utilisés pour notre étude : description et manipulation d'orientations (sections III.2 et III.3), et description de leurs distributions (sections III.4). Les éléments mathématiques sont fournis *a minima* pour ne pas surcharger le document (certains éléments sont portés en annexe A).

Dans la pratique, une fois les formulations correctes à disposition, une potentielle source supplémentaire d'erreurs est leur implémentation. Dans un souci de pérennisation, de diffusion et de quête de robustesse des outils développés, cette étude a aussi conduit à la création d'une *librairie informatique documentée* écrite en C, `orilib` [83]. Une courte introduction est fournie en section III.5. Cette librairie est bien documentée, téléchargeable sur internet (<http://sourceforge.net/projects/orilib>), distribuée sous licence GPL [84] et donc librement utilisable. C'est à notre connaissance la première librairie informatique de ce type pour l'étude des orientations. Pour le lecteur-utilisateur, nul besoin donc de réimplémenter les formulations fournies ici, il suffit d'utiliser la librairie.

III.2 Description d'orientations

III.2.1 Systèmes de coordonnées, orientations

La description d'une orientation, notée G , requiert la définition de *systèmes de coordonnées (SdC)* : un SdC de référence attaché à l'échantillon C_s et un SdC attaché au cristal C_c , voir figure III.1. Le SdC de référence est communément aligné avec les axes majeurs de l'échantillon ; dans le cas de la compression plane, les directions DL, DT et DN. De la même manière, le SdC du cristal est aligné avec ses axes majeurs ; dans notre cas de cristaux cubiques les axes $[100]$, $[010]$ et $[001]$. Les deux SdC sont choisis orthonormés directs.

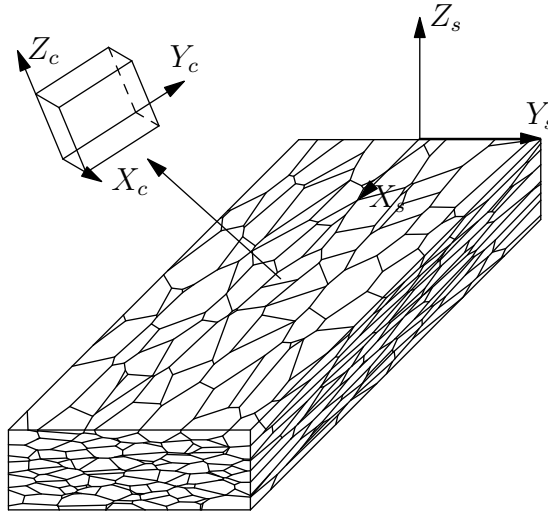


Fig. III.1 : Description d'orientations : SdC de référence C_s et du cristal C_c .

Nous pouvons d'ores et déjà noter que, même avec ces contraintes, il peut y avoir plusieurs possibilités pour les SdC de référence et du cristal du fait de leurs symétries. Cela doit être pris en compte pour la manipulation d'orientations (section III.3).

L'*orientation* G d'un cristal est définie comme la position en rotation de son SdC par rapport au SdC de référence. Il en découle directement la définition de la *matrice de rotation*, g ,

$$\begin{pmatrix} X_c \\ Y_c \\ Z_c \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} g_{11} & g_{12} & g_{13} \\ g_{21} & g_{22} & g_{23} \\ g_{31} & g_{32} & g_{33} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} X_s \\ Y_s \\ Z_s \end{pmatrix} \quad (\text{III.1})$$

En fait, le théorème des rotations d'Euler, émis en 1775, stipule que toute orientation peut être décrite par une rotation autour d'un axe particulier, et donc il suffit de *trois variables indépendantes* pour décrire une orientation (deux pour l'axe et une pour l'angle). Il existe en fait différents *descripteurs d'orientations*, dont la raison d'être est que nul

n'apporte pleine satisfaction, mais il est possible de convertir tout descripteur en un autre. Ils peuvent être classifiés en trois familles : les descripteurs basés sur les SdC (matrice de rotation, indices de Miller et figures de pôles), les descripteurs basés sur trois rotations successives (angles d'Euler) et les descripteurs basés sur une rotation autour d'un axe. Les deux premières familles de descripteurs sont relativement communes et souvent décrites dans les ouvrages. Les définitions mathématiques peuvent néanmoins être incorrectes, c'est pourquoi une description est fournie en annexe A. Nous nous concentrons dans la suite de cette section sur la troisième famille, regroupant des outils moins communs et particulièrement utiles à notre étude.

III.2.2 Descripteurs basés sur une rotation autour d'un axe

L'application du théorème des rotations d'Euler conduit directement au descripteur axe / angle de rotation. Il existe aussi des descripteurs dérivés, combinant axe et angle de rotation en une même entité mathématique : les vecteur de Rodrigues et quaternions. Ces deux descripteurs ont de plus été construits de manière à rendre possibles les manipulations de rotations (inversion, composition, etc.) par des opérations algébriques simples.

a) Axe / angle de rotation

La description d'une orientation par un axe / angle de rotation (r, θ) est illustrée sur la figure III.2. Pour que la paire axe / angle de rotation soit unique dans le cas général, l'angle θ est défini dans l'intervalle $[0, 180]$. Le cas où $\theta = 0$ constitue un cas particulier, car l'axe r est indéfini ; c'est ce que l'on dénomme *dégénérescence en $\theta = 0$* .

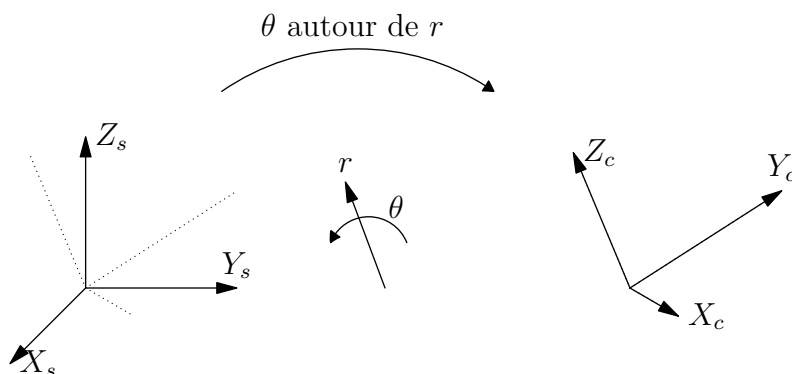


Fig. III.2 : Description d'une orientation par un axe / angle de rotation (r, θ) . C_s représente le système de coordonnées de l'échantillon et C_c celui du cristal.

Le descripteur axe / angle de rotation peut être relié à la matrice de rotation par,

$$\left\{ \begin{array}{l} g_{11} = r_1 r_1 (1 - \cos \theta) + \cos \theta \\ g_{12} = r_1 r_2 (1 - \cos \theta) + r_3 \sin \theta \\ g_{13} = r_1 r_3 (1 - \cos \theta) - r_2 \sin \theta \\ g_{21} = r_2 r_1 (1 - \cos \theta) - r_3 \sin \theta \\ g_{22} = r_2 r_2 (1 - \cos \theta) + \cos \theta \\ g_{23} = r_2 r_3 (1 - \cos \theta) + r_1 \sin \theta \\ g_{31} = r_3 r_1 (1 - \cos \theta) + r_2 \sin \theta \\ g_{32} = r_3 r_2 (1 - \cos \theta) - r_1 \sin \theta \\ g_{33} = r_3 r_3 (1 - \cos \theta) + \cos \theta \end{array} \right. \quad (\text{III.2})$$

La conversion inverse est,

$$\theta = \arccos [(g_{11} + g_{22} + g_{33} - 1) / 2]$$

$$\text{si } \left\{ \begin{array}{l} \theta \neq 180 \\ \theta \neq 0 \end{array} \right. , \quad \left\{ \begin{array}{l} r_1 = (g_{23} - g_{32}) / (2 \sin \theta) \\ r_2 = (g_{31} - g_{13}) / (2 \sin \theta) \\ r_3 = (g_{12} - g_{21}) / (2 \sin \theta) \end{array} \right.$$

$$\text{si } \theta = 180, \quad \left\{ \begin{array}{l} r_1 = \pm \sqrt{(g_{11} + 1) / 2} \\ r_2 = \pm \sqrt{(g_{22} + 1) / 2} \\ r_3 = \pm \sqrt{(g_{33} + 1) / 2} \end{array} \right. \quad \text{avec } \left\{ \begin{array}{l} m \mid \forall i \in \{1, 2, 3\}, |r_m| \geq |r_i|, \\ r_m > 0 \text{ par convention.} \\ \forall i \neq m, \text{sgn}(r_i) = \text{sgn}(g_{im}) \end{array} \right.$$

$$\text{si } \theta = 0, \quad \left\{ \begin{array}{l} r_1 = 1 \\ r_2 = 0 \\ r_3 = 0 \end{array} \right. \quad \text{par convention.} \quad (\text{III.3})$$

b) Vecteur de Rodrigues

Un vecteur de Rodrigues, défini en 1840, dérive de la description par axe / angle de rotation. Il s'agit d'un vecteur tridimensionnel dont la direction est donnée par l'axe de rotation et la norme par l'angle de rotation,

$$R = \tan(\theta/2) r \quad (\text{III.4})$$

La conversion inverse est,

$$\begin{aligned} \theta &= 2 \operatorname{atan} \|R\| \\ \text{si } \theta \neq 0, \quad r &= R / \tan(\theta/2) \\ \text{si } \theta = 0, \quad \begin{cases} r_1 = 1 \\ r_2 = 0 \\ r_3 = 0 \end{cases} &\text{ par convention.} \end{aligned} \tag{III.5}$$

Comme la norme du vecteur de Rodrigues est nulle lorsque l'angle de rotation est nul, il permet d'éviter la dégénérescence présente avec le descripteur axe / angle de rotation.

c) Quaternions

Les quaternions ont été décrits pour la première fois par Hamilton en 1843, et sont une extension des nombres complexes. Nous pouvons dire que les quaternions (unitaires) sont aux rotations 3D ce que les nombres complexes sont aux rotations 2D. Nous rappelons ici leur définition et leur lien avec les rotations.

Définition L'algèbre des quaternions est souvent notée \mathbb{H} . Son ensemble est isomorphe à \mathbb{R}^4 . Les éléments de base sont 1, i , j et k , où i , j et k sont des nombres imaginaires purs. Tout quaternion peut être écrit comme une combinaison linéaire des éléments de base, $q = \rho 1 + \lambda i + \mu j + \nu k$ où ρ , λ , μ et ν sont des nombres réels. L'élément 1 est l'élément identité est donc q est généralement écrit,

$$q = \rho + \lambda i + \mu j + \nu k \tag{III.6}$$

Il peut aussi être écrit comme un quadruplet $q = (\rho, \lambda, \mu, \nu)$. Il consiste en une partie réelle – le scalaire ρ , et une partie vectorielle – l'imaginaire pur à trois composantes $\lambda i + \mu j + \nu k$. La *somme de quaternions*, ainsi que la *multiplication d'un quaternion par un nombre réel*, sont celles d'éléments de \mathbb{R}^4 ,

$$q_1 + q_2 = (\rho_1 + \rho_2) + (\lambda_1 + \lambda_2)i + (\mu_1 + \mu_2)j + (\nu_1 + \nu_2)k \tag{III.7}$$

$$\forall a \in \mathbb{R}, a q = (a\rho) + (a\lambda)i + (a\mu)j + (a\nu)k \tag{III.8}$$

Le *produit dit « Hamiltonien »* de quaternions suit la loi suivante, pour la multiplication des vecteurs de base,

$$i^2 = j^2 = k^2 = ijk = -1 \tag{III.9}$$

relation dont peut être tiré tout produit entre les vecteurs de bases. Il résulte que,

$$q_3 = q_1 q_2 = \begin{cases} \rho_3 = \rho_1 \rho_2 - \lambda_1 \lambda_2 - \mu_1 \mu_2 - \nu_1 \nu_2 \\ \lambda_3 = \rho_1 \lambda_2 + \lambda_1 \rho_2 + \mu_1 \nu_2 - \nu_1 \mu_2 \\ \mu_3 = \rho_1 \mu_2 - \lambda_1 \nu_2 + \mu_1 \rho_2 + \nu_1 \lambda_2 \\ \nu_3 = \rho_1 \nu_2 + \lambda_1 \mu_2 - \mu_1 \lambda_2 + \nu_1 \rho_2 \end{cases} \tag{III.10}$$

Le produit Hamiltonien est associatif, distributif et non commutatif (dans le cas général),

$$\begin{cases} (q_1 q_2) q_3 = q_1 (q_2 q_3) \\ q_0 (q_1 + q_2) = q_0 q_1 + q_0 q_2 \text{ et } (q_1 + q_2) q_0 = q_1 q_0 + q_2 q_0 \\ q_1 q_2 \neq q_2 q_1 \end{cases} \quad (\text{III.11})$$

Le *conjugué* d'un quaternion $q = \rho + \lambda i + \mu j + \nu k$, noté q^* , s'obtient comme pour un nombre complexe,

$$q^* = \rho - \lambda i - \mu j - \nu k \quad (\text{III.12})$$

La *norme d'un quaternion* s'obtient aussi comme pour un nombre complexe,

$$\|q\| = \sqrt{q q^*} = \sqrt{\rho^2 + \lambda^2 + \mu^2 + \nu^2} \quad (\text{III.13})$$

L'*inverse d'un quaternion* est obtenue à partir de la relation III.13,

$$q^{-1} = \frac{q^*}{\|q\|^2} \quad (\text{III.14})$$

Description de rotations Pour la description de rotations dans l'espace 3D, des quaternions de norme unité ($\|q\| = 1$), dénommés *quaternions unitaires* sont utilisés.

La conversion d'un axe / angle de rotation en quaternion est,

$$\begin{cases} \rho = \cos(\theta/2) \\ \lambda = r_1 \sin(\theta/2) \\ \mu = r_2 \sin(\theta/2) \\ \nu = r_3 \sin(\theta/2) \end{cases} \quad (\text{III.15})$$

La conversion inverse est,

$$\theta = 2 \arccos(\rho)$$

$$\text{si } \theta \neq 0, \quad \begin{cases} r_1 = \lambda / \sin(\theta/2) \\ r_2 = \mu / \sin(\theta/2) \\ r_3 = \nu / \sin(\theta/2) \end{cases} \quad (\text{III.16})$$

$$\text{si } \theta = 0, \quad \begin{cases} r_1 = 1 \\ r_2 = 0 \\ r_3 = 0 \end{cases} \text{ par convention.}$$

De plus, d'après l'expression III.15, q et $-q$ décrivent la même orientation. L'espace nécessaire à la description de rotations dans l'espace 3D peut donc être restreint à la demi-hypersphère des *quaternions unitaires et positifs, c.-à-d. tels que* $\rho^2 + \lambda^2 + \mu^2 + \nu^2 = 1$ *et* $\rho \geq 0$. Ceci réduit le nombre de variables indépendantes à trois, l'élément ρ pouvant être déduit des trois autres éléments : $\rho = \sqrt{1 - \lambda^2 - \mu^2 - \nu^2}$.¹

¹En fait, dans les applications, compte tenu des capacités informatiques actuelles, cette relation n'est pas utilisée, car en général la rapidité de calcul (et donc d'accès aux éléments de q) est favorisée par rapport à l'espace mémoire nécessaire à son stockage.

III.3 Manipulation d'orientations

Toute manipulation d'orientations repose sur deux opérations élémentaires : calcul de rotation inverse et composition de rotations. Tous les outils supplémentaires décrits dans cette partie combinent ces deux opérations. Seules leurs expressions finales sont indiquées, mais elles sont établies par raisonnement mathématique en s'appuyant sur les deux opérations élémentaires.

Les formulations sont données pour les matrices de rotation et pour les quaternions. Dans la pratique, nous utilisons préférentiellement les quaternions, mais les formulations pour les matrices de rotation sont données parallèlement pour souligner les différences.

III.3.1 Opérations élémentaires

a) Rotation inverse

La définition d'une rotation inverse G_{inv} est immédiate. Les propriétés des matrices de rotation (orthogonale) et quaternion (unitaire) fournissent des relations supplémentaires,

$$g_{inv} = g^{-1} = g^t \quad q_{inv} = q^{-1} = q^* \quad (\text{III.17})$$

b) Composition de rotations

Soient deux rotations successives G_1 et G_2 que nous souhaitons composer en une rotation unique G , voir figure III.3. G_1 est exprimée dans le SdC de référence C_0 , mais G_2 peut être exprimée soit dans le SdC résultant de la rotation G_1 , noté C_1 , soit dans C_0 , auquel cas elle est notée $G_2^{réf}$. La rotation G est donnée par,

$$g = g_2 g_1 = g_1 g_2^{réf} \quad q = q_1 q_2 = q_2^{réf} q_1 \quad (\text{III.18})$$

Ces propriétés découlent directement des définitions des matrices de rotation et quaternions (pour plus de détails sur les quaternions, le lecteur pourra se reporter à [85]).

III.3.2 Changement de système de coordonnées

Il est parfois nécessaire d'exprimer une orientation dans un SdC différent, voir figure III.4. Soit C_s et C_s' les ancien et nouveau SdC, respectivement et G_s l'orientation du nouveau SdC dans l'ancien SdC. Soit G l'orientation du cristal exprimée dans l'ancien SdC. Son expression dans le nouveau SdC, G' , est donnée par,

$$g' = g g_s^{-1} \quad q' = q_s^{-1} q \quad (\text{III.19})$$

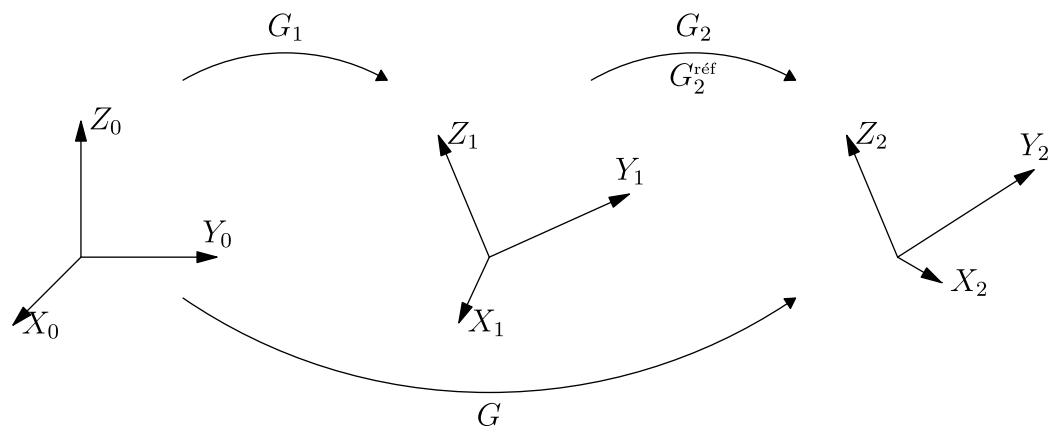


Fig. III.3 : Composition de rotations. Voir le corps du texte pour les définitions des différentes grandeurs.

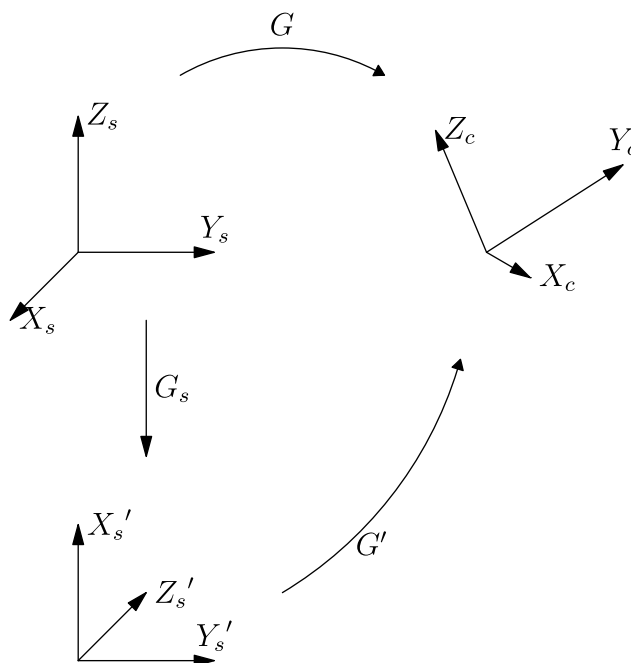


Fig. III.4 : Changement de SdC. C_s et C'_s sont les ancien et nouveau SdC. C_c est le SdC du cristal. Voir le corps du texte pour les définitions des différentes grandeurs.

III.3.3 Symétrie du cristal

Du fait des symétries du cristal, il y a plusieurs possibilités pour le SdC du cristal, voir figure III.5 ; ce sont les *orientations cristallographiquement équivalentes*. Elles représentent toutes la même *orientation physique* du cristal, mais chacune possède un descripteur propre. Cela a pour effet de diviser l'espace des orientations en plusieurs zones équivalentes, autant que de possibilités pour le SdC du cristal, toutes de même volume et de même forme. Toute orientation du cristal est décrite par un point unique dans chaque zone (dans le cas général). En fait, il est possible dans ce cas de se limiter à une seule zone. Celle la plus proche du SdC de référence, c.-à-d. la moins désorientée (voir sous-section III.3.5) est choisie ; c'est la *zone fondamentale*.

Les orientations cristallographiquement équivalentes, notées G_i , d'une orientation G sont obtenues en combinant G à un opérateur de symétrie, noté T_i et U_i , pour les matrices de rotation et quaternions, respectivement,

$$g_i = T_i g \quad q_i = q U_i \quad (\text{III.20})$$

Pour les cristaux de symétrie cubique, il y a vingt-quatre matrices T_i ou quaternions U_i , représentant l'identité, les trois rotations de 90° autour de chacune des trois directions $\langle 100 \rangle$ (les arêtes du cube), une rotation de 180° autour de chacune des six directions $\langle 110 \rangle$ (les diagonales des faces du cube) et les deux rotations de 120° autour de chacune des quatre directions $\langle 111 \rangle$ (les diagonales du cube). Les matrices T_i et quaternions U_i sont donnés en annexe A.4.

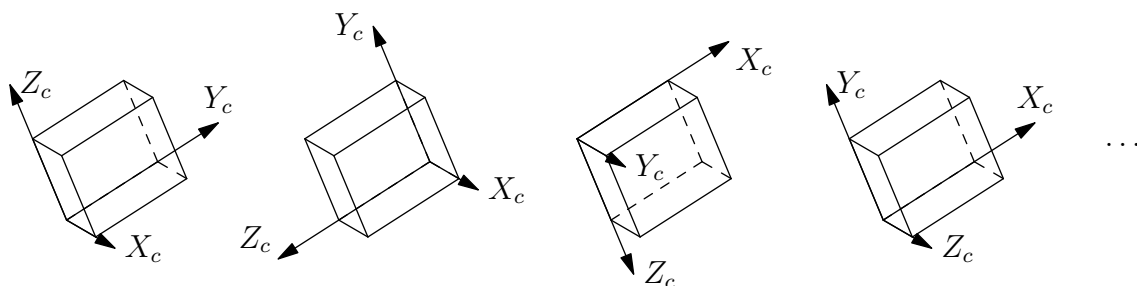


Fig. III.5 : Quelques orientations cristallographiquement équivalentes dans le cas de la symétrie cubique. Le cristal a la même orientation physique, mais différents systèmes de coordonnées.

III.3.4 Symétrie de l'échantillon

Souvent l'échantillon présente un ou plusieurs plan(s) de symétrie. Par exemple, pour la compression plane, ce sont les plans de normale DL et DT (symétrie orthotrope). Il y a alors plusieurs possibilités pour le SdC de référence, ou, de manière équivalente, plusieurs possibilités pour le SdC du cristal par rapport à un SdC de référence unique.

La figure III.6 illustre un exemple de symétrie par rapport au plan de normale Y_s . L'orientation symétrique pour le SdC du cristal peut être obtenue en deux étapes. La première est d'appliquer la symétrie, ce qui change les coordonnées y des vecteurs de base en leurs opposées. Le SdC résultant est indirect. La seconde étape est de le rendre direct en changeant le vecteur de base Y_c en son opposé.

Pour généraliser ce raisonnement, notons les plans X_s , Y_s et Z_s , P_i avec $i = 1, 2, 3$, respectivement, et soit P_i le plan considéré. En termes mathématiques, pour ce qui est de la matrice de rotation g , la solution pour la symétrie par rapport au plan P_i , notée g_i , est obtenue comme suit,

$$g_i = m_i (g m_i^{-1}) \quad (\text{III.21})$$

où m_i est la matrice de symétrie 3×3 donnée par,

$$(m_i)_{jj} = \begin{cases} 1 & \text{pour } j \neq i \\ -1 & \text{pour } j = i \end{cases} \quad (\text{III.22})$$

$$(m_i)_{jk} = 0$$

Pour ce qui est des quaternions, la solution q_i est donnée par,

$$q_0 = \rho, q_1 = \lambda, q_2 = \mu, q_3 = \nu$$

$$(q_i)_0 = q_0$$

$$\text{pour } j \in \{1, 2, 3\}, (q_i)_j = \begin{cases} q_j & \text{si } j = i \\ -q_j & \text{si } j \neq i \end{cases} \quad (\text{III.23})$$

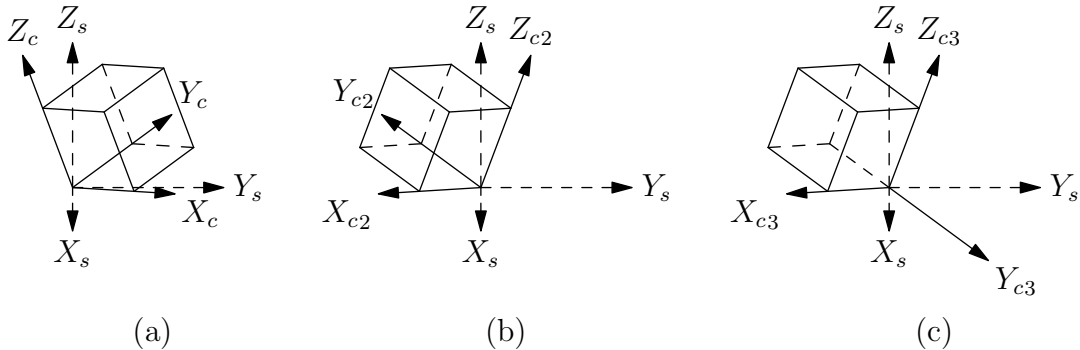


Fig. III.6 : Symétrie par rapport à un plan du SdC de référence. (a) Position originelle, (b) symétrie par rapport au plan de normale Y_s , (c) changement de Y_s en son opposé.

III.3.5 Désorientations

Soient G_1 et G_2 deux orientations, voir figure III.7. La *désorientation* entre les deux orientations est définie comme la rotation G_d qui fait passer d'une orientation à l'autre, par exemple de l'orientation 1 à l'orientation 2. L'orientation 1 est alors l'*orientation de référence*.

Il existe en anglais deux traductions du terme « désorientation » : « disorientation » et « misorientation », qui correspondent aux cas où les symétries cristallines sont prises en compte ou non, respectivement. Cependant, il est très rare de ne pas prendre en compte les symétries cristallines ; cette lacune de la langue française n'est donc pas vraiment pénalisante.² Randle [87] souligne toutefois l'intérêt de ne pas favoriser systématiquement l'angle de désorientation minimum, par exemple pour mettre en évidence des axes de désorientations particuliers, auquel cas les « misorientations » sont d'importance.

Dans un but pédagogique, faisons tout d'abord abstraction des symétries cristallines (« désorientation » = « misorientation » en anglais). La désorientation est alors notée G_m . Elle est le plus souvent exprimée dans le SdC de référence (auquel cas elle peut être notée $G_m^{\text{réf}}$). Elle est alors donnée par,

$$g_m^{\text{réf}} = g_1^{-1} g_2 \quad q_m^{\text{réf}} = q_2 q_1^{-1} \quad (\text{III.24})$$

Lorsqu'exprimée dans le SdC du cristal 1, elle est donnée par,

$$g_m = g_2 g_1^{-1} \quad q_m = q_1^{-1} q_2 \quad (\text{III.25})$$

Par nature, la composante angulaire de la désorientation ne change pas (c'est un scalaire), mais l'expression de l'axe dépend du SdC dans lequel la désorientation est exprimée.

En fait, du fait des symétries cristallines, il y a plusieurs telles désorientations (misorientations en anglais), G_{mi} avec $i \in \{1, \dots, n\}$, obtenues en remplaçant l'orientation G_2 par ses n orientations cristallographiquement équivalentes, voir sous-section III.3.3. La désorientation correspondant à la « disorientation » en anglais, G_d , est celle pour laquelle l'angle de rotation est minimum.

En termes mathématiques, lorsqu'exprimée dans le SdC de référence, elle est donnée par,

$$\begin{cases} g_{mi}^{\text{réf}} = g_1^{-1} \text{sym}_i(g_2) \\ g_d^{\text{réf}} = g_m^{\text{réf}} \text{ où } j | \forall i \in \{1, \dots, n\}, \theta(g_m^{\text{réf}}) \leq \theta(g_m^{\text{réf}}) \end{cases} \quad (\text{III.26})$$

$$\begin{cases} q_{mi}^{\text{réf}} = \text{sym}_i(q_2) q_1^{-1} \\ q_d^{\text{réf}} = q_m^{\text{réf}} \text{ où } j | \forall i \in \{1, \dots, n\}, \theta(q_m^{\text{réf}}) \leq \theta(q_m^{\text{réf}}) \end{cases}$$

où $\text{sym}_i(\bullet)$ est la $i^{\text{ème}}$ orientation cristallographiquement équivalente de \bullet et $\theta(\bullet)$ l'angle de rotation associé à \bullet . (voir sous-sous-section a)).

²Le terme « mésorientation », potentielle traduction de « misorientation », a déjà été utilisé dans des communications canadiennes, par exemple [86], mais improprement, dans le sens « disorientation »...

Lorsqu'exprimée dans le SdC du cristal 1, elle est donnée par,

$$\begin{cases} g_{m_i} = \text{sym}_i(g_2)g_1^{-1} \\ g_d = g_{m_j} \text{ où } j | \forall i \in \{1, \dots, n\}, \theta(g_{m_j}) \leq \theta(g_{m_i}) \end{cases} \quad (\text{III.27})$$

$$\begin{cases} q_{m_i} = q_1^{-1}\text{sym}_i(q_2) \\ q_d = q_{m_j} \text{ où } j | \forall i \in \{1, \dots, n\}, \theta(q_{m_j}) \leq \theta(q_{m_i}) \end{cases}$$

De plus, pour la symétrie cristalline cubique,

$$\begin{aligned} \theta(g_m^{(\text{réf})}_i) \leq 45^\circ &\implies g_m^{(\text{réf})}_j = g_m^{(\text{réf})}_i \\ \theta(q_m^{(\text{réf})}_i) \leq 45^\circ &\implies q_m^{(\text{réf})}_j = q_m^{(\text{réf})}_i \end{aligned} \quad (\text{III.28})$$

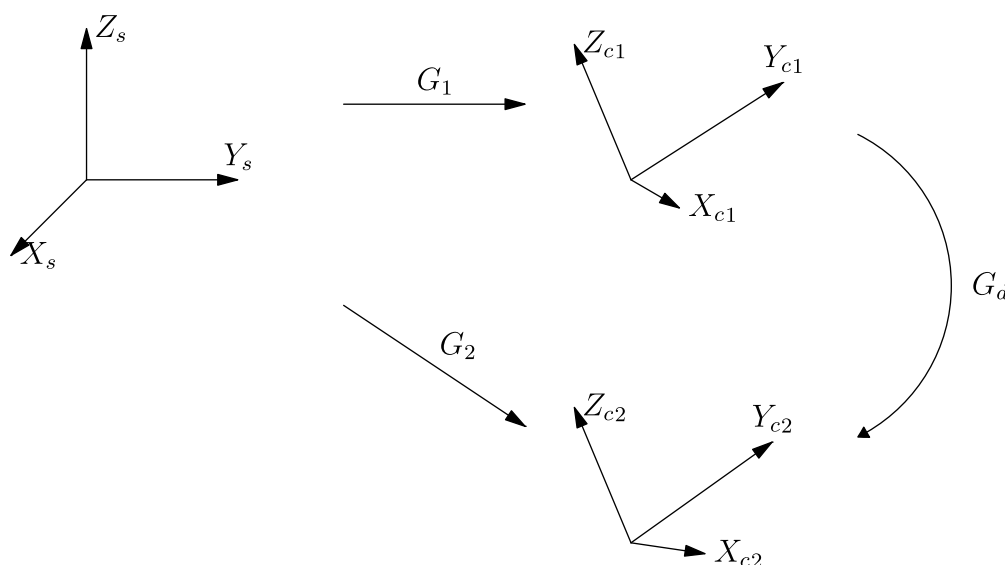


Fig. III.7 : Désorientation G_d entre deux cristaux d'orientations G_1 et G_2 .

III.4 Distributions locales d'orientations

Cette section est dédiée aux outils de caractérisation de distributions locales d'orientations telles que celles pouvant être rencontrées au sein d'un grain. La figure III.8 illustre deux cas simulés de telles dispersions, centrées sur l'orientation S $(123) [63\bar{4}]$ et de forme gaussienne. La figure de gauche représente une distribution isotrope, alors que celle de droite comporte une anisotropie, propriété couramment observée expérimentalement.

Un premier outil nécessaire à la caractérisation de telles distributions est l'opération de *moyenne* (sous-section III.4.1). La caractérisation de la dispersion de la distribution se fait alors en quantifiant les écarts à la moyenne. Une première approche consiste à ne considérer que les angles de désorientation, par exemple via la *distribution de désorientations* (sous-section III.4.2). La prise en compte supplémentaire des axes de désorientation permet de rendre compte de l'*anisotropie des distributions* (sous-section III.4.3).

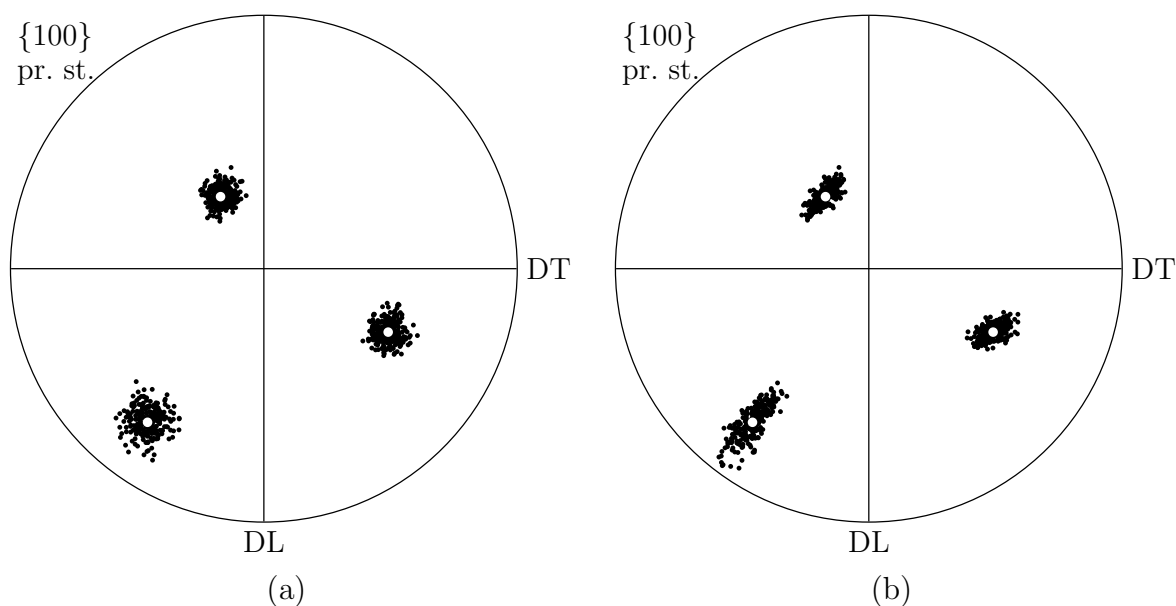


Fig. III.8 : Dispersions locales d'orientations : exemple de dispersions simulées (a) isotrope et (b) anisotrope. Les points noirs représentent les orientations, et les points blancs l'orientation moyenne = $(123) [63\bar{4}]$. Les deux dispersions ont même désorientation moyenne (5.8°).

III.4.1 Orientation moyenne

La moyenne d'orientations n'est pas une opération triviale a priori, et ce n'est qu'au milieu des années 1990 que les premières formulations mathématiquement justifiées ont été proposées. Cette opération a été décrite par Krieger Lassen *et al.* [88], Humbert *et al.* [89], Humphreys *et al.* [78] et finalement par Glez et Driver [90] qui ont fourni une formulation systématique.

L'expression principale pour l'orientation moyenne exprimée sous la forme d'un quaternion q_{moy} du jeu d'orientations q_i avec $i \in \{1, 2, \dots, n\}$ est (voir figure III.9),

$$q_{moy} = \left(\sum_{i=1}^n q_i \right) / \left(\left| \sum_{i=1}^n q_i \right| \right) \quad (\text{III.29})$$

qui est telle que,

$$\left(\sum_{i=1}^n \theta_d^2(q_{moy}, q_i) \right) \text{ minimum} \quad (\text{III.30})$$

où $\theta_d(\bullet_1, \bullet_2)$ est l'angle de désorientation entre \bullet_1 et \bullet_2 .

En fait, le calcul d'une orientation moyenne requiert des précautions particulières pour les deux raisons suivantes :

- Symétries cristallines et symétrie centrale dans l'espace des quaternions.
Une orientation peut être exprimée par différents quaternions, du fait des symétries cristallines et de la symétrie centrale dans l'espace des quaternions (24×2 possibilités pour les cristaux cubiques). À ce stade, la solution est de considérer les orientations cristallographiquement équivalentes qui sont dans la zone fondamentale, et de ne les exprimer que dans le demi-espace des quaternions positifs.

- Effet Umklapp

Le jeu d'orientations peut être soumis à l'*effet Umklapp*, décrit par Frank [91] et pris en compte pour la moyenne d'orientations par Glez et Driver [90]. Il correspond à une séparation en plusieurs parties d'une distribution effectivement unimodale, du fait d'effets de bord, voir une illustration sur la figure III.10. La solution est d'exprimer les quaternions non pas dans le SdC de référence, mais par rapport à une orientation aussi proche que possible de l'orientation moyenne, afin que la distribution soit à distance des frontières de la zone fondamentale. Pour un jeu d'orientations faiblement dispersées, l'un de ses éléments peut être utilisé.

En conséquence, l'expression effective de q_{moy} est,

$$q_{moy} = q_{ref} \left(\sum_{i=1}^n q_d(q_{ref}, q_i) \right) / \left(\left| \sum_{i=1}^n q_d(q_{ref}, q_i) \right| \right) \quad (\text{III.31})$$

où q_{ref} est l'orientation de référence et $q_d(\bullet_1, \bullet_2)$ est la désorientation entre \bullet_1 et \bullet_2 , voir sous-section III.3.5 (relation III.25).

Les jeux d'orientations largement dispersées peuvent être soumis à l'effet Umklapp selon l'orientation choisie pour référence. Dans ce cas, il est nécessaire d'employer une procédure itérative où, à chaque itération, l'orientation de référence utilisée est l'orientation moyenne précédente.

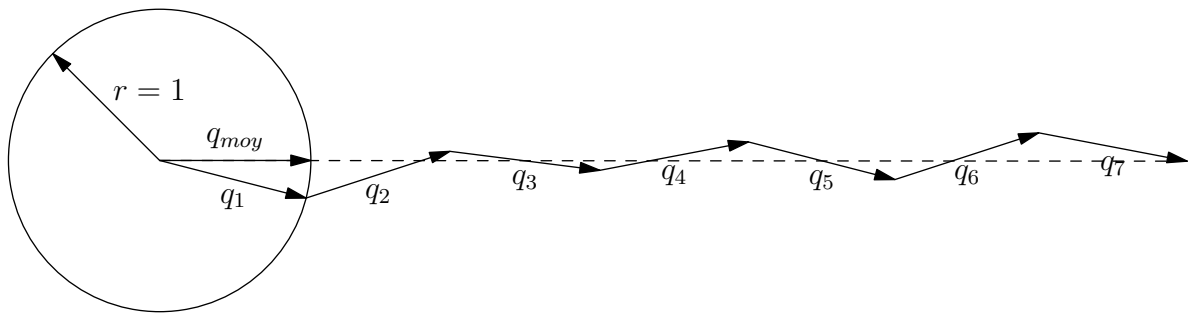


Fig. III.9 : Calcul d'une orientation moyenne. Illustration, pour le cas 2D, de la sommation des vecteurs et de la normalisation, d'après [78]. q_1, \dots, q_7 sont les orientations à moyenner ; q_{moy} est l'orientation moyenne.

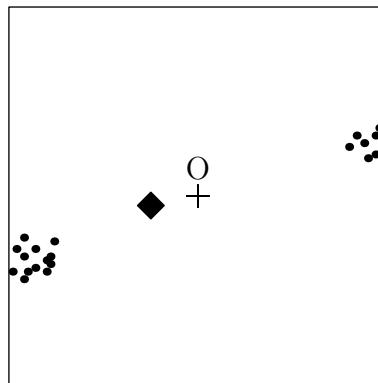


Fig. III.10 : Calcul d'une orientation moyenne. Illustration schématique 2D de l'effet Umklapp. Le carré représente la zone fondamentale de l'espace des orientations, le nuage de points la distribution d'orientations soumise à l'effet Umklapp, et le losange l'orientation moyenne qui serait alors obtenue.

III.4.2 Distribution de désorientations

La première approche pour caractériser une dispersion d'orientations est de considérer seulement leurs angles de désorientation θ^d par rapport à l'orientation moyenne. La dispersion est alors caractérisée par la moyenne des désorientations $\bar{\theta}^d$, ou plus exhaustivement par leur distribution.

La figure III.11 représente la distribution de désorientations dans le cas de la dispersion d'orientations isotrope illustrée sur la figure III.8 (a). Cette distribution possède une allure en cloche, nulle en zéro, a priori inattendue, car elle semble indiquer qu'il y a peu d'orientations proche de zéro (c.-à-d. de l'orientation moyenne de la dispersion). Une telle allure est pourtant caractéristique de ce type de données, et est due au fait que l'on représente une grandeur unidimensionnelle à partir de grandeurs distribuées dans un espace multidimensionnel.

Un exemple simple peut être donné dans \mathbb{R}^2 , pour le cas des distances à l'origine pour une distribution uniforme de points dans un disque centré sur l'origine et de rayon unitaire. La densité de probabilité a pour expression $f = \frac{C}{dr} \int_{\theta^d=0}^{2\pi} d^2S = C 2\pi r$, avec $C \mid \int_{r=0}^1 f(r) dr = 1$. $f(r)$ est proportionnelle à r et donc nulle en zéro.

Ce raisonnement peut être reproduit dans le cas d'orientations distribuées uniformément dans l'espace des orientations. L'expression du volume élémentaire peut être obtenue facilement à partir du descripteur axe / angle de rotation (r, θ^d) , où r est décrit par des coordonnées sphériques (α, β) (voir figure A.2 pour la définition de ces coordonnées) [81],

$$d^3V = \frac{1}{2\pi^2} \sin^2\left(\frac{\theta^d}{2}\right) \sin\alpha \, d\theta^d \, d\alpha \, d\beta \quad (\text{III.32})$$

Nous avons alors,

$$f = \frac{C}{d\theta^d} \int_{\alpha=0}^{\pi} \int_{\beta=0}^{2\pi} d^3V = \frac{2C}{\pi} \sin^2\left(\frac{\theta^d}{2}\right) \quad \text{avec} \quad C \mid \int_{\theta^d=0}^{\pi} f(\theta^d) \, d\theta^d = 1 \quad (\text{III.33})$$

$f(\theta^d)$ est proportionnelle à $\sin^2\left(\frac{\theta^d}{2}\right)$ est donc nulle en zéro.

Dans le cas d'une distribution d'orientations suivant une loi $F(\theta^d)$, $f(\theta^d)$ a pour expression,

$$f(\theta^d) = \frac{2C}{\pi} \sin^2\left(\frac{\theta^d}{2}\right) F(\theta^d) \quad (\text{III.34})$$

$F(\theta^d)$ doit donc être équivalente à $\sin^{-n}\left(\frac{\theta^d}{2}\right)$ avec $n \geq 2$ pour que f soit non nulle en zéro [64], ce qui est rarement le cas expérimentalement.

La présence d'une symétrie cristalline modifie l'expression de $f(\theta^d)$. En fait, pour la symétrie cubique, les expressions fournies ci-dessus ne sont modifiées qu'à un facteur multiplicatif près jusqu'à $\theta^d = \pi/4$ [92]. L'expression générale pour le cas de la symétrie

cubique et d'orientations distribuées uniformément dans l'espace des orientations a été déterminée pour la première fois par Mackenzie en 1958 – on la nomme *distribution de Mackenzie*; Morawiec a traité le cas des autres symétries [92].

Cette approche n'est en fait réellement adaptée que si les orientations sont distribuées de manière isotrope autour de la moyenne. Dans le cas contraire, il est souhaitable de prendre en compte l'anisotropie de la distribution.

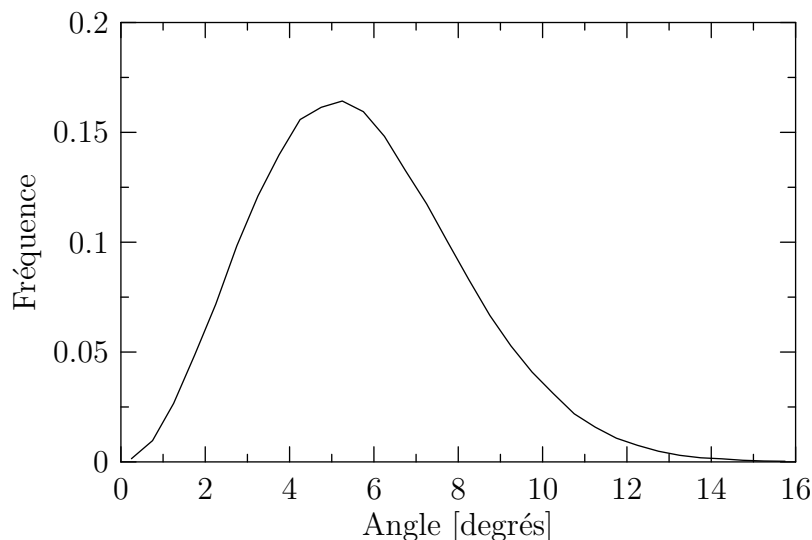


Fig. III.11 : Caractérisation d'une dispersion d'orientations. Distribution de l'angle de désorientation correspondant à la dispersion d'orientations isotrope illustrée en figure III.8 (gauche).

III.4.3 Propriétés d'anisotropie

La caractérisation de l'anisotropie d'une dispersion d'orientations a été décrite en détail par Glez et Driver [90], travaux dont sont tirées une partie des informations suivantes. L'approche consiste à exprimer les orientations, où plutôt les désorientations par rapport à l'orientation moyenne, dans l'espace de Rodrigues, qui a l'avantage d'être tridimensionnel et euclidien (voir sous-sous-section III.2.2 b)).³

Une dispersion anisotrope de données vectorielles est décrite par une matrice de covariance S (de composantes S_{ij}). Si les n orientations sont décrites par des vecteurs de Rodrigues R , la matrice S est définie par,

$$S_{ij} = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n (R_i R_j) - \frac{1}{n^2} \sum_{k=1}^n (R_i) \sum_{k=1}^n (R_j) \quad (\text{III.35})$$

³Le jeu d'orientations peut être exprimé dans tout SdC pourvu qu'il soit centré dans ce SdC. Par exemple, cela peut être appliqué à des désorientations exprimées dans le SdC de référence ou dans un SdC de cristal.

Par construction, S est une matrice 3×3 symétrique semi-définie positive et peut donc être diagonalisée. Les vecteurs propres v_i avec $i \in \{1, 2, 3\}$, définissent les directions principales de la dispersion ; les valeurs propres correspondantes λ_i décrivent les amplitudes des dispersions autour des axes : les angles de dispersion principaux sont $\theta_i^d = 2 \arctan(\sqrt{\lambda_i})$. Ils sont listés par ordre décroissant et les axes principaux forment un SdC orthonormé direct. La matrice de rotation du SdC de l'espace de Rodrigues au SdC des axes principaux est simplement,

$$v = \begin{pmatrix} v_{11} & v_{12} & v_{13} \\ v_{21} & v_{22} & v_{23} \\ v_{31} & v_{32} & v_{33} \end{pmatrix} \quad (\text{III.36})$$

Pour aller plus loin, les distributions d'angles autour des axes principaux peuvent être obtenues en exprimant les orientations dans le SdC des axes principaux, ⁴

$$R_p = v R \quad (\text{III.37})$$

et (pour chaque composante) en considérant la partie angulaire,

$$\theta_i^d = 2 \operatorname{atan}(R_{p_i}) \quad (\text{III.38})$$

Glez et Driver [90] précisent également les relations entre les angles θ_i^d et l'angle moyen de désorientation, pour différentes distributions. Dans le cas d'une distribution gaussienne isotrope (les trois θ_i^d sont égaux),

$$\theta_m^d = \sqrt{\frac{8}{\pi}} \theta_i^d \quad (\text{III.39})$$

La figure III.12 (haut) représente, dans l'espace de Rodrigues, la dispersion illustrée en figure III.8 ainsi que ses axes principaux. Sur la figure du bas, sont représentées les distributions selon les axes v_1 et v_2 . Dans l'exemple utilisé, ces distributions sont de nature gaussienne (aux fluctuations près dues au nombre fini de valeurs considérées), comme cela est généralement le cas expérimentalement.

En fait, cette approche contient une approximation due au fait que les composantes des vecteurs de Rodrigues sont proportionnelles à $\tan(\theta/2)$ et non à $(\theta/2)$. L'erreur relative reste toutefois faible pour de faibles valeurs de θ ; elle est par exemple de 0.6 % pour $\theta = 15^\circ$ [64].

Il faut signaler qu'une approche tout à fait similaire a été proposée ultérieurement par Pantleon [93, 94]. L'auteur n'exprime pas les orientations dans l'espace de Rodrigues, mais considère la partie imaginaire dans l'espace des quaternions. Cette approche est moins intuitive, mais elle permet de réduire l'approximation exposée précédemment : la partie imaginaire d'un quaternion est proportionnelle à $\sin(\theta/2)$, plus proche de $(\theta/2)$ que $\tan(\theta/2)$. L'erreur est abaissée à 0.3 % pour $\theta = 15^\circ$.

⁴Cela peut être appliqué à n'importe quels axes, pas seulement les axes principaux.

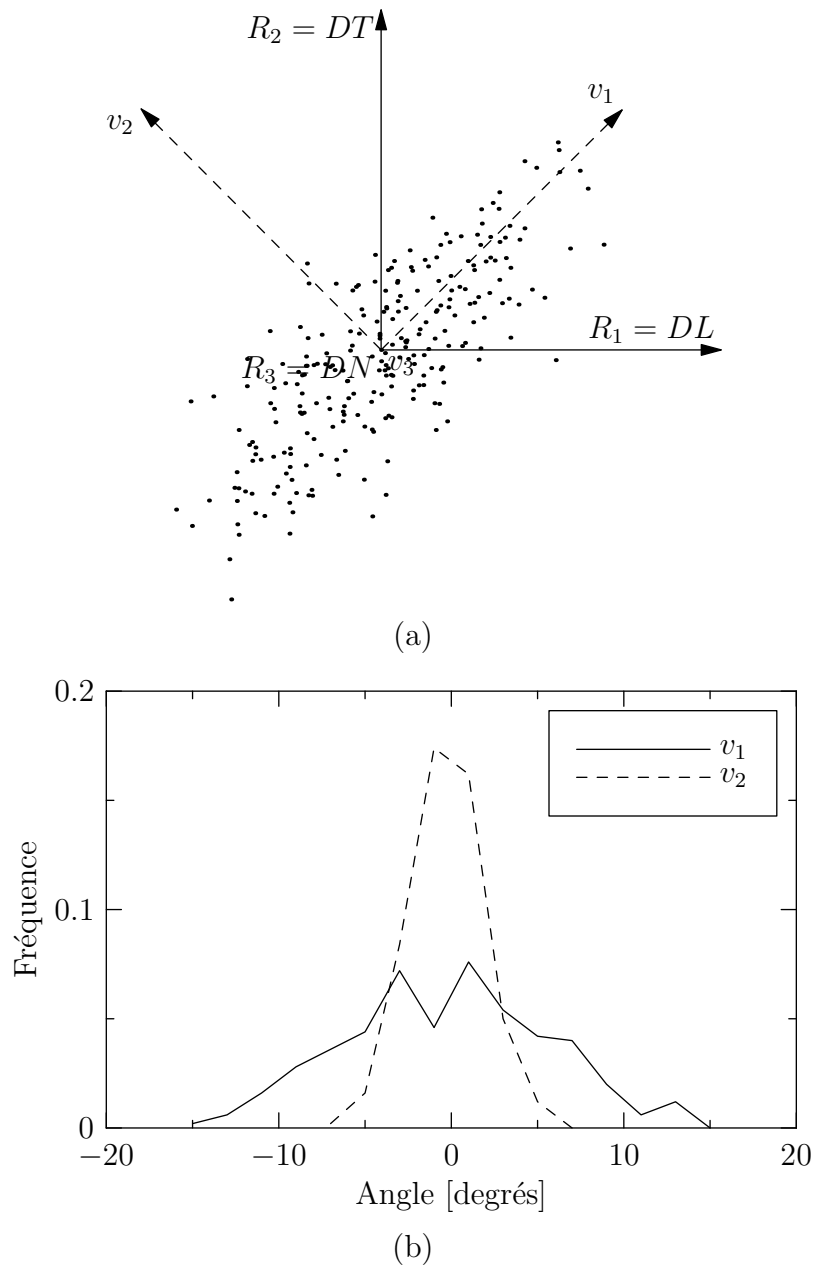


Fig. III.12 : Propriétés d'anisotropie d'une dispersion d'orientations. (a) Représentation dans le plan R_1-R_2 de la dispersion et de ses axes principaux. Les angles principaux sont ($\theta_1 \simeq 6^\circ, \theta_2 = \theta_3 \simeq 2^\circ$). (b) Distributions angulaires correspondantes selon les axes v_1 et v_2 .

III.5 orilib

Le développement de ces outils (et bien d'autres) au cours de cette thèse ont notamment fait l'objet de la création d'une librairie informatique : `orilib` [83], développée sur le modèle de la librairie scientifique GSL [95]. L'objectif est d'assurer la pérennité de ces outils, et par là même leur robustesse, et de permettre leur diffusion. Elle est écrite en C en respectant le standard ANSI, gage de portabilité, et bien documentée (en anglais). Elle est distribuée sous licence GPL et donc librement utilisable. Elle est répertoriée çà et là sur internet, et téléchargeable sur <http://sourceforge.net/projects/orilib>. Elle est, à la rédaction de ce mémoire, utilisée par plusieurs doctorants du groupe ainsi que dans d'autres laboratoires, et téléchargée plusieurs fois par jour. Cette librairie est le support de développement du logiciel HeRMeS, également conçu au cours de ces travaux et permettant la construction de cartographies d'orientations, figures de pôles, le calcul de fractions volumiques, de FDOC, et la caractérisation de distributions d'orientations locales. Toutes les caractérisations et illustrations de ce document ont été réalisées via ce logiciel, et illustrent donc les possibilités offertes.

`orilib` consiste en une collection de routines informatiques a priori fiables et relativement optimisées. Ces routines peuvent être utilisées de deux façons différentes : via la version exécutable, utilisable manuellement ou dans un script (Python, Shell, etc.), ou dans un programme informatique, lui-même écrit en C ou C++ puis compilé.

Nous illustrons ci-dessous l'utilisation de la librairie par l'exemple de la conversion d'angles d'Euler en matrice de rotation. Les opérations moins triviales (calcul de désorientation, etc.) sont aussi faciles à effectuer.

III.5.1 Documentation

L'étape préliminaire est de consulter la documentation pour connaître la fonction adéquate. Voici ci-dessous une vue réduite de la documentation pour le problème concerné,

2 Orientation Description

...

2.3 Euler Angles

...

2.3.3 Conversions

...

```
void ol_e_g (double* e, double** g)
```

This routine converts Euler angles e into a rotation matrix g .

III.5.2 Version exécutable

La version exécutable de la librairie est utilisable en mode console (sous Linux ou DOS). L'utilisation manuelle se limite à appeler la fonction concernée et saisir ses données

d'entrée. Le programme retourne les données de sortie.

```
[rquey@sms-p-quey ~]$ orilib [saisie utilisateur]

===== o r i l i b   v e r s i o n   2.0.2 =====
Copyright (C) 2007, 2008, 2009 Romain Quey
<http://sourceforge.net/projects/orilib>
This program comes with ABSOLUTELY NO WARRANTY; this is free software,
and you are welcome to redistribute it under certain conditions; for
details, type 'license'. To list all functions, type
'listall'. To get help, type 'help'. To quit, type 'quit'.

ol_e_g [saisie utilisateur]
e =
10 20 30 [saisie utilisateur]
g =
 0.771280576  0.613092022  0.171010072
-0.633718361  0.714610177  0.296198133
 0.059391175 -0.336824089  0.939692621

quit [saisie utilisateur]
```

Il est également possible d'appeler le programme depuis un script. Pour des raisons de commodité, il est possible de passer la fonction concernée en argument du programme, qui reste silencieux et ne retourne que les données de sortie. Par exemple, en Shell,

```
script.sh :
#!/bin/sh

e="10 20 30"
g='echo "$e" | orilib ol_e_g'
echo "$g"
```

Exécution du script :

```
[rquey@sms-p-quey ~]$ ./script.sh
 0.771280576  0.613092022  0.171010072
-0.633718361  0.714610177  0.296198133
 0.059391175 -0.336824089  0.939692621
```

III.5.3 Dans un programme C ou C++

Pour l'utilisation dans un programme C ou C++, la librairie dispose, en plus des fonctions introduites précédemment (conversions, etc.), de fonctions pour la définition des variables (allocation mémoire, etc.). Voici un exemple commenté ci-dessous.

programme.c :

```

#include<stdio.h> // librairie C standard
#include<stdlib.h> // librairie C standard
#include"ol/ol_nodep.h" // appel d'orilib

int main (void) // début du programme
{
    double * e = ol_e_alloc (); // déclaration variable (alloc)
    double ** g = ol_g_alloc (); // déclaration variable (alloc)

    printf ("Angles d'Euler ?\n"); // impression texte
    ol_e_fscanf (stdin, e); // lecture des angles d'Euler

    ol_e_g (e, g); // conversion

    printf ("Matrice de rotation :\n"); // impression texte
    ol_g_fprintf (stdout, g, "%15.12f"); // impression de la matrice de rot.

    ol_e_free (e); // libération mémoire
    ol_g_free (g); // libération mémoire

    return EXIT_SUCCESS; // fin du programme.
}

```

III.6 Conclusion

Nous avons décrit dans ce chapitre les méthodes et outils mathématiques nécessaires à notre étude de suivi des orientations de grains au cours de la déformation :

- La *description d'orientations* elle-même fait intervenir divers outils, notamment axe / angle de rotation, vecteur de Rodrigues et quaternions.
- La *manipulation d'orientations* peut être effectuée facilement via les matrices de rotation et quaternions, mais, dans la pratique, il est souhaitable d'utiliser les quaternions, plus efficaces numériquement. Les symétries rencontrées, tant pour le cristal que pour l'échantillon, peuvent être prises en compte. Cela permet notamment le calcul de désorientations, qui est une opération élémentaire pour la caractérisation de microstructures.
- Les *distributions locales d'orientations*, telles que celles rencontrées dans un grain, peuvent être décrites en terme de moyenne et de dispersion. Cette dernière peut être caractérisée soit seulement par les angles de désorientations, soit plus précisément en prenant en compte les axes de désorientations pour rendre compte de l'anisotropie.
- L'ensemble de ces outils sont implémentés dans une librairie informatique librement utilisable, *orilib*.

Chapitre -IV-

Validation expérimentale du suivi de microtextures

Sommaire

| | | |
|-------------|--------------------------------------------------|-----------|
| IV.1 | Compression plane | 74 |
| IV.1.1 | Courbes contrainte-déformation | 74 |
| IV.1.2 | Mode de déformation | 75 |
| IV.2 | Aspect de la surface interne | 76 |
| IV.2.1 | Observations dans le plan | 76 |
| IV.2.2 | Déplacements hors plan | 77 |
| IV.2.3 | Influence sur les mesures par EBSD | 80 |
| IV.3 | Influence de la surface interne | 82 |
| IV.3.1 | Influence sur les macrottextures | 83 |
| IV.3.2 | Influence sur les microtextures | 84 |
| IV.4 | Conclusion | 87 |

Ce chapitre de prérésultats est dédié à la validation expérimentale de notre approche de « suivi de microtextures ». Comme pour les études conventionnelles, nous présentons en premier lieu les résultats des essais de compression plane : courbes contrainte-déformation et mode de déformation (section IV.1). Nous abordons ensuite les aspects spécifiques à notre approche, c.-à-d. les effets liés à la surface interne. Ceci concerne tout d'abord son aspect et l'influence de ce dernier sur les analyses EBSD (section IV.2), puis les effets de la surface interne sur l'évolution des microtextures (section IV.3).

IV.1 Compression plane

IV.1.1 Courbes contrainte-déformation

Les courbes contrainte-déformation des échantillons A et B sont illustrées sur la figure IV.1. La contrainte tend à chaque passe vers une même valeur seuil, ce qui est caractéristique du comportement viscoplastique attendu. Le fait que la contrainte au début d'une passe soit généralement inférieure à celle en fin de passe précédente est dû à un certain degré de restauration au cours de la mise en température de l'échantillon. Le pic de contrainte au début de la dernière passe peut raisonnablement être attribué à un effet de frottement.

Le saut de contrainte seuil observé pour l'échantillon B à $\varepsilon = 0.77$ est une anomalie associée à un frottement poinçon / matrice anormal à $\varepsilon \leq 0.77$. (Tous les autres paramètres : vitesse de déformation, température, lubrification, etc. ont été maintenus constants.) Ce frottement n'a aucun effet sur la déformation de l'échantillon, ce qui est confirmé par la suite par l'absence de discontinuité des propriétés des microtextures à $\varepsilon = 0.77$.

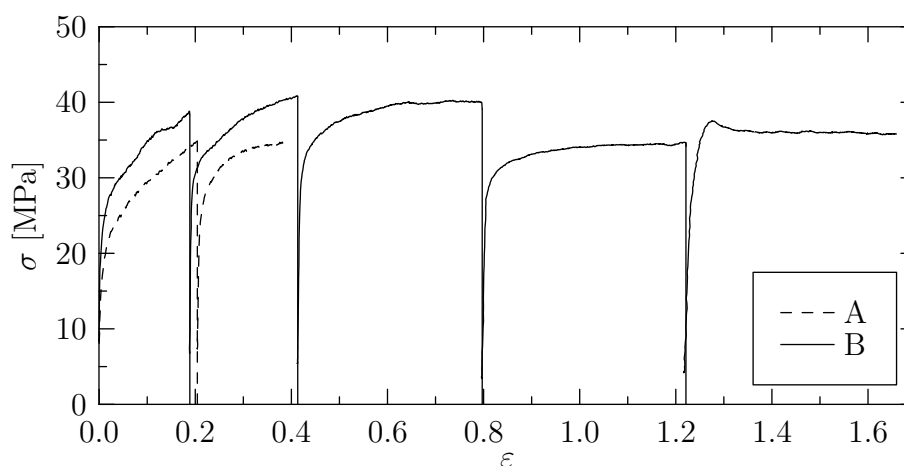


Fig. IV.1 : Courbes contrainte-déformation des échantillons A et B.

IV.1.2 Mode de déformation

Les déformations effectives des zones d'observation peuvent être évaluées à partir des positions des empreintes de microdureté. La figure IV.2 présente les réseaux d'empreintes pour l'échantillon B. Il évolue au cours de la déformation sous l'effet de la déformation appliquée et du frottement induisant une hétérogénéité de déformation à l'échelle de l'échantillon. À $\varepsilon = 0.77$ et 1.2, les empreintes n'ont pu être relevées au microscope optique, mais ont pu l'être sur les cartographies EBSD. Ceci engendre des incertitudes sur les mesures dont l'origine est explicitée en section IV.2.

Une première observation, basique, mais non moins importante, est que l'échantillon subit effectivement une déformation attendue après un essai de compression plane, alors que ce n'était pas le cas dans l'étude de Panchanadeeswaran *et al.* [13]. Nous pouvons également noter que l'évolution des hétérogénéités de déformation paraît continue au cours de la déformation, ce qui confirme le bon déroulement des essais. L'effet du frottement se manifeste particulièrement à partir de $\varepsilon = 0.77$. Le cisaillement résultant peut être estimé à partir des inclinaisons des frontières de gauche et de droite. Cela conduit en ces lieux de cisaillement maximum à des taux de 0.2 à 0.3 pour une déformation de compression appliquée de 1.2. L'effet du frottement est donc globalement de second ordre, et est négligé dans la suite de l'étude.

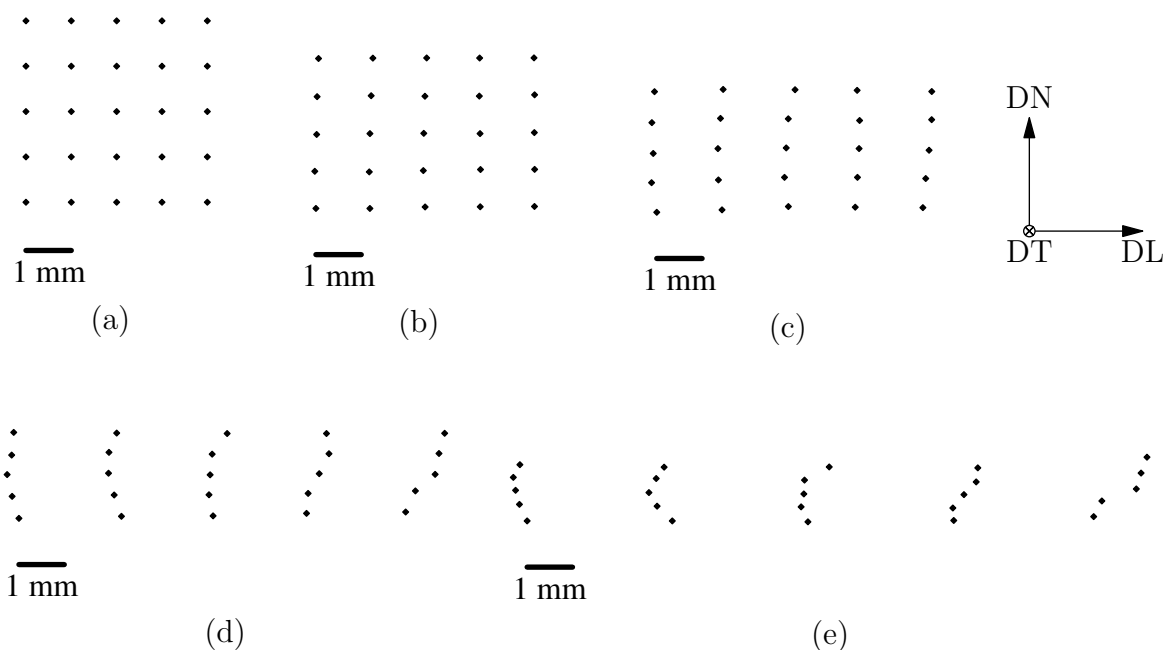


Fig. IV.2 : Déformation subie par l'échantillon B, illustrée par son réseau d'empreintes de microdureté. (a) $\varepsilon = 0$, (b) $\varepsilon = 0.19$, (c) $\varepsilon = 0.42$, (d) $\varepsilon = 0.77$ et (e) $\varepsilon = 1.2$.

IV.2 Aspect de la surface interne

IV.2.1 Observations dans le plan

Une observation par microscopie optique de la surface interne est présentée en figure IV.3. Seule une partie de la surface est illustrée, mais ses caractéristiques sont représentatives de l'ensemble de la surface interne (et même des surfaces internes des autres échantillons étudiés). Nous pouvons tout d'abord relever, au-delà de l'empreinte de microdureté, d'une part des traces de plans de glissement, et d'autre part les traces des joints de grains. Ces éléments pourraient a priori faire l'objet d'études approfondies, notamment en relation avec l'évolution des sous-structures, voir section VII.2. Cependant, le point particulièrement important pour la présente étude est l'absence de traces caractéristiques d'un glissement relatif entre les deux demi-échantillons. Ceci indique que la surface interne transmet non seulement les efforts de compression, mais aussi les efforts de cisaillement, sans glissement. Ceci est d'ailleurs facilité par la présence du relief (voir sous-section IV.2.2). Ces observations confirment celles de Panchanadeeswaran *et al.* [13] et confère à la surface interne un rôle de « joint de grains mécanique » – terminologie introduite par les auteurs.

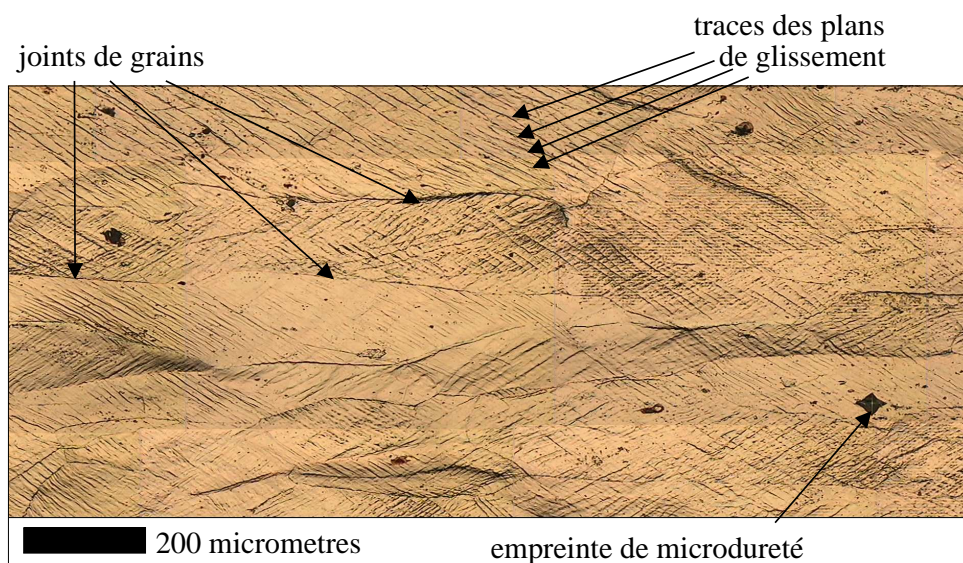


Fig. IV.3 : Observation dans le plan de la surface interne ; une partie seulement de la surface est illustrée. Noter les traces des plans de glissement, les traces des joints de grains, et l'absence de traces de glissement entre les deux demi-échantillons.

IV.2.2 Déplacements hors plan

Comme l'ont constaté précédemment Barrett et Levenson [12] puis Panchanadeeswaran *et al.* [13], la surface interne n'est plus plane après déformation, ce qui est une manifestation des hétérogénéités de déformation à l'échelle du grain. La surface interne a un aspect irrégulier, que nous pouvons qualifier de manière plus imagée de « froissé ». Ceci est illustré sur la figure IV.4 (a) par une cartographie topographique, réalisée sur l'échantillon A à $\varepsilon = 0.42$. Elle a été obtenue par interférométrie optique, caractérisation gracieusement effectuée par Alcan CRV. Des profils de rugosimétrie selon les directions DL et DN, effectués sur d'autres échantillons (également à $\varepsilon \simeq 0.4$), sont présentés en figure IV.4 (b) et (c). Ces champs de déplacement hors plan mesurés peuvent atteindre localement plusieurs dizaines de micromètres.¹ Ces caractérisations expérimentales n'ont pu être réalisées à des taux de déformation plus élevés, mais en émettant l'hypothèse que les hétérogénéités de déformation évoluent proportionnellement à la déformation macroscopique appliquée, les déplacements hors plan (maximaux) suivent la loi suivante (similaire à celle des allongements) : $d_{hp}^{max} = \alpha \bar{d} (e^\varepsilon - 1)$, où \bar{d} est la taille moyenne des grains et α un facteur sans dimension représentant l'intensité des hétérogénéités de déformation. L'ajustement de cette loi à partir des valeurs expérimentales conduit à $\alpha \bar{d} = 150 \mu\text{m}$, voir figure IV.5 (a).

Il est également important de noter que les champs de déplacement hors plan présentent manifestement des longueurs d'onde selon DL supérieures à celles selon DN. Ceci est simplement dû aux faits qu'elles sont proportionnelles aux tailles de grains, et que la taille de grains est supérieure selon DL du fait de la déformation : $\bar{d}_{DL} = \bar{d} e^{-\varepsilon}$ et $\bar{d}_{DN} = \bar{d} e^\varepsilon$ ($\varepsilon < 0$). Les pentes locales sont les plus prononcées dans la direction DN. Les pentes locales maximales selon DN et DL suivent en fait des lois du type $\frac{d_{hp}^{max}}{\beta \bar{d}_{DN}} = \frac{\alpha}{\beta} [1 - 1/e^\varepsilon]$ et $\frac{d_{hp}^{max}}{\beta \bar{d}_{DL}} = \frac{\alpha}{\beta} e^\varepsilon (e^\varepsilon - 1)$, respectivement, où β est un facteur sans dimension. L'ajustement de ces lois à partir des valeurs expérimentales conduit à $\frac{\alpha}{\beta} = 0.6$, voir figure IV.5 (b).

L'objectif de cette petite étude de modélisation se limite à décrire semi-quantitativement l'évolution des déplacements hors-plan et pentes locales, pour prédire approximativement leurs valeurs aux grandes déformation à partir des caractérisations menées à $\varepsilon = 0.4$. Nous pouvons tout d'abord noter que le déplacement hors plan maximal prédit à $\varepsilon = 1.2$ atteint $100 \mu\text{m}$. Également, les pentes locales selon la direction DN croissent régulièrement au cours de la déformation pour atteindre plus de 50° à $\varepsilon = 1.2$, alors qu'au contraire, selon DL, elles n'excèdent pas 10° , quelque soit la déformation.

¹Nous considérons les grandeurs *maximales* (déplacements et pentes) bien qu'elles soient relativement dépendantes des spécificités des mesures, car ce sont celles-ci qui sont les plus importantes pour les caractérisations EBSD.

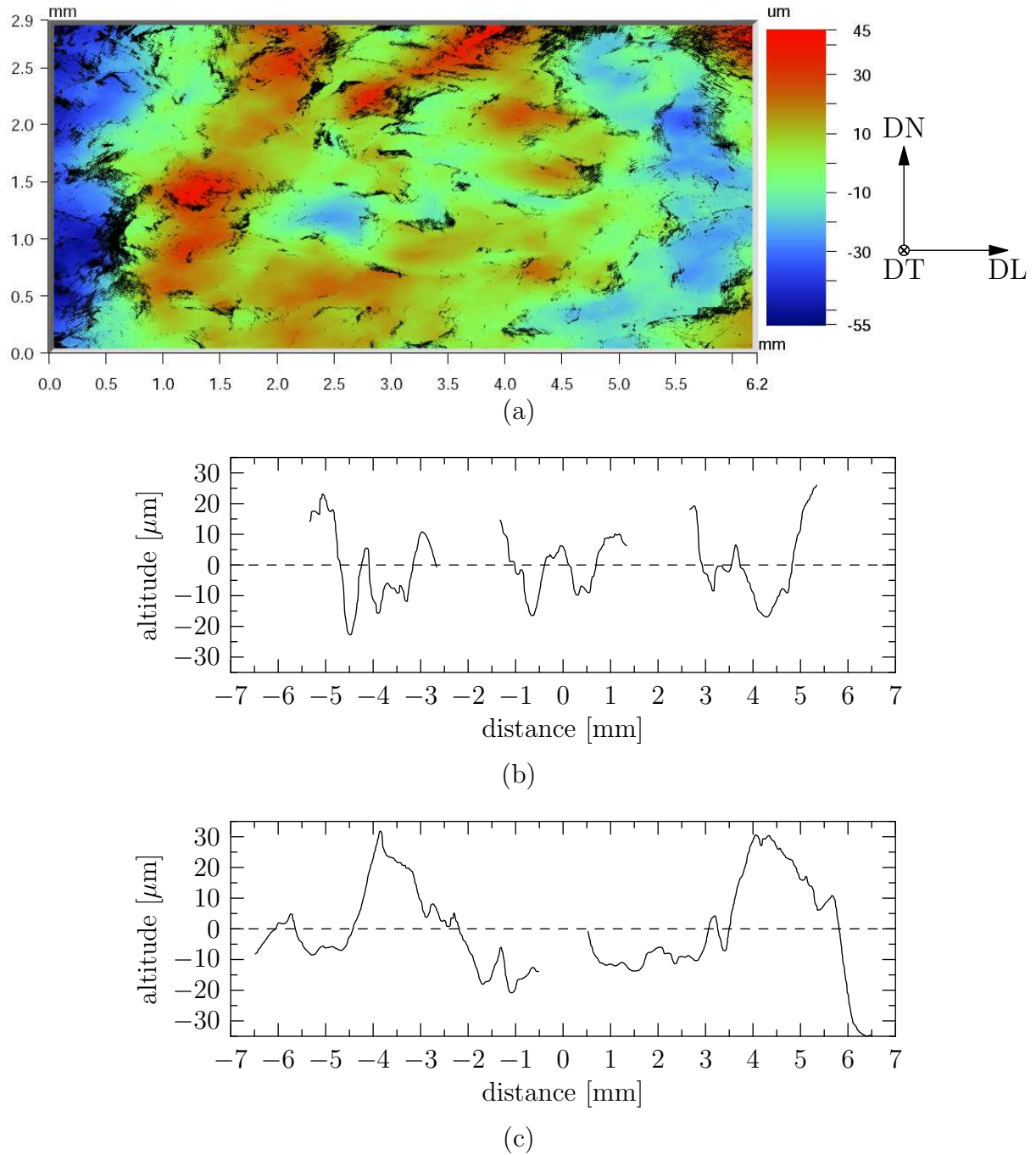
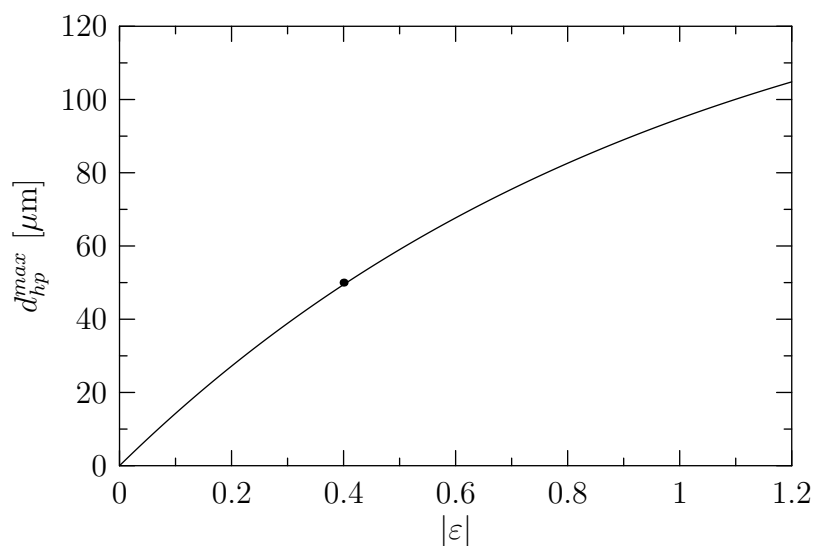
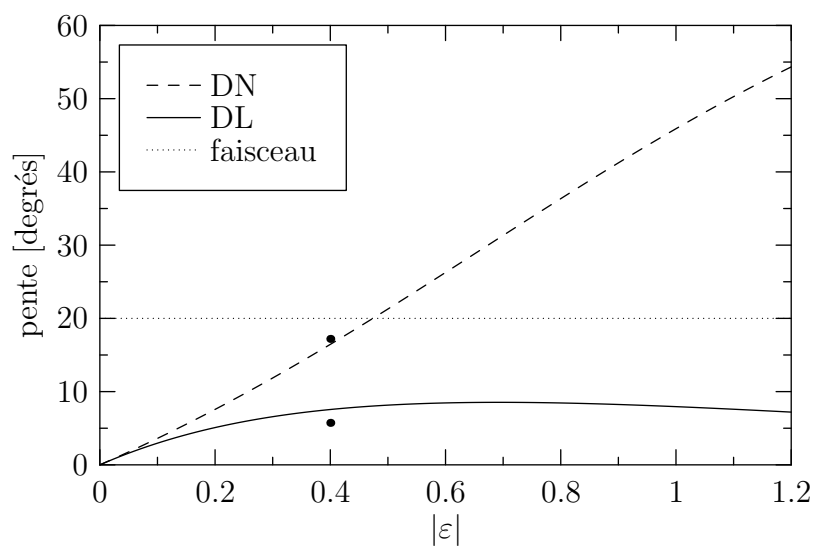


Fig. IV.4 : Topographie de la surface interne déformée à 0.4. (a) Cas de l'échantillon A ; caractérisation par interférométrie optique effectuée par Alcan CRV. (b) et (c) Profils de rugosimétrie dans les directions DN et DL, respectivement (mesurés sur un autre échantillon). Noter les deux ordres de grandeur entre les abscisses et les ordonnées.



(a)



(b)

Fig. IV.5 : Évolution de la topographie de la surface interne au cours de la déformation. (a) Déplacements hors plan, (b) pentes locales selon DN et DL. Les points représentent les données expérimentales et les courbes les données obtenues en supposant que les hétérogénéités de déformation sont proportionnelles à la déformation appliquée ($|\varepsilon|$).

IV.2.3 Influence sur les mesures par EBSD

Les caractéristiques topographiques de la surface interne sont loin de celles communes et préconisées pour les caractérisations par EBSD – « surface parfaitement plane », et elles doivent donc être prises en compte. Pour une surface d’observation de plan DL–DN, l’usage veut que l’échantillon soit tilté autour de DL, ce qui permet d’éviter des contraintes géométriques dans la chambre du MEB et de minimiser les défocalisations. Le faisceau d’électrons forme alors un angle de 20° avec la direction DN. Cette configuration nous est particulièrement défavorable, car, comme l’illustre la figure IV.5 (b), la pente locale peut être supérieure et, par conséquent, une partie de la microstructure peut être masquée. Au delà de $\varepsilon = 0.42$, il est donc obligatoire de tilter l’échantillon autour de DN. Les tilts effectivement utilisés pour les échantillons A et B sont portés dans le tableau IV.1. Pour l’échantillon B, l’angle a été abaissé aux grandes déformations, mais ceci était davantage dû aux contraintes géométriques dans la chambre du MEB qu’aux pentes locales. Dans ces cas, la distance de travail (WD) a de plus été augmentée.

| Échantillon | déformation | tilt (angle / axe) |
|-------------|-------------|--------------------|
| A | 0.25 | DL / 70° |
| A | 0.40 | DL / 70° |
| B | 0.19 | DN / 70° |
| B | 0.42 | DN / 70° |
| B | 0.77 | DN / 70° |
| B | 1.20 | DN / 63° |
| B | 1.60 | DN / 60° |

Tab. IV.1 : Tilts utilisés pour les analyses EBSD des échantillons A et B.

a) Positions spatiales

Au cours de toute analyse EBSD, le faisceau d’électrons balaie la surface d’observation avec un pas régulier. Pour un échantillon plan, le réseau de points analysés est lui aussi régulier, si bien que les distances et les angles sont respectés. Dans le cas d’une surface froissée, le balayage régulier conduit à l’analyse d’un réseau de points dont les distances respectives sont variables. Ceci est illustré en figure IV.6. Pour autant, ces lieux apparaissent équidistants sur la cartographie puisque la surface est considérée plane, et, du coup, les distances et angles n’y sont pas respectés : la microstructure apparaît *distordue*. Le fait que la pente locale dans la direction du faisceau soit inférieure à l’angle de tilt permet d’assurer que l’ensemble de la microstructure soit visible. Par contre, il serait nécessaire de prendre en compte les pentes locales pour interpréter distances et angles.

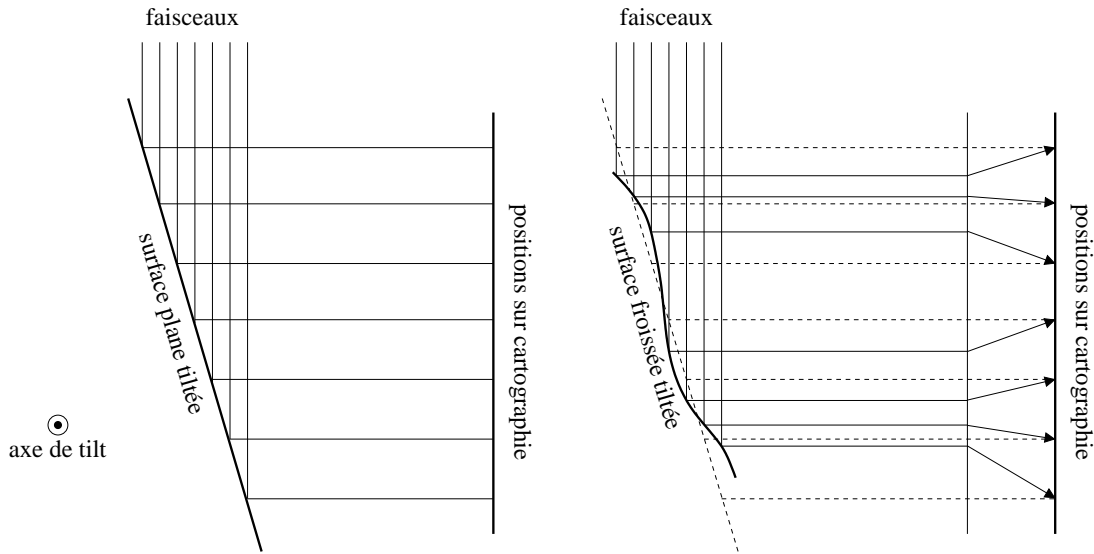


Fig. IV.6 : Influence de l'aspect froissé de la surface interne sur les distances apparaissant sur la cartographie. (a) Cas standard d'une surface plane, (b) cas d'une surface froissée, pour laquelle les distances ne sont pas respectées.

b) Orientations

Au cours de l'analyse EBSD d'une surface plane (conditions standards), le faisceau est parfaitement focalisé sur la surface d'observation plane et la distance volume d'analyse – écran est connue du logiciel de posttraitement des diagrammes de Kikuchi. Pour une surface froissée, ces conditions ne sont pas satisfaites.

D'après l'exposé des principes de la méthode EBSD proposé en section II.5, l'interaction du faisceau d'électrons avec la matière n'a pas lieu d'être influencée par la pente locale : au contact de la matière, les électrons diffusent dans toutes les directions, et donc l'angle d'incidence du faisceau n'influe pas sur la diffraction des électrons. L'interaction n'est pas non plus influencée par la défocalisation : la zone d'analyse est simplement de dimension plus importante (puisque le faisceau est moins focalisé), ce qui affecte la résolution spatiale, mais pas la diffraction des électrons.

Par contre, la position du volume d'analyse par rapport à l'écran est modifiée, ce qui affecte les diagrammes de Kikuchi mesurés. Les défocalisations possibles sont fonctions des déplacements hors plan. Par des considérations géométriques élémentaires, leur amplitude est donnée par $d_{hp}^{max} / \cos(\theta_{tilt})$. Compte-tenu des déplacements hors plan et des angles de tilt utilisés, cela conduit à une défocalisation maximale proche de $220 \mu\text{m}$, ce qui est éloigné des conditions standards d'analyse.

Pour quantifier l'influence de la défocalisation sur les mesures d'orientations, nous avons mené une expérience de validation. Sur un échantillon plan, une orientation a été mesurée pour une focalisation parfaite, puis le faisceau a été défocalisé (par (dé)réglage

du MEB) et les orientations résultantes ont été relevées.² Elles sont reportées dans le tableau IV.2. L'incidence de la défocalisation n'est donc que de $0.025^\circ/100\ \mu\text{m}$, ce qui est confirmé par l'étude d'autres orientations. Dans notre cas, la défocalisation ne provoque qu'une erreur maximale de 0.05° , ce qui est très inférieur, par exemple, aux erreurs associées au positionnement de l'échantillon, et donc largement négligeable.

Malgré son aspect froissé, la surface interne peut donc faire l'objet d'une caractérisation par EBSD sans incertitudes particulières sur les orientations mesurées. Il convient maintenant d'étudier l'effet de la présence de cette surface.

| Défocalisation (μm) | Orientation mesurée ($\varphi_1, \phi, \varphi_2$) | Désorientation (degrés) |
|-------------------------------------|---------------------------------------------------------|----------------------------|
| -2000 | (232.2, 22.4, 8.7) | 0.45 |
| -1000 | (232.7, 22.3, 8.1) | 0.17 |
| - 500 | (232.8, 22.3, 7.8) | 0.09 |
| 0 | (233.1, 22.2, 7.6) | 0.00 |
| + 500 | (233.6, 22.2, 7.2) | 0.21 |
| +1000 | (233.7, 22.1, 7.1) | 0.26 |
| +2000 | (234.0, 21.9, 6.9) | 0.52 |

Tab. IV.2 : Influence de la défocalisation sur les orientations mesurées. Noter que les défocalisations employées sont d'un ordre de grandeur supérieures à celles rencontrées expérimentalement. (Pour l'orientation considérée, les désorientations sont toutes d'axe proche de l'axe de tilt.)

IV.3 Influence de la surface interne

La surface interne ayant un rôle de joint de grains mécanique (voir sous-section IV.2.1), les déformations sur cette surface sont a priori différentes de celles rencontrées au cœur des grains. Il convient donc de caractériser l'influence de la surface interne sur les rotations cristallines. Nous nous inspirons pour cela de la méthodologie employée dans l'étude de Panchanadeeswaran *et al.* [13]. Ci-après, nous étudions l'effet de la surface interne sur les macro et microtextures.

²À chaque niveau de défocalisation, plusieurs mesures ont été réalisées dans un souci de représentativité, et leur moyenne est considérée.

IV.3.1 Influence sur les macrotextures

Sur la figure IV.7, les macrotextures mesurées sur la surface interne de l'échantillon B sont comparées à celles mesurées au centre d'échantillons standards déformés dans les mêmes conditions. Cette comparaison est menée à $\varepsilon = 0.42$ et $\varepsilon = 0.77$. Dans la limite de leurs représentativités (due au nombre limité de grains), elles paraissent être proches, si bien que la présence d'une surface interne n'affecte pas visiblement les macrotextures.

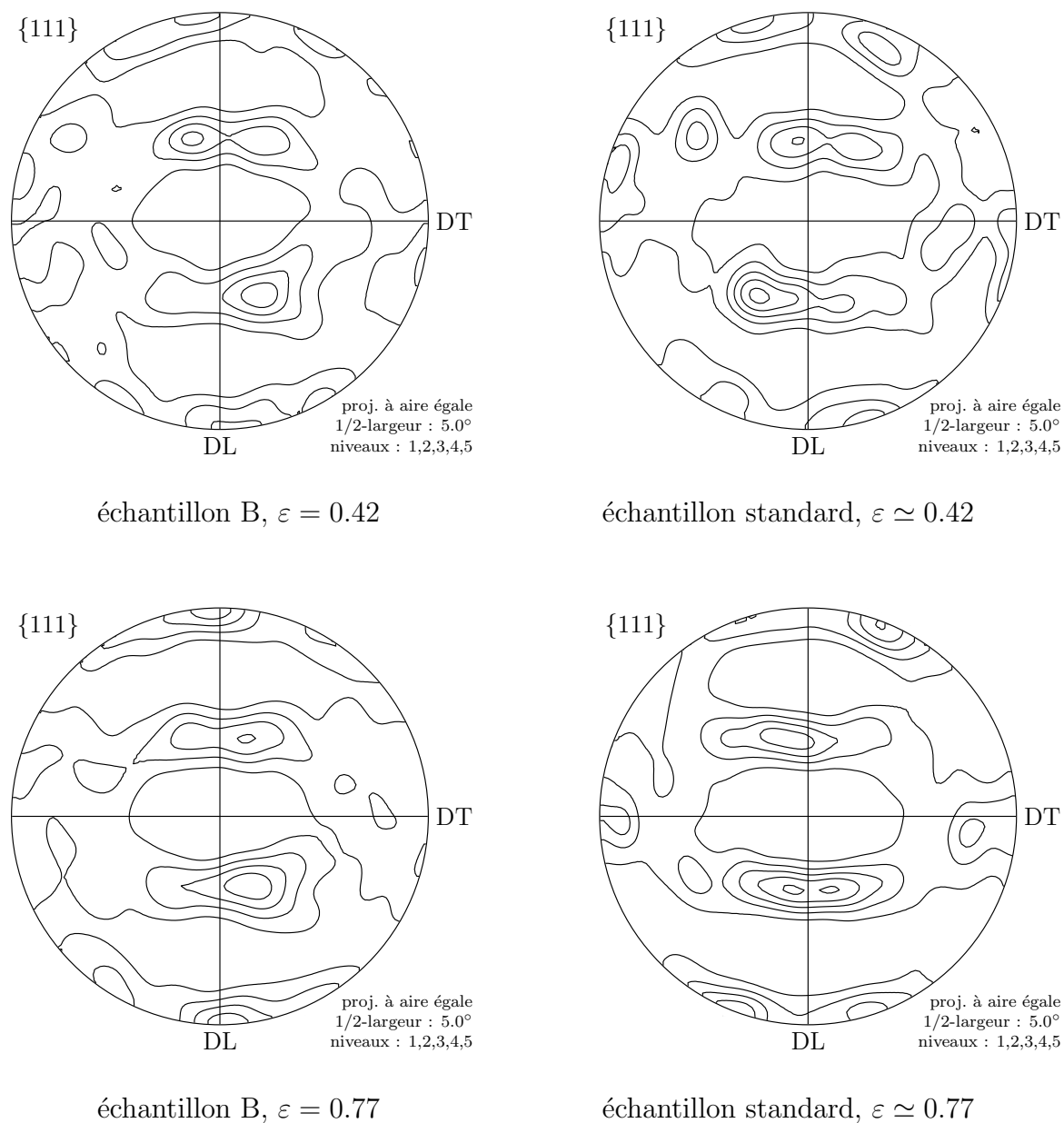


Fig. IV.7 : Influence de la surface interne sur les macrotextures. Comparaison des textures sur la surface interne d'un échantillon tranché à celles d'un échantillon standard, aux déformations de 0.42 et 0.77.

IV.3.2 Influence sur les microtextures

L'influence de la surface interne sur les microtextures peut être étudiée en comparant les microtextures sur la surface interne à celles en sous-surface, c.-à-d. mesurées après retrait d'une certaine épaisseur de matière.

Cette approche étant destructive, un échantillon tranché spécifique, déformé à $\varepsilon = 0.5$, est utilisé. Le retrait de matière, estimé à $20\ \mu\text{m}$, est appliqué par polissage électrolytique. Seuls quelques grains sont suivis, voir microtexture initiale en figure IV.8 (a). Les microtextures finales, illustrées en figure IV.8 (b-c), apparaissent similaires. Les nuages d'orientations d'un grain particulier (n° 1) sont illustrés en figure IV.8 (d-e), et présentent la même similarité. Des comparaisons quantitatives peuvent être menées pour les orientations moyennes et les dispersions intragranulaires.

Les orientations moyennes des grains en surface et en sous-surface sont portées dans le tableau IV.3. Pour s'affranchir de l'erreur systématique due aux incertitudes de positionnement de l'échantillon lors des analyses, les orientations en sous-surface ont été corrigées de manière à ce que la moyenne de leurs désorientations par rapport aux orientations en surface soient nulles. Il apparaît ainsi que les orientations moyennes en surface et en sous-surface ne diffèrent pas de plus de 1° en moyenne, et donc la surface interne influence peu les orientations moyennes.

La comparaison des champs intragranulaires est plus fines, et n'a pas été menée par Panchanadeeswaran *et al.* [13]. Sur la figure IV.9 sont représentés les champs de désorientation par rapport aux orientations moyennes, en surface et en sous-surface. Il apparaît qu'ils présentent les mêmes propriétés, par exemple, les zones de rotation autour d'un axe privilégié sont présentes à la fois en surface et en sous-surface. C'est par exemple le cas pour la zone de rotation autour de DN du grain 1 (en bleu) ou la zone de rotation autour de DL du grain 6 (en rouge).

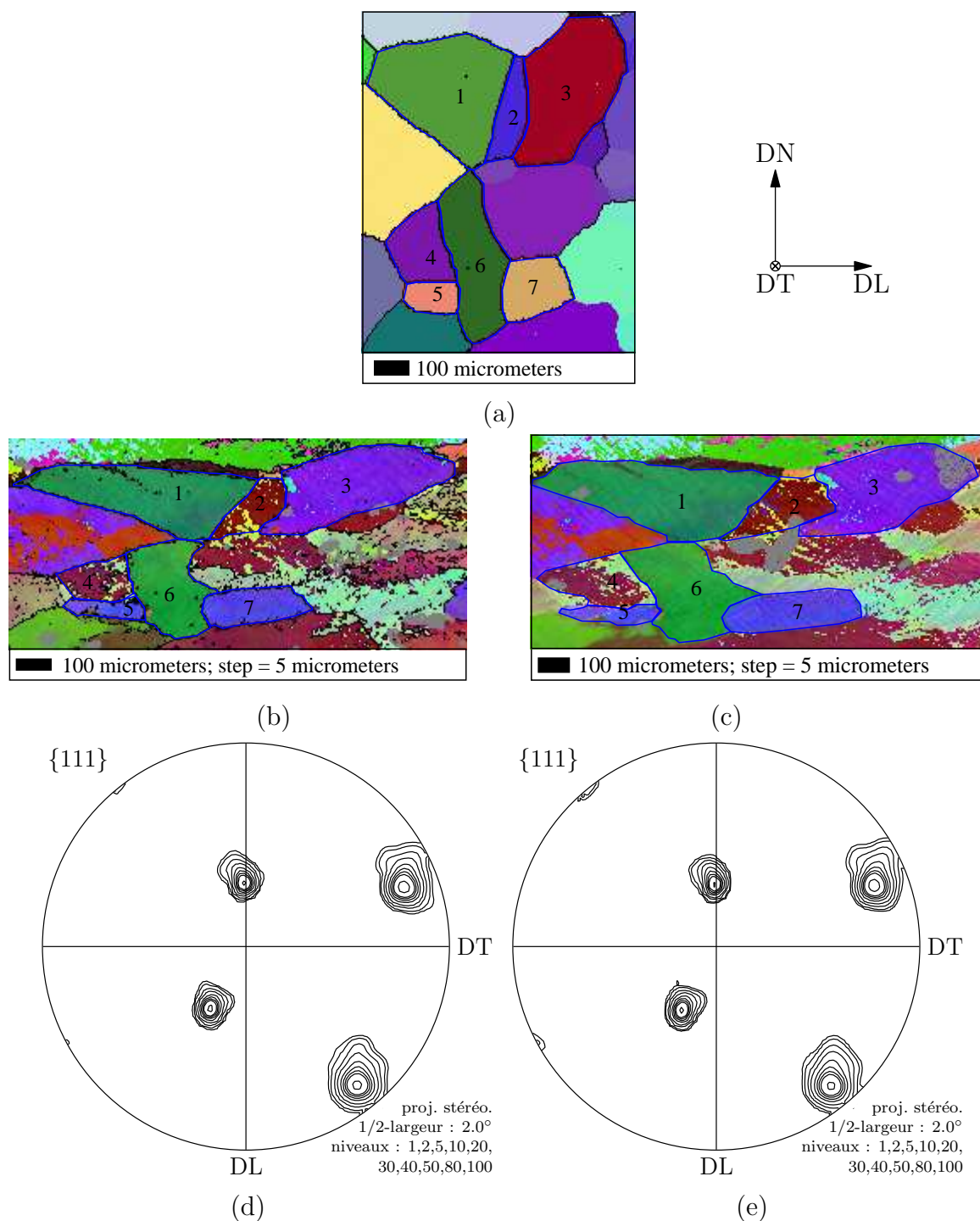


Fig. IV.8 : Influence de la surface interne sur les microtextures (échantillon test). Les grains étudiés sont numérotés et délimités en bleu. (a) $\varepsilon = 0$, (b) $\varepsilon = 0.5$ sur la surface interne, (c) idem, mais en sous-surface ($-20 \mu\text{m}$). Cartographies selon vecteur de Rodrigues. (d) Orientations du grain 1 en surface, (e) idem, mais en sous-surface.

| n° | orientation en surface ($\varphi_1, \phi, \varphi_2$) | orientation en sous-surface ($\varphi_1, \phi, \varphi_2$) | désorientation [degrés] |
|----|---------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------|-------------------------|
| 1 | (164.5, 33.2, 1.7) | (163.3, 33.2, 2.6) | 0.7 |
| 2 | (43.5, 54.3, 16.4) | (43.4, 55.4, 15.8) | 1.3 |
| 3 | (33.7, 78.1, 31.8) | (34.4, 77.7, 32.1) | 0.9 |
| 4 | (69.5, 52.4, 10.3) | (69.6, 51.9, 11.1) | 1.0 |
| 5 | (39.6, 72.2, 10.1) | (39.4, 71.6, 10.5) | 0.8 |
| 6 | (148.5, 34.5, 6.6) | (146.8, 34.4, 7.8) | 1.0 |
| 7 | (33.3, 69.5, 15.5) | (33.9, 68.4, 15.1) | 1.2 |
| | | | moyenne = 1.0 |

(a)

| n° | dispersion en surface [degrés] | dispersion en sous-surface [degrés] | écarts | |
|----|--------------------------------|-------------------------------------|-----------------|-------------|
| | | | absolu [degrés] | relatif [%] |
| 1 | 6.4 | 6.0 | 0.4 | 6 |
| 2 | 5.2 | 5.7 | 0.5 | 10 |
| 3 | 5.8 | 6.1 | 0.3 | 5 |
| 4 | 9.9 | 10.6 | 0.7 | 7 |
| 5 | 11.0 | 10.6 | 0.4 | 4 |
| 6 | 7.7 | 6.8 | 0.9 | 12 |
| 7 | 5.8 | 6.2 | 0.4 | 7 |
| | | | moyenne = 0.5 | 7 |

(b)

Tab. IV.3 : Effet de la surface interne sur les microtextures mesuré par comparaison des données en surface et en sous-surface (obtenues après retrait de 20 μm de matière). (a) Orientations moyennes des grains ; (b) désorientations intragranulaires moyennes.

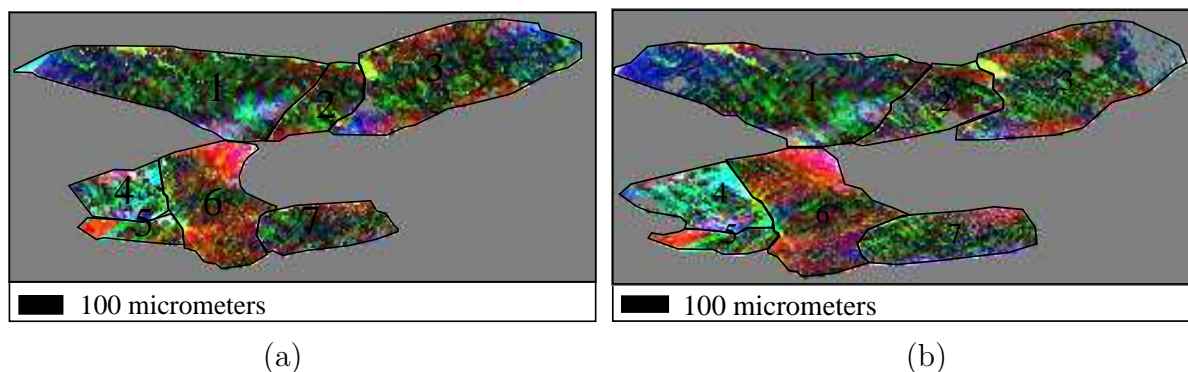


Fig. IV.9 : Effet de la surface interne sur les microtextures : champs de désorientations par rapport aux orientations moyennes en (a) surface et (b) sous-surface. Représentation en vecteur de Rodrigues; DL = rouge, DT = vert, DN = bleu; amplitude de 0 à 10° (de foncé à clair). La similarité de (a) et (b) confirme la faible influence de la surface interne.

IV.4 Conclusion

Nous avons présenté dans ce chapitre les résultats préliminaires permettant d'assurer la validité de notre approche de « suivi de microtextures ».

Les courbes contrainte-déformation sont caractéristiques du comportement viscoplastique attendu. Les effets du frottement sur la forme de la zone d'analyse se manifestent aux grandes déformations (≥ 0.8), mais les hétérogénéités induites restent de second ordre.

Les hétérogénéités de déformation à l'échelle du grain provoquent des déplacements hors plan de la surface interne, lui conférant un aspect « froissé ». Ces déplacements peuvent atteindre plusieurs dizaines de micromètres. Pour la première fois à notre connaissance, les effets de ces déplacements sur les microtextures ont été explicités. L'influence sur les positions spatiales est grande (du fait du tilt lors de l'analyse), si bien que les cartographies représentent les microtextures de manière distordue. Par contre, les orientations ne subissent qu'une erreur maximale de 0.05° , ce qui est négligeable.

Pour l'étude de l'effet de la surface interne, la méthodologie employée a été inspirée de celle de Panchanadeeswaran *et al.* [13]. Aucune marque de glissement entre les deux demi-échantillons n'a été relevée, et donc la surface représente un « joint de grains mécanique ». De plus, les macrottextures sur la surface interne et dans un échantillon standard sont proches, ce qui tend à montrer, certes sans le prouver, que les rotations des grains sur la surface interne sont semblables à celles de grains « réels », tels que ceux observés dans un échantillon standard. La similarité des microtextures des grains sur la surface interne et en sous-surface, à la fois en termes d'orientations moyennes et de champs de désorientations, est une confirmation supplémentaire.

Chapitre -V-

Rotations des grains individuels

Sommaire

| | | |
|------------|------------------------------------------------------------------------------------------|------------|
| V.1 | Introduction | 90 |
| V.2 | Microtextures | 91 |
| | V.2.1 Aspect général et relevé des grains | 91 |
| | V.2.2 Modes de rotation et classification des grains | 95 |
| V.3 | Rotations moyennes | 98 |
| | V.3.1 Rotations moyennes par rapport à l'état initial | 98 |
| | V.3.2 Rotations moyennes incrémentales | 100 |
| | V.3.3 Chemins de rotation | 102 |
| V.4 | Propriétés intragranulaires | 106 |
| | V.4.1 Dispersion | 106 |
| | V.4.2 Champs de désorientations | 111 |
| | V.4.3 Sous-structures | 114 |
| V.5 | Fragmentation | 116 |
| | V.5.1 Caractérisation | 116 |
| | V.5.2 Conditions favorables et modes de fragmentation | 116 |
| V.6 | Variabilité à orientation constante des rotations | 122 |
| | V.6.1 Rotations moyennes | 122 |
| | V.6.2 Dispersion intragranulaires | 125 |
| | V.6.3 Orientation finale | 125 |
| V.7 | Développement de la texture | 127 |
| | V.7.1 Cadre d'étude, macrotextures | 127 |
| | V.7.2 Désorientations par rap. à la fibre β et classification des grains | 129 |
| | V.7.3 Formation de la fibre β | 130 |
| | V.7.4 Modes de convergence dans la fibre β | 133 |
| V.8 | Synthèse et discussion | 140 |

V.1 Introduction

Ce chapitre vise à présenter les résultats concernant le suivi de grains en cours de compression plane à chaud, et ainsi à comprendre le développement de la macrotexture. La figure V.1 illustre le cas de l'échantillon B. Dans un premier temps, nous décrivons les modes de rotation des grains individuels. Cela comprend l'analyse des rotations moyennes des grains au cours de la déformation (section V.3), des propriétés intragranulaires (section V.4), puis de la fragmentation des grains (section V.5). Nous nous attachons ensuite à caractériser la variabilité à orientation constante des propriétés de rotation (section V.6). Nous étudions finalement les mécanismes de formation de la macrotexture (section V.7).

Rappelons que l'échantillon A, en guise d'essais préliminaires, a été cartographié à $\varepsilon = 0, 0.25$ et 0.40 . L'échantillon B, possédant une microstructure de meilleure qualité, a été cartographié à $\varepsilon = 0, 0.19, 0.42, 0.77$ et 1.2 (et 1.6 , avec moins de succès). Pour l'étude des rotations cristallines, seul l'échantillon B est considéré, car il fournit des données plus complètes. Certains résultats obtenus sur l'échantillon A sont rapportés dans les proceedings de la conférence ICOTOM 15 [96]. Nous écartons également, pour l'échantillon B, le cas $\varepsilon = 0.19$, qui a peu d'intérêt puisque nous disposons de données de bonne qualité à trois déformations supérieures. Cela présente également l'avantage de conduire à trois incréments de déformation d'amplitudes proches de 0.40 .

Les cartographies des échantillons sont disponibles sur <http://www.emse.fr/~quey>.

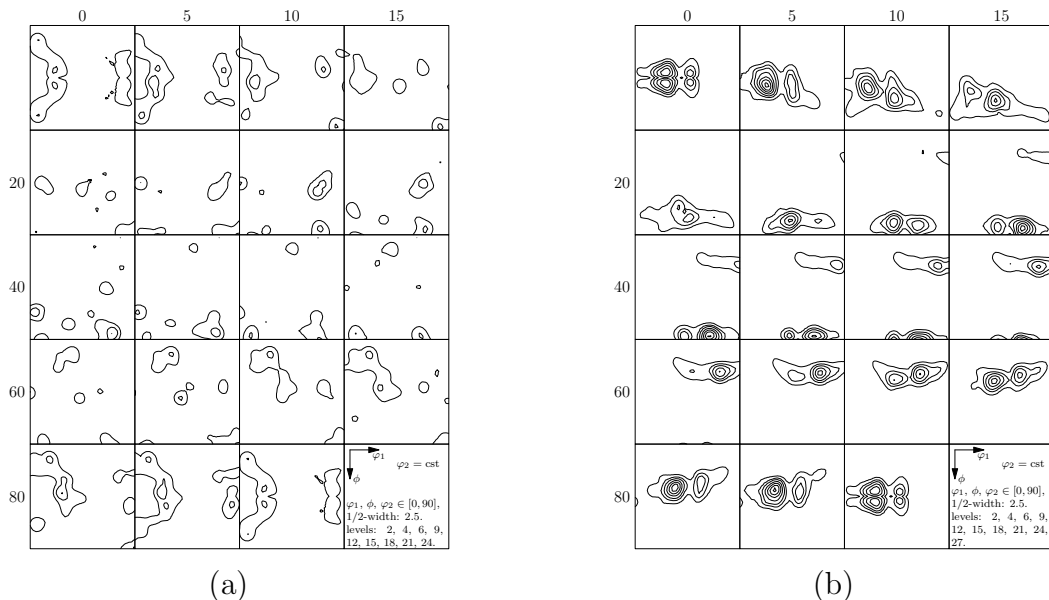


Fig. V.1 : Macrotextures de l'échantillon B à (a) $\varepsilon = 0$ et (b) $\varepsilon = 1.2$, construites en considérant toutes les mesures d'orientation des 176 grains suivis au cours de la déformation.

V.2 Microtextures

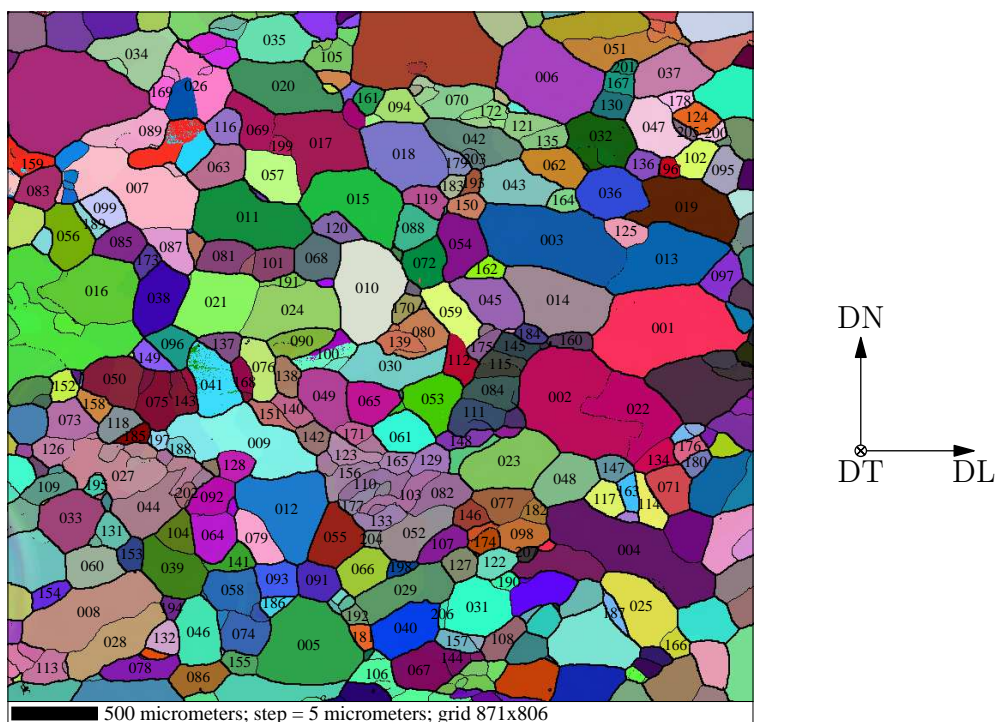
V.2.1 Aspect général et relevé des grains

Les microtextures de l'échantillon B sont illustrées en figure V.2 (voir annexe B pour l'échantillon A), sous la forme de cartographies de vecteurs de Rodrigues¹. Elles ont pu être obtenues avec de bons taux d'indexation ($> 90\%$ si l'on omet les zones non indexables étendues) par l'emploi de temps d'exposition relativement élevés aux grandes déformations (nombres de vues : 1 à $\varepsilon = 0$, 2 à $\varepsilon = 0.19$ et 0.42 , 6 à $\varepsilon = 0.77$, 1.2 et 1.6), et les cartographies présentées sont celles obtenues après la procédure standard de suppression des points non indexés. À $\varepsilon = 1.6$, le relief de la surface d'analyse est si marqué que certaines zones ne peuvent être indexées, et le relevé des plus petits grains devient très délicat. C'est pourquoi la microtexture n'a pas été étudiée à cette déformation.

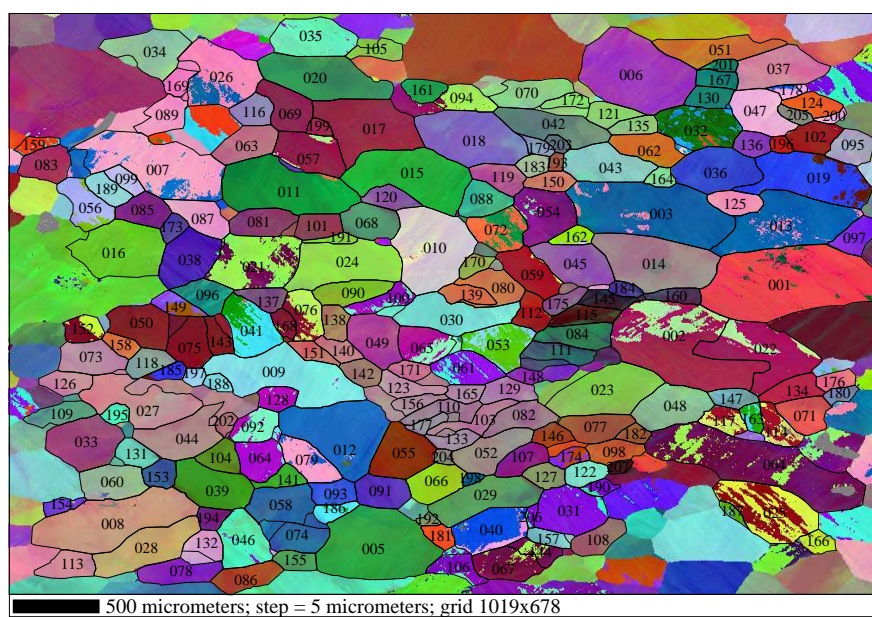
La détection des grains a été appliquée sur les microtextures initiales, selon un critère de désorientation minimale pour les joints de grains, de 5° . En fait, cette valeur est faible par rapport à celle communément utilisée pour des joints de grains, de 15° . Ce choix est contraint par la présence d'une quantité non négligeable de frontières de désorientations inférieures à 15° , et donc considérer une telle valeur conduirait à des grains pouvant être très désorientés (voir figure V.2 (a)). À l'inverse, une valeur de 5° permet d'obtenir des grains initialement presque monocristallins. En contrepartie, quelques grains peuvent être entourés de joints de désorientations moyennes (de 5 à 15°), ce qui revient parfois à prendre en compte plusieurs grains d'orientations et environnements initiaux voisins. Ceci peut affecter les résultats, mais il a été vérifié au long de l'étude que l'effet était négligeable. Les grains sont ensuite relevés sur les microtextures déformées, indépendamment de l'évolution des désorientations locales. Nous suivons ainsi l'évolution des mêmes « zones physiques » ; nous ne tenons pas compte d'éventuelles disparitions de joints de grains, mais nous pouvons suivre des fragmentations de grains. Il faut souligner que, du fait de l'évolution des désorientations locales, il n'est pas possible d'appliquer la méthode de détection précédemment décrite aux microstructures obtenues à l'état déformé. À défaut d'existence de méthodes automatisées, les grains sont relevés manuellement sur les cartographies. Il est possible de suivre les grains tout au long de la déformation, car même si un joint de grains tend à disparaître, il s'avère qu'il en subsiste toujours une trace (légère désorientation). Ceci contraste avec les expériences de Panchanadeeswaran *et al.* [13], pour lesquelles certains joints de grains n'avaient pu être retrouvés à l'état déformé.

Les évolutions des microtextures n'empêchent donc pas le suivi des grains au cours de la déformation. Par contre, des salissures parfois présentes sur la surface peuvent masquer tout ou partie de certains grains. Pour notre étude, un grain qui n'est pas visible à un taux de déformation donné est complètement exclu. Ainsi, pour l'échantillon B, 176 des 207 grains relevés initialement ont pu être suivis tout au long de la déformation.

¹ Les trois niveaux de couleur RGB sont égaux à $255 \times (R_i + \sqrt{2} - 1) / (2 \times (\sqrt{2} - 1))$, $i \in \{1, 2, 3\}$.

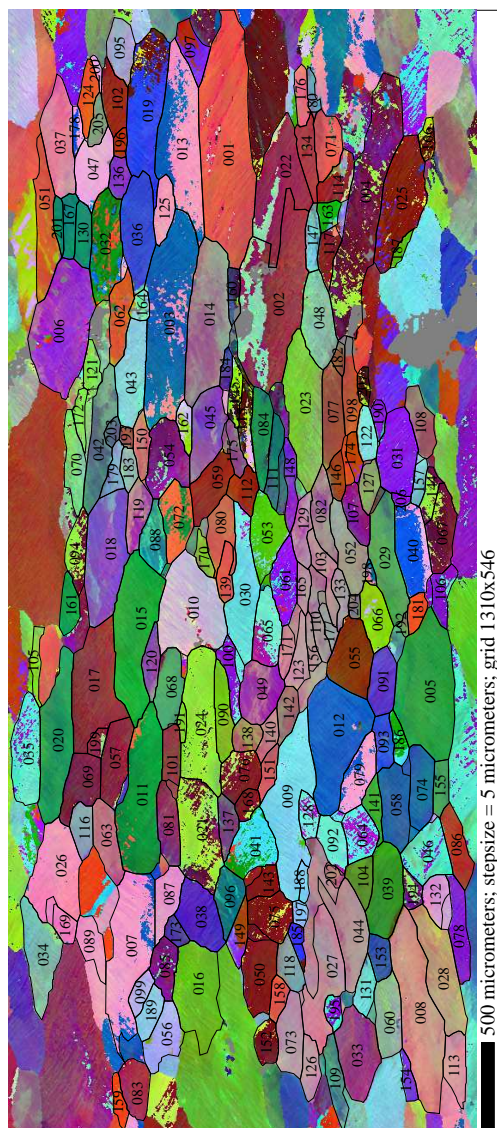


(a)

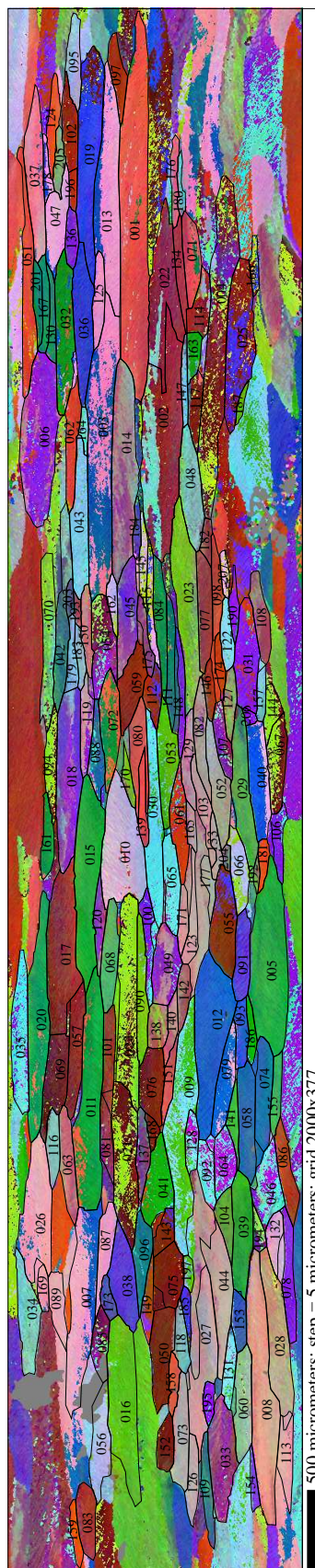


(b)

Fig. V.2 : Légende en page 94.



(c)



(d)

Fig. V.2 : Légende en page 94.

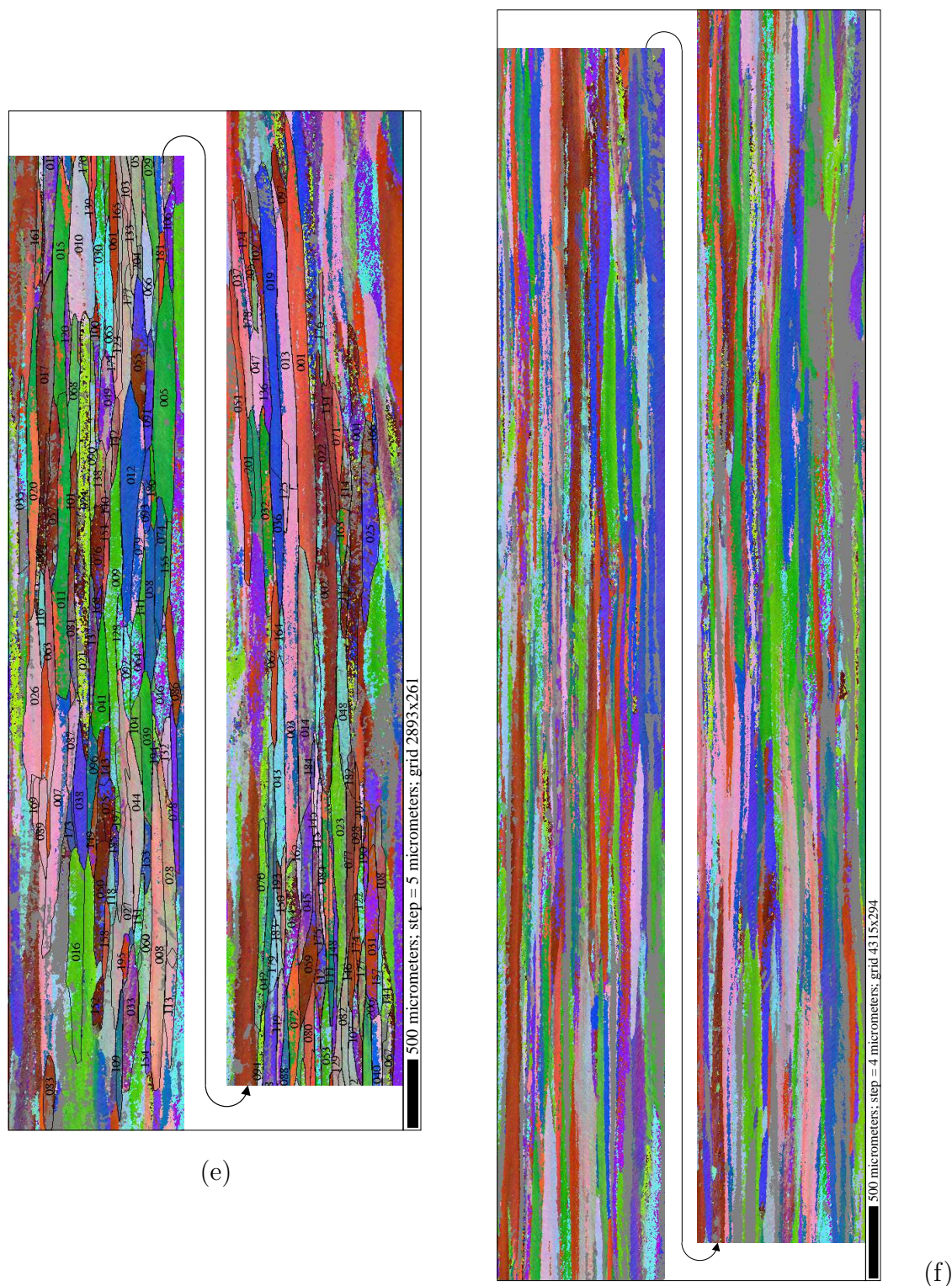


Fig. V.2 : Microtextures de l'échantillon B aux déformations successives : (a) $\varepsilon = 0$, (b) $\varepsilon = 0.19$, (c) $\varepsilon = 0.42$, (d) $\varepsilon = 0.77$, (e) $\varepsilon = 1.2$ et (f) $\varepsilon = 1.6$. Cartographies selon vecteur de Rodrigues. Les contours représentent : (a) joints de désorientation $> 15^\circ$ (traits épais), $> 5^\circ$ (traits fins), (b-e) les contours des grains précédemment définis. La cartographie à $\varepsilon = 1.6$ comporte des zones non indexées (représentées en gris) relativement étendues du fait du relief prononcé de la surface.

V.2.2 Modes de rotation et classification des grains

Les orientations des grains subissent généralement une rotation d'ensemble et une dispersion, telles qu'illustrées sur la figure V.3. De tels jeux d'orientations sont décrits par leurs moyennes et dispersions autour de la moyenne (voir chapitre III). La rotation de l'orientation moyenne peut être décrite sous la forme d'un axe / angle de rotation (r, θ) . Une attention particulière doit être portée sur l'axe de rotation. En effet, pour une rotation d'angle faible et en présence d'une incertitude sur celui-ci, l'axe de rotation peut être soumis à une grande incertitude. Bate *et al.* [97] ont montré que si l'angle de rotation θ est sujet à une incertitude δ , alors l'incertitude angulaire β sur l'axe de rotation r est donnée par,

$$\beta = \tan^{-1} \left(\frac{\delta}{\theta} \right) \quad (\text{V.1})$$

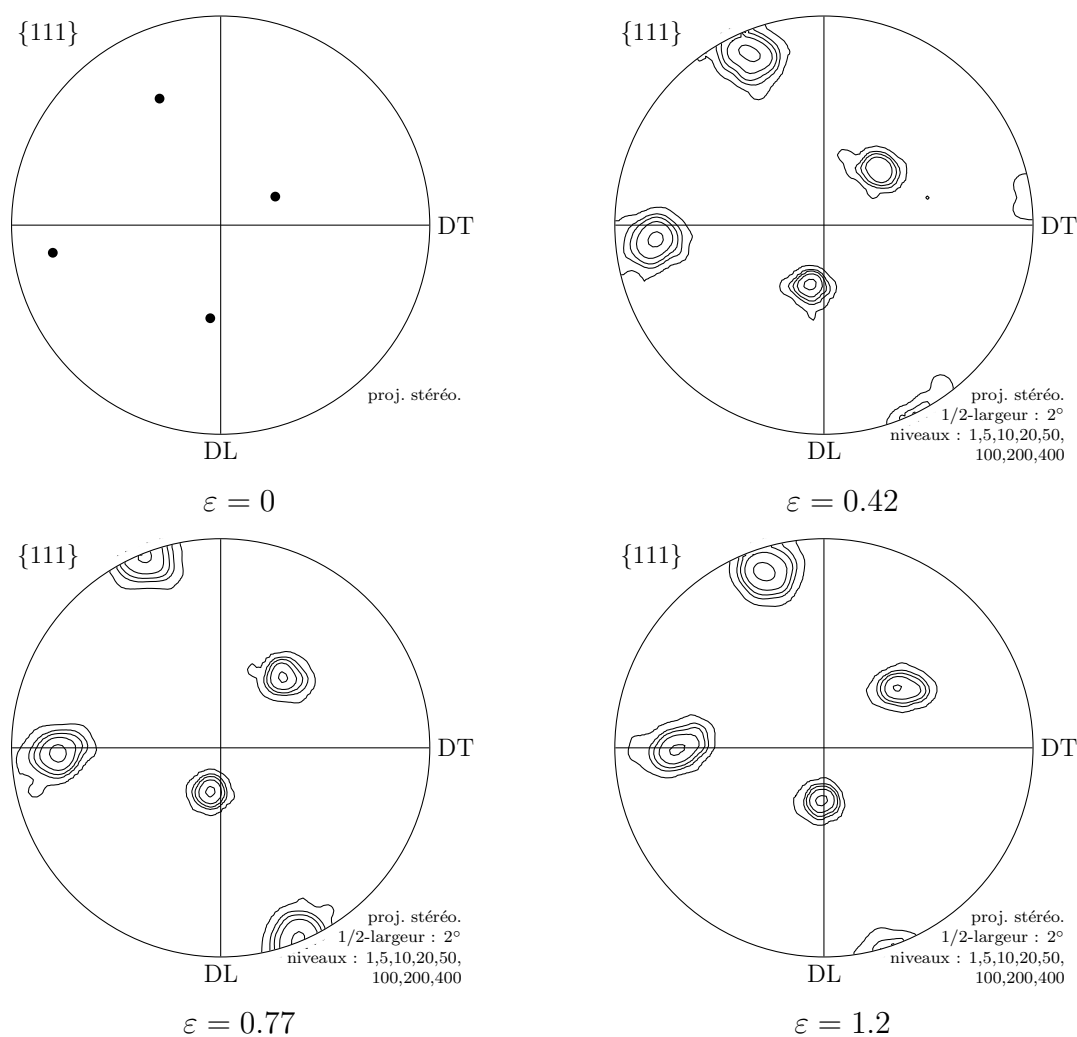


Fig. V.3 : Rotation unimodale d'un grain : exemple du grain 062. Noter la rotation d'ensemble et la dispersion.

Les auteurs ont déterminé cette relation dans le cadre de l'étude des désorientations locales dans des sous-structures, où δ est l'incertitude sur les mesures d'orientations. Dans notre cas, les effets de cette nature sur l'orientation moyenne sont très faibles du fait du grand nombre d'orientations employées pour son calcul. δ doit par contre intégrer, d'une part, les erreurs de positionnement de l'échantillon dans la chambre du MEB, et d'autre part, l'effet de l'aspect froissé de la surface d'analyse qui conduit à favoriser certaines régions des grains au dépens d'autres. Nous considérons finalement : $\delta = 1^\circ$. Pour le calcul des axes de rotation, nous choisissons comme incertitude maximale sur l'axe $\beta = 20^\circ$, ce qui conduit via l'équation V.1 à une valeur minimale de θ de 2.7° . En deçà, l'axe est considéré inconnu.

Certains grains peuvent ne pas subir de rotation d'ensemble, mais au contraire se fragmenter. Ceci est illustré pour le cas d'un grain sur la figure V.4. Nous pouvons d'ores et déjà signaler que cela concerne une minorité de grains, qui sont, comme le grain illustré, généralement d'orientations de haute symétrie.

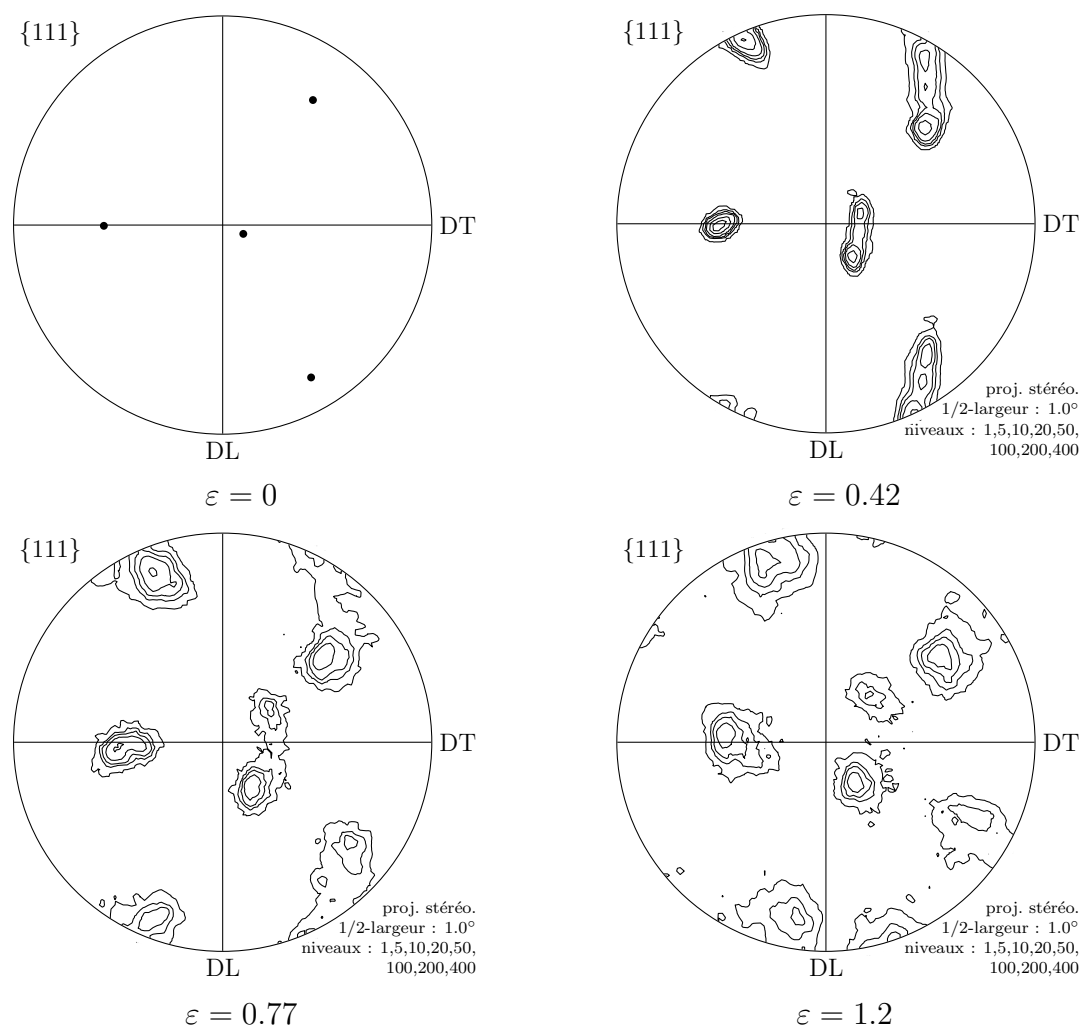


Fig. V.4 : Rotation bimodale d'un grain (fragmentation) : exemple du grain 002.

Les différents modes de rotation mis en évidence permettent de définir une *classification* des grains. La *fragmentation* constitue un premier critère. L'ensemble global des grains \mathcal{G} peut ainsi être partitionné en deux sous-ensembles \mathcal{G}_u (u pour rotation *unimodale*) et \mathcal{G}_f (f pour *fragmentation*). L'ensemble \mathcal{G}_u peut lui-même être partitionné en deux sous-ensembles selon les *rotations angulaires* des grains : \mathcal{G}_{u-} pour les grains de rotation d'amplitudes inférieures à 2.7° et \mathcal{G}_{u+} pour ceux de rotation d'amplitudes supérieures à 2.7° . Cette classification est illustrée en figure V.5, où les nombres de grains des différents ensembles sont précisés.

Il est clair que l'ensemble \mathcal{G}_{u+} est l'ensemble d'intérêt principal pour notre étude, car les rotations d'ensemble sont bien définies. Néanmoins, pour des raisons de commodité vis-à-vis du posttraitement des résultats, dès lors qu'un grain se fragmente au cours de la déformation – quelque soit la déformation, ou a une rotation inférieure à 2.7° lors d'un incrément de déformation – quel qu'il soit, il est (dé)classé dans les catégories \mathcal{G}_f ou \mathcal{G}_{u-} , respectivement.

Les orientations moyennes des grains aux déformations successives, ainsi que leurs ensembles d'appartenance, sont fournis en annexe B.3.

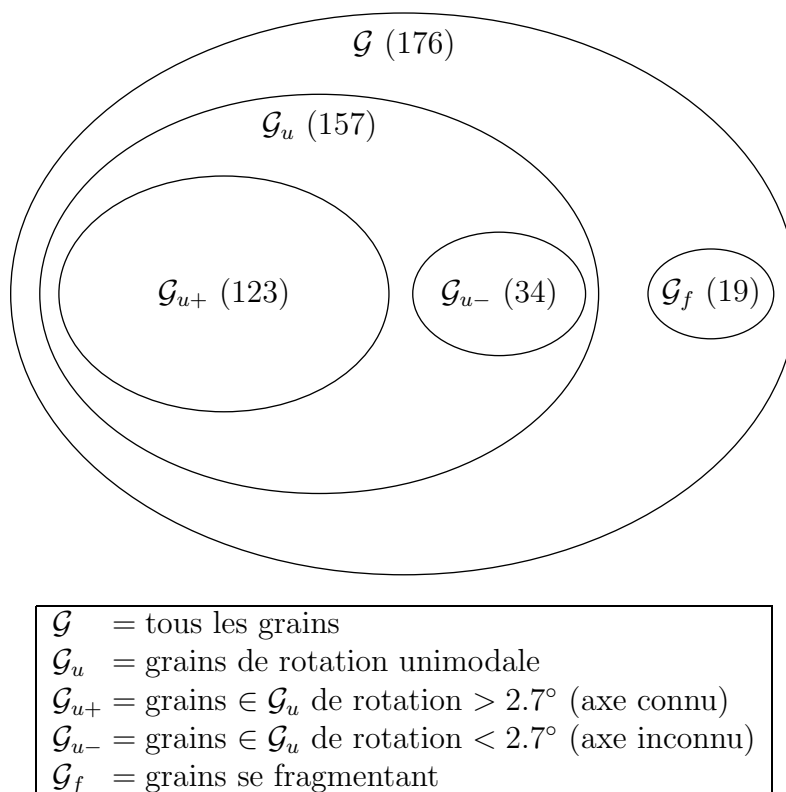


Fig. V.5 : Classification des grains selon leurs modes de rotation (échantillon B).

V.3 Rotations moyennes

Les rotations moyennes peuvent être étudiées par rapport à l'orientation initiale, ou pour les incréments de déformation successifs, ce qui permet de caractériser les chemins de rotation. Dans cette section, nous nous attachons à détailler successivement ces trois points. Cela nécessite l'usage de *mesures* variées, qui pour certaines s'imposent d'elles-mêmes, telles que les angles et axes de rotation ; pour les autres, nous avons mis l'accent sur la simplicité. Ces mesures sont employées également dans la suite de l'étude, notamment pour l'étude de la formation de la microtexture ou pour les comparaisons aux prédictions des modèles.

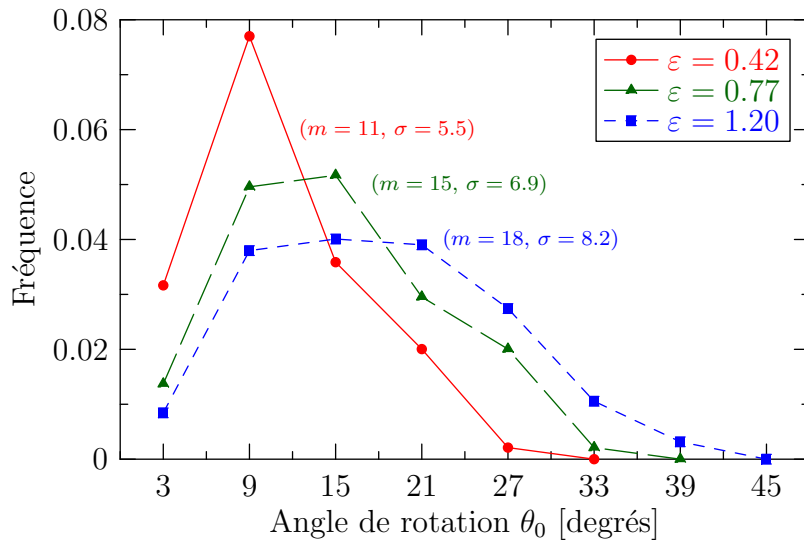
V.3.1 Rotations moyennes par rapport à l'état initial

Les distributions des angles de rotation par rapport aux orientations initiales, θ_0 , aux déformations successives sont représentées sur la figure V.6 (a). Elles sont très variables, par exemple, à $\varepsilon = 1.2$, les grains peuvent avoir tourné de 2 à 39° par rapport à leurs orientations initiales ! Ces valeurs sont à comparer aux distances caractéristiques dans l'espace des orientations : nous verrons par la suite que les désorientations par rapport à la fibre β n'excèdent guère 40° à l'état initial, et les distances entre composantes de la fibre sont proches de 20°. Les rotations mesurées sont donc suffisantes pour qu'un grain rejoigne la fibre β ou change de composante. À mesure que la déformation augmente, les rotations par rapport à l'orientation initiale augmentent de moins en moins rapidement : elles sont en moyenne de 11° à $\varepsilon = 0.42$, 15° à $\varepsilon = 0.77$ puis 18° à $\varepsilon = 1.2$.

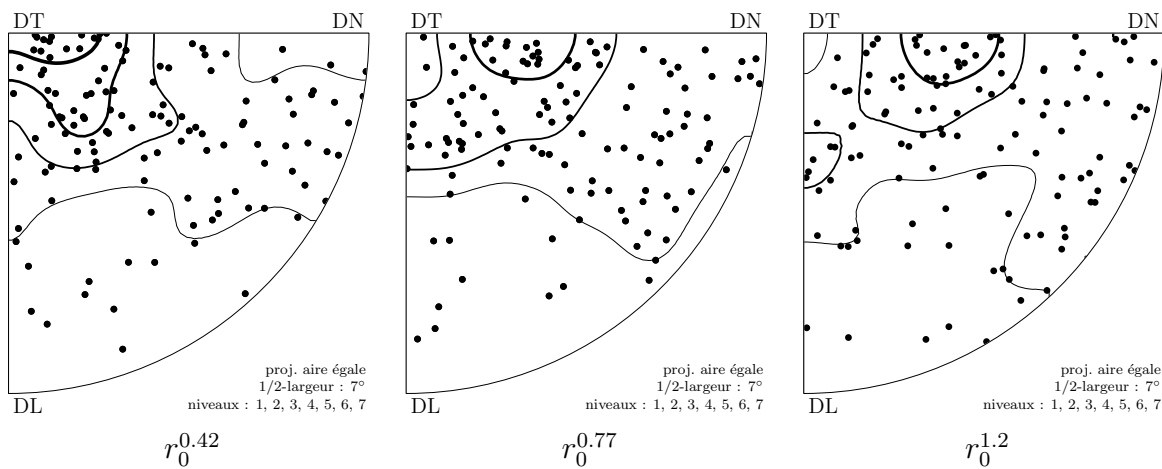
Les distributions des axes de rotation par rapport aux orientations initiales, r_0 , sont représentées sur la figure V.6 (b), pour les grains appartenant à \mathcal{G}_{u+} . Les axes de rotation sont représentés sur une figure de pôles ; les conditions de symétrie orthotrope sont exploitées pour réduire la figure à un quart. Sur la figure, chaque point représente un grain. De plus, pour faciliter sa lecture, une fonction de densité est construite comme pour les figures de pôles courantes : à chaque axe est associée une distribution gaussienne pour rendre la fonction de densité continue, et des lignes d'iso-intensité sont employées pour sa représentation. La demi-largeur de la gaussienne est choisie égale à 7° ici et dans le reste de l'étude², et la fonction de densité a une moyenne égale à 1.

À $\varepsilon = 0.42$, il apparaît que les axes sont préférentiellement distribués autour de DT, où la densité atteint 5, et ils sont particulièrement éloignés de DL. Aux déformations suivantes, le niveau maximum d'intensité tend à se déplacer vers DN et les distributions deviennent plus diffuses. Il résulte de ces observations que les grains voient leurs axes de rotation changer au cours de la déformation : leurs « chemins de rotation » sont courbes.

²Cette valeur permet d'obtenir une fonction de densité relativement régulière.



(a)



(b)

Fig. V.6 : Rotations moyennes par rapport aux orientations initiales, aux déformations successives. (a) Angles de rotation θ_0 , (b) axes de rotation r_0 . Chaque point représente l'axe de rotation d'un grain. Les lignes d'iso-intensité permettent de mettre en évidence les densités de répartition.

V.3.2 Rotations moyennes incrémentales

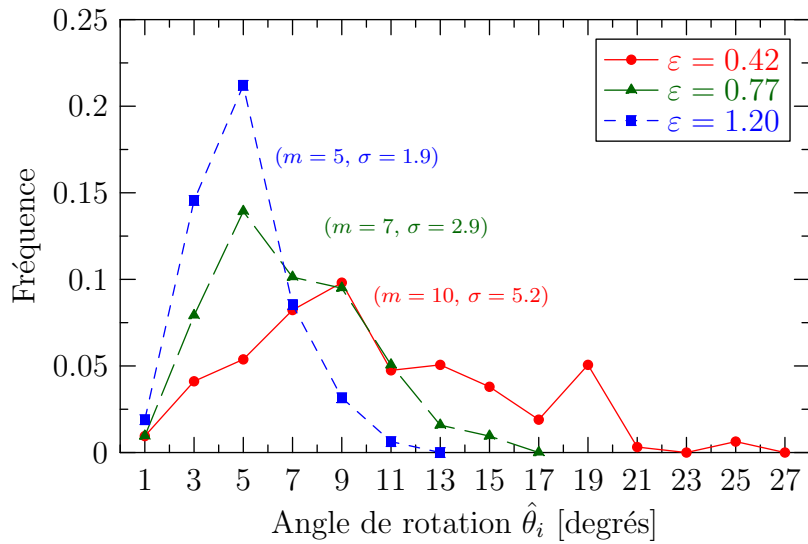
Les *rotations incrémentales* (r_i, θ_i) sont les rotations mesurées au cours des incréments de déformation successifs. Elles sont notées $(r_i^{0.42}, \theta_i^{0.42})$, $(r_i^{0.77}, \theta_i^{0.77})$ et $(r_i^{1.2}, \theta_i^{1.2})$, successivement. Elles sont ici considérées indépendamment, et dans la sous-section suivante, nous nous intéresserons aux relations entre les rotations incrémentales successives.

Pour pouvoir mener une comparaison quantitative entre les rotations aux différents incréments, les rotations sont ici légèrement corrigées de manière à toutes correspondre à une déformation strictement égale à 0.4. Ceci conduit aux angles de rotation $\hat{\theta}_i = \theta_i \times 0.4/\Delta\varepsilon$ où $\Delta\varepsilon$ est l'amplitude de l'incrément de déformation considéré. À noter que les données à $\varepsilon = 0.42$ sont équivalentes à celles présentées précédemment ; les distributions présentées sont différentes du fait de la pondération, et d'un échantillonnage plus fin.

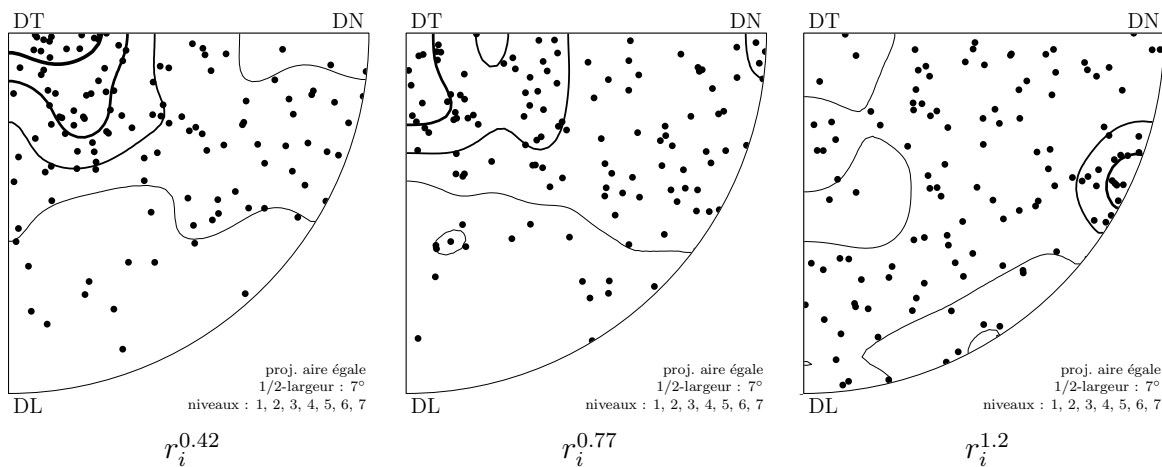
Il apparaît sur la figure V.7 (a) que l'angle de rotation $\hat{\theta}_i$ tend à diminuer au fil de la déformation : de 10° en moyenne au premier incrément, il décroît à 7° puis 5° aux incréments suivants. Ceci confirme la tendance pressentie selon laquelle les rotations sont, d'une manière générale, d'amplitude d'autant plus faible que la déformation n'augmente.

Les distributions des axes de rotation r_i sont illustrées sur la figure V.7 (b), pour les grains appartenant à \mathcal{G}_{u+} . Comme pour les angles de rotation, les données à $\varepsilon = 0.42$ sont équivalentes à celles présentées précédemment. Il apparaît qu'au fil de la déformation, la distribution initialement préférentiellement autour de DT tend à s'uniformiser : au deuxième incrément, la densité au voisinage de DT n'est plus de 4, mais de 3 ; au troisième incrément, la répartition n'est plus préférentiellement en DT (densité < 1), mais s'étale dans tout l'espace. Notamment, les axes peuvent être proche de DL, auparavant complètement dépeuplée, et on note également une zone de densité plus élevée entre DN et DL (densité = 3).

Note sur le suivi de microtextures – effet du frottement : Le fait que les rotations apparaissent préférentiellement distribuées autour de DT en début de déformation, puis peu ou pas à la fin est opposé aux effets du frottement outil-échantillon. En effet, ce dernier tend à provoquer, à l'échelle de l'échantillon, des cisaillements ε_{13} résultant en des rotations de corps solide d'axe DT, d'autant plus importantes que la déformation augmente. Les effets du frottement outil-échantillon sont donc petits face aux rotations engendrées par la déformation de compression plane.



(a)



(b)

Fig. V.7 : Rotations moyennes incrémentales. (a) Angles de rotation $\hat{\theta}_i$ (légères corrections par rapport à θ_i , voir le corps du texte), (b) axes de rotation r_i . Chaque point représente l'axe de rotation d'un grain. Les lignes d'iso-intensité permettent de mettre en évidence les densités de répartition.

V.3.3 Chemins de rotation

Les *chemins de rotation* des grains au cours de la déformation, peuvent être caractérisés en comparant, pour chacun d'eux, les rotations incrémentales (r_i, θ_i) successives.

a) Relations entre les rotations successives

La figure V.8 (a) présente le cas des angles de rotation. Il apparaît une corrélation assez pauvre entre les angles de rotation d'un incrément au suivant. Elle peut être décrite globalement par le coefficient de corrélation linéaire ρ ,³ qui est d'autant plus proche de 1 (ou -1) que la corrélation est forte, et égal à 0 en l'absence de corrélation. Dans le cas présent, les valeurs obtenues sont proches de 0.3, ce qui rend bien compte de la relation faible entre les angles de rotation successifs.

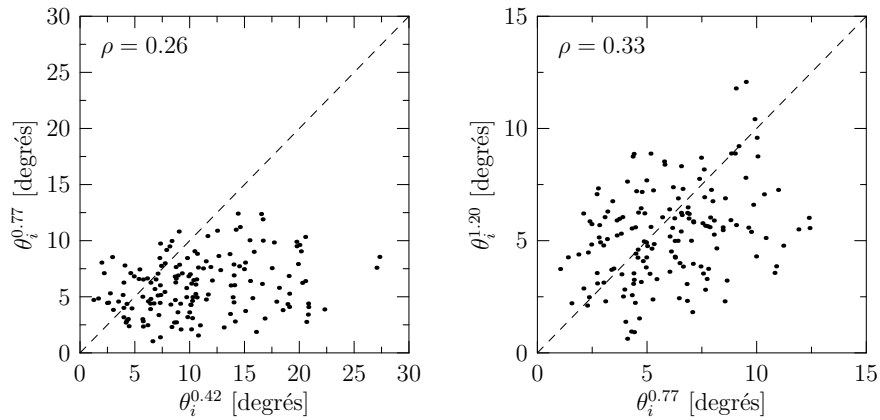
Pour la comparaison des axes de rotation, ici comme dans la suite de l'étude, la *différence entre deux axes de rotation* r_1 et r_2 est simplement quantifiée par l'*angle entre les deux axes*, nommé α ,

$$\alpha = \arccos(r_1 \cdot r_2) \quad (\text{V.2})$$

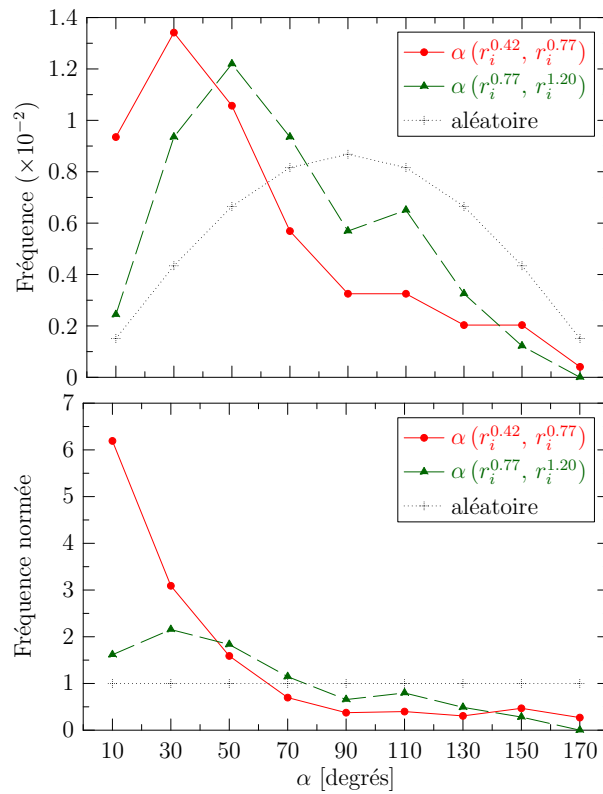
Par définition, l'angle α peut varier de 0° , pour des rotations d'axes identiques, à 180° , pour des rotations de même direction, mais de sens opposés. La valeur moyenne est considérée pour une comparaison sur l'ensemble des grains. Pour l'interprétation des valeurs et des distributions de ces angles, il est important de noter que la distribution correspondant à des axes répartis uniformément dans l'espace 3D, qui est la référence, n'est pas une fonction de valeur uniforme, mais une fonction sinus (cela peut être établi par un raisonnement élémentaire de trigonométrie). Les distributions correspondant au cas uniforme et aux cas expérimentaux sont illustrées en figure V.8. Compte-tenu de la distribution correspondant au cas uniforme, les formes « en cloche » des cas expérimentaux sont tout à fait attendues et largement rencontrées dans notre étude. Pour interpréter ces données, il est souhaitable de normaliser les distributions par rapport à celle correspondant au cas uniforme; la fonction obtenue représente une densité par rapport au cas uniforme.

Les distributions illustrent le fait que les axes de rotation varient d'un incrément au suivant, ce qui confirme les observations précédentes. Les angles α sont toutefois préféralement distribués aux faibles valeurs, ce qui signifie que les axes tendent à rester voisins d'un incrément au suivant. Ceci est le plus prononcé en début de déformation : entre le premier et le deuxième incrément, les axes changent de 54° en moyenne (minimum : 4° , maximum : 162°); entre le deuxième et le troisième incrément, ils changent de 67° en moyenne (minimum : 4° , maximum : 147°). Les formes des distributions peuvent motiver des considérations plus fines, portées en annexe B.4.

³ $\rho(x, y) = \frac{\sigma_{xy}}{\sigma_x \sigma_y}$ où $\sigma_{xy} = \sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})$; $\sigma_x = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2}$; $\bar{x} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N x_i$.



(a)



(b)

Fig. V.8 : Rotations moyennes incrémentales : corrélation des angles et des axes de rotation entre incréments de déformation successifs. (a) Angles de rotation θ_i , (b) axes de rotation r_i (distributions standards puis normalisées par rapport à l'« aléatoire »). $(r_i^\varepsilon, \theta_i^\varepsilon)$ représente la rotation de l'incrément dont la déformation finale est ε , et $\alpha(r_1, r_2)$ l'angle entre r_1 et r_2 .

b) Rendement de la rotation

Comme les axes de rotation changent au cours de la déformation, les grains ne suivent pas le « chemin de rotation le plus court », comme l'illustre schématiquement la figure V.9. Cela peut être mis en évidence en définissant tout d'abord la *rotation cumulée*, θ_{cum} , égale à la somme des rotations incrémentales. Les distributions des rotations cumulées sont illustrées en figure V.10. Ici encore, les données à $\varepsilon = 0.42$ sont identiques à celles des rotations par rapport à l'état initial. Les rotations cumulées sont en moyenne de 11° à $\varepsilon = 0.42$, 17° à $\varepsilon = 0.77$ et 22° à $\varepsilon = 1.2$, ce qui est, par définition, supérieure aux rotations par rapport à l'état initial, θ_0 .⁴

La comparaison des rotations cumulées θ_{cum} aux rotations par rapport aux orientations initiales θ_0 permet de caractériser le rendement du chemin de rotation. C'est une mesure globale, couplant les paramètres θ et α . Le *rendement de la rotation* est obtenue par,

$$\eta_r = \frac{\theta_0}{\theta_{cum}} \quad (\text{V.3})$$

Une valeur de 1 signifie que le chemin de rotation est rectiligne dans l'espace des orientations, et donc l'intégralité de la distance parcourue contribue à l'éloignement de l'orientation initiale. À l'opposé, une valeur de 0 signifie que, même si le grain a tourné, il est revenu *in fine* à l'orientation initiale ; l'effet de la rotation est donc nul. La distribution des rendements η_r à $\varepsilon = 1.2$ est illustrée sur la figure V.11. Il apparaît qu'ils ont préféralement des valeurs élevées, leur moyenne étant de 78 %. Ils varient toutefois largement selon les grains, avec un minimum de 16 % et un maximum de 99.6 %.

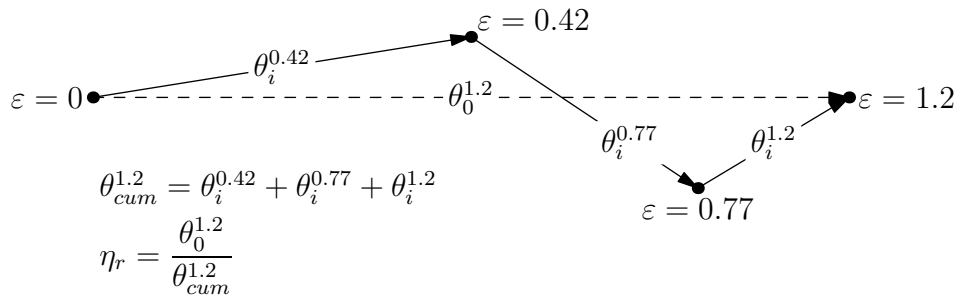


Fig. V.9 : Définitions des rotation moyenne cumulée θ_{cum} et rendement de rotation η_r .

⁴Les rotations cumulées sont en fait sous-estimées du fait de l'approche incrémentale et non continue.

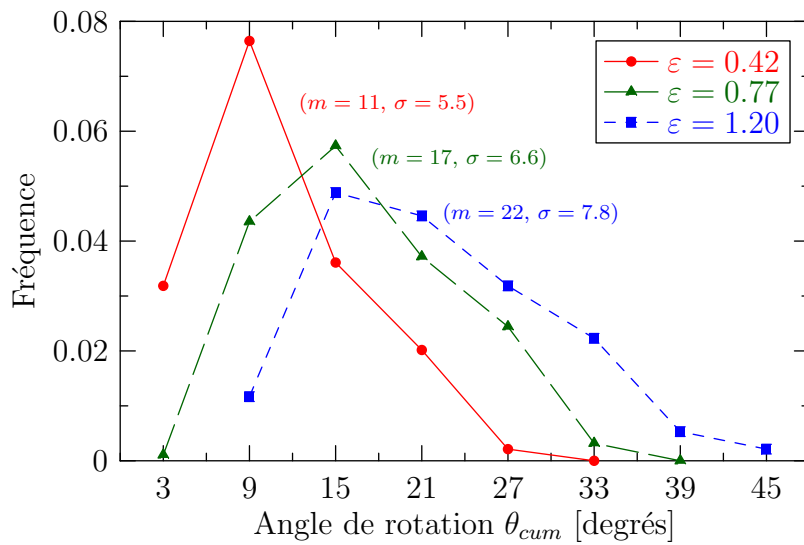


Fig. V.10 : Rotations moyennes cumulées θ_{cum} aux déformations successives (= somme des rotations incrémentales).

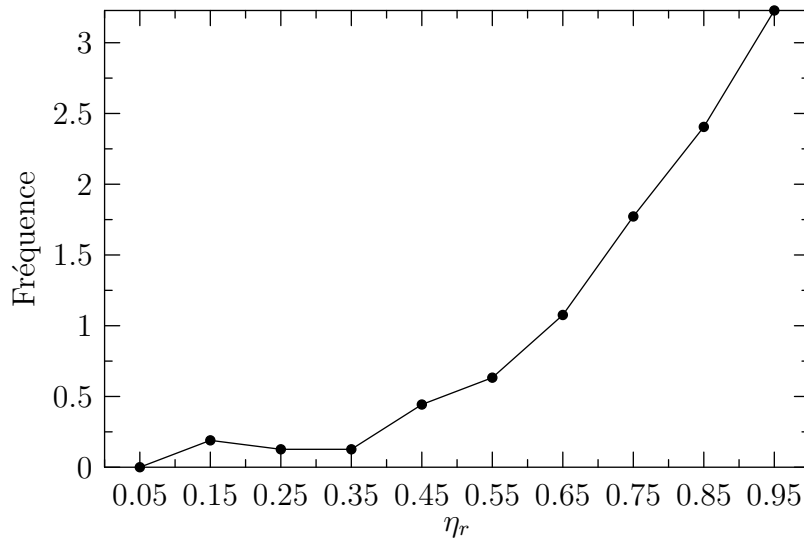


Fig. V.11 : Rendements des rotations totales des grains (c.-à-d. calculés à $\epsilon = 1.2$), $\eta_r = \theta_0/\theta_{cum}$, où θ_0 représente la rotation par rapport à l'état initial et θ_{cum} la rotation cumulée (= somme des rotations incrémentales).

V.4 Propriétés intragranulaires

Dans cette section, nous caractérisons les propriétés intragranulaires des rotations en termes de dispersions, de champs, puis à l'échelle plus fine de la sous-structure.

V.4.1 Dispersions

Les dispersions sont étudiées en termes de désorientation moyenne et d'anisotropie. Nos résultats peuvent être comparés à des travaux existants. Glez et Driver [90, 98] ont traité le cas de monocristaux d'aluminium déformés en compression plane à chaud sur une large gamme de taux de déformation (0 à 2), vitesse de déformation (10^{-3} à 10^1 s $^{-1}$) et température (400 à 500°C). Pantleon *et al.* [94] ont analysé 45 grains d'un polycristal d'aluminium déformé en compression plane à froid à une déformation de 0.5.

Pour assurer la représentativité des résultats, nous écartons de notre étude les grains les plus petits, ie ceux pour lesquels moins de 1000 mesures d'orientations ont été effectuées à l'état initial. Ceci conduit à un ensemble de 92 grains, suffisant pour l'étude.

a) Désorientations moyennes

Pour chaque grain, la largeur de la dispersion est caractérisée par la moyenne des angles de désorientation par rapport à l'orientation moyenne, notée $\bar{\theta}^d$. Leurs distributions sont illustrées en figure V.12. Il apparaît que les dispersions se développent rapidement en début de déformation, puis tendent à saturer : elles sont en moyenne de 5.1° à $\varepsilon = 0.42$, 6.4° à $\varepsilon = 0.77$ puis 7.0° à $\varepsilon = 1.2$. Pour chaque grain, les dispersions aux déformations successives sont comparées en figure V.13. Il apparaît des corrélations assez nettes, en comparaison, par exemple, aux rotations moyennes (figure V.8). On note également que peu de grains continuent à s'étaler considérablement au-delà de $\varepsilon = 0.77$. Certains grains peuvent au contraire voir leurs dispersions diminuer au cours de la déformation ; il s'agit en général de grains d'orientations proches d'une symétrie par rapport aux axes de l'échantillon, qui s'étalent en début de déformation selon le plan de symétrie puis tournent de manière unimodale ensuite.

b) Propriétés d'anisotropie

L'anisotropie des dispersions est décrite via leurs angles et axes de rotation principaux tels que définis en section III.4. Rappelons que, par définition, les angles sont décroissants : $\theta_1^d \geq \theta_2^d \geq \theta_3^d$. Pour décrire l'intensité de l'anisotropie, nous adoptons la mesure proposée par Pantleon *et al.* [94] : $\theta_1^d / \theta_{eq}^d$, où $\theta_{eq}^d = \sqrt[3]{\theta_1^d \theta_2^d \theta_3^d}$ est une dispersion équivalente.⁵ Cette quantité est égale à 1 pour une dispersion isotrope et d'autant plus grande que l'anisotropie est prononcée.

⁵En fait, Pantleon *et al.* n'utilisent pas les angles θ_i^d , mais les valeurs propres λ_i telles que définie en sous-section III.4.3.

Les anisotropies aux déformations successives sont illustrées en figure V.14. Il apparaît que l'anisotropie est la plus prononcée en début de déformation : en moyenne 1.71 à $\varepsilon = 0.42$. Aux déformations suivantes, elle est en moyenne de 1.53, et remarquablement stabilisée, de manière similaire à la dispersion moyenne. Les anisotropies aux déformations de 0.77 et 1.2 sont tracées, pour chaque grain, en fonction des anisotropies aux déformations précédentes en figure V.13. Ces illustrations mettent en évidence des corrélations relativement pauvres entre les anisotropies aux déformations successives, en comparaison à celles des dispersions moyennes (figure V.13).

Les distributions des axes principaux d'anisotropie sont illustrées en figure V.16. Le mode de représentation (figure de pôles) est identique à celui employé précédemment pour l'étude des rotations moyennes (voir sous-section V.3.1). À $\varepsilon = 0.42$, il apparaît que les axes de désorientation privilégiés (v_1) sont très préférentiellement distribués autour de DT (densité = 15). À $\varepsilon = 0.77$, la distribution est similaire, mais plus diffuse, avec un maximum en DT réduit de moitié (7). À $\varepsilon = 1.2$, la distribution est encore plus diffuse, et les axes privilégiés d'anisotropie sont plutôt distribués autour de DL ; DT devenant le lieu de distribution privilégié du deuxième axe de désorientation (v_2). Les distributions des axes v_2 et v_3 sont plus diffuses, et l'on remarque que les axes de désorientation les moins privilégiés (v_3) sont distribués autour de DN, quelque soit la déformation.

c) Discussion

Nos résultats confortent ceux des travaux existants. Globalement, les dispersions d'orientations se développent en début de déformation (0–0.5) puis tendent à saturer, comme l'on constaté Glez et Driver [90, 98] pour des monocristaux d'orientations Laiton $\{110\}\langle 112\rangle$ et S $\{123\}\langle 412\rangle$. L'anisotropie est la plus intense en début de déformation, puis tend à diminuer et à se stabiliser, ce qui était également le cas pour les monocristaux. Mais nous constatons également que certains grains continuent à se disperser notablement au-delà de $\varepsilon = 0.77$, alors que d'autres peuvent voir leur dispersion diminuer légèrement.

La direction de dispersion privilégiée en début de déformation est DT. Ceci confirme les résultats de Glez et Driver sur monocristaux, ainsi que ceux de Pantleon *et al.* dans un polycristal déformé à froid à 0.5 [94]. Par contre, nous observons qu'au sein d'un polycristal (déformé à chaud), cette tendance disparaît à mesure que la déformation augmente : les distributions des axes deviennent de plus en plus diffuses, et, à $\varepsilon = 1.2$, les axes sont légèrement préférentiellement distribués autour de DL. Par contre, la région proche de DN reste dépeuplée. Dans notre polycristal, de tels changements de direction de désorientation privilégiée peuvent en particulier être rencontrés pour des grains initialement proches des orientations Laiton $\{110\}\langle 112\rangle$ et S $\{123\}\langle 412\rangle$, traitées par Glez et Driver. L'interaction intergranulaire est donc le facteur expliquant ces différences d'évolution de l'anisotropie des dispersions. Ce point sera d'ailleurs confirmé par l'observation des champs de désorientation (sous-section V.4.2).

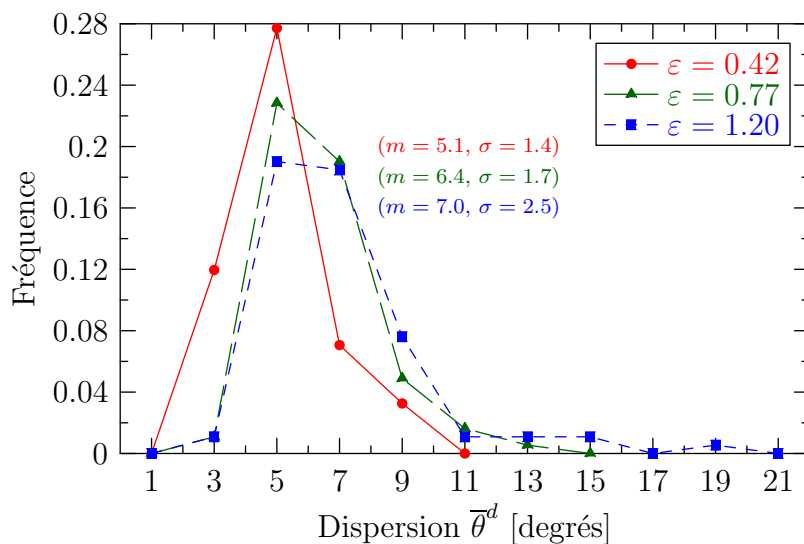


Fig. V.12 : Dispersions intragranulaires : distributions des désorientations moyennes aux déformations successives (92 grains).

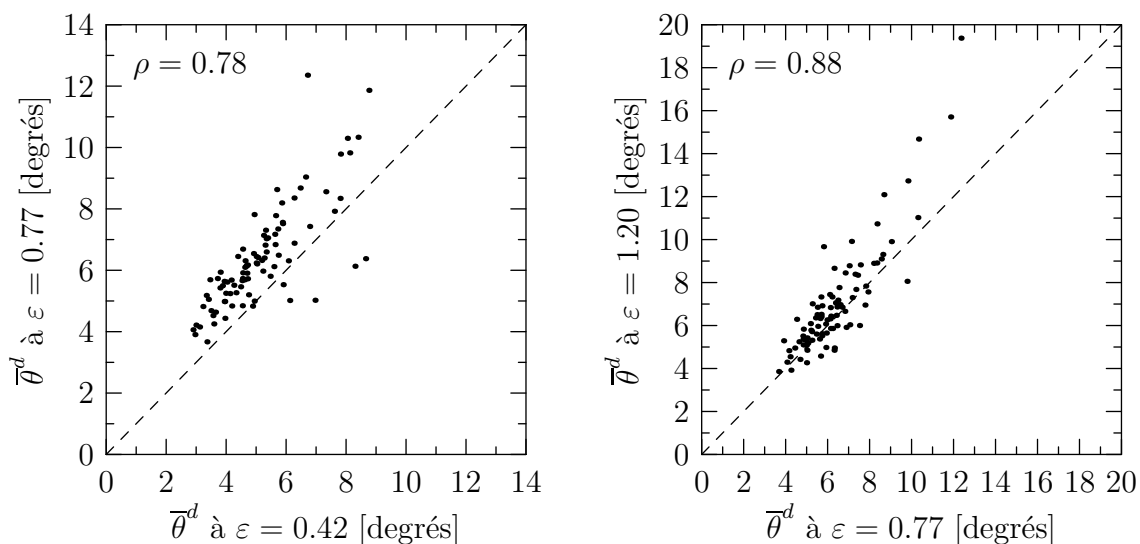


Fig. V.13 : Dispersions intragranulaires : corrélation des désorientations moyennes, aux déformations successives. Chaque point représente un grain.

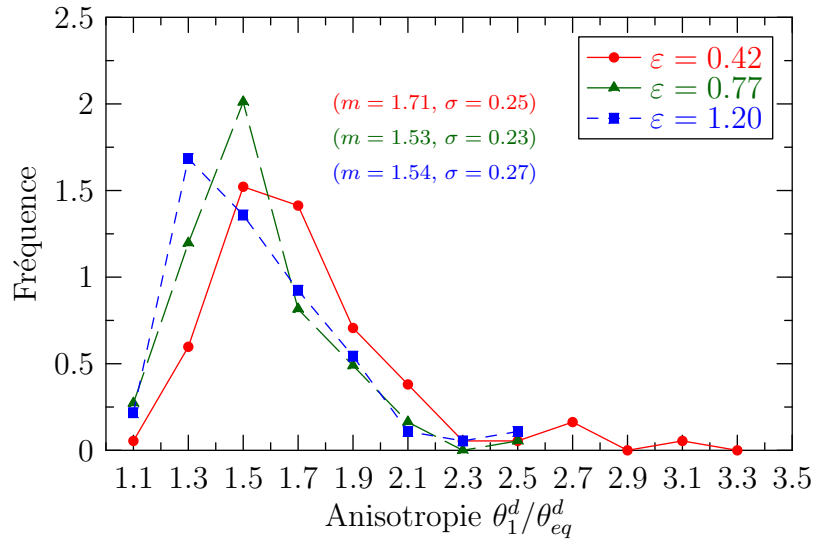


Fig. V.14 : Dispersions intragranulaires : distributions des anisotropies, aux déformations successives (92 grains). Voir le corps du texte pour la définition de θ_1^d/θ_{eq}^d .

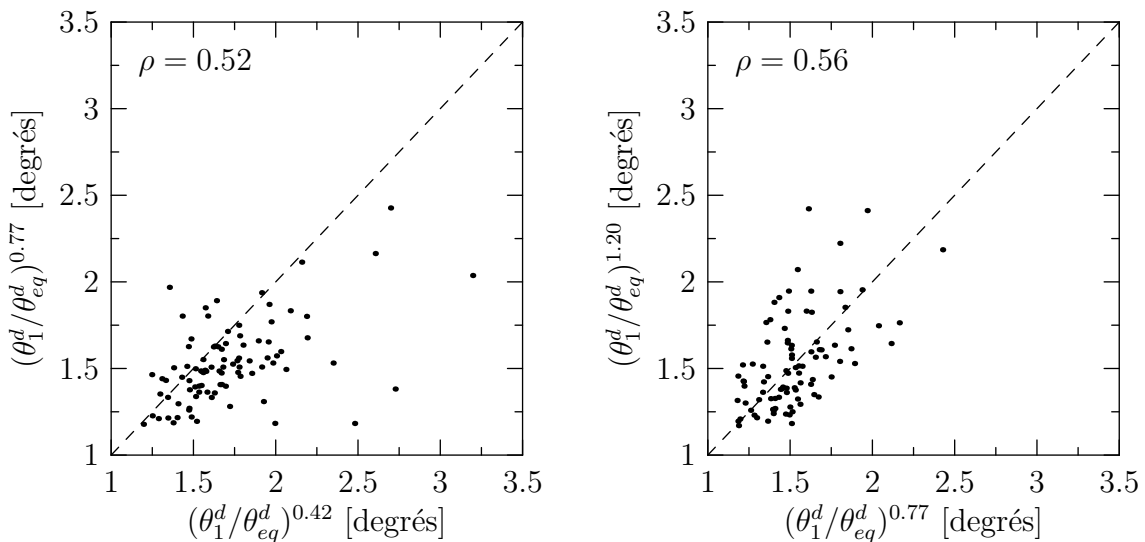


Fig. V.15 : Dispersions intragranulaires : corrélation des anisotropies, aux déformations successives. Chaque point représente un grain. Voir le corps du texte pour la définition de θ_1^d/θ_{eq}^d .

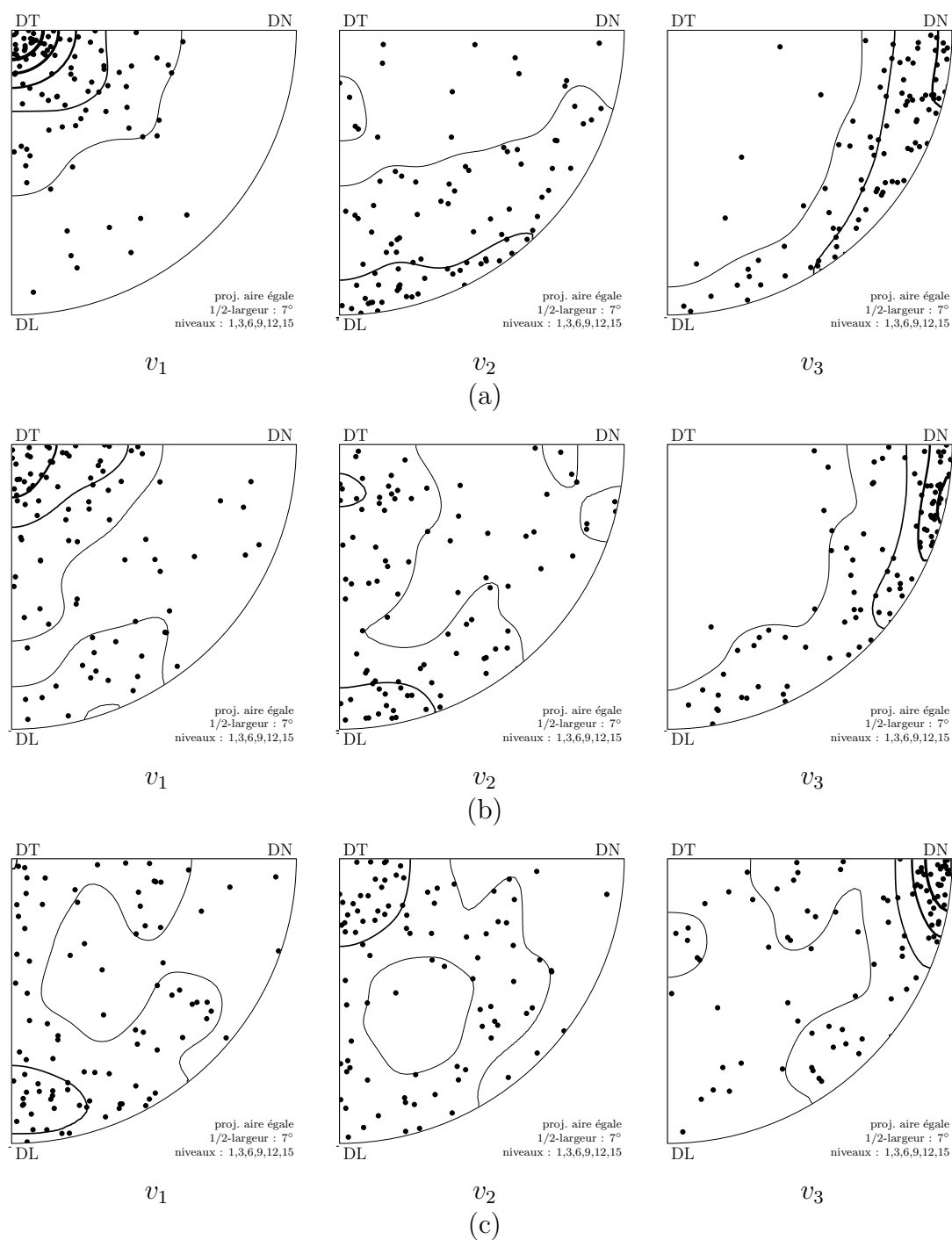


Fig. V.16 : Dispersions intragranulaires : directions principales d'anisotropie à (a) $\varepsilon = 0.42$, (b) $\varepsilon = 0.77$ et (c) $\varepsilon = 1.2$. Chaque point représente un grain. Les lignes de contour permettent de mettre en évidence les densités de répartition. Voir le corps du texte pour les définitions de v_1 , v_2 et v_3 .

V.4.2 Champs de désorientations

Les dispersions sont ici étudiées en termes de champs intragranulaires, ce qui permet de mettre en évidence l'effet des joints de grains, et donc de l'interaction intergranulaire. Pour apprécier cet effet, les champs de désorientation par rapport à l'orientation moyenne aux différentes déformations sont représentés sous la forme de cartographies de vecteurs de Rodrigues, en figure V.16. Les niveaux de couleurs RGB correspondent à,

$$(R, G, B) = a(|R_1|, |R_2|, |R_3|) \quad (\text{V.4})$$

où $a = 32$ est une grandeur ajustée pour le rendu graphique. Ainsi, par exemple, une coloration verte représente une rotation autour de DT, d'angle d'autant plus grand que la couleur est vive. Sur les cartographies, seuls les grains appartenant à \mathcal{G}_u sont représentés⁶, et on s'intéressera de plus aux zones encadrées dans lesquelles les différents phénomènes rencontrés apparaissent le plus clairement⁷.

Il apparaît en premier lieu que, globalement, les zones de désorientation autour de DT dominant, ce qui est en accord avec les résultats concernant les axes de désorientation privilégiés. De plus, ces zones sont plutôt situées au centre des grains alors que les voisinages des joints de grains peuvent être désorientés selon d'autres directions. On relève plus particulièrement au voisinage des joints de grains horizontaux des zones de désorientations autour de DL (en rouge). Ces faces sont celles dont l'effet est prépondérant, car ce sont celles d'aires les plus importantes. L'accommodation des déformations sur de telles surfaces, de normales proches de DN (d'autant plus que la déformation augmente), se fait par cisaillement ε_{13} et ε_{23} (normale au joint = DN = axe 3). Ces cisaillements induisent des rotations autour des axes DT et DL, respectivement (voir chapitre I, équation I.1). C'est ce qui explique qu'à la tendance d'une forte rotation autour de DT s'ajoute en ces lieux une rotation privilégiée autour de DL. Ceci met en évidence les zones d'accommodation des déformations, et donc l'hétérogénéité des déformations intragranulaires. Ces zones apparaissent d'autant plus marquées que la déformation augmente. Elle justifie l'adoucissement de l'anisotropie des dispersions et la transition des directions privilégiées de désorientation de DT à DL. Le même raisonnement peut être mené pour les joints de grains plutôt verticaux, pour lesquels on note çà et là des zones de désorientation privilégiée autour de DN (en bleu). Cependant, comme elles sont de surface d'autant plus faible que la déformation n'augmente, leur effet est peu marqué.

⁶Pour les grains appartenant à \mathcal{G}_f , la définition d'une orientation moyenne n'a pas de sens, et donc le calcul des désorientations intragranulaires non plus.

⁷ L'aspect reproductif des observations est en effet soumis aux incertitudes liées aux inclinaisons réelles des joints de grains, et au fait qu'à un grain puissent correspondre plusieurs grains sur le second demi-échantillon (ces cas devant être évités).

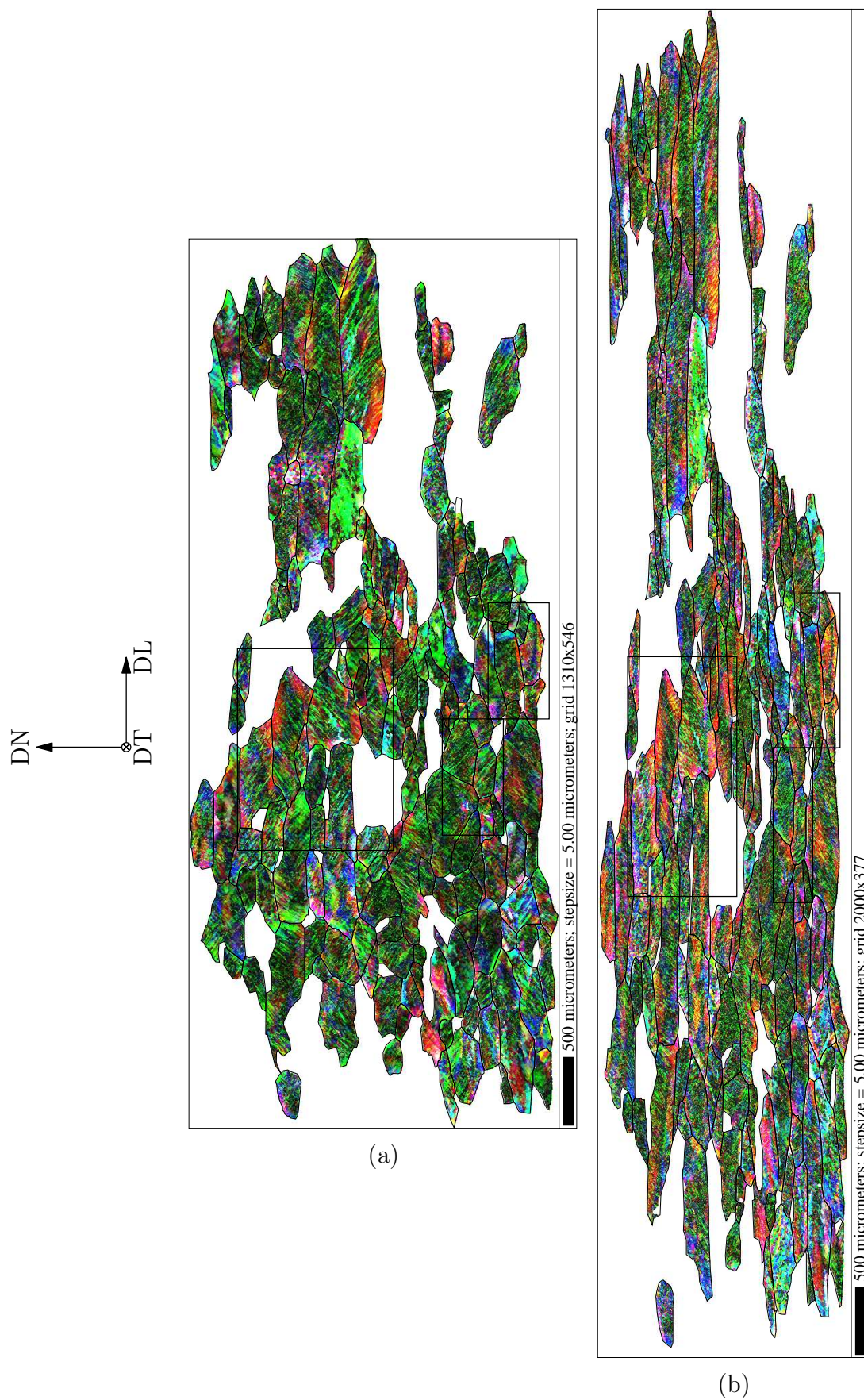


Fig. V.16 : Légende en page 113.

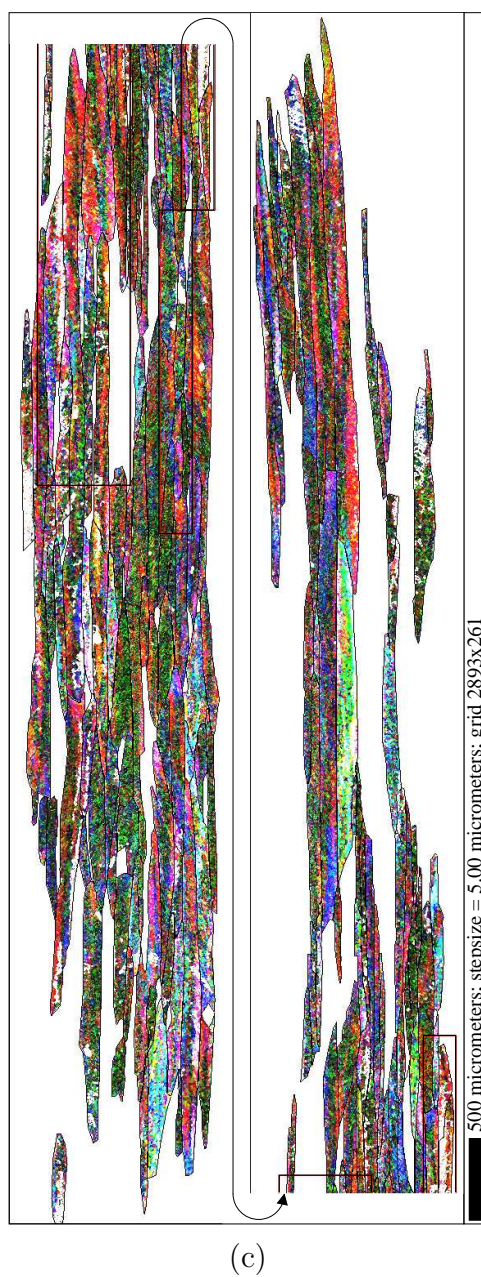


Fig. V.16 : Champs de désorientations intragranulaires à (a) $\varepsilon = 0.42$, (b) $\varepsilon = 0.77$ et (c) $\varepsilon = 1.2$ (pour chaque grain, par rapport à son orientation moyenne). Représentation par vecteur de Rodrigues : $(R,G,B) = a (|R_1|, |R_2|, |R_3|)$, avec $a = 32$. Les zones encadrées sont les zones d'intérêt.

V.4.3 Sous-structures

Des cartographies ont également été réalisées à l'échelle des sous-grains, pour une partie de la microstructure, avec un pas égal à $0.5\text{--}0.6\ \mu\text{m}$, soit dix fois inférieur à celui employé pour les cartographies globales, voir figure V.17. La région correspondante à $\varepsilon = 0$ est également représentée. Elle est située à l'intersection de trois grains. Les cartographies mettent notamment en évidence l'alignement des sous-grains sous la forme de bandes inclinées de $30\text{--}45^\circ$ par rapport à DL (direction horizontale), dont l'origine est un sujet de recherche actuel [99, 100] – une analyse précise requerrait toutefois de prendre en compte le relief (section IV.2). À $\varepsilon = 1.2$, les traces des plans de glissement sont très marquées et produisent des zones non indexables.

Hormis l'intérêt propre de ces données, le fait de pouvoir mener des investigations à l'échelle des sous-grains, d'un niveau inférieure à celle nous concernant pour l'étude du développement de la texture, constitue une validation supplémentaire de notre approche.

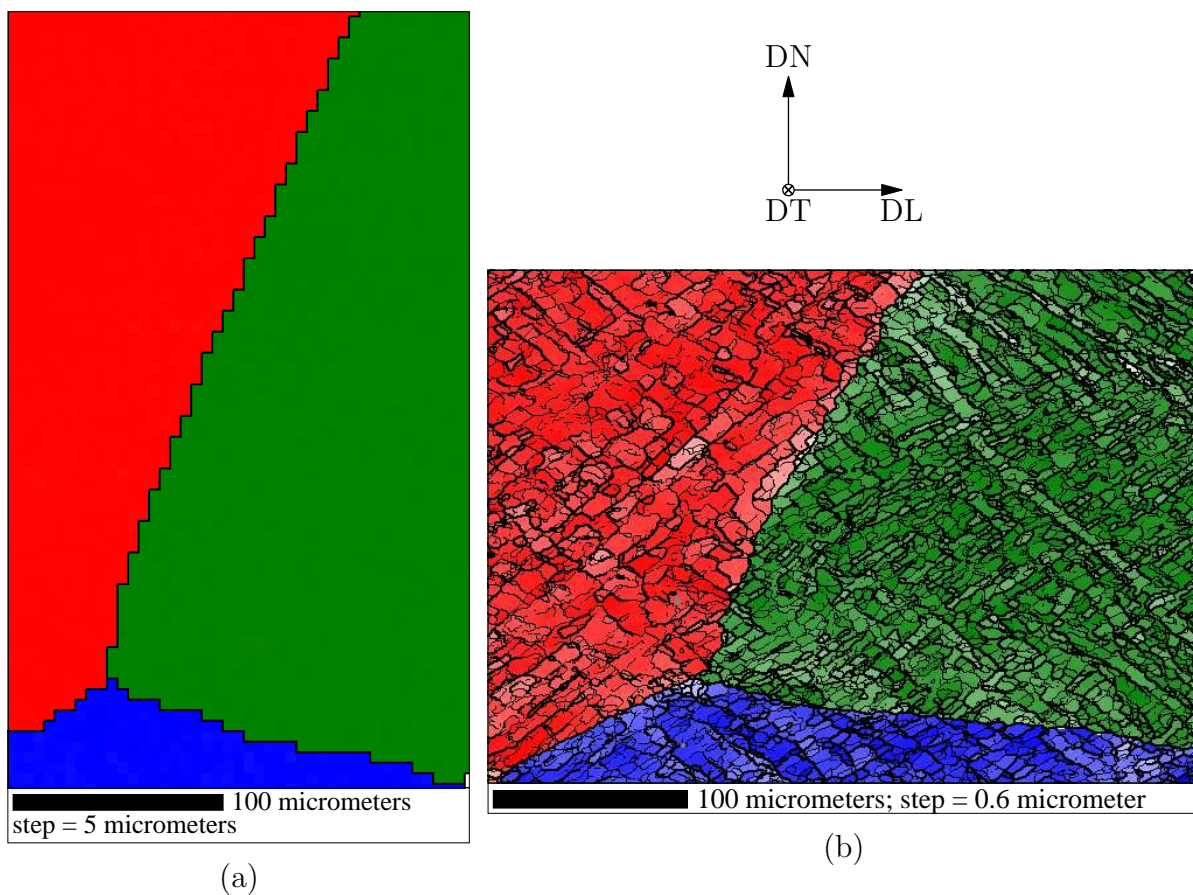


Fig. V.17 : Légende en page 115.

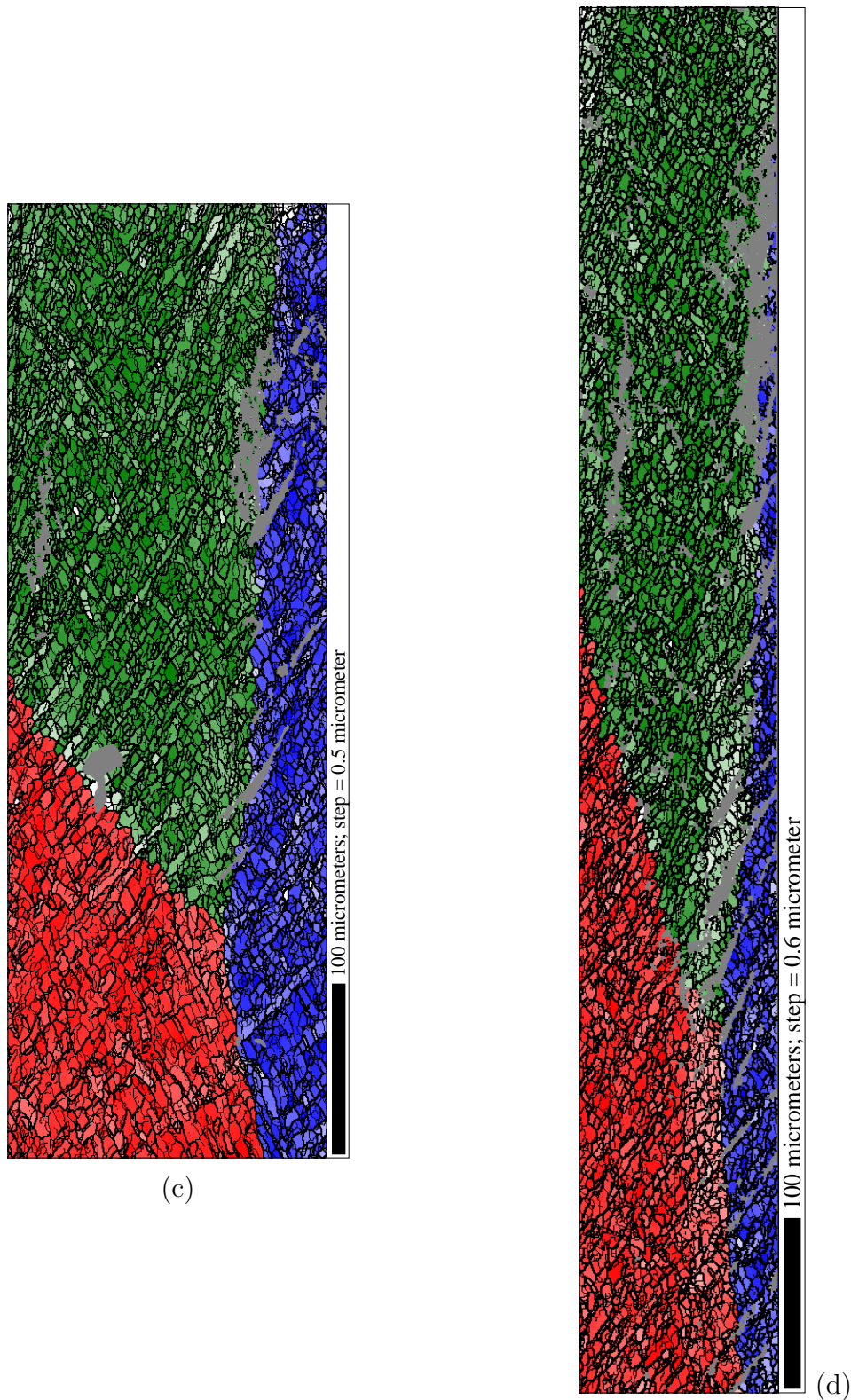


Fig. V.17 : Sous-structures pour une même zone suivie au cours de la déformation : (a) $\varepsilon = 0$, (b) $\varepsilon = 0.42$, (c) $\varepsilon = 0.77$ et (d) $\varepsilon = 1.2$. Les trois grains sont représentés en rouge, vert et bleu, respectivement, et l'intensité de la couleur est proportionnelle à la désorientation par rapport à l'orientation moyenne (de la couleur « vraie » pour 0° au blanc pour 20°). Joints représentés en noir (traits fins $> 1^\circ$, épais $> 3^\circ$). Cartes obtenues après suppression de points non indexés et filtre Kuwahara [78].

V.5 Fragmentation

V.5.1 Caractérisation

La fragmentation de grains peut être détectée et étudiée en analysant les propriétés d'anisotropie des dispersions d'orientations. Elle met en effet en jeu des désorientations importantes dans une direction privilégiée, la « direction de fragmentation », qui peut être identifiée à la direction de désorientation privilégiée (v_1).⁸ Selon cette direction, les désorientations présentent de plus un caractère bimodal. La figure V.18 illustre le cas de la fragmentation du grain 002, présenté en exemple en début de chapitre (figure V.4). La distribution des désorientations selon le premier axe principal (ici DT) montre bien un caractère *bimodal*, et les deux modes peuvent être considérés être aux valeurs négatives et positives, respectivement. À noter que tous les grains ont ainsi été étudiés pour détecter leurs éventuelles fragmentations. En aucun cas les distributions des désorientations principales n'ont comporté de propriétés autres que : toutes distributions unimodales (pas de fragmentation) ou distribution bimodale de la première désorientation et unimodale des deux autres (fragmentation).

V.5.2 Conditions favorables et modes de fragmentation

Les nombres de grains fragmentés sont présentés dans la figure V.19. On note qu'il croît linéairement avec la déformation. Parmi les 19 cas de fragmentation, il apparaît que la plupart des orientations sont relativement symétriques par rapport aux axes de l'échantillon, ce qui constitue naturellement une condition potentiellement favorable de fragmentation. Ceci est mis en évidence sur la figure V.20, pour laquelle la désorientation minimale par rapport au plan de symétrie le plus proche est représentée. Elle est calculée comme la moitié de la désorientation entre l'orientation et l'orientation symétrique par rapport au plan considéré. On distingue sur la figure deux groupes de grains : 15 grains relativement symétriques ($< 15^\circ$), et 4 grains non symétriques ($> 17^\circ$). La symétrie par rapport aux axes de l'échantillon est donc le critère principal gouvernant la fragmentation.

Parmi les 4 grains non symétriques, 3 sont d'orientations proches de $\{025\}\langle 152 \rangle$ (grains 049, 088 et 119). L'autre grain (090) se fragmente au moment où il atteint la symétrie, en cours de rotation ; son cas s'apparente donc plutôt à ceux des orientations symétriques. Le nombre d'orientations non symétriques subissant une fragmentation est donc réduit à... 1 ! Cette orientation est située à non moins de 40° de toute composante de la fibre β , et le reste au cours de la déformation (c'est l'orientation la plus lointaine de la fibre β parmi tous les grains étudiés). Elle ne présente pas d'intérêt particulier du point de vue des textures, et c'est pourquoi nous n'approfondissons pas son étude. Dans la suite, nous étudions plus en détail le cas des orientations symétriques.

⁸Comme, lorsqu'en présence de fragmentation, définir une orientation moyenne n'a pas de sens, nous utilisons la dernière orientation moyenne calculée avant fragmentation pour le calcul des désorientations.

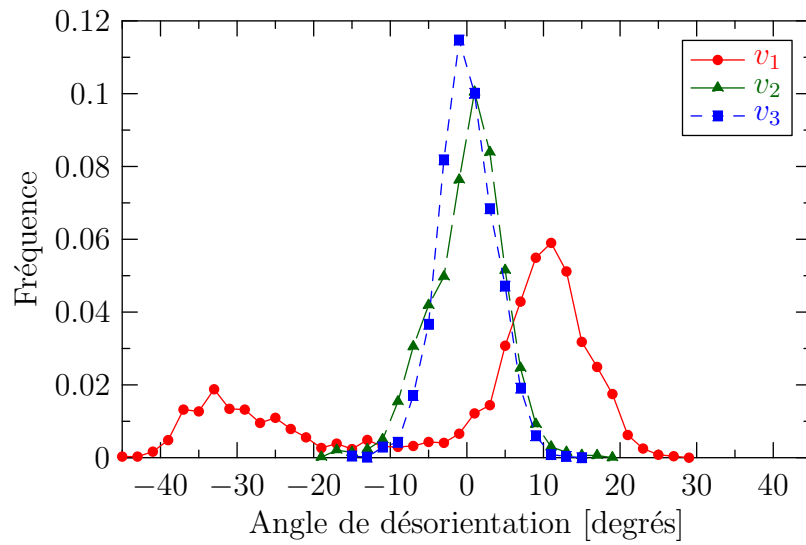


Fig. V.18 : Caractérisation de la fragmentation : exemple du grain 002 à $\varepsilon = 0.42$. Distributions des angles de désorientation par rapport aux axes principaux d'anisotropie (v_1 , v_2 et v_3). La distribution associée à v_1 est bimodale, ce qui signifie que le grain est fragmenté.

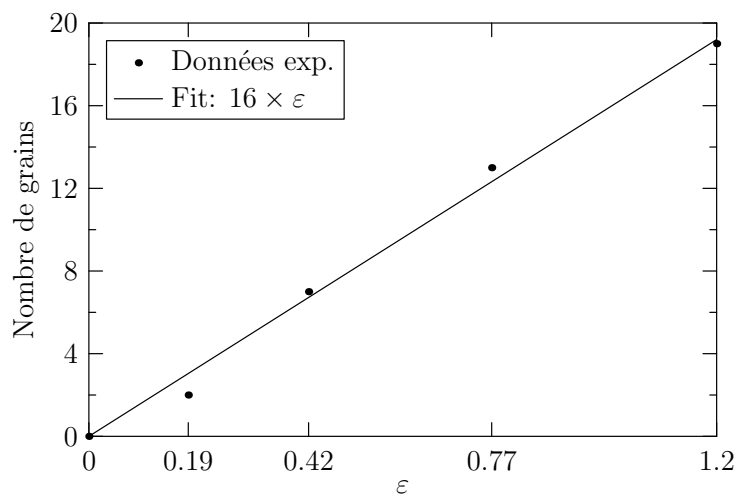


Fig. V.19 : Nombre de grains fragmentés en fonction de la déformation (nombre de grains total : 176).

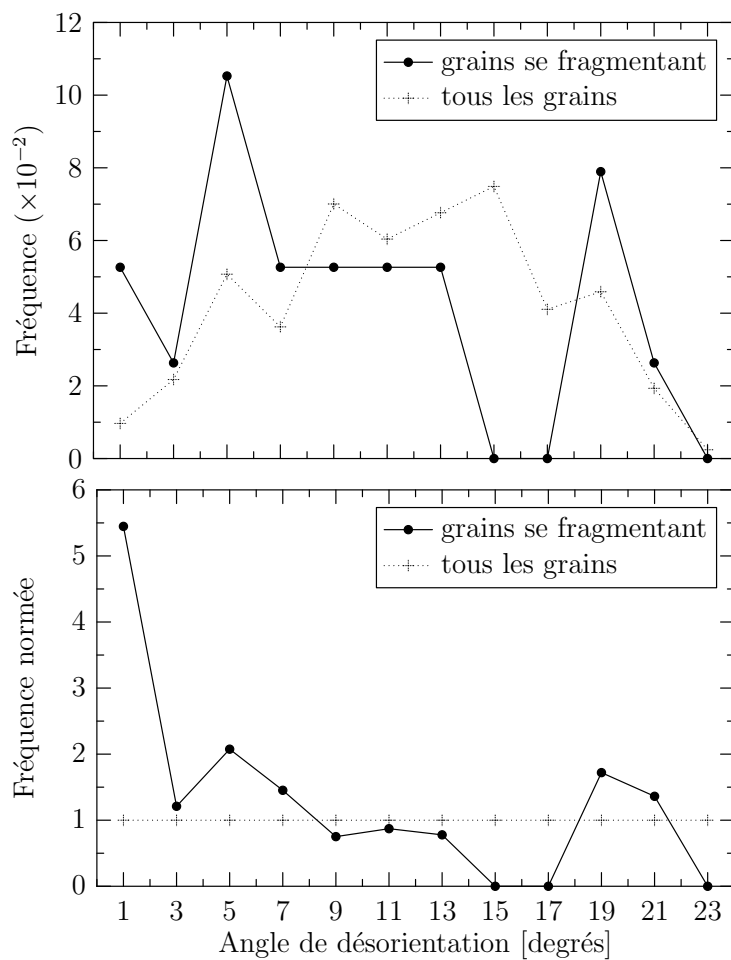


Fig. V.20 : Fragmentation : symétrie par rapport aux axes de l'échantillon. L'angle de désorientation représente la distance au plan de symétrie le plus proche (voir le corps du texte pour le calcul de cette désorientation).

Les orientations symétriques peuvent être décrites selon la méthodologie suivante. Pour des cristaux de symétrie cubique, seules 4 orientations idéales présentent des conditions de symétrie par rapport aux 3 plans de normale DL, DT et DN ; ces « orientations de haute symétrie » sont : Cube $\{100\}\langle 001\rangle$, Goss $\{110\}\langle 001\rangle$, U $\{110\}\langle 110\rangle$ et $\{100\}\langle 110\rangle$. Les orientations symétriques par rapport à un plan seulement (en nombre infini) peuvent être obtenues par rotation des orientations précédentes autour d'un des axes DL, DT ou DN. Ceci est schématisé en figure V.21.

L'étude des fragmentations requiert d'analyser les conditions de stabilité des orientations symétriques au cours de la déformation, qui sont obtenues via le modèle de Taylor. Du fait même des conditions de symétrie, les quatre orientations de haute symétrie sont des orientations stables. Par contre, de petites perturbations de ces orientations peuvent conduire à de grandes rotations au cours de la déformation.

Ceci est représenté sur la figure V.21 par les flèches (traits pleins). Par exemple, l'orientation U est stable par rapport à DT et DL, mais instable par rapport à DN. La stabilité des orientations symétriques par rapport à un plan seulement (situées entre les quatre orientations de haute symétrie) peut également être caractérisée en mesurant l'effet de petites rotations autour des deux autres directions. Ainsi, par exemple, une orientation entre U et Laiton, lorsque faiblement perturbée par rotation autour de DL ou DT, aura tendance à revenir en conditions de symétrie. Au contraire, les cas pour lesquels la simulation prévoit une instabilité sont a priori favorables à une fragmentation.

Les orientations des grains se fragmentant sont localisées approximativement sur la figure V.21 (zones en rouge). Elles peuvent être regroupées en cinq familles, et leurs modes de fragmentation peuvent être comparés qualitativement aux simulations.

1. Orientations proches de U : désorientation $< 17^\circ$ (grains 004, 054, 070, 085 et 107). Ces grains se fragmentent autour de DN, en accord avec les simulations. Le cas du grain 054 est illustré en figure V.22.
2. Orientations Cube tourné par rapport à DL : $< 22^\circ$ (grains 042, 138 et 140). Deux grains se fragmentent en accord avec la simulation : le grain 042 (10° de Cube) comporte un mode tournant autour de DT vers Goss et un mode tournant autour de DN ; le grain 140, à mi-chemin entre Cube et Goss, se fragmente autour d'un axe mixte. Le grain 138 comporte un mode tournant autour de DN et un mode tournant rapidement autour de DT en direction de la fibre β (désaccord avec la simulation).
3. Orientations U tourné par rapport à DL : $22, 38^\circ$ (grains 002, 022, 032). Les grains 002 et 022, d'orientations proches, se fragmentent autour d'un axe DT+DN, ce qui est en accord modéré avec la simulation. Le grain 032, à 38° de U, se décompose rapidement autour de DT en direction de Laiton, et l'atteint en fin de déformation. Les cas des grains 022 et 032 sont illustrés en figure V.22.
4. Orientations Cube tourné par rapport à DT+DN (grains 018, 023, 045). Ces grains, assez désorientés par rapport à Cube et les uns par rapport aux autres ont même

fragmentation : elle n'a lieu qu'entre $\varepsilon = 0.77$ et 1.2, et les modes tournent selon deux variantes prévues par la simulation : l'un tourne selon un axe mixte vers Cuivre, et le second tourne vers Cube. Le cas du grain 045 est illustré en figure V.22.

- Orientation U tournée par rapport à DN (grain 100). Ce grain ne devrait pas se fragmenter selon la simulation, mais plutôt converger en Laiton. En fait, il tourne de manière unimodale en début de déformation, puis se fragmente, un mode se dirigeant vers Laiton / S et un autre vers Cuivre / S.

En résumé, pour 12 des 15 grains, les fragmentations sont en bon accord qualitatif avec la simulation. Pour les 3 autres cas, la fragmentation est soit mal, soit pas prédite, mais pour les trois cas, les modes tournent vers une orientation de la fibre β . Dans tous les cas, la fragmentation a lieu à l'échelle du grain et non de la sous-structure, par opposition à ce qui a pu être observé à froid sur des monocristaux d'orientation Cube [58].

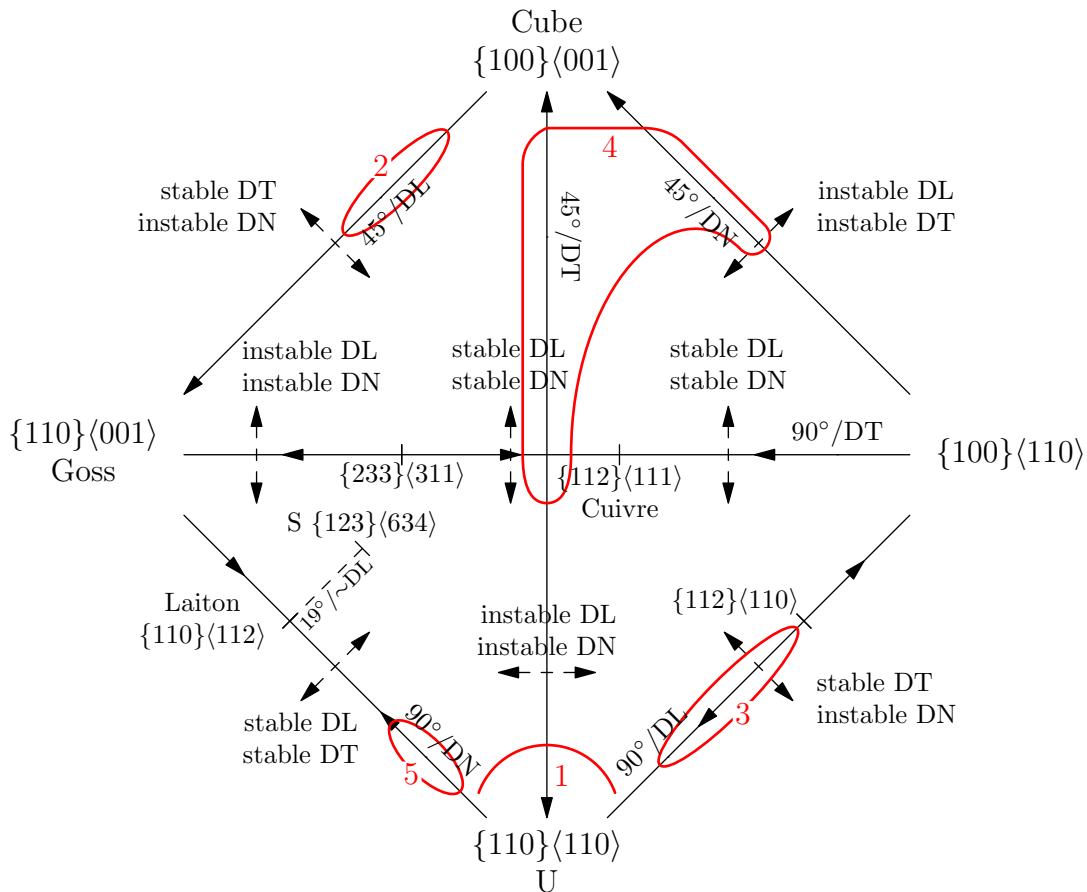


Fig. V.21 : Fragmentation : cas des orientations symétriques. Réseau représentant l'ensemble des orientations symétriques, conditions de stabilité de ces orientations (flèches), et localisation approximatives des 5 ensembles de grains subissant une fragmentation.

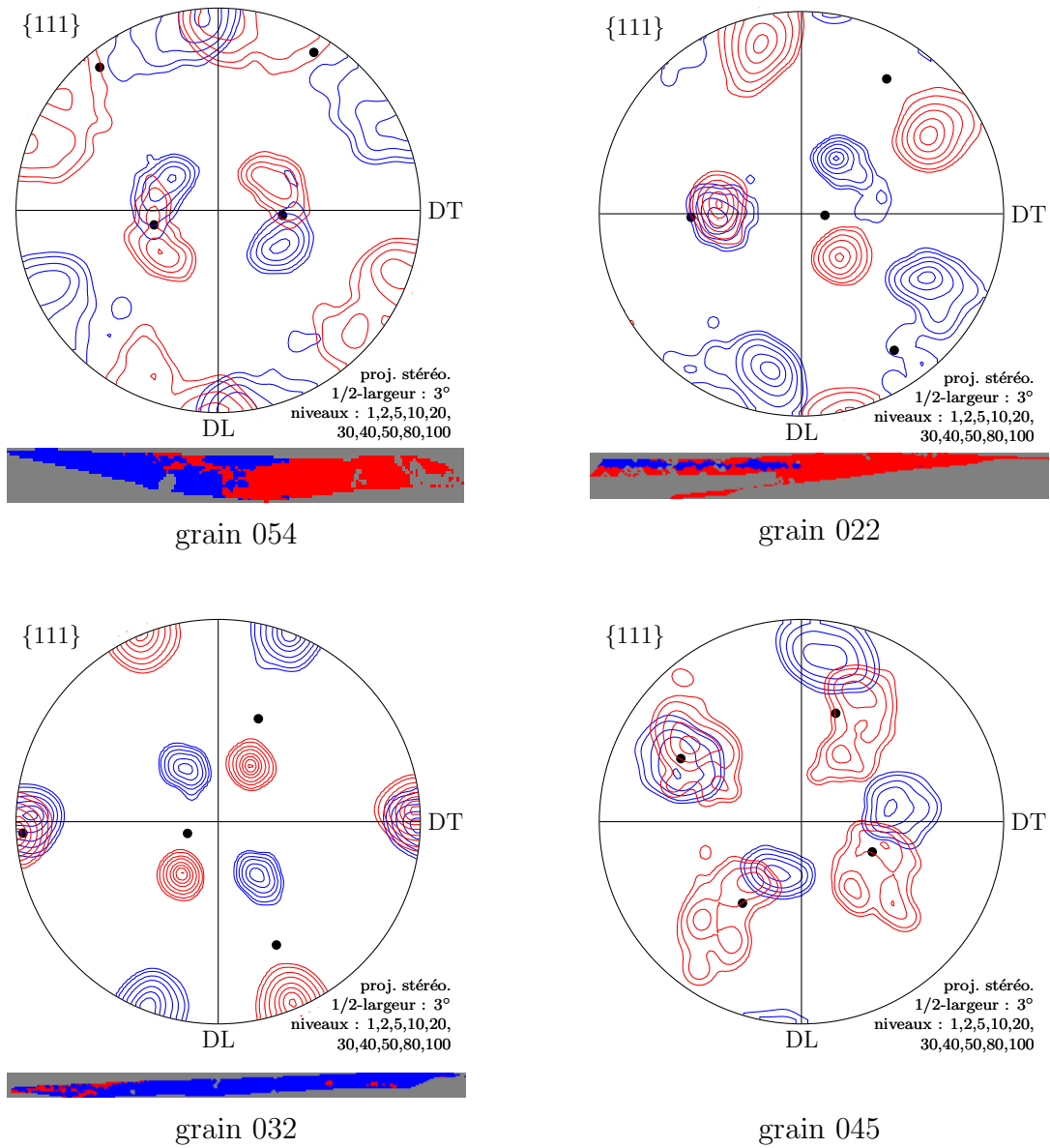


Fig. V.22 : Fragmentation : exemples des grains 054, 022 et 032 et 045. Pour chaque grain, les deux modes sont représentés en rouge et bleu sur la figure de pôles et sur la microstructure. Pour le grain 045, la microstructure ne peut être construite, car les modes sont relativement chevauchés.

V.6 Variabilité à orientation constante des rotations

V.6.1 Rotations moyennes

Des grains de même orientation peuvent avoir des rotations différentes ; c'est que nous nommons « variabilité à orientation constante des rotations ». L'approche idéale pour la caractériser serait, pour une orientation donnée, de comparer les rotations de multiples grains. De plus, cette comparaison serait à mener pour toutes les orientations, de manière à caractériser la variabilité des rotations sur tout l'espace des orientations. Cette méthode ne peut être appliquée dans notre cas, car nous ne disposons pas de grains d'orientations assez proches du fait de leur nombre limité ; la désorientation minimale entre deux grains est tout au moins de quelques degrés.

L'approche alternative que nous employons est de déterminer la variabilité à orientation constante des rotations *en moyenne sur l'espace des orientations*. Le principe général est de *comparer les rotations des grains tout en prenant en compte la désorientation entre eux*, et de déterminer la variabilité à orientation constante des rotations par *extrapolation à désorientation nulle*. Cette méthode fait intervenir successivement les points énumérés ci-après, ce qui conduit aux graphiques présentés en figure V.23 pour le cas des rotations moyennes au premier incrément de déformation.

1. Tous les grains sont comparés deux à deux (ensemble \mathcal{G}_{u+}) . Pour n grains, cela revient à considérer $\frac{n(n-1)}{2}$ paires de grains (aux 123 grains correspondent 7503 paires de grains). Pour chaque paire de grains, la symétrie orthotrope étant prise en compte,
 - la désorientation entre eux est calculée ;
 - Les angles de rotation sont comparés via l'écart relatif, noté $\Delta_r\theta$,

$$\Delta_r\theta = 2 \left| \frac{\theta_1 - \theta_2}{\theta_1 + \theta_2} \right| \quad (\text{V.5})$$

- Les axes de rotation sont comparés via l'angle α entre eux.

Les paramètres de variabilité $\Delta_r\theta$ et α sont représentés en fonction de la désorientation entre grains, ce qui conduit aux nuages de points sur la figure V.23.

2. Les comportements moyens par niveaux de désorientation sont considérés. Pour cela, les nuages de points sont moyennés par intervalle de désorientation (largeur = 4°). Ceci conduit aux courbes sur la figure V.23.
3. La *variabilité à orientation constante des rotations* est obtenue par extrapolation du comportement moyen à désorientation nulle. Ceci est représenté par les lignes pointillées sur la figure V.23.

Les graphiques présentés en figure V.23 sont limités aux paires de grains de désorientations inférieures à 20° . En effet, au-delà, les valeurs non pas réellement de sens physique. Ils mettent tout d'abord en évidence une large dispersion des paramètres de variabilité $\Delta_r\theta$ et α . Le comportement moyen évolue néanmoins de manière régulière et croissante : les rotations de deux grains diffèrent d'autant plus que leurs orientations sont désorientées, ce qui traduit l'effet de l'orientation sur les rotations. L'extrapolation à désorientation nulle ne conduit pas à des variabilités nulles, ce qui traduit le fait que l'orientation n'est pas le seul facteur gouvernant la rotation. Les valeurs obtenues sont $\Delta_r\theta = 0.26$ et $\alpha = 37^\circ$.

Les sources potentielles de variabilité des rotations des grains sont multiples. Il s'agit en premier lieu de l'*interaction intergranulaire* : selon son voisinage, un grain ne subit pas la même déformation du fait des interactions avec ses voisins, et les rotations résultantes diffèrent. Mais des sources « expérimentales » de variabilité existent également. Une première source est le frottement outil-échantillon, causant une hétérogénéité des déformations à l'échelle de l'échantillon, et donc telle que deux grains de même orientation, mais de positions différentes, pourraient subir des déformations différentes. Cependant, cet effet est presque absent en début de déformation (voir figure IV.2), et donc l'effet sur les rotations est presque nul. Un deuxième effet possible est lié aux dispersions intragranulaires initiales, qui peuvent différer selon les grains. Cependant, là encore, leurs amplitudes sont très faibles ($< 1^\circ$ pour 90 % des grains), et elles ne sauraient provoquer des variabilités de l'ordre de celles relevées. La dernière source potentielle de variabilité réside dans les incertitudes sur les orientations mesurées, qui affectent les angles et axes de rotation calculés. Nous avons considéré en début d'étude que l'erreur sur les orientations mesurées étaient de 1° au maximum. L'effet sur les variabilités peut être recherché par une petite étude de simulation qui fait l'objet de l'annexe B.5. Il est montré qu'une erreur de 1° sur les orientations provoque une variabilité de 0.085 sur $\Delta_r\theta$ et de 8° sur α , ce qui est faible par rapport aux variabilités mises en évidence. Celles-ci sont donc bien principalement provoquées par l'*interaction intergranulaire*.

Les valeurs des variabilités à orientation constante sont à comparer aux valeurs moyennes obtenues sans prendre en compte la désorientation entre orientations, c.-à-d. toutes paires de grains confondues. Les valeurs ainsi obtenues sont : $\overline{\Delta_r\theta} = 0.53$ et $\overline{\alpha} = 83^\circ$. De plus, elles sont peu dépendantes de l'erreur sur les mesures d'orientations (voir section B.5). Les rapports $\Delta_r\theta/\overline{\Delta_r\theta}$ et $\alpha/\overline{\alpha}$ sont inférieurs à 1, et de faibles valeurs traduisent un fort effet de l'orientation (et donc un faible effet provoqué par l'interaction intergranulaire). Les valeurs obtenues sont $\Delta_r\theta/\overline{\Delta_r\theta} = 50\%$ et $\alpha/\overline{\alpha} = 45\%$. Nous pouvons noter qu'un tel effet ne peut être reproduit par des modèles pour lesquels tous les grains de même orientation ont systématiquement même rotation, par exemple les modèles de Taylor et modèle autocohérent.

L'analyse des variabilités des rotations lors des incréments suivants présente a priori moins d'intérêt, car elles ne sont pas moyennées de manière uniforme sur l'espace des orientations du fait de la présence de la texture. De plus, les sources de variabilité « expé-

rimentales » ont un effet plus marqué, d'autant que les rotations sont plus faibles, et des grains de même orientation moyenne peuvent ne pas avoir le même état microstructural. À titre informatif, les valeurs obtenues sont : à $\varepsilon = 0.77$, $\Delta_r\theta/\overline{\Delta_r\theta} = 0.25/0.42 = 60\%$ et $\alpha/\bar{\alpha} = 47/74 = 62\%$, et à $\varepsilon = 1.2$, $\Delta_r\theta/\overline{\Delta_r\theta} = 0.28/0.35 = 80\%$ et $\alpha/\bar{\alpha} = 43/81 = 53\%$.

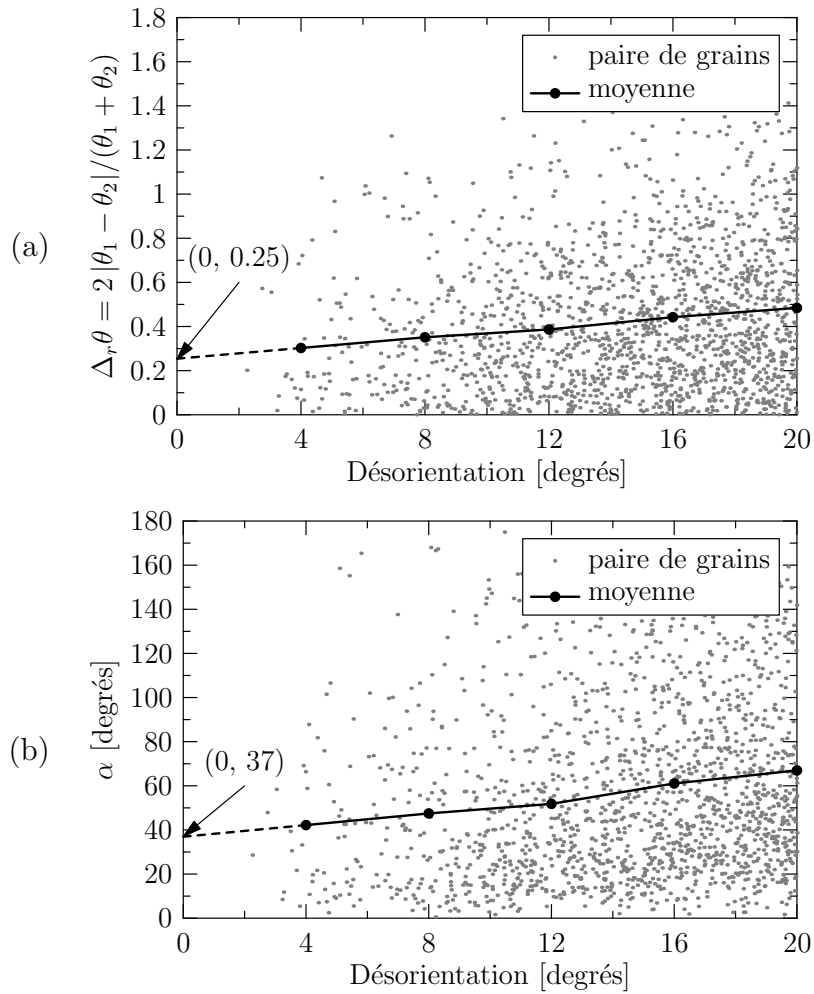


Fig. V.23 : Variabilité des rotations moyennes au premier incrément de déformation : (a) angles de rotation et (b) axes de rotation (voir le corps du texte pour les définitions des paramètres de variabilité $\Delta_r\theta$ et α , et de la désorientation). Les nuages de points représentent les données obtenues pour toutes les paires de grains. Les courbes pleines représentent les comportements moyens par niveau de désorientation. Les traits pointillés représentent les extrapolations nécessaires du fait du nombre limité de données. Les graphiques sont limités aux désorientations entre paires de grains inférieures à 20° .

V.6.2 Dispersions intragranulaires

La variabilité des dispersions intragranulaires peut être caractérisée de la même manière, aux différentes déformations. Elle est représentée par l'écart relatif sur les dispersions, noté $\Delta_r\theta^d$,

$$\Delta_r\theta^d = 2 \left| \frac{\theta_1^d - \theta_2^d}{\theta_1^d + \theta_2^d} \right| \quad (\text{V.6})$$

À chaque déformation, elle peut être évaluée pour des grains de mêmes orientations initiales (comme précédemment), mais également de mêmes orientations courantes. Ces données sont représentées en figure V.24 et dans le tableau V.1.

Il apparaît que la dispersion intragranulaire dépend davantage de l'orientation courante que de l'orientation initiale. Cette dépendance reste néanmoins assez faible : seulement 20 % à $\varepsilon = 0.42$ et 35 % à $\varepsilon = 1.2$. La faible dépendance relevée est en accord avec les résultats obtenus par Glez et Driver [98] sur des monocristaux d'orientation Laiton, S et U, pour lesquels les dispersions sont proches. Au sein d'un polycristal, nous constatons effectivement une disparité des dispersions intragranulaires (voir figure V.12), mais elles dépendent relativement peu de l'orientation. Elle sont donc plutôt liées à l'interaction intergranulaire, par exemple par les mécanismes décrits en sous-section V.4.2.

| ε | $\Delta_r\bar{\theta}^d / \overline{\Delta_r\bar{\theta}^d}$ (ori. initiale) | $\Delta_r\bar{\theta}^d / \overline{\Delta_r\bar{\theta}^d}$ (ori. finale) |
|---------------|------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------|
| 0.42 | 0.09 (0.31/0.34) | 0.20 (0.27/0.34) |
| 0.77 | 0.27 (0.22/0.30) | 0.28 (0.20/0.30) |
| 1.2 | 0.16 (0.31/0.37) | 0.35 (0.24/0.37) |

Tab. V.1 : Variabilité des dispersions aux différentes déformations, par rapport à l'orientation initiale et à l'orientation finale. Les valeurs sont obtenues à partir de tracés similaires à ceux de la figure V.24.

V.6.3 Orientation finale

Nous pouvons de même caractériser la variabilité à orientation constante des orientations finales, à $\varepsilon = 1.2$. Elles sont comparées via la désorientation entre elles.

Les données obtenues sont portées sur la figure V.25. Il apparaît que, pour deux grains de mêmes orientations initiales, les orientations finales diffèrent de 12° en moyenne. Cette grandeur est à comparer aux distances caractéristiques dans l'espace des orientations, notamment la distance entre les composantes de la fibre β , qui est de l'ordre de 20° . Il semble donc tout à fait possible, par exemple, que deux grains de mêmes orientations initiales puissent rejoindre des composantes de textures différentes au cours de la déformation. Comme pour les rotations moyennes, cette variabilité ne peut être traduite par des modèles tels que le modèle de Taylor ou le modèle autocohérent.

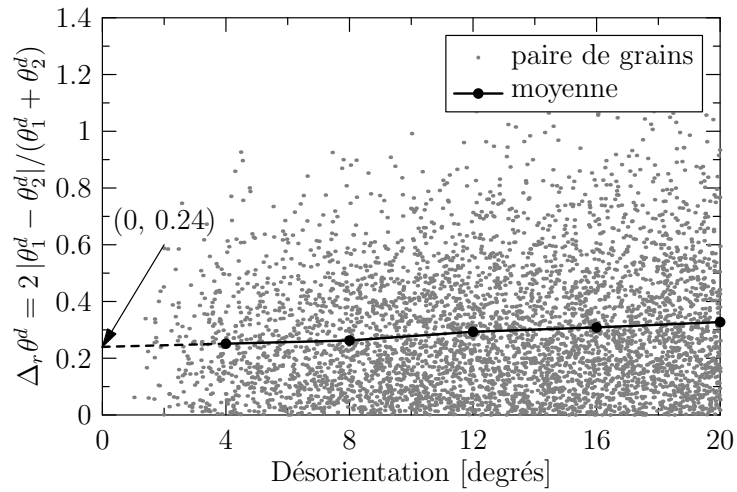


Fig. V.24 : Variabilité des dispersions intragranulaires à $\varepsilon = 1.2$ en fonction de la désorientation entre orientations courantes ($\varepsilon = 1.2$). Voir le corps du texte pour la définition de $\Delta_r \theta^d$. Se référer à la figure V.23 pour la définition des nuages de points, et lignes. Le graphique est limité aux désorientations entre paires de grains inférieures à 20° .

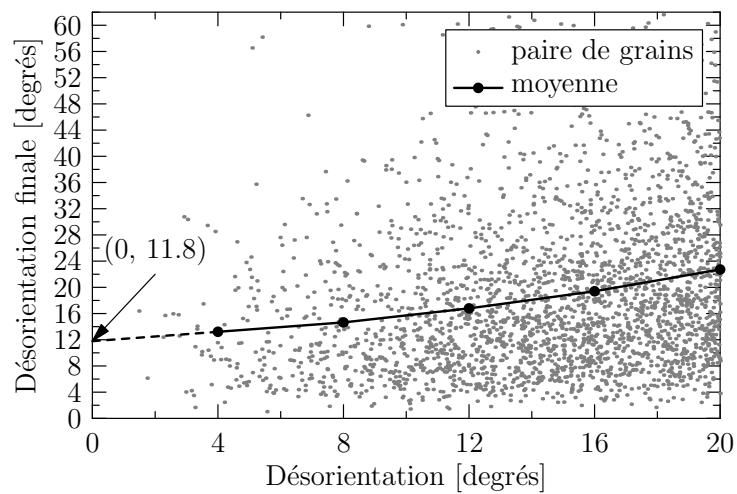


Fig. V.25 : Variabilité des orientations finales ($\varepsilon = 1.2$). Se référer à la figure V.23 pour la définition des nuages de points, et lignes. Le graphique est limité aux désorientations entre paires de grains inférieures à 20° .

V.7 Développement de la texture

Le développement de la texture, considérée à l'état final ($\varepsilon = 1.2$), est ici étudié à partir des rotations des grains individuels.

V.7.1 Cadre d'étude, macrotextures

a) Modélisation des macrotextures

L'étude des macrotextures nécessite d'adopter les simplifications suivantes,

1. Seul l'ensemble \mathcal{G}_u est considéré (90 % des grains).

Nous supposons que les grains se fragmentant (ensemble \mathcal{G}_f) ont un effet négligeable au premier ordre sur la macrotexture, car ils sont en faible proportion et aucun effet particulier vis-à-vis de la macrotexture n'a été noté (section V.5).

2. Une même dispersion est considérée pour tous les grains, considérée isotrope.

En effet, nous avons noté, d'une part, que les dispersions intragranulaires sont peu dépendantes de l'orientation et, d'autre part, que leurs propriétés d'anisotropie sont assez peu marquées à $\varepsilon = 1.2$ (sous-section V.4.1). La dispersion commune à tous les grains choisie a pour désorientation moyenne la moyenne des désorientations de tous les grains, soit 7° . La moyenne de la distribution gaussienne correspondante est de 4.4° (voir sous-section III.4.3, équation III.39).

3. Les grains sont supposés de tailles identiques.

En effet, dans l'hypothèse de l'absence de relation entre la surface d'un grain et son orientation – laquelle ne peut être appréciée ici, il n'est pas nécessaire de prendre en compte cette surface.

Nous obtenons finalement une modélisation simple, pour laquelle les grains sont représentés uniquement par leurs orientations moyennes. En fait, pour ce qui est des dispersions et des surfaces des grains (points 2 et 3), dans le cadre de leurs indépendances aux orientations, de telles simplifications permettent d'améliorer significativement la représentativité de la texture, car leurs influences sont annihilées. Les macrotextures à $\varepsilon = 0$ et $\varepsilon = 1.2$ ainsi obtenues sont illustrées en figure V.26. Elles diffèrent de celles présentées en introduction (figure V.1), leurs représentativités étant supérieures (principalement du fait du point 3).

b) Macrotextures

Positions des composantes La fibre β à $\varepsilon = 1.2$ est décalée par rapport à celle reliant les orientations idéales Laiton $\{110\}\langle 112\rangle$, S $\{123\}\langle 634\rangle$ et Cuivre $\{112\}\langle 111\rangle$. Ceci est une observation générale [42, 46] et une description correcte de la macrotexture nécessite de considérer la position réelle de la fibre. Dans notre cas, les orientations des composantes effectivement considérées sont (en angles d'Euler) : Laiton = (35, 35, 80), S = (60, 30, 75) et Cuivre = (90, 27.5, 45). Il faut noter, pour une interprétation correcte des données fournies ci-après, que ce décalage de la fibre modifie les conditions de symétrie des composantes : leurs multiplicités⁹ sont, S : 4, Laiton : 4 et Cuivre : 2.

Intensités des composantes Les intensités aux composantes de textures à $\varepsilon = 0$ sont : Laiton = 2.1, S = 1.0, Cuivre = 0.5. La texture est donc peu marquée. Les intensités aux composantes à $\varepsilon = 1.2$ sont : Laiton = 9.0, S = 9.1, Cuivre = 3.1. Le lieu d'intensité maximale est en fait situé entre S et Cuivre, à 5° de S, avec une intensité proche de 13. Cette texture est similaire à celles obtenues dans d'autres travaux [49].

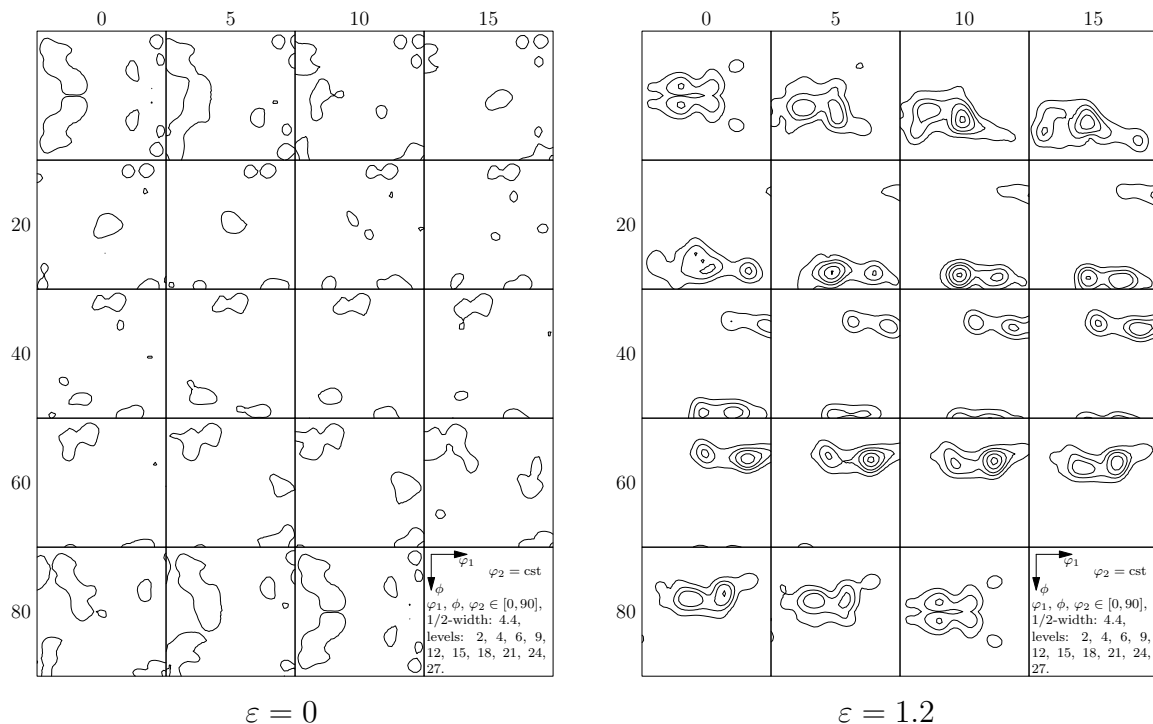


Fig. V.26 : Macrotextures à $\varepsilon = 0$ et $\varepsilon = 1.2$ obtenues à partir des grains appartenant à \mathcal{G}_u en ne considérant qu'une orientation par grain. La dispersion, commune à tous les grains, est une distribution gaussienne de largeur égale à 4.4° .

⁹Nombres d'orientations distinctes, mais équivalentes dans le cas de la symétrie orthotrope.

V.7.2 Désorientations par rapport à la fibre β et classification des grains

Les orientations sont localisées vis-à-vis de la fibre β selon une procédure classique : un grain appartient à une composante s'il en est désorienté de moins de 15° ; s'il appartient à plusieurs composantes, la composante la plus proche est retenue ; s'il n'appartient à aucune composante, il est classé « Autres ». Nous définissons aussi la « désorientation par rapport à la fibre β » comme la désorientation à la composante la plus proche.

Les désorientations par rapport à la fibre β à $\varepsilon = 1.2$, $\theta_\beta^{1.2}$, sont représentées en fonction de celles à $\varepsilon = 0$, θ_β^0 , sur la figure V.27. Il apparaît, par exemple, que la déformation tend à réduire les désorientations par rapport à la fibre β . Nous pouvons également noter que la quasi-totalité des grains présents dans la fibre β initialement le reste après déformation.

Comme pour l'étude des modes de rotation, une analyse plus approfondie nécessite de définir une classification des grains. Le critère employé s'appuie sur les désorientations aux composantes de la fibre β à $\varepsilon = 0$ et $\varepsilon = 1.2$. L'ensemble global \mathcal{G}_u est partitionné ainsi (voir également la figure V.27),

- ensemble \mathcal{G}_1 : grains présents dans la fibre β initialement : $\theta_\beta^0 \leq 15^\circ$.
- ensemble \mathcal{G}_2 : grains ayant tourné dans la fibre β : $\theta_\beta^0 > 15^\circ$ et $\theta_\beta^{1.2} \leq 15^\circ$.
- ensemble \mathcal{G}_3 : grains ayant tourné vers la fibre β : $\theta_\beta^0 > 15^\circ$ et $\theta_\beta^0 \geq \theta_\beta^{1.2} > 15^\circ$.
- ensemble \mathcal{G}_4 : grains s'étant éloignés de la fibre β : $\theta_\beta^0 > 15^\circ$ et $\theta_\beta^{1.2} > \theta_\beta^0$.

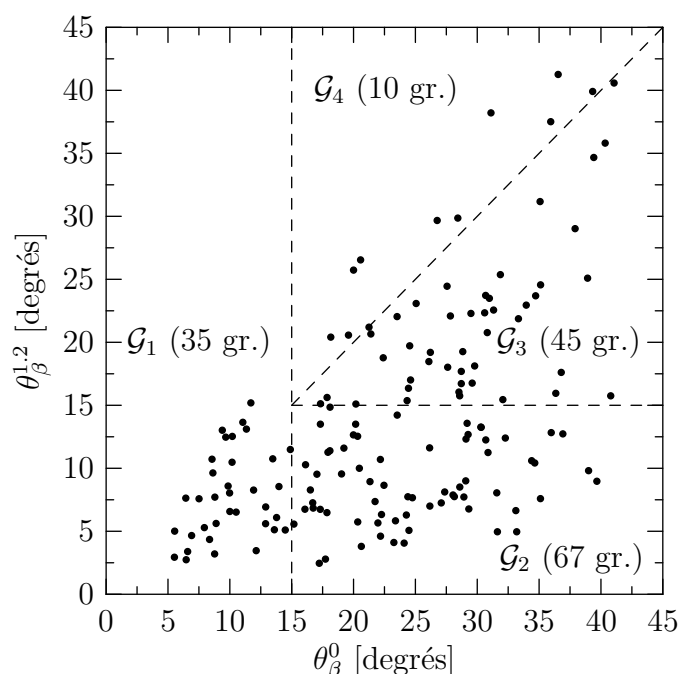


Fig. V.27 : Désorientations par rapport à la fibre β à $\varepsilon = 0$ et 1.2 . Corrélations et classification des grains résultante.

V.7.3 Formation de la fibre β

La formation de la fibre β repose sur deux phénomènes : le comportement des orientations y étant initialement présentes et la convergence d'orientations initialement hors de la composante.

a) Rotations au sein de la fibre β

Cela concerne les grains de l'ensemble \mathcal{G}_1 . Comme nous l'avons vu précédemment, ces grains restent presque systématiquement dans la fibre β au cours de la déformation. Par contre, l'équilibre des composantes individuelles n'est a priori pas assuré ; Panchanadeeswaran *et al.* ont d'ailleurs rapporté des échanges de grains entre composantes [13].

Composantes d'appartenance Les composantes d'appartenance des grains à $\varepsilon = 0$ et $\varepsilon = 1.2$ sont précisées dans le tableau V.2. Plus encore que l'équilibre de la fibre, il apparaît que *les grains restent presque systématiquement dans la même composante de texture au cours de la déformation*. En fait, on relève une exception par composante,

- Grain Laiton (grain 098) : ce grain s'éloigne lentement de Laiton. Initialement à 12° de Laiton, il en termine légèrement au-delà de 15° .
- Grain S (grain 093) : ce grain se réoriente vers Laiton. Initialement à 7° de S et 18° de Laiton, il termine à 17° de S et 7° de Laiton.
- Grain Cuivre (grain 055) : ce grain tourne autour de Cuivre pour s'approcher de S. Initialement à 10° de Cuivre et 16° de S, il termine à 10° de Cuivre et 3° de S.

Ainsi, deux échanges seulement se font entre composantes, mettant tous deux en jeu la composante S, centrée dans la fibre. Contrairement aux observations de Panchanadeeswaran *et al.* [13], aucun changement de composante « opposé » n'a été observé.

Rotations au sein même des composantes Les évolutions des désorientations par rapport aux composantes initiales sont représentées sur la figure V.28. Elles tendent dans l'ensemble à diminuer, mais ce n'est pas le cas pour chacune des composantes.

- La composante S est la plus stable, dans le sens où tous les grains ont tendance à s'en approcher au cours de la déformation – excepté le grain tournant vers Laiton. Ce grain étant exclu, la désorientation moyenne par rapport à la composante, de 10.5° à $\varepsilon = 0$, atteint 6° à $\varepsilon = 1.2$.
- Les grains d'orientation Laiton ont également tendance à s'approcher de la composante, avec une désorientation moyenne diminuant de 10° à 8° . Cette tendance n'est cependant pas vérifiée pour tous les grains.
- Les grains d'orientation Cuivre ont plutôt tendance à s'en éloigner, la désorientation moyenne augmentant de 9° à 11° . Le seul grain pour lequel cette tendance n'est pas strictement vérifiée reste à désorientation constante de Cuivre tout en s'étant fortement approché de S.

| Ensemble \mathcal{G}_1 | | Compo. initiale | | |
|--------------------------|--------|-----------------|---|--------|
| | | Laiton | S | Cuivre |
| Nombre total | | 25 | 7 | 3 |
| Compo. finale | Laiton | 24 | 1 | 0 |
| | S | 0 | 6 | 1 |
| | Cuivre | 0 | 0 | 2 |
| | Autres | 1 | 0 | 0 |

Tab. V.2 : Stabilité des orientations initialement dans la fibre β : composantes initiales ($\varepsilon = 0$) et finales ($\varepsilon = 1.2$).

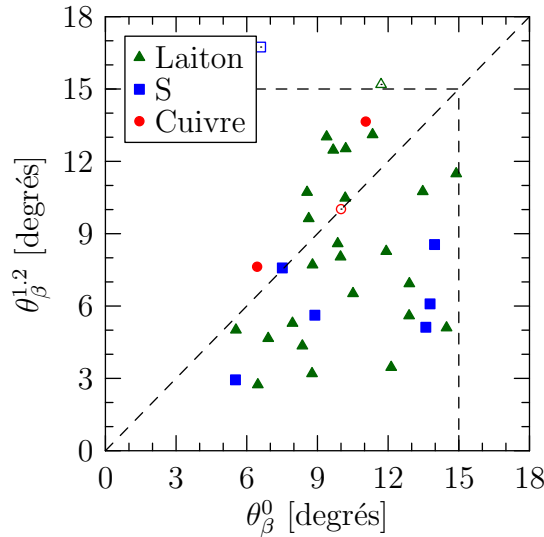


Fig. V.28 : Stabilité des orientations initialement dans la fibre β : désorientations par rapport à la composante initiale à $\varepsilon = 0$ et $\varepsilon = 1.2$. Les symboles ouverts représentent les grains ayant changé de composante.

b) Enrichissement de la fibre β

Cela concerne les grains de l'ensemble \mathcal{G}_2 . Les résultats en termes de composantes sont fournis dans le tableau V.3. Ici, nous considérons pour état initial la composante la plus proche. La plupart des grains (66 %) ont tendance à converger dans la composante la plus proche. On note toutefois des différences entre composantes,

- La composante S s'avère particulièrement forte : 22 des 26 grains (85 %) convergent dans la composante ; les autres rejoignent Laiton et Cuivre.
- Pour la composante Laiton, 15 des 24 grains (65 %) convergent dans la composante ; les autres rejoignent les deux autres composantes à parts égales.
- La composante Cuivre est celle pour laquelle la tendance générale n'est pas vérifiée : seuls 7 des 17 grains (40 %) convergent dans la composante ; le reste rejoignant S.

| Ensemble \mathcal{G}_2 | | Compo. initiale la plus proche | | |
|--------------------------|--------|--------------------------------|----|--------|
| | | Laiton | S | Cuivre |
| Nombre total | | 24 | 26 | 17 |
| Compo. finale | Laiton | 15 | 2 | 0 |
| | S | 5 | 22 | 10 |
| | Cuivre | 4 | 2 | 7 |

Tab. V.3 : Convergence des orientations dans la fibre β : provenance des grains ayant convergé dans les différentes composantes (en terme de composante la plus proche).

c) Bilan

Le bilan du développement de la texture est le suivant,

- La *composante S* apparaît particulièrement forte : elle conserve les grains initialement présents dans la composante, attire la plupart des grains de son voisinage et se nourrit aussi de grains des voisinages de Laiton et Cuivre.
- La *composante Laiton* conserve la plupart des nombreux grains initialement présents dans la composante, et se nourrit de grains presque exclusivement de son voisinage. Cette composante interagit donc peu avec S et Cuivre.
- La *composante Cuivre* s'avère particulièrement faible : les orientations initialement présentes dans la composante s'en éloignent, et elle n'attire que peu de grains, même parmi ceux dont elle est la composante la plus proche.

Les phénomènes de convergence mis en évidence sont relativement simples. Les échanges d'orientations entre composantes sont quasiment absents. Les grains rejoignant la fibre β le font préférentiellement vers la composante la plus proche, excepté pour Cuivre. Dans les autres cas, la composante S est, une fois encore, privilégiée.

Ces observations tendent à être contraires à la proposition d'un « équilibre dynamique », telle qu'émise par Barrett et Levenson [12] et mentionnée par Becker et Panchanadeswaran [54], selon laquelle les composantes seraient des « lieux de passage privilégiés » des orientations. En effet, aux déformations considérées, nous observons davantage un « équilibre statique », dans le sens où les grains convergent dans certaines composantes de textures et tendent à y rester. Cela confère au développement de la texture un caractère plus simple qu'il ne serait dans le cas d'un équilibre dynamique.

V.7.4 Modes de convergence dans la fibre β

Nous nous attachons dans cette partie à caractériser la convergence des orientations dans la fibre β , et notamment à établir un lien avec les différents modes de rotation mis en évidence précédemment. Nous attacherons donc une importance particulière à l'ensemble \mathcal{G}_2 .

a) Angles de rotation

Les distributions des angles de rotation des différents ensembles sont représentées sur la figure V.29. Les distributions globales (ensemble \mathcal{G}_u) sont rappelées pour faciliter les comparaisons.

En ce qui concerne les angles de rotation incrémentaux, rappelons que les moyennes sur tous les grains sont successivement de 10, 8 et 5°. Il apparaît des différences notables entre les différentes familles. En moyenne, nous pouvons remarquer que,

- Les grains initialement présents dans la fibre β (\mathcal{G}_1) tournent peu (6, 5 puis 4°).
- Les grains convergeant dans la fibre β (\mathcal{G}_2) tournent le plus (13, 7 puis 5°).
- Les grains convergeant vers la fibre β (\mathcal{G}_3) tournent moyennement (10, 7 puis 5°).
- Les grains s'éloignant de la fibre β (ensemble \mathcal{G}_4) tournent peu (4, 4 puis 4°).

Ces observations sont en accord avec les propriétés intrinsèques de stabilité statique d'une fibre de texture, que nous avons mises en évidence précédemment. D'une part, au sein de la composante, les orientations sont stables et donc les rotations sont faibles. D'autre part, ces lieux de stabilité attirent des orientations, qui, rejoignant la stabilité, tournent rapidement. Dans les cas où les orientations n'ont pas rejoint la composante β , les rotations sont plutôt d'amplitude moyenne. Ces caractéristiques sont également globalement relevées pour les rotations totales par rapport aux orientations initiales.

On peut également noter que les tendances mises en évidence sont plus marquées au premier incrément de déformation qu'aux suivants, ce qui peut être associé à la définition des ensembles : au fil de la déformation, les propriétés des orientations vis-à-vis de la fibre β peuvent changer. C'est le cas des grains de l'ensemble \mathcal{G}_2 , qui sont initialement tous des grains en train de converger et deviennent de plus en plus des grains présents dans la fibre β (donc plutôt proches de \mathcal{G}_1).

b) Axes de rotation

Les distributions des axes de rotation aux différents incréments, et totaux, sont représentées sur la figure V.30. Seuls les grains appartenant à \mathcal{G}_{u+} sont considérés. Les distributions de l'ensemble global \mathcal{G}_{u+} sont rappelées pour comparaison. Nous distinguons ensuite le cas des grains convergeant dans la fibre β (ensemble \mathcal{G}_2) des autres ($\mathcal{G}_{u+} - \mathcal{G}_2$). Comme pour les angles de rotation, il apparaît des différences notables entre les deux familles,

- Les grains rejoignant la composante ont une forte tendance à tourner autour de DT en début de déformation, puis adoptent des axes s’approchant de plus en plus d’une combinaison DN + DL.
- Les autres grains présentent des axes de rotation répartis uniformément (le cas de $r_i^{0.77}$ est une exception due à l’ensemble \mathcal{G}_1 et a donc peu d’importance).

La corrélation mise en évidence entre rotation privilégiée autour de DT, semblant de nature macroscopique (et que nous avons déjà notée pour les axes de désorientation privilégiés), et convergence vers la fibre β est a priori surprenante. Elle trouve en fait son origine dans la nature de la fibre β , qui est d’axe DN entre Cuivre et S et 0.9 DL + 0.3 DN entre S et Laiton : l’axe de rotation DT est donc un axe de rotation privilégié – par les deux brins de la fibre – pour rejoindre la fibre β . Par la suite, les grains, plus proches de la fibre β , tendent à converger davantage dans l’axe de la fibre, et donc à privilégier une des composantes de texture : à la rotation selon DT s’ajoutent des rotations selon DN et DL (on note même une zone de concentration en DN+DL).

Les axes de rotation totaux présentent des distributions cumulant ces phénomènes, et la distribution privilégiée autour de DT+DN trouve également ici son interprétation.

c) Chemins de rotation

Les distributions des paramètres caractérisant les chemins de rotation : corrélation entre angles de rotation incrémentaux, angle α et rendement η_r sont représentées sur les figures V.31, V.32 et V.33, successivement. Comme précédemment, nous rappelons les distributions correspondant à l’ensemble global \mathcal{G}_u .

Concernant les angles de rotation, comme pour l’ensemble global \mathcal{G}_u , il n’apparaît aucune relation particulière entre les angles de rotation successifs pour les différents ensembles de grains \mathcal{G}_i (figure V.31).

Pour ce qui est des axes de rotation (figure V.32), nous pouvons remarquer que,

- Les grains initialement présents dans la fibre β (ensemble \mathcal{G}_1) comportent des axes de rotation très variables. Ceci témoigne de rotations effectives autour des composantes de textures, mais n’affectant pas significativement la désorientation par rapport à la composante idéale.
- Les grains convergeant dans la fibre β (ensemble \mathcal{G}_2) ont des axes de rotation relativement variables.
- Les grains convergeant vers la fibre β (ensemble \mathcal{G}_3) ont des chemins de rotation relativement réguliers, bien plus que l’ensemble \mathcal{G}_2 .
- Les grains s’éloignant de la fibre β (ensemble \mathcal{G}_4) ont des rotations variables.

Ces caractéristiques sont également mises en évidence par les rendements des rotations (figure V.33) : il apparaît que les orientations initialement dans la fibre β (ensemble \mathcal{G}_1) ou s’en éloignant (ensemble \mathcal{G}_4) ont des rotations à faible rendement, contrairement aux grains convergeant dans la composante (ensemble \mathcal{G}_2) ou s’en approchant (ensemble \mathcal{G}_3).

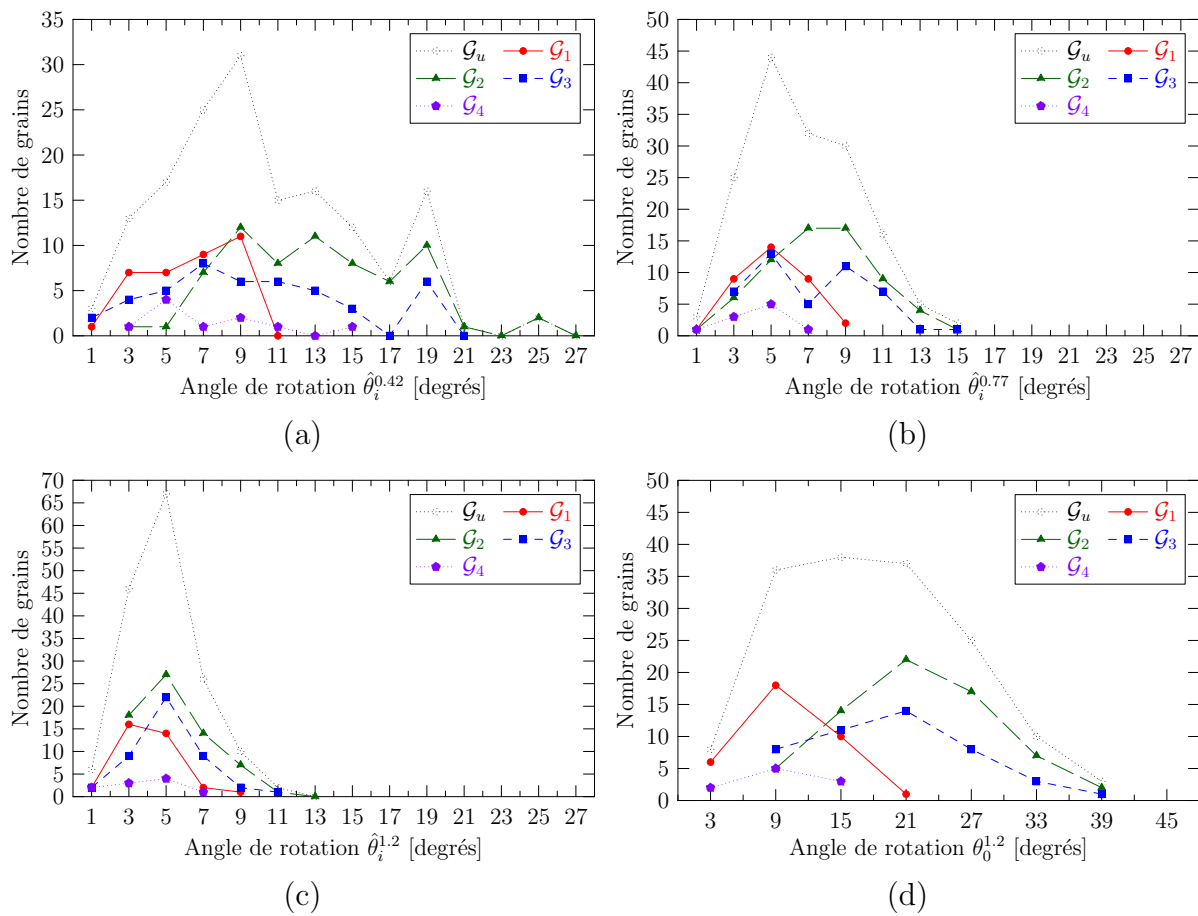


Fig. V.29 : Angles de rotation des grains des ensembles \mathcal{G}_i , (a-c) incrémentaux et (d) par rapport à l'état initial, à $\varepsilon = 1.2$.

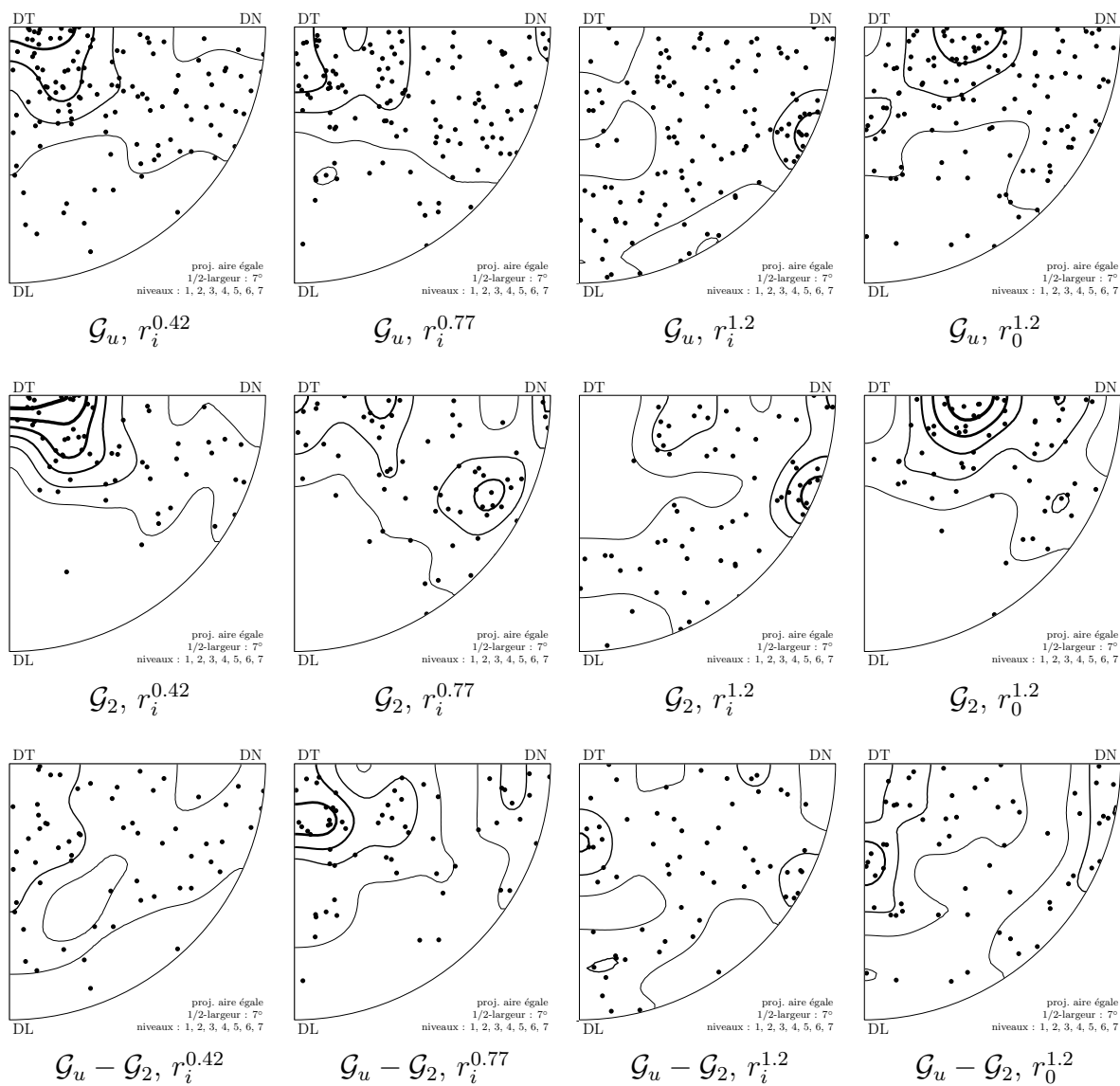


Fig. V.30 : Axes de rotation des grains des ensembles \mathcal{G}_i .

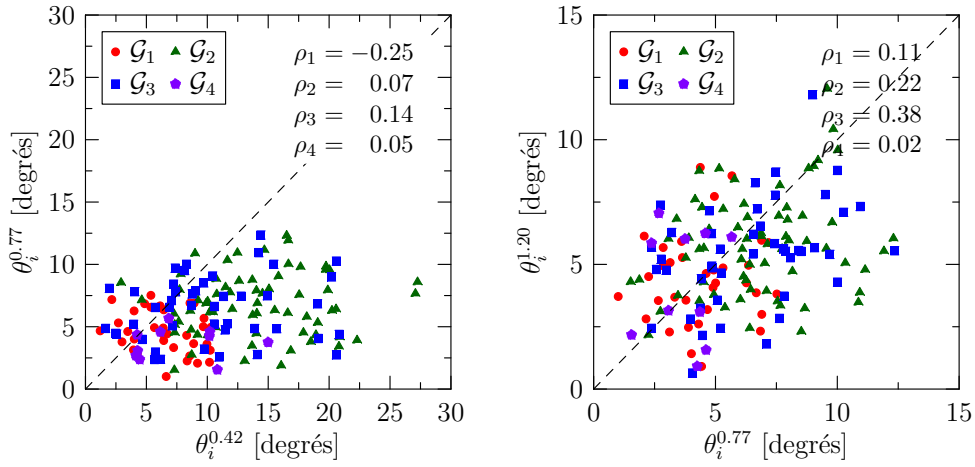


Fig. V.31 : Chemins de rotation des grains des ensembles \mathcal{G}_i : corrélation entre les angles de rotation incrémentaux θ_i .

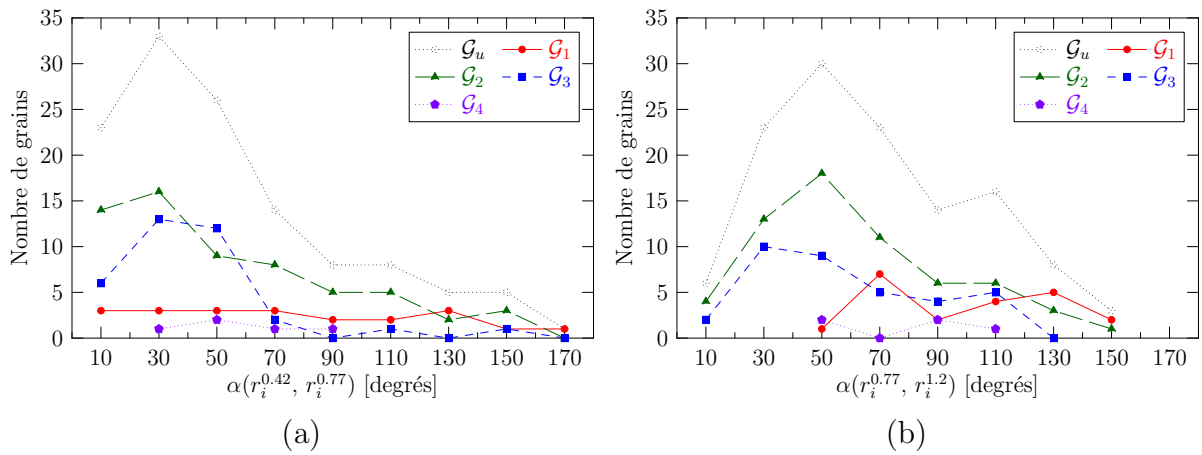


Fig. V.32 : Chemins de rotation des grains des ensembles \mathcal{G}_i : angles α entre axes de rotation successifs. (a) Premier et deuxième incréments, (b) deuxième et troisième incréments.

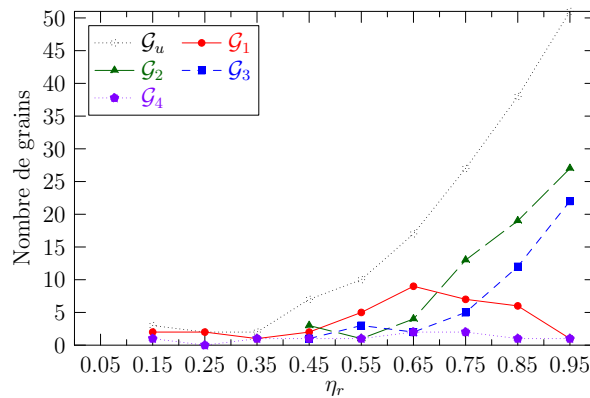


Fig. V.33 : Chemins de rotation des grains des ensembles \mathcal{G}_i : rendement de rot. η_r .

d) Convergence à la composante

L'ensemble \mathcal{G}_2 est considéré. La convergence des orientations vers les composantes peut être décrite quantitativement. Elle influence l'intensité de la texture.

La figure V.35 (a) présente les distributions des désorientations par rapport à la composante finale, notées θ_c . On vérifie en particulier qu'elles sont systématiquement supérieures à 15° à $\varepsilon = 0$ et inférieures à 15° à $\varepsilon = 1.2$, ce qui correspond à la définition de \mathcal{G}_2 .

Leurs évolutions au cours de la déformation, notées θ_{ci} , et calculées à chaque incrément de déformation (par exemple, $\theta_{ci}^{0.77} = \theta_c^{0.42} - \theta_c^{0.77}$), sont présentées en figure V.35 (b). Il apparaît que les grains s'approchent le plus rapidement au premier incrément, ce qui peut être attribué aux rotations plus élevées. Aux incréments suivants, seules quelques orientations tendent à s'éloigner de la composante. Ainsi, les convergences des grains vers les composantes au cours de la déformation tendent à être *monotones*, ceci malgré leurs modes de rotation pouvant être assez irréguliers.

Le *rendement de la convergence*, η_c , est défini comme le rapport entre l'évolution de la désorientation par rapport à la composante et la rotation totale du grain (toutes deux mesurées par rapport à l'état initial), voir figure V.34,

$$\eta_c^\varepsilon = \frac{\theta_c^0 - \theta_c^\varepsilon}{\theta_0^\varepsilon} \quad (\text{V.7})$$

Leurs distributions à $\varepsilon = 0.42, 0.77$ et 1.2 sont représentées sur la figure V.36. Il apparaît que les distributions aux trois déformations sont voisines, et que la plupart des grains ont un rendement de convergence relativement élevé, auxquels cas la majorité de la rotation parcourue contribue au rapprochement de la composante. À $\varepsilon = 1.2$, le rendement moyen est proche de 78 %, le maximum étant égal à 99.6 % et le minimum à 31 %.

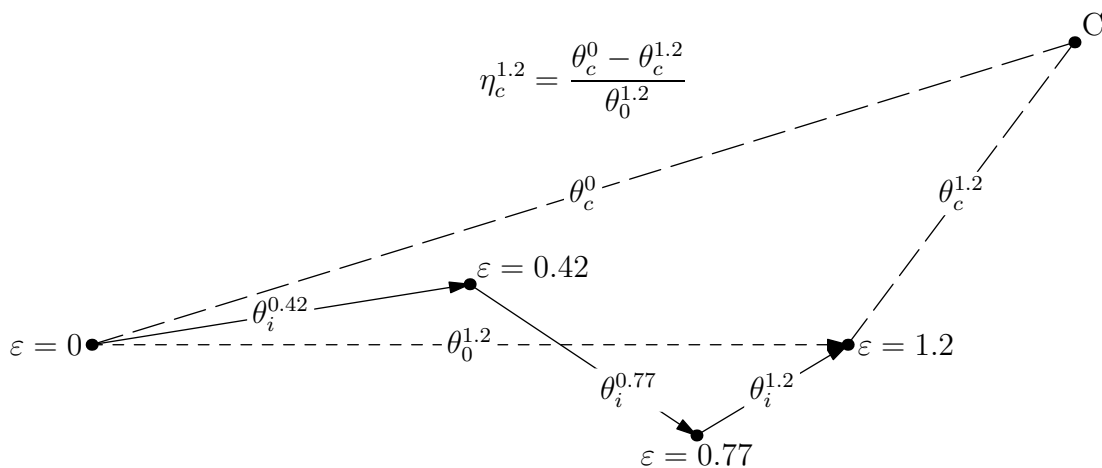


Fig. V.34 : Définition du rendement de la convergence η_c .

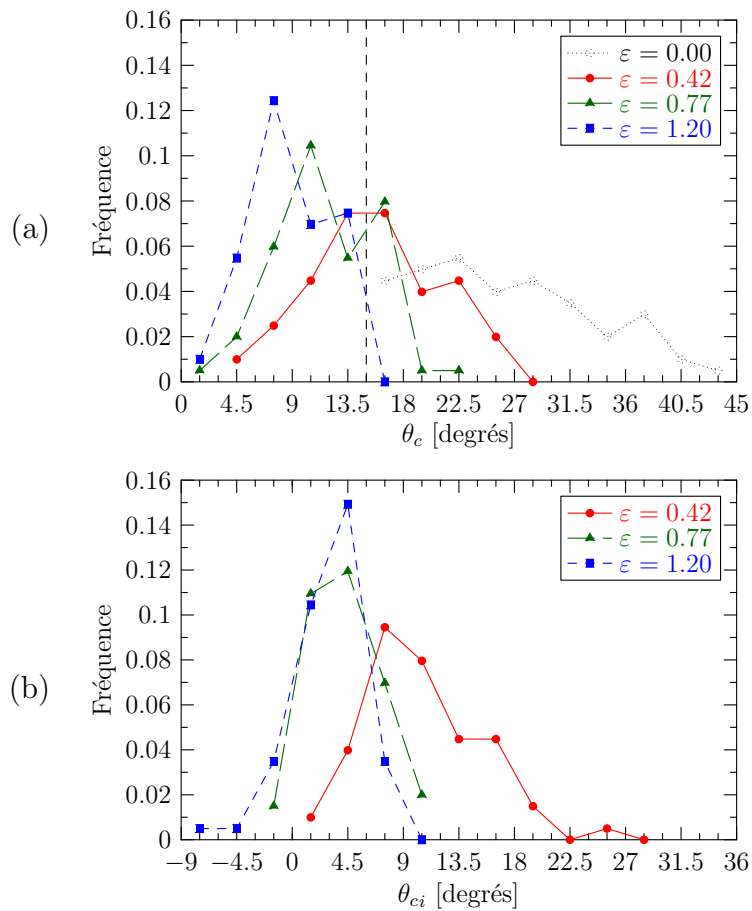


Fig. V.35 : Évolution des désorientations par rapport à la composante finale en fonction de la déformation (ensemble \mathcal{G}_2). (a) Désorientations et (b) incréments de désorientation (voir le corps du texte pour la définition de θ_{ci}).

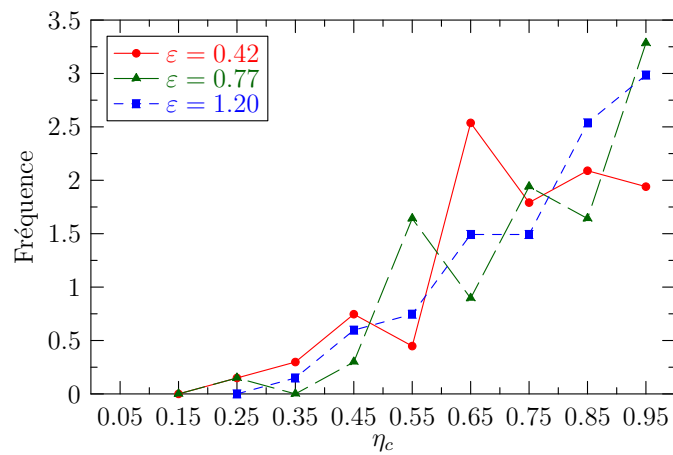


Fig. V.36 : Rendements de la convergence vers les composantes de textures au cours de la déformation (ensemble \mathcal{G}_2). Voir le corps du texte pour la définition de η_c .

V.8 Synthèse et discussion

176 grains ont été suivis en cours de compression plane à chaud, aux déformations de 0, 0.42, 0.77 et 1.2. Les cartographies EBSD effectuées fournissent plusieurs milliers d'orientations par grain. Cela permet l'étude des rotations des grains individuels en termes de rotations moyennes et de dispersions intragranulaires. Le développement de la macrotexture est étudié au regard des rotations des grains individuels et de leurs propriétés.

Il apparaît tout d'abord que 90 % des grains subissent, au cours de la déformation, une « rotation unimodale », constituée d'une rotation moyenne et d'une dispersion. Ces grains gouvernent donc le développement de la texture, dont l'ingrédient principal est leurs rotations moyennes. Au contraire, 10 % des grains se fragmentent ; il s'agit de grains d'orientations proches d'une symétrie par rapport aux axes de l'échantillon, et la plupart des fragmentations peuvent être expliquées par l'application du modèle de Taylor.

Les *rotations moyennes* sont décrites en termes d'angle et d'axe de rotation. Les orientations étant connues à plusieurs déformations, il est possible d'étudier les rotations par rapport à l'orientation initiale, mais aussi les rotations aux incréments de déformation successifs ou « rotations incrémentales », et leurs successions : les « chemins de rotation ». D'une manière générale, il apparaît une grande variété des rotations : par exemple, les rotations par rapport à l'orientation initiale s'étalent de 2° à 39° selon les grains. Les rotations incrémentales sont d'angles d'autant plus faibles que la déformation augmente. Ceci est vérifié en moyenne, mais les rotations des grains individuels sont au contraire très variables. Pour ce qui est des axes de rotation incrémentaux, ils sont distribués préférentiellement proche de DT en début de déformation, et tendent à rejoindre progressivement un axe DL + DN. Contrairement aux angles, ils présentent des similarités d'un incrément à l'autre : ils varient en moyenne de 54° entre le premier et le deuxième incrément, et de 67° entre le deuxième et le troisième incrément. L'irrégularité des chemins de rotation est décrite globalement par le rendement de la rotation.

Les *dispersions intragranulaires* sont étudiées en termes de désorientations moyennes, d'anisotropies et de champs. Les désorientations moyennes augmentent rapidement en début de déformation ($\varepsilon = 0-0.42$) puis stagnent à environ 7°. Le même effet affecte les anisotropies des distributions de désorientation, dont l'intensité finale est modérée. Les axes de désorientation privilégiés sont fortement concentrés autour de DT en début de déformation et rejoignent plutôt DL en fin de déformation. Ces propriétés confortent des études existantes [90, 94, 98], et certaines d'entre elles trouvent ici leurs interprétations à l'étude des champs de désorientation. Il apparaît que les désorientations d'axes proches de DT sont distribuées au centre des grains, et que des zones d'axes différents sont présentes aux voisinages des joints de grains, notamment des désorientations d'axes DL proches des joints de grains horizontaux. Ces dernières deviennent prépondérantes du fait de l'allongement des grains au cours de la déformation, expliquent la transition de DT à DL, et trouvent leur origine dans les mécanismes d'accommodation des déformations en ces lieux.

La *variabilité à orientation constante* des propriétés des rotations unimodales, angle et axe de rotation ainsi que dispersion, est caractérisée aux différents incréments de déformation. Comme nous ne pouvons pas comparer de grains d'orientations strictement identiques, nous proposons une approche moyenne consistant à comparer les rotations des grains en prenant en compte les désorientations entre eux, et à déterminer la variabilité à orientation constante en moyenne sur l'espace des orientations par extrapolation à désorientation nulle. Les variabilités des angles et axes de rotation sont analysées au premier incrément, et il apparaît que deux grains de même orientation ont, en moyenne, des angles de rotation différents de 25 % et des axes de rotation différents de 39°. On note également que les dispersions dépendent assez peu de l'orientation. Selon la même approche, il apparaît également que, pour une orientation initiale donnée, la désorientation entre orientations finales (à $\varepsilon = 1.2$) varie de 12° en moyenne d'un grain à un autre. Les variabilités à orientation constante mises en évidence ici sont provoquées par l'interaction intergranulaire.

Le *développement de la macrotexture* peut être étudié au regard des propriétés mises en évidence pour les rotations des grains individuels. Celles-ci permettent en premier lieu d'adopter des simplifications. D'une part, la fragmentation n'affecte qu'une minorité de grains, et peut donc être négligée au premier ordre. D'autre part, la dépendance des dispersions intragranulaires à l'orientation étant faible, une même dispersion peut être considérée pour tous les grains. Il découle que la macrotexture ne résulte que des rotations moyennes des grains. Ce cadre offre la possibilité d'étudier relativement facilement son développement.

À $\varepsilon = 1.2$, la macrotexture comporte une fibre β marquée : les intensités de la FDOC sont, Laiton = 9.0, S = 9.1 et Cuivre = 3.1 (à $\varepsilon = 0$, Laiton = 2.0, S = 1.0, Cuivre = 0.5). Son étude peut être menée à la fois en termes d'équilibre entre composante (aspect qualitatif), et en termes d'intensité moyenne (aspect quantitatif). Le développement de la fibre β repose sur deux phénomènes : l'évolution des orientations y étant initialement présentes et la convergence de nouvelles orientations. Il apparaît tout d'abord que les grains présents dans les composantes y restent presque systématiquement au cours de la déformation (seuls 3 des 35 grains se comportent différemment), mais on relève tout de même des tendances différentes entre composantes : la composante S voit ses grains converger plus encore vers l'orientation idéale au cours de la déformation, alors que ce n'est pas systématique pour Laiton, et que la tendance est inverse pour Cuivre. L'étude des grains convergeant dans la fibre β révèle la même hiérarchie entre composante. La composante S apparaît être la plus forte, car elle attire non seulement les grains dont elle est la plus proche, mais aussi des grains initialement plus proches des autres composantes. La composante Laiton n'interagit pas avec les autres composantes, et ne se nourrit que des grains lui étant initialement les plus proches. La composante Cuivre est la plus faible, la plupart des orientations lui étant proche initialement rejoignant S.

L'intensité moyenne de la texture dépend de la rapidité d'enrichissement des composantes, et donc de la manière dont les orientations y convergent. Il apparaît que, malgré les rota-

tions irrégulières, les grains s'approchent presque systématiquement de manière monotone de leurs composantes finales. Comme pour les rotations, les convergences peuvent être décrites quantitativement par un rendement.

Pour la première fois, les rotations de grains dans un polycristal en grandes déformations ont été analysées quantitativement. Cette étude propose un ensemble de caractérisations des rotations (angles, axes, chemins, dispersions), une revue des mécanismes de formation de la microtexture, mais aussi une mise en évidence originale de l'effet de l'interaction intergranulaire sur les rotations des grains. Ces différents points peuvent nourrir des comparaisons expérience / simulation afin d'évaluer puis améliorer les modèles. Ceci fait l'objet du chapitre VI.

Chapitre -VI-

Comparaison avec les modèles de Taylor, autocohérent et RSI

Sommaire

| | | |
|-------------|------------------------------------------------------------------------------------|------------|
| VI.1 | Introduction | 144 |
| VI.2 | Modèles | 144 |
| VI.2.1 | Comportement du cristal | 144 |
| VI.2.2 | Modèle RSI | 145 |
| VI.3 | Macrotextures | 149 |
| VI.4 | Rotations moyennes | 152 |
| VI.4.1 | Angles de rotation | 152 |
| VI.4.2 | Axes de rotation | 152 |
| VI.4.3 | Chemins de rotation | 154 |
| VI.5 | Comparaison des rotations moyennes grain par grain | 157 |
| VI.5.1 | Angles et axes de rotation | 157 |
| VI.5.2 | Orientation finale | 160 |
| VI.5.3 | Discussion | 160 |
| VI.6 | Variabilité à orientation constante des rotations | 162 |
| VI.6.1 | Rotations moyennes | 162 |
| VI.6.2 | Orientation finale | 162 |
| VI.7 | Développement de la texture | 164 |
| VI.7.1 | Désorientations par rap. à la fibre β et classification des grains | 164 |
| VI.7.2 | Rotations au sein de la fibre β | 166 |
| VI.7.3 | Enrichissement de la fibre β | 168 |
| VI.7.4 | Relations entre composantes expérimentales et simulées | 169 |
| VI.7.5 | Modes de convergence dans la fibre β | 172 |
| VI.8 | Synthèse et Discussion | 178 |

VI.1 Introduction

Dans ce chapitre, les rotations expérimentales sont comparées aux rotations simulées par les modèles de plasticité cristalline, dont la description fait l'objet de la section VI.2. Les comparaisons sont menées selon deux approches. Tout d'abord une comparaison globale, sur l'ensemble des grains (sections VI.3 et VI.4), puis une comparaison grain par grain, afin d'établir dans quelle mesure les modèles permettent de prédire les rotations de grains individuels (section VI.5). Nous traitons ensuite de la variabilité à orientation constante des rotations, notamment pour évaluer l'apport du modèle RSI (section VI.6). Les développements des microtextures sont ensuite analysés (section VI.7).

VI.2 Modèles

Les modèles considérés sont des modèles standards : le modèle de Taylor et le modèle autocohérent (VPSC, de Lebensohn et Tomé [5, 25]), ainsi qu'un modèle de type Taylor développé au sein du laboratoire et en partie lors de mon Master : le modèle RSI. Le même comportement du cristal est utilisé pour les trois modèles, lequel est décrit ci-après. Nous décrivons ensuite le principe du modèle RSI.

Dans cette section, \underline{a} et $\underline{\underline{a}}$ représentent un vecteur et un tenseur du second ordre, respectivement.

VI.2.1 Comportement du cristal

Le mode de déformation du cristal a été introduit en revue bibliographique (section I.1). À la température considérée (400°C), le matériau se déforme par glissement sur les systèmes octaédriques $\{111\}\langle 110\rangle$, mais également sur des systèmes non octaédriques ; voir par exemple [2, 3]. Nous considérons pour notre étude les systèmes dont l'activité a été mise en évidence expérimentalement et quantifiée par Pérocheau et Driver [3] dans des monocristaux d'Al-1%Mn déformés dans des conditions proches des nôtres. Ces systèmes sont : $\{111\}$, $\{100\}$ et $\{110\}\langle 110\rangle$, avec des cissions critiques relatives égales à 1, 1.4 et 0.9, respectivement. Le glissement sur ces systèmes suit un comportement viscoplastique, qui peut être décrit par une loi de type puissance entre vitesse de glissement $\dot{\gamma}^s$ et cission résolue τ^s ,

$$\dot{\gamma}^s = \dot{\gamma}_0 \left| \frac{\tau^s}{\tau_0^s} \right|^{1/m} \text{sgn}(\tau^s) \quad (\text{VI.1})$$

τ_0^s représente la cission résolue du système s . La sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation, m , a été classiquement déterminée par l'intermédiaire d'essais de compression plane sur polycristaux. À cette échelle, le comportement viscoplastique s'exprime par : $\sigma = a\dot{\epsilon}^m$. Pour l'identification de m , des essais de compression plane ont été réalisés à

différentes vitesses de déformation, comprises entre 10^{-2} et 10^1 s^{-1} . Les courbes contrainte-déformation ainsi que l'identification de la valeur de m sont fournies en section B.1. La valeur obtenue est $m = 0.12$.

VI.2.2 Modèle RSI

Le modèle « RSI » (Reduced Stress Incompatibility) est un modèle de type Taylor analogue à ceux présentés dans la revue bibliographique (sous-section I.2.4). Il consiste plus particulièrement en une extension du modèle que nous nommons « ST » (Stress Transfer), initialement développé au sein du laboratoire par Robert [17, 37] puis Ringeval [101]. Le développement du modèle RSI a majoritairement fait l'objet de mon Master [18].

Les modèles ST et RSI introduisent une interaction intergranulaire de manière empirique, via un paramètre ajustable, et permettent ainsi de doser ses effets. Ils sont applicables au cas d'un comportement viscoplastique. Leur principe est de réduire les incompatibilités de contrainte engendrées par le modèle de Taylor (voir figure VI.1), en autorisant un certain degré d'incompatibilité de déformation. Une particularité de ces modèles est qu'ils s'appuient sur une répartition spatiale des grains. Pour les simulations de microstructures habituelles, un empilement périodique est employé (figure VI.2) ; pour notre étude, nous utilisons la morphologie réelle de la microstructure. Dans les deux cas, la géométrie est considérée évoluée en accord avec la déformation macroscopique imposée.

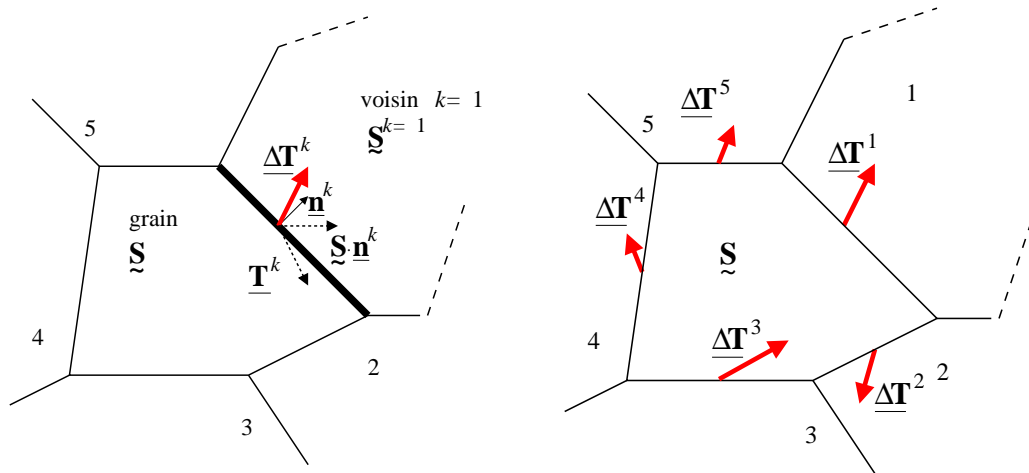


Fig. VI.1 : Conditions mécaniques obtenues par application du modèle de Taylor : continuité du vecteur déplacement et discontinuité du vecteur contrainte aux joints de grains ($\underline{\Delta T}^k$).

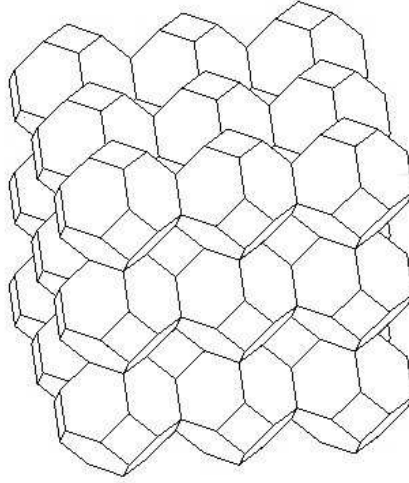


Fig. VI.2 : Empilement d'octaèdres tronqués habituellement utilisé pour représentation de polycristal dans le modèle RSI.

a) Structure globale

La structure globale du modèle, constituée de 5 étapes, est commune aux modèles ST et RSI. Un incrément de déformation $\underline{\underline{E}}$ étant imposé,

1. Les états de contrainte des grains $\underline{\underline{S}}$ sont estimés avec le modèle de Taylor.
2. Pour chaque grain, l'état de contrainte caractéristique du voisinage $\overline{\underline{\underline{S}}}$ est calculé à partir des états de contrainte des grains voisins et de la géométrie du grain. Le mode de calcul de cette contrainte constitue la différence entre les modèles ST et RSI, et sera traité en sous-sous-section b).
3. Les états de contrainte des grains $\underline{\underline{S}}^*$ sont obtenus à partir des états de contrainte $\underline{\underline{S}}$ et $\overline{\underline{\underline{S}}}$, via la loi d'interaction intergranulaire, de la forme,

$$\underline{\underline{S}}^* = \underline{\underline{S}} + A (\overline{\underline{\underline{S}}} - \underline{\underline{S}}) \quad (\text{VI.2})$$

où $A \in [0, 1]$ est le paramètre d'interaction, sans dimension. Sa valeur est discutée en sous-sous-section c).

4. À ces nouveaux états de contrainte $\underline{\underline{S}}^*$ correspondent de nouveaux états de déformation $\underline{\underline{\epsilon}}^*$, obtenus via la loi de comportement (bijective) du matériau.
5. Comme la moyenne des états de déformation des grains résultants peut différer légèrement de la déformation macroscopique : $\langle \underline{\underline{\epsilon}}^* \rangle \neq \underline{\underline{E}}$, la différence $(\langle \underline{\underline{\epsilon}}^* \rangle - \underline{\underline{E}})$ est reportée sur l'incrément de déformation suivant afin de maintenir l'état de déformation visé.

Tout comme le mode de calcul de la contrainte $\overline{\underline{\underline{S}}}$ (étape 2), discuté ci-après, l'étape 5 constitue une nouveauté par rapport au modèle ST originel [17, 37, 101], mais cet ajout peut lui être appliqué comme au modèle RSI.

b) Contrainte caractéristique du voisinage

Dans le modèle ST, pour chaque grain, la contrainte caractéristique du voisinage, est définie comme la moyenne des états de contrainte des grains voisins (\mathcal{S}^k), pondérée par les aires des joints de grains (A^k),

$$\bar{\mathcal{S}} = \left(\sum_{k=1}^N A^k \mathcal{S}^k \right) / \left(\sum_{k=1}^N A^k \right) \quad (\text{VI.3})$$

Il peut néanmoins être démontré que ce mode d'interaction intergranulaire ne réduit pas nécessairement l'incompatibilité des contraintes; il peut même perturber une configuration initialement à l'équilibre [18]. Ceci est dû au fait qu'il agit sur les discontinuités de contrainte et non sur les discontinuités de vecteur contrainte.

Dans le modèle RSI, les discontinuités de vecteur contrainte aux joints de grains sont considérées ($\Delta \mathbf{T}^k$). Nous décrivons l'incompatibilité des contraintes résultante par la grandeur suivante,

$$\mathcal{I} = \sum_{k=1}^N A^k \|\Delta \mathbf{T}^k\|^2 \quad (\text{VI.4})$$

Nous définissons $\bar{\mathcal{S}}$ comme la contrainte qui minimise l'incompatibilité de contrainte \mathcal{I} ,

$$\bar{\mathcal{S}} \mid \frac{\partial \mathcal{I}}{\partial \mathcal{S}} = 0 \quad (\text{VI.5})$$

La forme quadratique de \mathcal{I} permet le calcul analytique de l'expression de $\bar{\mathcal{S}}$. Pour ne pas alourdir le document, ce calcul est porté en annexe C.1. Définissons le vecteur $\bar{\mathcal{S}}$ contenant les 5 composantes indépendantes de $\bar{\mathcal{S}}$: $\bar{\mathcal{S}} = (\bar{\mathcal{S}}_{11} \bar{\mathcal{S}}_{22} \bar{\mathcal{S}}_{23} \bar{\mathcal{S}}_{13} \bar{\mathcal{S}}_{12})^T$. $\bar{\mathcal{S}}$ est donné par,

$$\mathcal{N} \cdot \bar{\mathcal{S}} = \mathcal{I} \quad (\text{VI.6})$$

où \mathcal{N} et \mathcal{I} ont pour expressions,

$$\mathcal{N} = \sum_k A^k \begin{pmatrix} n_1^{k^2} + n_3^{k^2} & n_3^{k^2} & -n_2^k n_3^k & 0 & n_1^k n_2^k \\ n_3^{k^2} & n_2^{k^2} + n_3^{k^2} & 0 & -n_1^k n_3^k & n_1^k n_2^k \\ -n_2^k n_3^k & 0 & n_2^{k^2} + n_3^{k^2} & n_1^k n_2^k & n_1^k n_3^k \\ 0 & -n_1^k n_3^k & n_1^k n_2^k & n_1^{k^2} + n_3^{k^2} & n_2^k n_3^k \\ n_1^k n_2^k & n_1^k n_2^k & n_1^k n_3^k & n_2^k n_3^k & n_1^{k^2} + n_2^{k^2} \end{pmatrix} \quad (\text{VI.7})$$

et

$$\mathcal{I} = \sum_k A^k \begin{pmatrix} n_1^k T_1^k - n_3^k T_3^k \\ n_2^k T_2^k - n_3^k T_3^k \\ n_2^k T_3^k + n_3^k T_2^k \\ n_1^k T_3^k + n_3^k T_1^k \\ n_1^k T_2^k + n_2^k T_1^k \end{pmatrix} \quad (\text{VI.8})$$

\mathcal{N} représente la géométrie du grain, et $\underline{\mathcal{T}}$ les contraintes imposées par les voisins. Pour rappel, $\underline{\mathbf{n}}^k$ représente la normale du joint de grains k et $\underline{\mathbf{T}}^k = \underline{\mathcal{S}}^k \cdot \underline{\mathbf{n}}^k$ le vecteur contrainte appliqué sur ce joint de grains par le grain voisin (voir figure VI.1).

$\overline{\mathcal{S}}$ est finalement donné par,

$$\overline{\mathcal{S}} = \mathcal{N}^{-1} \cdot \underline{\mathcal{T}} \quad (\text{VI.9})$$

c) Valeur du paramètre d'interaction A

Par construction, le paramètre d'interaction A représente l'intensité moyenne de l'interaction intergranulaire dans le polycristal, intervenant sur les contraintes (équation VI.2). En ce sens, il a la même valeur pour tous les grains. Par contre, chacun des grains peut être plus ou moins affecté par l'interaction intergranulaire, selon l'écart entre son état de contrainte et l'état de contrainte caractéristique du voisinage ($\overline{\mathcal{S}} - \mathcal{S}$).

La valeur de A est comprise entre 0 et 1, ce qui correspond au modèle de Taylor et à une interaction intergranulaire maximale, respectivement. Il faut tout de même signaler que la contrainte caractéristique du voisinage $\overline{\mathcal{S}}$ est calculée à partir des états de contrainte des grains voisins qui sont eux-mêmes prédits par le modèle de Taylor. On ne saurait donc lui donner plus d'influence sur la contrainte obtenue après interaction \mathcal{S}^* qu'à l'état de contrainte initial \mathcal{S} , ce qui limite A à une valeur maximale de 0.5. Dans sa thèse, Robert utilise une valeur plus modérée, de 0.2, et c'est celle que nous adoptons.

d) Application à la microstructure réelle

Dans cette étude, nous appliquons le modèle RSI à la microstructure réelle : chaque grain à même taille, forme et grains voisins dans la simulation que dans l'expérience. Le cas du grain 010 est illustré sur la figure VI.3 (grain central sur la figure V.2).

Quelques hypothèses doivent toutefois être adoptées. Tout d'abord, la microstructure n'étant connue que sur la surface d'observation, nous adoptons une hypothèse de *microstructure colonnaire* pour sa représentation en 3D : tous les joints des grains sont supposés normaux à la surface d'observation. De plus, le modèle requiert l'utilisation de joints de grains rectilignes (plans, en 3D). Pour cela, les joints de grains réels sont discrétisés sous la forme de segments de droite, de longueur et normale bien déterminées. Enfin, la microstructure considérée comporte des grains d'orientations inconnues : tous ceux autres des 207 grains étudiés. Il s'agit principalement des grains entourant la zone d'étude, mais également des grains les plus petits, comme l'illustre la figure VI.3. Pour autant, il serait nécessaire de connaître leurs états de contrainte pour appliquer l'interaction intergranulaire. La solution adoptée consiste à leur affecter, pour état de contrainte, la moyenne des états de contrainte de tous les grains. Ce « comportement moyen » permet a priori de minimiser les écarts aux états de contrainte réels.

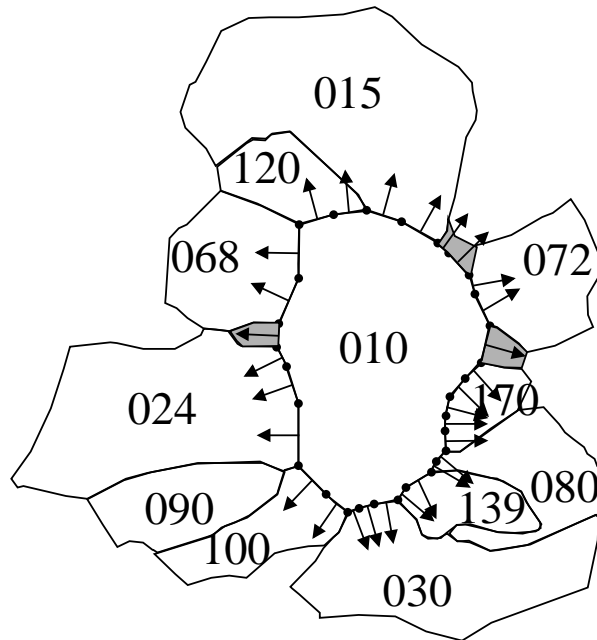


Fig. VI.3 : Modélisation de la microstructure réelle. Illustration pour le grain 010 et ses voisins à $\varepsilon = 0$. Les joints de grains, courbes en réalité, sont discrétisés en segments rectilignes. Les grains grisés sont des voisins d'orientations inconnues.

VI.3 Macrottextures

Les macrottextures à $\varepsilon = 1.2$ obtenues avec les différents modèles : Taylor, autocohérent et RSI, sont illustrées en figure VI.4. Elles sont construites en considérant une orientation par grain. La macrottexture expérimentale est reproduite ici pour comparaison.

Nous pouvons tout d'abord remarquer que les textures obtenues avec les modèles de Taylor et autocohérent sont qualitativement semblables à la texture expérimentale, mais plus intenses ; ce qui est communément observé, voir par exemple [51, 52]. Par exemple, l'intensité maximale de la FDOC, égale à 13.3 expérimentalement, atteint plus de 20 pour les deux modèles. Au contraire, l'intensité de la texture prédite par le modèle RSI est significativement plus proche de celle expérimentale : le maximum est réduit à 15.6.

Il apparaît de plus que les positions de la fibre β pour la texture expérimentale et les textures simulées ne sont pas strictement identiques. Ceci est également communément observé [50], et il est nécessaire d'en tenir compte. Les positions effectives des composantes, ainsi que leurs intensités, sont précisées dans le tableau VI.1. Le modèle de Taylor est celui pour lequel la fibre est la plus proche de la fibre expérimentale ; le modèle RSI produit une fibre légèrement décalée, et le modèle autocohérent une fibre plus décalée encore.

Les répartitions entre composantes simulées diffèrent de la répartition expérimentale et

également largement d'un modèle à l'autre. Le modèle de Taylor sous-estime Laiton, surestime S et largement Cuivre. Le modèle autocohérent produit sensiblement la même quantité de Laiton, mais les intensités des composantes S et Cuivre sont échangées, ce qui est plus éloigné des données expérimentales. Le modèle RSI réduit les intensités de Laiton et S par rapport au modèle de Taylor, mais pas celle de Cuivre. Si l'intensité moyenne est améliorée, ce n'est pas le cas pour la répartition des composantes. Ces observations, et en particulier la sous-estimation de Laiton, sont en accord avec les travaux existants sur les macrotextures (basés sur des échantillons « standards ») [51].

Dans la suite de l'étude, nous étudions en détail le cas du modèle de Taylor et du modèle RSI. En effet, le modèle autocohérent produit ici une texture moins en accord avec l'expérience que le modèle de Taylor : l'intensité moyenne est tout aussi forte, et à la fois la position de la fibre et la répartition entre composantes sont moins bonnes. Au contraire, le modèle RSI permet de réduire l'intensité de la texture par rapport au modèle de Taylor, même si la répartition dans les composantes n'est pas améliorée.

| | Laiton | S | Cuivre |
|--------------|--------------------|--------------------|--------------------|
| expérience | (35.0, 35.0, 80.0) | (57.5, 30.0, 75.0) | (90.0, 27.5, 45.0) |
| Taylor | (35.0, 35.0, 85.0) | (57.5, 30.0, 70.0) | (90.0, 27.5, 45.0) |
| autocohérent | (35.0, 40.0, 85.0) | (60.0, 35.0, 67.5) | (90.0, 32.5, 47.5) |
| RSI | (35.0, 40.0, 85.0) | (60.0, 32.5, 67.5) | (90.0, 30.0, 47.5) |

(a)

| | Laiton | S | Cuivre |
|-------------------|--------|------|--------|
| $\varepsilon = 0$ | 2.1 | 1.0 | 0.5 |
| expérience | 9.0 | 9.1 | 3.1 |
| Taylor | 11.3 | 16.6 | 11.3 |
| autocohérent | 10.2 | 11.6 | 16.7 |
| RSI | 7.6 | 12.8 | 11.0 |

(b)

Tab. VI.1 : Macrotextures : (a) positions et (b) intensités des composantes pour l'expérience et les modèles de Taylor, autocohérent et RSI, à $\varepsilon = 1.2$.

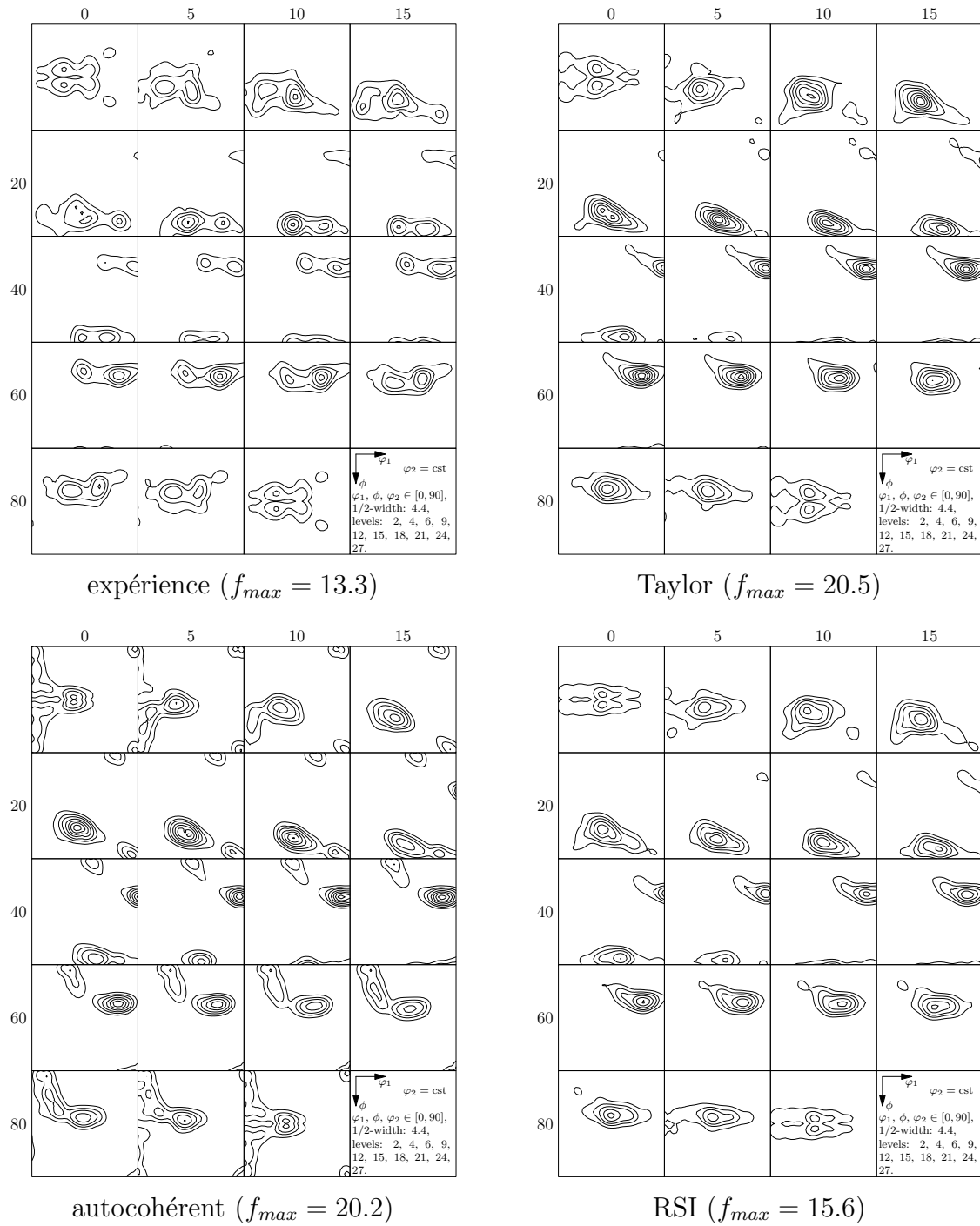


Fig. VI.4 : Macrotextures expérimentale et simulées avec les modèles de Taylor, auto-cohérent et RSI, à $\varepsilon = 1.2$.

VI.4 Rotations moyennes

Les rotations moyennes simulées sont ici comparées aux rotations moyennes expérimentales de manière globale, en comparant leurs distributions sur l'ensemble des grains. Une comparaison grain par grain est menée dans la section VI.5.

Concernant les propriétés des rotations moyennes, les différences entre le modèle de Taylor et le modèle RSI sont relativement faibles. Dans un souci de clarté, les illustrations ne traitent que des données expérimentales et simulées avec le modèle de Taylor. Les différences entre les prédictions Taylor et RSI sont précisées dans le texte.

VI.4.1 Angles de rotation

Les distributions des angles de rotation sont illustrées en figure VI.5, aux différents incréments ($\hat{\theta}_i$) puis en termes de rotation totale, à $\varepsilon = 1.2$ ($\theta_0^{1.2}$). Pour rappel, les angles de rotation incrémentaux $\hat{\theta}_i$ sont obtenus après une petite correction de manière à tous correspondre à une déformation strictement égale à 0.4 (voir sous-section V.3.2).

Il apparaît que les rotations incrémentales $\hat{\theta}_i$ sont sous-estimées dans la simulation : en moyenne 8.0, 5.8 puis 4.7°, contre 10.3, 6.8 et 4.9° expérimentalement. Ces observations confirment celles de Panchanadeeswaran *et al.* [13] obtenues pour une déformation de 0.5. Il apparaît par contre que les rotations mesurées par rapport à l'état initial à $\varepsilon = 1.2$, $\theta_0^{1.2}$, sont proches en moyenne : 17.5° contre 17.8° dans le cas expérimental, même si les rotations simulées restent moins dispersées. Cela met en évidence une différence de chemins de rotation – les rotations simulées étant manifestement plus régulières – qui sera explicitée par la suite.

Le modèle RSI fournit des rotations incrémentales moyennes de 7.8, 5.5 puis 4.6°, et totale de 17.1°, ce qui correspond à des différences comprises entre 2 à 5 % par rapport au modèle de Taylor.

VI.4.2 Axes de rotation

Les distributions des axes de rotation sont présentées en figure VI.6, aux différents incréments (r_i), puis en termes de rotation totale, à $\varepsilon = 1.2$ ($r_0^{1.2}$). Comme précédemment, les distributions expérimentales sont reproduites ici.

Les distributions expérimentales et simulées sont assez différentes. Au premier incrément, les axes simulés sont moins préférentiellement distribués autour de DT que dans le cas expérimental ; la distribution est bien plus uniforme. Aux incréments suivants, les axes simulés sont de plus en plus fortement distribués autour de DN, avec une composante DL plus marquée au dernier incrément. La transition de DT à DL+DN rencontrée dans le cas expérimental est donc bien prédite dans la simulation, mais de manière beaucoup plus prononcée, et elle concerne la plupart des grains.

Le modèle RSI produit des distributions légèrement plus uniforme que le modèle de Taylor.

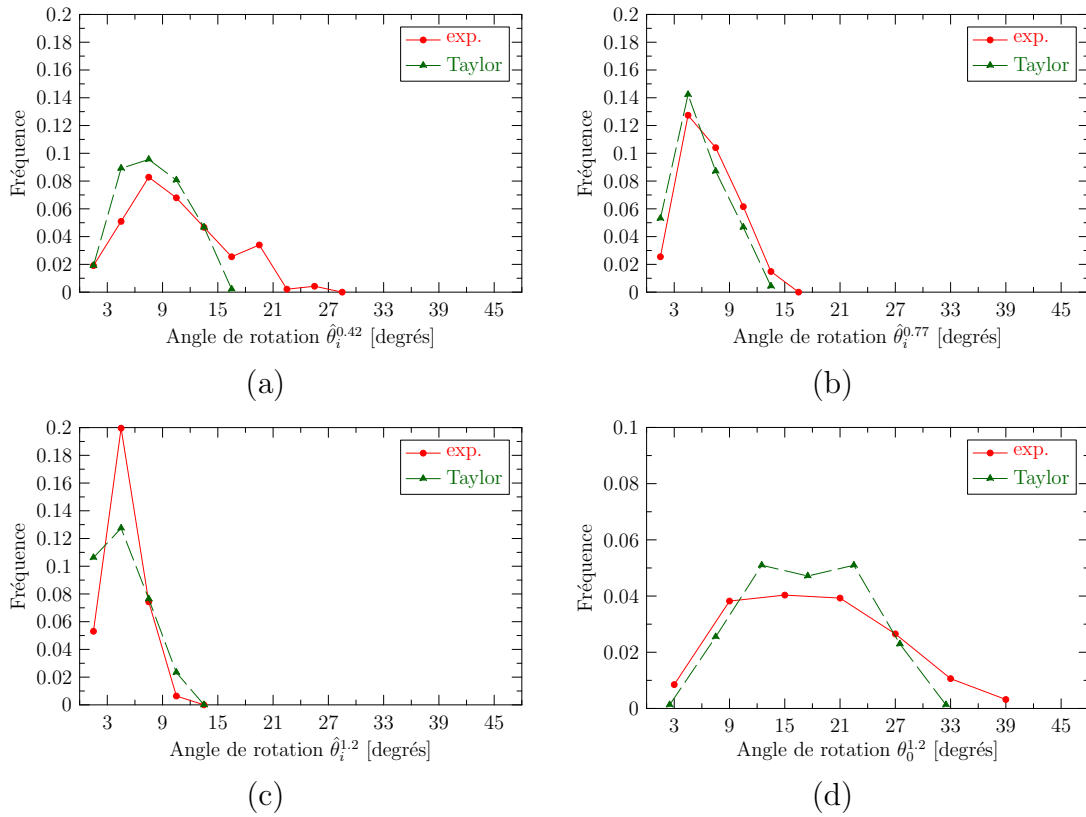


Fig. VI.5 : Angles de rotation expérimentaux et simulés, (a-c) incrémentaux et (d) par rapport à l'état initial, à $\varepsilon = 1.2$.

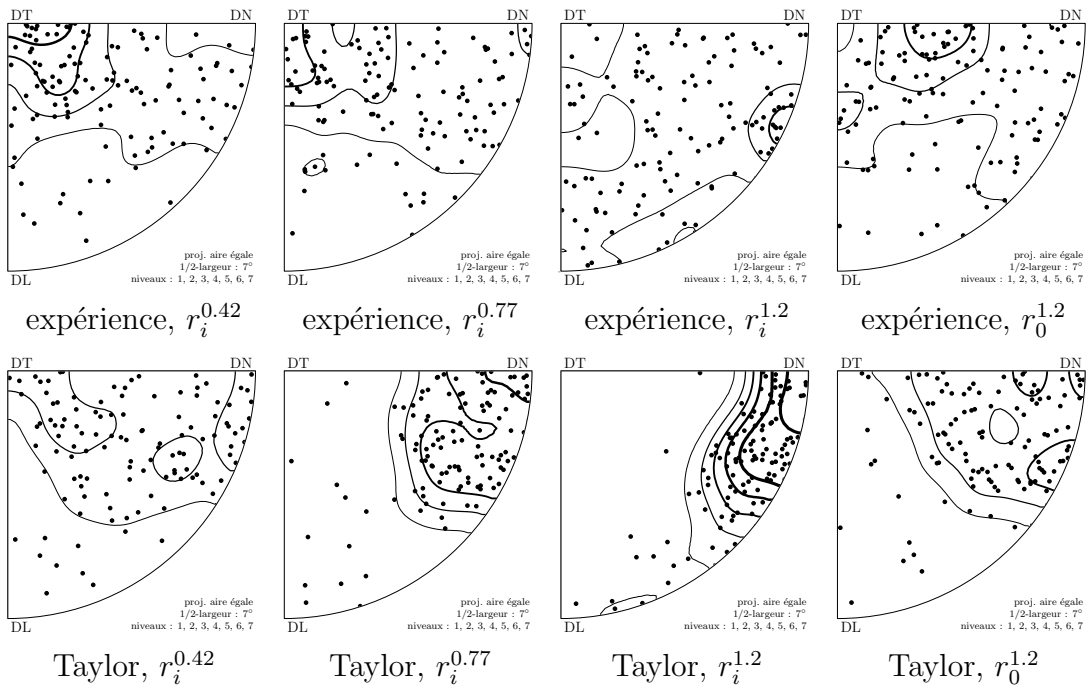


Fig. VI.6 : Axes de rotation expérimentaux et simulés, incrémentaux r_i et totaux $r_0^{1.2}$.

VI.4.3 Chemins de rotation

Les relations entre les angles de rotation successifs sont illustrées sur la figure VI.7, sur laquelle les données expérimentales sont également reproduites. Nous relevons globalement la même tendance dans la simulation que dans l'expérience : les angles de rotation varient largement au cours de la déformation, même s'ils sont davantage liés dans la simulation (coefficients de corrélation linéaire ρ deux fois supérieurs).

Concernant les axes de rotation, leurs variations au cours de la déformation sont décrites comme précédemment, par l'intermédiaire de l'angle α entre axes de rotation successifs. Les distributions de ces angles sont fournies en figure VI.8. Il apparaît que les chemins de rotations simulés sont beaucoup plus réguliers que les chemins expérimentaux : entre les deux premiers incréments de déformation, l'angle α est égal à 27° en moyenne, contre 54° dans l'expérience. Ils n'excèdent pas 65° dans la simulation, contre 162° dans l'expérience. Cette différence se renforce au cours de la déformation : entre le deuxième et le troisième incrément, l'angle α est égal à 17° seulement en moyenne, contre 67° dans l'expérience.

Il découle de ces observations que les rendements des rotation expérimentales et simulées diffèrent sensiblement. Leurs distributions sont représentées sur la figure VI.9. Le rendement moyen dans la simulation est de 86 %, contre 76 % dans l'expérience.

Le modèle RSI fournit des résultats semblables à ceux obtenus avec le modèle de Taylor.

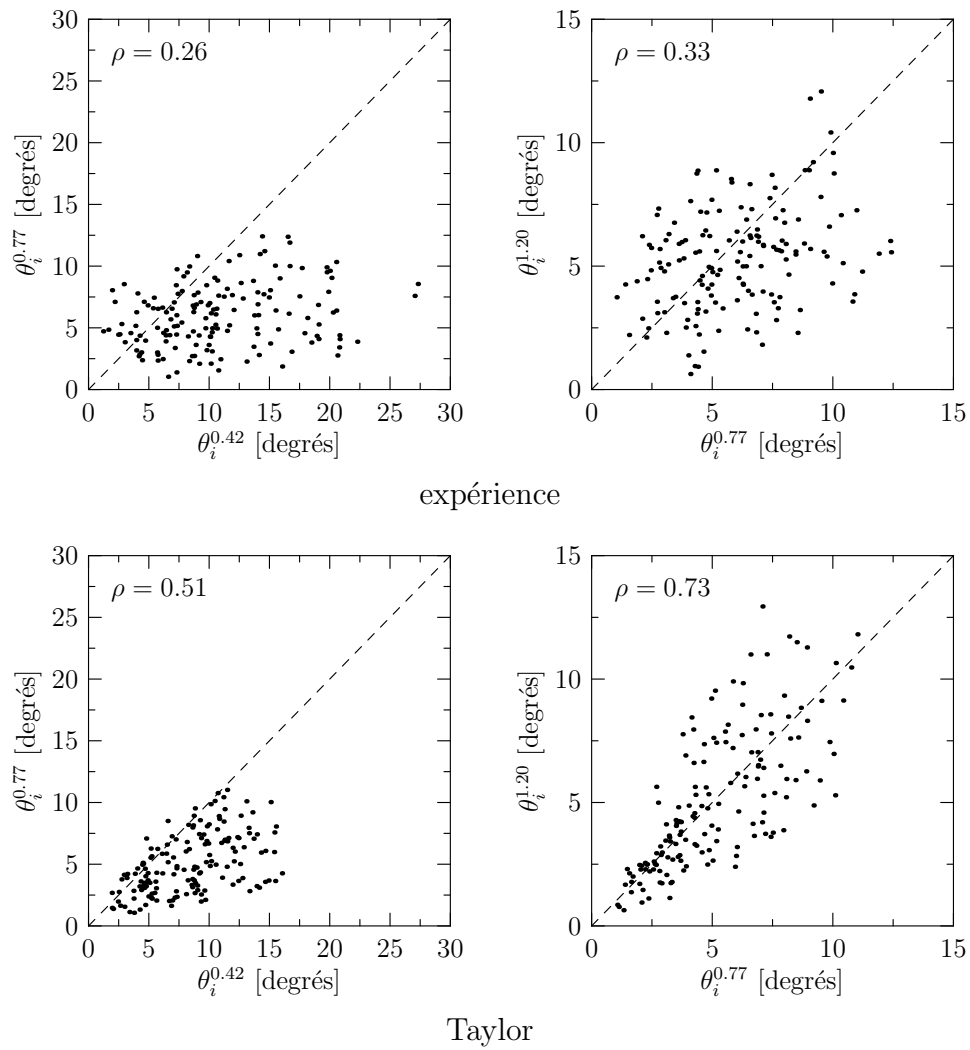


Fig. VI.7 : Chemins de rotation expérimentaux et simulés : corrélations entre les angles de rotation aux incréments de déformation successifs. (ρ : coefficient de corrélation linéaire.)

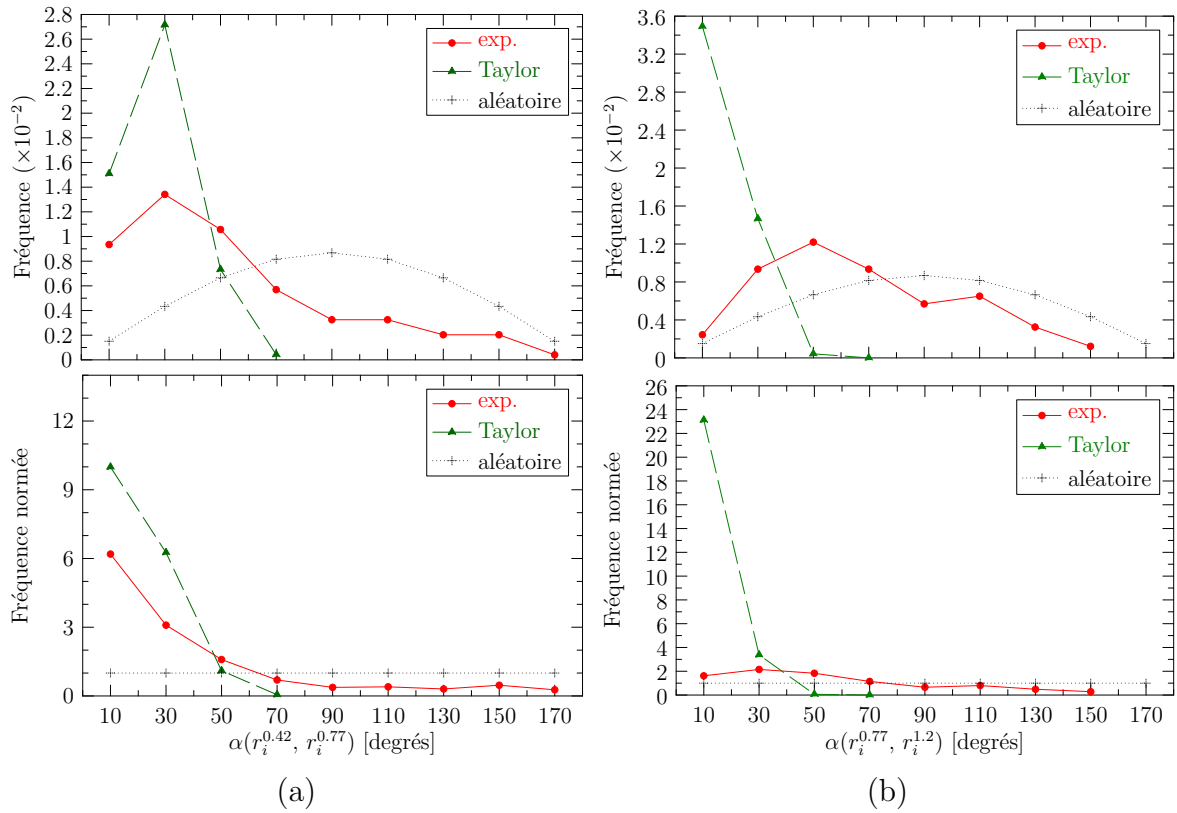


Fig. VI.8 : Chemins de rotation expérimentaux et simulés : corrélations entre les axes de rotation aux incréments de déformation successifs. (a) Premier et deuxième incréments, (b) deuxième et troisième incréments.

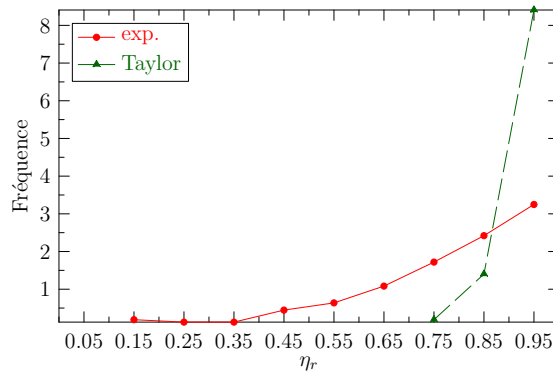


Fig. VI.9 : Chemins de rotation expérimentaux et simulés : rendements de la rotation η_r à $\varepsilon = 1.2$.

VI.5 Comparaison des rotations moyennes grain par grain

Dans cette section, les rotations expérimentales et simulées ne sont plus comparées globalement, en termes de distributions, mais grain par grain. Comme dans la section précédente, les illustrations ne concernent que le modèle de Taylor. Une telle comparaison des rotations requiert que les orientations initiales soient les mêmes : pour un grain donné, nous pouvons comparer les rotations expérimentales et simulées considérées précédemment au premier incrément de déformation, mais pas aux suivants, car les orientations en début d'incrément ne sont plus nécessairement les mêmes. Pour pouvoir mener des comparaisons expérience / simulation aux deuxième et troisième incréments, nous appliquons les modèles aux orientations expérimentales effectives à $\varepsilon = 0.42$ et $\varepsilon = 0.77$.

VI.5.1 Angles et axes de rotation

Les relations entre angles de rotation expérimentaux et simulés sont représentées sur la figure VI.10. Il apparaît une corrélation pauvre, quelque soit l'incrément de déformation. Le modèle RSI modifie les angles de rotation assez peu par rapport au modèle de Taylor : 2° en moyenne (8° maximum), et l'accord avec les angles expérimentaux n'est pas amélioré.

Les corrélations entre axes de rotation expérimentaux et simulés sont représentées sur la figure VI.11. Pour caractériser la corrélation entre les axes, nous utilisons à nouveau l'angle α entre eux. Précédemment, nous appliquions cette mesure à des axes de rotation successifs pour décrire les chemins de rotation ; ici, nous l'appliquons à un incrément de déformation donné, entre les axes de rotation expérimentaux et simulés. Les distributions des angles α présentées en figure VI.11 (a) illustrent une *corrélation entre les axes de rotation expérimentaux et simulés*, les angles α étant préférentiellement distribués aux faibles valeurs. Au premier incrément de déformation, l'erreur est en moyenne de 39° , et elle varie de 3 à 147° . À mesure que la déformation augmente, l'axe de rotation est moins bien prédit, mais cela reste limité : l'angle α moyen est de 46° au deuxième incrément et 48° au troisième.

Le modèle RSI modifie les axes de rotation entre 15 et 20° en moyenne par rapport au modèle de Taylor (65° maximum), selon l'incrément. Cependant, l'accord avec l'expérience n'est pas significativement modifié, les valeurs moyennes de α étant de 38 , 49 puis 53° aux incréments successifs.

La corrélation entre axes de rotation expérimentaux et simulés est également illustrée sous forme d'une cartographie en figure VI.11 (b) pour $\varepsilon = 0.42$ (angle α). Cette représentation met en évidence le fait que les accords (ou désaccords) sont distribués de manière uniforme dans la microstructure, ce qui garantit la validité des résultats expérimentaux. Ce point sera explicité en sous-section VI.7.4.

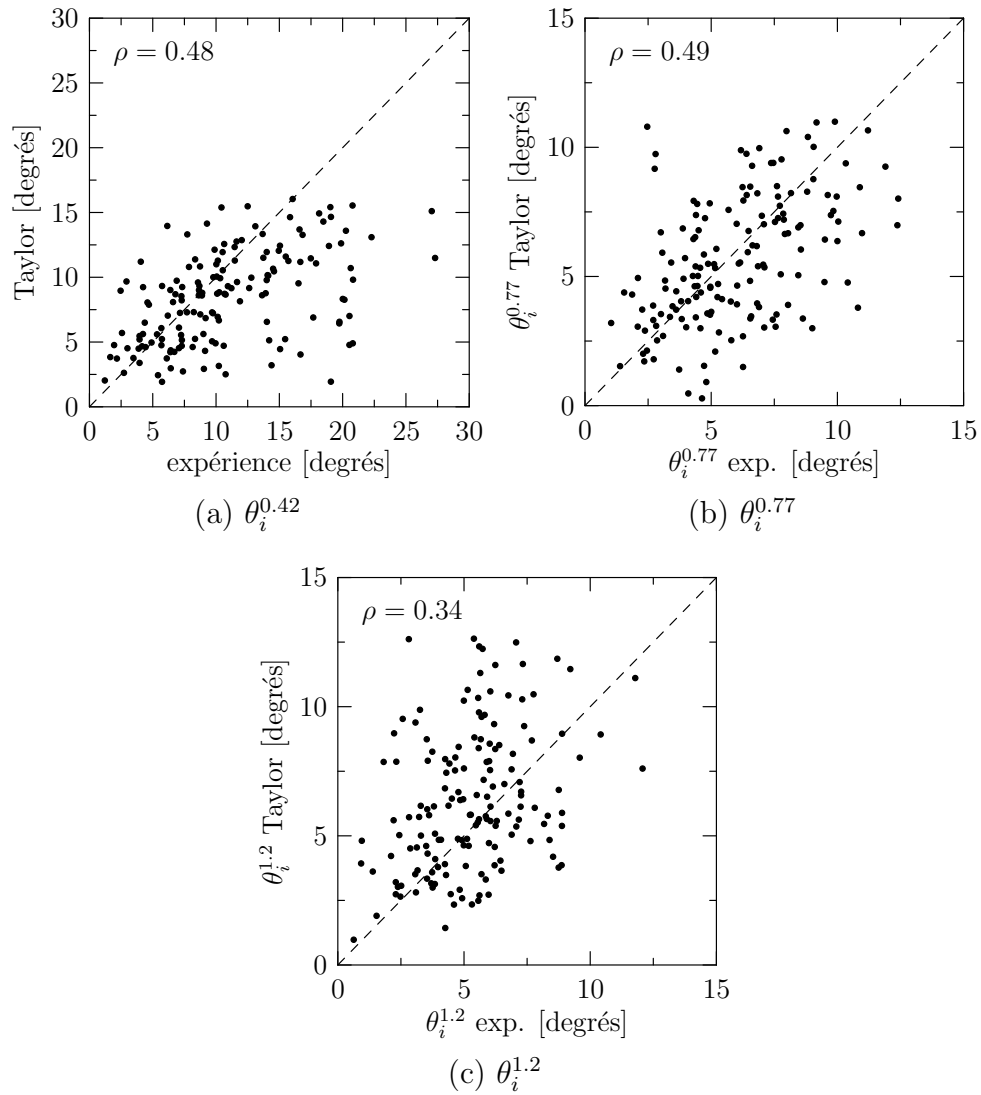
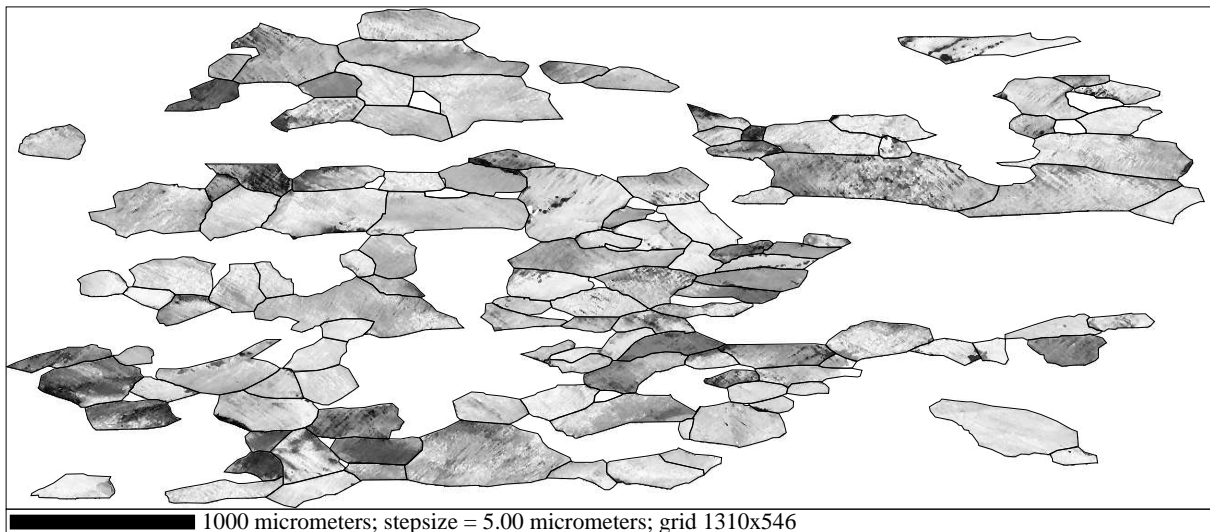
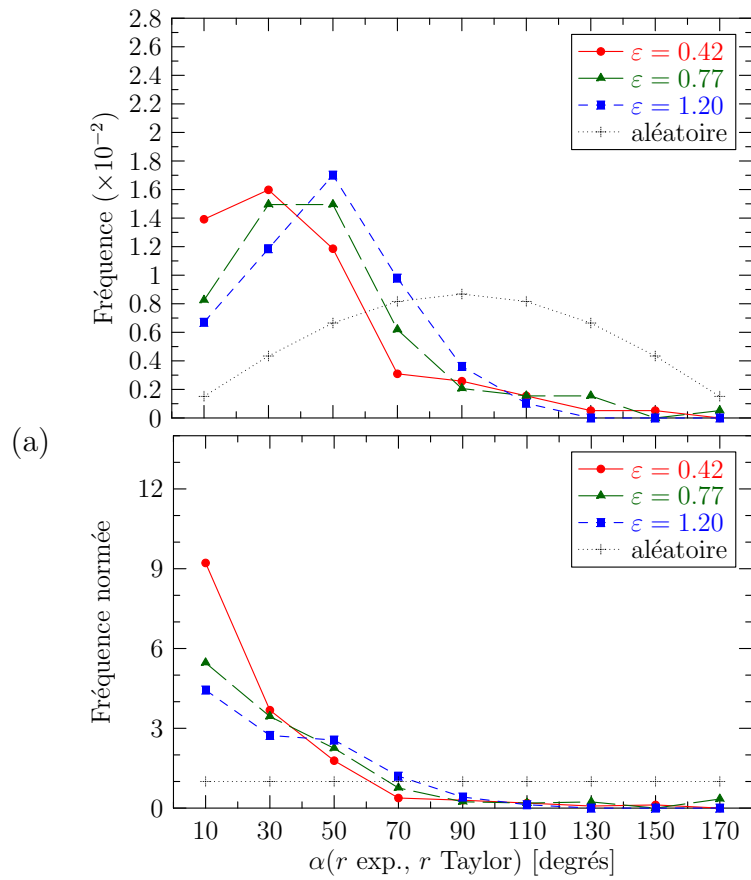


Fig. VI.10 : Corrélation des angles de rotation incrémentaux entre expérience et simulation. (a) $\varepsilon = 0.42$, (b) $\varepsilon = 0.77$ et (c) $\varepsilon = 1.2$.



(b)

Fig. VI.11 : Corrélation des axes de rotation incrémentaux entre expérience et simulation. (a) Distributions des angles α entre axes de rotations successifs, (b) cartographies de α à $\epsilon = 0.42$ (les traits représentent les contours des grains considérés (\mathcal{G}_{u+})).

VI.5.2 Orientation finale

Les orientations à $\varepsilon = 1.2$ expérimentales et simulées sont comparées en considérant les désorientations entre elles. Leur distribution est présentée sur la figure VI.12. Il apparaît que les désorientations peuvent varier assez largement, et elles sont de 12.3° en moyenne (13.5° pour le modèle RSI). Ces désorientations sont à comparer aux amplitudes de rotation moyennes des grains, proches de 18° . Dans l'absolu, ces désorientations sont par exemple suffisantes pour que les composantes de texture finales soient différentes.

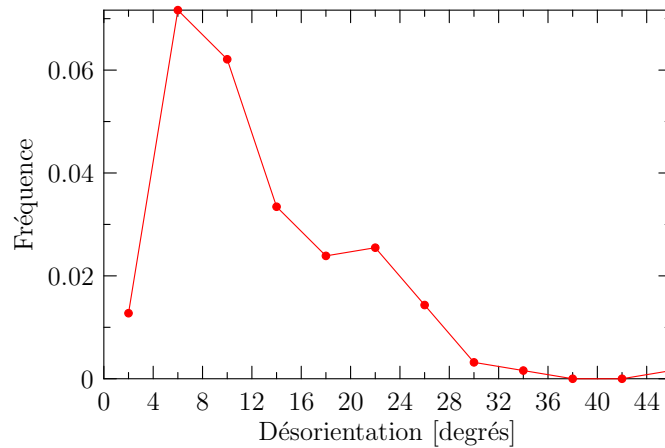


Fig. VI.12 : Corrélation des orientations finales ($\varepsilon = 1.2$) entre expérience et simulation. L'écart entre les orientations finales est décrit par la désorientation entre elles.

VI.5.3 Discussion

*L'accord entre les angles de rotation expérimentaux et simulés par les modèles de Taylor et RSI est très faible. Par contre, les modèles fournissent un accord au premier ordre pour l'axe de rotation : il est prédit par le modèle de Taylor avec 39° d'erreur en moyenne en début de déformation (48° à la fin). Ces conclusions contrastent avec celles rapportées par Panchanadeeswaran *et al.* [13], pour un échantillon déformé en compression plane à 0.5 : « Le modèle [de Taylor] échoue presque complètement pour la prédiction des changements d'orientations mesurés à l'échelle du grain ».*

Le modèle de Taylor, ne produisant qu'une unique rotation pour une orientation donnée, n'est pas en mesure de prédire la variabilité des paramètres de rotation engendrée par l'interaction intergranulaire, et mise en évidence précédemment (section V.6). De ce fait, il ne peut fournir d'accord parfait avec l'expérience. Par exemple, il ne peut fournir d'angle α nul systématiquement, et il est donc inévitable que les orientations finales expérimentales et simulées diffèrent. Il en serait de même pour tout autre modèle pour lequel tous les grains de même orientation ont même rotation, tel que le modèle auto-cohérent, pour lequel les grains interagissent avec un voisinage commun. Par contre, des

modèles prenant en compte les voisinages locaux des grains, tels que le modèle RSI ou les modèles éléments finis, pourraient prédire des rotations correctes pour chacun des grains. Or, les simulations effectuées avec le modèle RSI ne fournissent pas de meilleur accord. Deux sources sont possibles : d'une part, les imperfections du modèle RSI, qui ne prend en compte l'interaction intergranulaire que de manière simplifiée, et, d'autre part, l'hypothèse de microstructure colonnaire. Nous pouvons ici signaler qu'une modélisation par éléments finis complète a été menée pour l'échantillon A, dans le cadre d'une collaboration établie avec le CEMEF (Mines ParisTech). Les rotations expérimentales et simulées ont été comparées selon la même méthode qu'ici. Cette simulation et les résultats obtenus sont présentés en détail en annexe D. Bien qu'une telle approche permette de prendre en compte précisément la microstructure sur la surface d'observation, ainsi que l'interaction intergranulaire, l'accord avec l'expérience est moins bon qu'avec le modèle de Taylor. Ceci peut être imputé à l'hypothèse de microstructure colonnaire : la prise en compte du voisinage sur la surface d'observation est non seulement insuffisante, mais, de plus, elle semble à elle-seule n'apporter aucune information permettant d'améliorer la prédiction des rotations des grains individuels. Ceci rejoint les conclusions de Becker et Panchanadeeswaran, lesquels, à l'issue de leur étude de simulation par éléments finis [54], concluent qu'une modélisation bidimensionnelle est inadaptée, car alors les rotations ont lieu préférentiellement selon la normale au plan considéré. Dans notre étude, les simulations réalisées avec le modèle RSI et par éléments finis ne présentent toutefois pas un tel effet. Enfin, l'influence significative de la morphologie tridimensionnelle de la microstructure (toujours pour une microstructure bidimensionnelle fixée) sur les champs mécaniques a également été mise en évidence par des travaux de simulation [102].

Compte tenu de ces différents éléments, nous ne saurions donc, dans notre étude, expliquer les écarts entre rotations expérimentales et simulées pour des grains considérés individuellement. Dans le contexte du développement des modèles de type Taylor, tels que le modèle RSI, l'objectif principal n'est toutefois pas de savoir reproduire le cas expérimental particulier étudié, mais plutôt d'introduire un effet d'interaction intergranulaire tel que celui mis en évidence à partir des données expérimentales en section V.6. Cela fait l'objet de la section VI.6.

VI.6 Variabilité à orientation constante des rotations

VI.6.1 Rotations moyennes

Les variabilités à orientation constante des rotations expérimentales et simulées peuvent être comparées. Pour les simulations, le nombre de grains traités étant insuffisant pour assurer la représentativité des variabilités calculées, nous employons le cas d'un polycristal comprenant 20000 grains d'orientations aléatoires, représenté par un arrangement d'octaèdres tronqués (voir figure VI.2). Les résultats obtenus sont présentés en figure VI.13.

Pour le modèle de Taylor, puisque la rotation ne dépend que de l'orientation, il est naturel de n'observer aucune variabilité à orientation constante. Le modèle autocohérent produirait le même comportement. Toutefois, une information utile concerne l'allure des courbes : elles convergent en (0, 0) de manière régulière. Ceci assure la validité de l'extrapolation à désorientation nulle adoptée pour le cas expérimental.

Le modèle RSI produit une variabilité : au premier incrément, en moyenne, deux grains de même orientation ont des angles de rotation différents de 14 % et des axes de rotation désorientés de 9°. Ces valeurs peuvent être comparées aux valeurs moyennes, toutes paires de grains confondues : $\overline{\Delta_r\theta} = 54$ % et $\bar{\alpha} = 78^\circ$. Les rapports $\Delta_r\theta/\overline{\Delta_r\theta}$ et $\alpha/\bar{\alpha}$ ont pour valeurs 26 % et 12 %, respectivement. Ces valeurs sont inférieures à celles rencontrées expérimentalement, qui sont proches de 50 %. L'interaction intergranulaire introduite avec le modèle RSI ne permet donc pas de rendre compte complètement de la variabilité des rotations.

VI.6.2 Orientation finale

La variabilité des orientations finales fait l'objet de la figure VI.14. Pour le modèle RSI, elle est de 3.3° en moyenne. Ceci est également inférieur à la valeur expérimentale, égale à 12°.

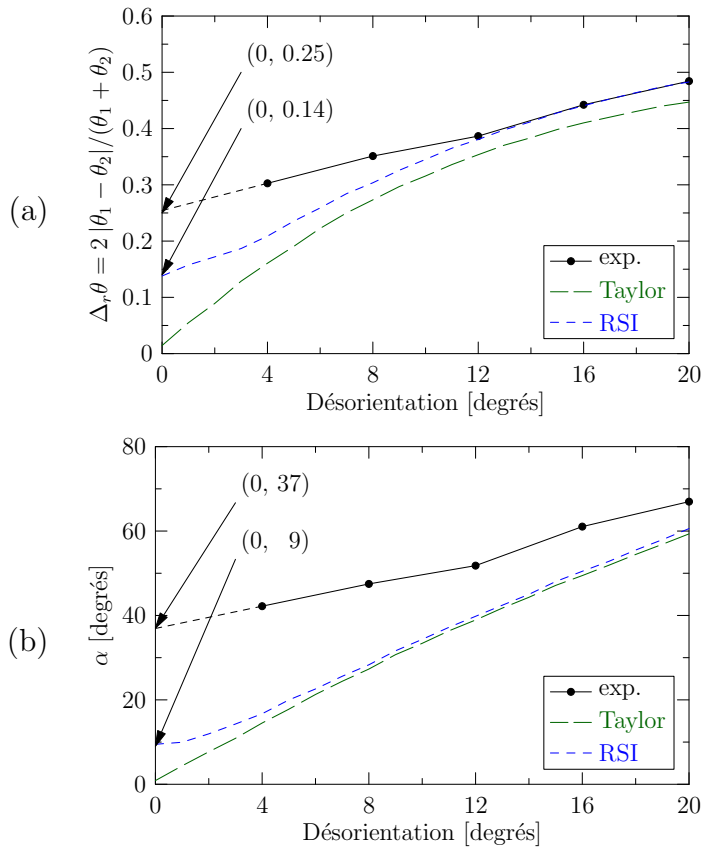


Fig. VI.13 : Variabilité des rotations au premier incrément de déformation : (a) angles de rotation et (b) axes de rotation, dans l'expérience et pour les modèles de Taylor et RSI (voir le corps du texte pour les définitions des paramètres de variabilité $\Delta_r \theta$ et α , et de la désorientation). Les graphiques sont limités aux désorientations entre paires de grains inférieures à 20° .

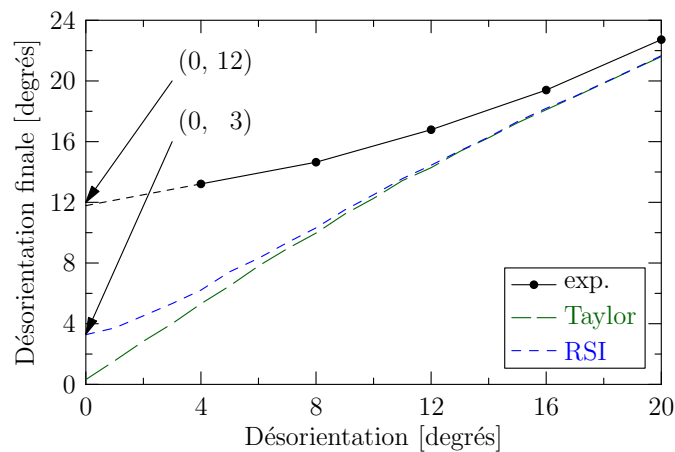


Fig. VI.14 : Variabilité des orientations finales ($\epsilon = 1.2$), dans l'expérience et pour les modèles de Taylor et RSI. Le graphique est limité aux désorientations entre paires de grains inférieures à 20° .

VI.7 Développement de la texture

Nous comparons ici le développement de la macrotecture expérimentale, tel que nous l'avons décrit dans le chapitre V, à ceux obtenus par le modèle de Taylor et le modèle RSI. Ceci comprend d'une part des comparaisons globales, comprenant les mêmes démarches que celles adoptées pour traiter le cas expérimental (section V.7). Nous menons également une comparaison grain par grain, par exemple pour comparer les composantes de textures atteintes en fin de déformation.

VI.7.1 Désorientations par rapport à la fibre β et classification des grains

Les désorientations des grains par rapport à la fibre β sont représentées sur la figure VI.15 – le cas expérimental est rappelé. Les ensembles de grains sont aussi représentés. Ils sont notés $\mathcal{G}_{\#}^{tayl}$ et $\mathcal{G}_{\#}^{RSI}$, pour le modèle de Taylor et le modèle RSI, respectivement. Pour rappel, les ensembles \mathcal{G}_1 contiennent les grains présents dans la fibre β à $\varepsilon = 0$, les ensembles \mathcal{G}_2 les grains y convergeant, les ensembles \mathcal{G}_3 les grains s'en approchant et les ensembles \mathcal{G}_4 les grains s'en éloignant.

Il est à noter que, par définition, les ensembles \mathcal{G}_1 correspondant aux cas expérimentaux et simulés devraient contenir le même nombre de grains. Néanmoins, comme les positions des composantes de textures considérées diffèrent légèrement d'un cas à l'autre, les nombres de grains peuvent différer. Ces effets ne sont que des artefacts et ont peu d'influence sur les tendances mises en évidence.

D'une manière générale, il apparaît que les grains ont tendance à être plus proches de la fibre β dans la simulation que dans l'expérience. Notamment, les nombres de grains s'éloignant de la composante (ensemble \mathcal{G}_4) sont significativement amoindris : 0 pour le modèle de Taylor et 2 pour le modèle RSI, contre 10 expérimentalement. Les grains présents dans la fibre initialement (ensemble \mathcal{G}_1) le restent dans la simulation comme dans l'expérience. Le nombre de grains convergeant dans la composante est significativement plus élevé pour le modèle de Taylor que pour l'expérience : 86 contre 67, et l'on trouve là une première explication au fait que la texture produite par le modèle de Taylor soit plus forte. Pour le modèle RSI, seuls 70 grains convergent dans la fibre, ce qui est proche de l'expérience, et permet également d'expliquer que les intensités de la FDOC soient plus faibles.

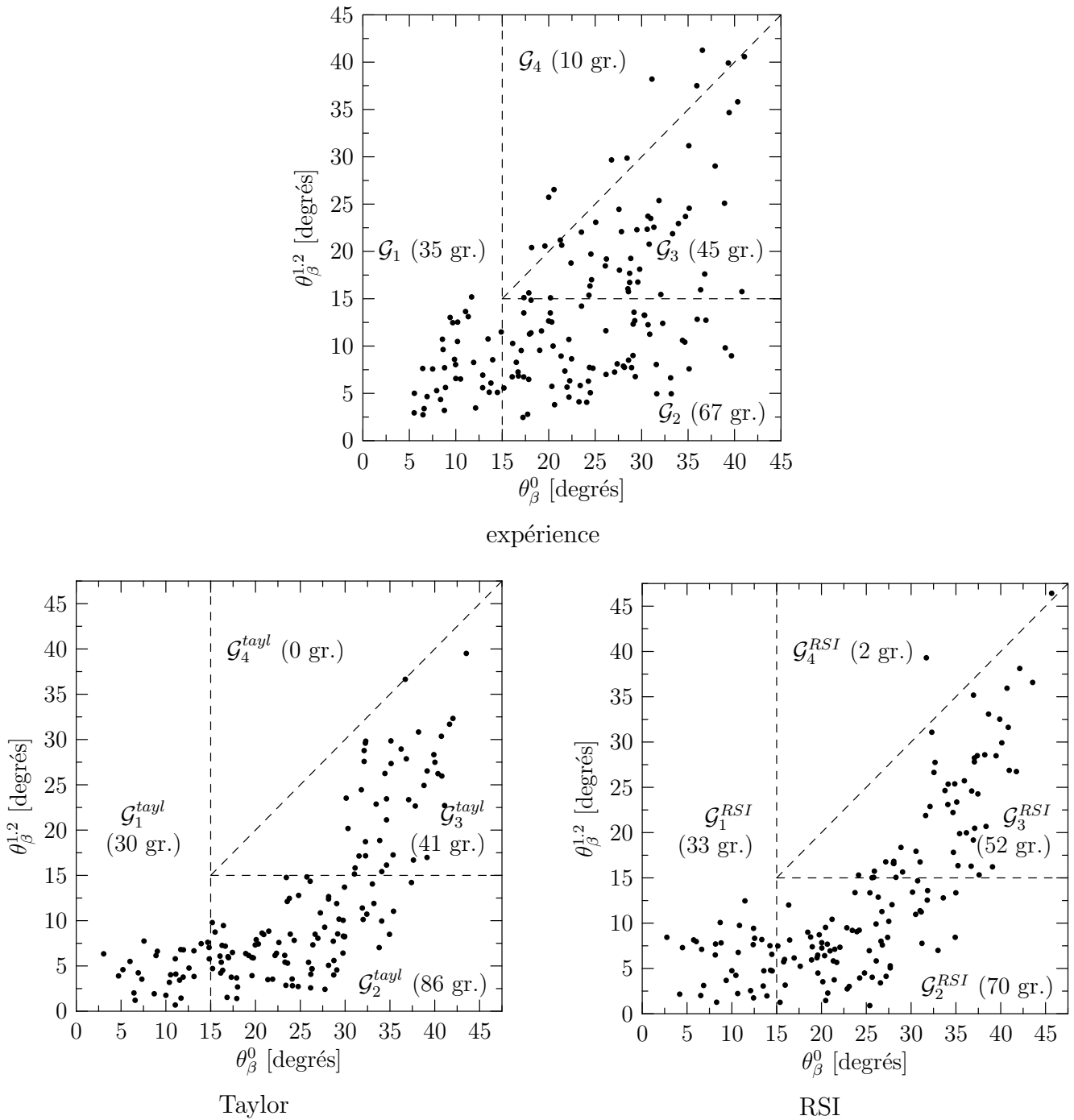


Fig. VI.15 : Désorientations par rapport à la fibre β à $\varepsilon = 0$ et 1.2 pour les modèles de Taylor et RSI (le cas expérimental est rappelé). Corrélations et classification des grains résultante.

VI.7.2 Rotations au sein de la fibre β

Composantes d'appartenance Les composantes d'appartenance des grains sont fournies dans le tableau VI.2. Rappelons que, expérimentalement, les grains restent dans leurs composantes d'origine (seuls 10 % des grains dérogent à cette règle).

Les modèles montrent un comportement commun : les orientations ont tendance à rester près de leurs composantes initiales, mais on note également un transfert des grains initialement Laiton vers la composante S. Ainsi, la composante Laiton est un lieu de stabilité dans l'expérience, mais ne l'est pas pour les modèles.

| Ensemble \mathcal{G}_1 | | Compo. initiale | | |
|--------------------------|--------|-----------------|---|--------|
| | | Laiton | S | Cuivre |
| Nombre total | | 21 | 5 | 4 |
| Compo. finale | Laiton | 17 | 0 | 0 |
| | S | 4 | 4 | 0 |
| | Cuivre | 0 | 1 | 4 |
| | Autres | 0 | 0 | 0 |

Taylor

| Ensemble \mathcal{G}_1 | | Compo. initiale | | |
|--------------------------|--------|-----------------|---|--------|
| | | Laiton | S | Cuivre |
| Nombre total | | 21 | 6 | 6 |
| Compo. finale | Laiton | 16 | 0 | 0 |
| | S | 5 | 5 | 0 |
| | Cuivre | 0 | 1 | 6 |
| | Autres | 0 | 0 | 0 |

RSI

Tab. VI.2 : Stabilité des orientations initialement dans la fibre β : composantes initiales ($\varepsilon = 0$) et finales ($\varepsilon = 1.2$). Cas des modèles de Taylor et RSI.

Rotations au sein même des composantes Les évolutions des désorientations par rapport aux composantes initiales sont représentées sur la figure VI.16, pour les modèles de Taylor et RSI. Les tendances globales sont les mêmes pour les deux modèles,

- La composante S est stable, comme dans l'expérience. Les grains s'en approchent systématiquement au cours de la déformation. On note seulement une exception, pour un grain rejoignant Cuivre. Ce grain étant exclu, la désorientation moyenne par rapport à la composante, proche de 10.5° à $\varepsilon = 0$, atteint 3° à $\varepsilon = 1.2$ pour le modèle de Taylor et 4° pour le modèle RSI.
- Les grains Laiton ont également tendance à s'approcher de la composante, mais pas systématiquement, ce qui est également en accord avec l'expérience, même si

le nombre de grains quittant la composante est plus élevé. Pour les deux modèles, quelques grains rejoignent la composante S tout en restant relativement proches de Laiton ($< 15^\circ$). Ces grains étant exclus, la désorientation moyenne par rapport à la composante, proche de 10.6° à $\varepsilon = 0$ atteint 5.5° à $\varepsilon = 1.2$ pour le modèle de Taylor et 6.8° pour le modèle RSI.

- Les grains Cuivre s’approchent systématiquement de la composante, ce qui est opposé au cas expérimental. La désorientation moyenne par rapport à la composante, égale à 9° à $\varepsilon = 0$ atteint 2.7° à $\varepsilon = 1.2$ pour le modèle de Taylor et 3.8° pour le modèle RSI.

La différence majeure entre les simulations et l’expérience est le comportement de la composante Cuivre, qui est beaucoup plus stable dans les simulations. Il apparaît de plus, d’une manière générale, que les orientations ont tendance à s’approcher bien plus de la composante idéale dans les simulations que dans l’expérience, où les désorientations moyennes finales étaient de 8, 6 et 11° pour Laiton, S et Cuivre, respectivement. Le modèle RSI apporte ici une amélioration par rapport au modèle de Taylor, en augmentant légèrement les désorientations.

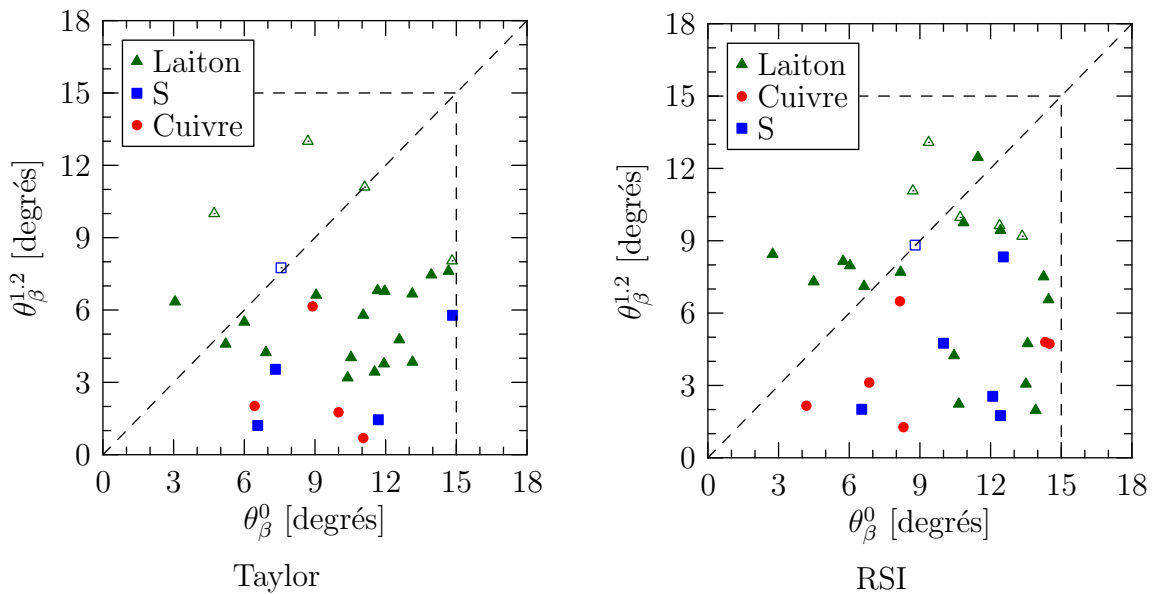


Fig. VI.16 : Stabilité des orientations initialement dans la fibre β : désorientations par rapport à la composante initiale à $\varepsilon = 0$ et $\varepsilon = 1.2$. Les symboles ouverts représentent le cas de grains ayant atteint une autre composante. Cas des modèles de Taylor et RSI.

VI.7.3 Enrichissement de la fibre β

Les provenances des grains ayant convergé dans les différentes composantes sont précisées dans le tableau VI.3, pour les modèles de Taylor et RSI.

Pour le modèle de Taylor, il apparaît que les orientations tendent vers la composante la plus proche dans 57 % des cas, contre 66 % dans l'expérience. On relève de plus des différences selon les composantes, mettant en jeu des mécanismes d'interaction entre composantes assez francs,

- Pour la composante Laiton, 2/3 des grains convergent dans la composante. Le reste des grains rejoignent S.
- Les composantes S et Cuivre partagent à parts égales leurs voisinages.

Ces interactions diffèrent du cas expérimental : tout d'abord, les grains initialement plutôt proches de Laiton, mais n'y convergeant pas, rejoignent systématiquement S, alors qu'ils étaient partagés entre S et Cuivre expérimentalement. De plus, la composante S partage près de la moitié de ses grains avec Cuivre alors qu'elle les conservait expérimentalement. Enfin, la composante Cuivre partage moins d'orientations avec S que dans le cas expérimental. Le défaut de composante Laiton dans la texture prédite est donc dû à une « fuite » d'orientations vers S, et l'excès de Cuivre à une interaction avec S trop en faveur de Cuivre.

Pour ce qui est du modèle RSI, le comportement de la composante S est grandement amélioré puisque comme dans le cas expérimental, les grains de son voisinage convergent très majoritairement dans la composante. Par contre, le voisinage de Cuivre converge plus systématiquement encore dans la composante, ce qui lui permet de se maintenir.

Nous pouvons de plus noter que, comme pour le cas expérimental, ces observations sont en accord avec les comportements relevés pour les rotations au sein de la fibre. Ici, il s'agit d'une « fuite » de grains Laiton vers la composante S, et d'une composante Cuivre forte.

| Ensemble \mathcal{G}_2 | | Compo. initiale la plus proche | | |
|--------------------------|--------|--------------------------------|----|--------|
| | | Laiton | S | Cuivre |
| Nombre total | | 33 | 30 | 23 |
| Compo. finale | Laiton | 21 | 3 | 0 |
| | S | 12 | 15 | 10 |
| | Cuivre | 0 | 12 | 13 |

Taylor

| Ensemble \mathcal{G}_2 | | Compo. initiale la plus proche | | |
|--------------------------|--------|--------------------------------|----|--------|
| | | Laiton | S | Cuivre |
| Nombre total | | 24 | 22 | 24 |
| Compo. finale | Laiton | 16 | 0 | 0 |
| | S | 8 | 19 | 9 |
| | Cuivre | 0 | 3 | 15 |

RSI

Tab. VI.3 : Convergence des orientations dans la fibre β : provenance des grains ayant convergé dans les différentes composantes (en termes de composante la plus proche). Cas des modèles de Taylor et RSI.

VI.7.4 Relations entre composantes expérimentales et simulées

Pour chaque grain, les composantes atteintes à $\varepsilon = 1.2$ expérimentalement et dans les simulations sont comparées, pour déterminer si les modèles peuvent prédire les composantes correctes pour les grains individuels. Les données obtenues pour le modèle de Taylor et le modèle RSI sont fournies dans les tableaux VI.4. Pour chaque couple de composante initiale et finale expérimentales sont précisées les composantes finales prédites.

Nous pouvons tout d'abord noter que le modèle de Taylor prédit la composante finale correcte pour 59 % des grains. De plus, il apparaît que pour chaque couple composante initiale / composante finale, le modèle prédit préférentiellement la composante finale correcte. Les autres cas causent les différences de répartition entre les composantes, et il apparaît que les composantes S et Cuivre sont le plus souvent privilégiées dans la simulation.

Le modèle RSI fournit sur ce point de moins bonnes prédictions : la composante finale correcte est atteinte pour 53 % des grains. Ceci est vérifié d'une manière générale, pour toutes les composantes, hormis pour les grains Autres à $\varepsilon = 0$ et à $\varepsilon = 1.2$.

Les composantes finales expérimentales et obtenues par le modèle de Taylor sont comparées de la même manière sur la figure VI.17. En complément des informations fournies précédemment, il apparaît que les grains pour lesquels les composantes sont différentes

sont distribués de manière uniforme au sein de la microstructure : aucune hétérogénéité à l'échelle de l'échantillon n'apparaît. Ce point confirme que les effets du frottement sur les rotations sont de second ordre, car dans le cas contraire, ils auraient conduit à des désaccords localisés préférentiellement aux extrémités de la zone d'étude – lieux de cisaillement maximal. Ceci conforte la validité de l'expérience et des comparaisons aux simulations menées.

| | | Compo. initiale | | | |
|------------------|------------|--------------------------------------------------------|------------------------------------------------------|----------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------|
| | | Laiton (L) | S | Cuivre (C) | Autres (A) |
| Compo. finale | Laiton (L) | $\frac{\text{total : 24}}{20 \text{ L, } 4 \text{ S}}$ | $\frac{\text{total : 1}}{1 \text{ S}}$ | néant | $\frac{\text{total : 17}}{11 \text{ L, } 3 \text{ S, } 3 \text{ A}}$ |
| | S | néant | $\frac{\text{total : 6}}{4 \text{ S, } 2 \text{ C}}$ | $\frac{\text{total : 1}}{1 \text{ C}}$ | $\frac{\text{total : 37}}{17 \text{ S, } 3 \text{ L, } 9 \text{ C, } 8 \text{ A}}$ |
| | Cuivre (C) | néant | néant | $\frac{\text{total : 2}}{2 \text{ C}}$ | $\frac{\text{total : 13}}{10 \text{ C, } 1 \text{ S, } 2 \text{ A}}$ |
| | Autres (A) | $\frac{\text{total : 1}}{1 \text{ S}}$ | néant | néant | $\frac{\text{total : 55}}{28 \text{ A, } 7 \text{ L, } 14 \text{ S, } 6 \text{ C}}$ |

Taylor

| | | Compo. initiale | | | |
|------------------|------------|---------------------------------------------------------|------------------------------------------------------|----------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------|
| | | Laiton (L) | S | Cuivre (C) | Autres (A) |
| Compo. finale | Laiton (L) | $\frac{\text{total : 24}}{13 \text{ L, } 11 \text{ S}}$ | $\frac{\text{total : 1}}{1 \text{ S}}$ | néant | $\frac{\text{total : 17}}{8 \text{ L, } 6 \text{ S, } 3 \text{ A}}$ |
| | S | néant | $\frac{\text{total : 6}}{5 \text{ S, } 1 \text{ C}}$ | $\frac{\text{total : 1}}{1 \text{ C}}$ | $\frac{\text{total : 37}}{13 \text{ S, } 1 \text{ L, } 9 \text{ C, } 14 \text{ A}}$ |
| | Cuivre (C) | néant | néant | $\frac{\text{total : 2}}{2 \text{ C}}$ | $\frac{\text{total : 13}}{8 \text{ C, } 2 \text{ S, } 3 \text{ A}}$ |
| | Autres (A) | $\frac{\text{total : 1}}{1 \text{ S}}$ | néant | néant | $\frac{\text{total : 55}}{34 \text{ A, } 5 \text{ L, } 13 \text{ S, } 3 \text{ C}}$ |

RSI

Tab. VI.4 : Comparaison des composantes finales des grains dans l'expérience et la simulation. Pour chaque couple composante initiale / composante finale expérimentale, sont indiquées les composantes finales prédites par les modèles.

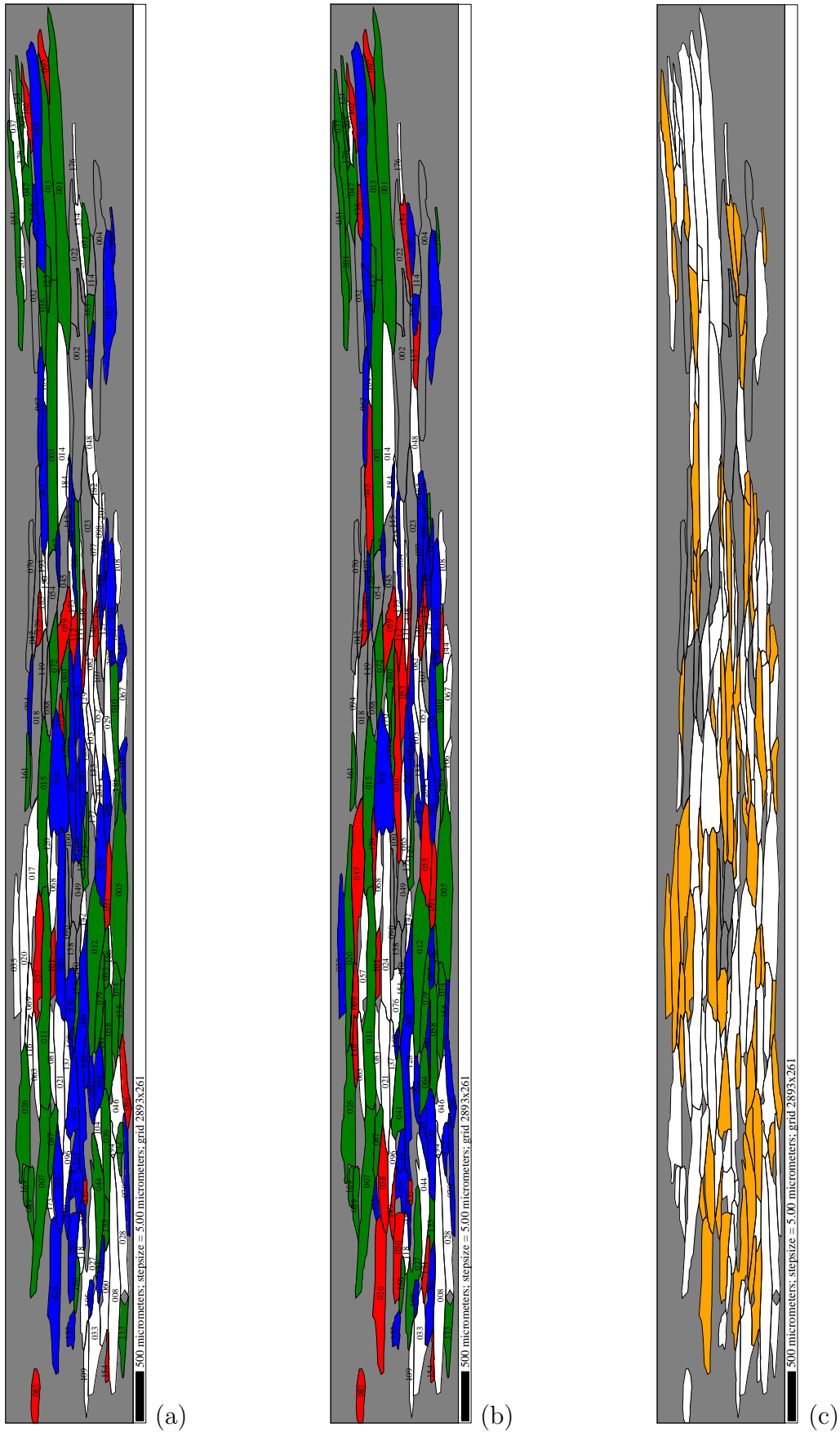


Fig. VI.17 : Comparaison des composantes finales des grains : (a) expérience et (b) Taylor. Chaque grain est représenté par son orientation moyenne. Code de couleur : Cuivre en rouge, Laiton en vert, S en bleu et Autres en blanc. Les grains pour lesquels il y a un désaccord sont représentés en orange sur la figure (c).

VI.7.5 Modes de convergence dans la fibre β

Les convergences des orientations dans la fibre β (ensemble \mathcal{G}_2) sont comparées. Seul le modèle de Taylor fait l'objet des illustrations, car le modèle RSI fournit des résultats proches.

a) Angles de rotation

La figure VI.18 présente les distributions des angles de rotation pour les différents ensembles \mathcal{G}_i^{taylor} . Les distributions correspondant à tous les grains, \mathcal{G}_u , sont rappelées ici.

Comme dans l'expérience, les différentes familles présentent des comportements différents. Pour rappel, les moyennes des angles de rotation sont de 8, 6 puis 5° pour l'ensemble des grains. Pour les différentes familles, en moyenne nous pouvons remarquer que,

- Les grains initialement présents dans la fibre β (\mathcal{G}_1) tournent peu (5, 3 puis 2°).
- Les grains convergeant dans la fibre β (\mathcal{G}_2) tournent le plus aux deux premiers incréments (10, 7 puis 4°).
- Les autres grains, convergeant vers la fibre β (\mathcal{G}_3), tournent moyennement en début de déformation et le plus ensuite (3 fois 6°).

Les comportements des deux premières familles est commun avec le comportement expérimental. Par contre, les grains n'ayant pas atteint la fibre β en fin de déformation se comportent différemment : dans l'expérience, ils conservent des angles de rotation moyens alors qu'ils tendent à augmenter dans la simulation. Ceci tend à signifier que ces grains subissent l'attraction de la fibre β .

b) Axes de rotation

Les distributions des axes de rotation aux différents incréments, et totaux, sont représentées sur la figure VI.19. Les distributions de ensembles \mathcal{G}_{u+} sont rappelées, et nous distinguons ensuite les grains convergeant dans la fibre β (\mathcal{G}_2) dans autres ($\mathcal{G}_{u+} - \mathcal{G}_2$).

Globalement, il apparaît que, contrairement à l'expérience, non seulement les grains convergeant vers la fibre ont des axes de rotation privilégiés, mais aussi les autres grains. Les grains convergeant vers la fibre (\mathcal{G}_2) montrent un comportement qualitativement identique au comportement expérimental, à savoir une transition de DT à DL+DN, mais elle est ici bien plus prononcée. Concernant les autres grains, lesquels avaient des axes de rotation « aléatoires » expérimentalement, il apparaît qu'ils ont une distribution initialement dans tout l'espace avec une concentration autour de DN. Cette concentration en DN devient de plus en plus intense à mesure que la déformation augmente. Ceci est dû, d'une part, aux grains se rapprochant de la fibre, et d'autre part, aux grains se déplaçant dans la fibre, entre Laiton et S.

c) Chemins de rotation

Les chemins de rotation des différents ensembles \mathcal{G}_i sont représentés sur les figures VI.20, VI.21 et VI.22. Les distributions globales (\mathcal{G}_u) sont rappelées.

Concernant les angles de rotation, alors qu'il n'avait été mis en évidence aucune corrélation apparente entre incréments successifs pour l'expérience, il apparaît ici que les grains des différentes familles ont des rotations plus régulières, notamment entre le deuxième et le troisième incrément.

Pour ce qui est des axes et des rendements de rotation, les différents ensembles montrent des comportements semblables, à savoir une régularité prononcée (davantage que dans l'expérience). Pour les grains convergeant dans la composante ou s'en approchant (\mathcal{G}_2 et \mathcal{G}_3), le comportement est qualitativement proche du comportement expérimental : les rotations sont assez régulières. Par contre, les grains initialement au sein de la fibre ont des rotations également très régulières dans la simulation, alors qu'elles sont irrégulières expérimentalement : rendement moyen de 94 % contre 63 % expérimentalement.

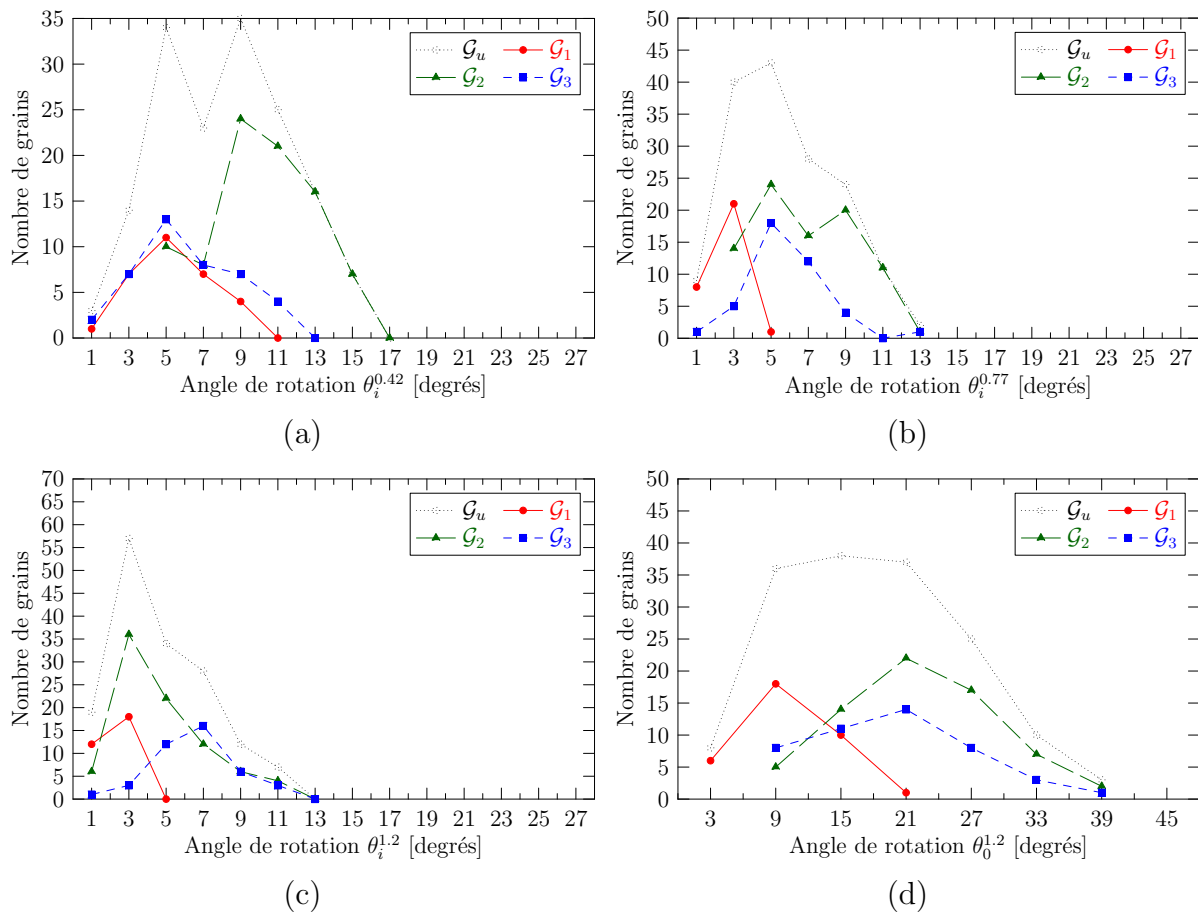


Fig. VI.18 : Angles de rotation des grains des ensembles \mathcal{G}_i , pour le modèle de Taylor. (a-c) Incrémentaux, (d) par rapport à l'état initial, à $\varepsilon = 1.2$.

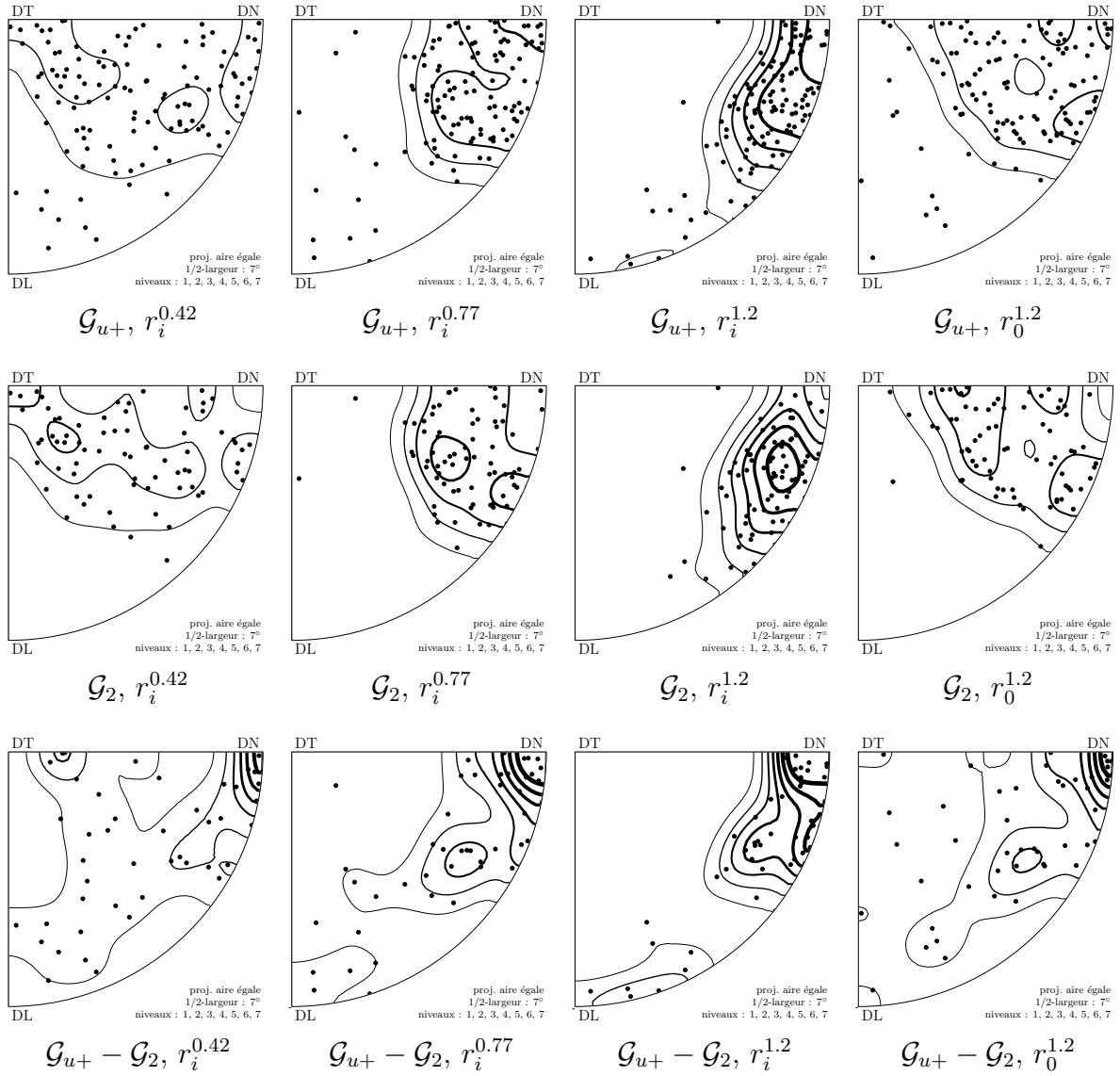


Fig. VI.19 : Axes de rotation des grains des ensembles \mathcal{G}_i , pour le modèle de Taylor.

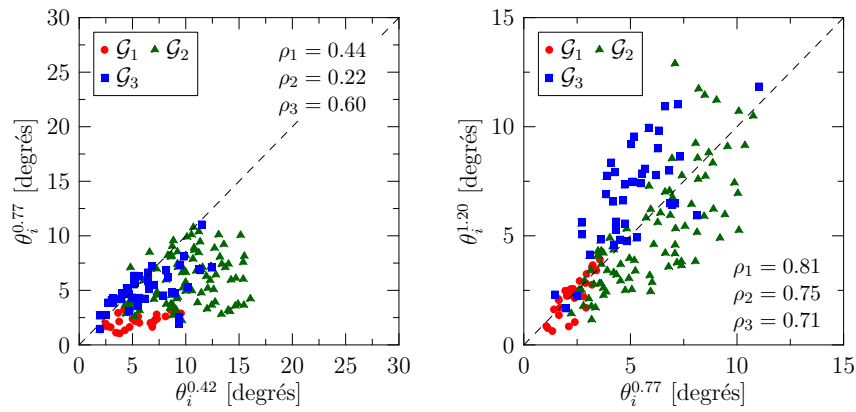


Fig. VI.20 : Corrélation entre angles de rotation successifs des ensembles \mathcal{G}_i ; modèle de Taylor.

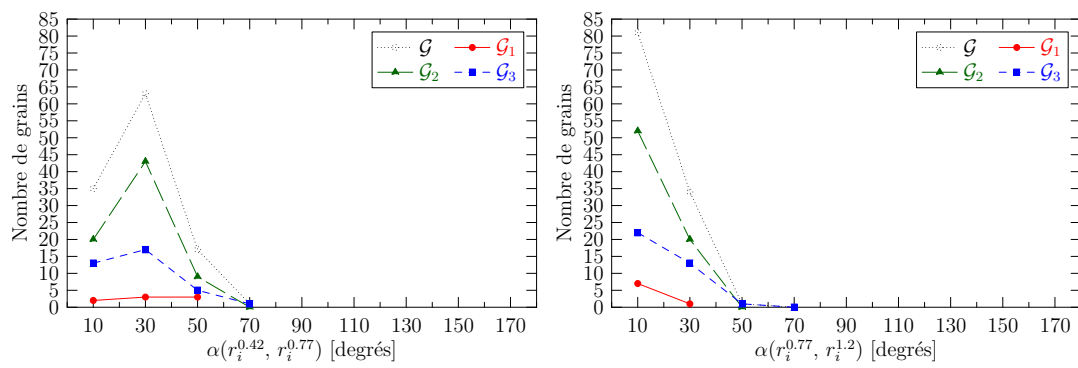


Fig. VI.21 : Corrélation entre axes de rot. successifs des ensembles \mathcal{G}_i ; mod. de Taylor.

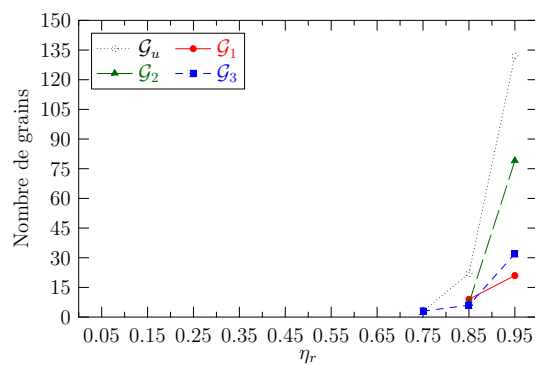


Fig. VI.22 : Rendements de rotation η_r des grains des ensembles \mathcal{G}_i ; modèle de Taylor.

d) Convergence dans la composante

Les désorientations par rapport aux composantes finales, θ_c et leurs évolutions aux incréments successifs, θ_{ci} , sont représentées sur la figure VI.23. Comme dans le cas expérimental, il apparaît que la convergence est régulière, les cas où les grains s'éloignent de la composante étant anecdotiques. Les résultats obtenus avec le modèle RSI sont semblables.

Les distributions des rendements de convergence η_c expérimentaux et simulés, calculés à $\varepsilon = 1.2$, sont représentées sur la figure VI.24. (Comme pour le cas expérimental, les rendements aux différentes déformations sont semblables.) Le rendement est supérieur dans la simulation : 86 % en moyenne (85 % pour RSI) contre 78 % dans l'expérience. Dans la simulation, les grains tournent donc plus directement vers les composantes. Ceci explique que malgré des rotations totales proches de celles expérimentales ($\theta_0^{1.2}$), les grains tendent finalement à être plus proches des composantes, et donc que la texture est plus forte.

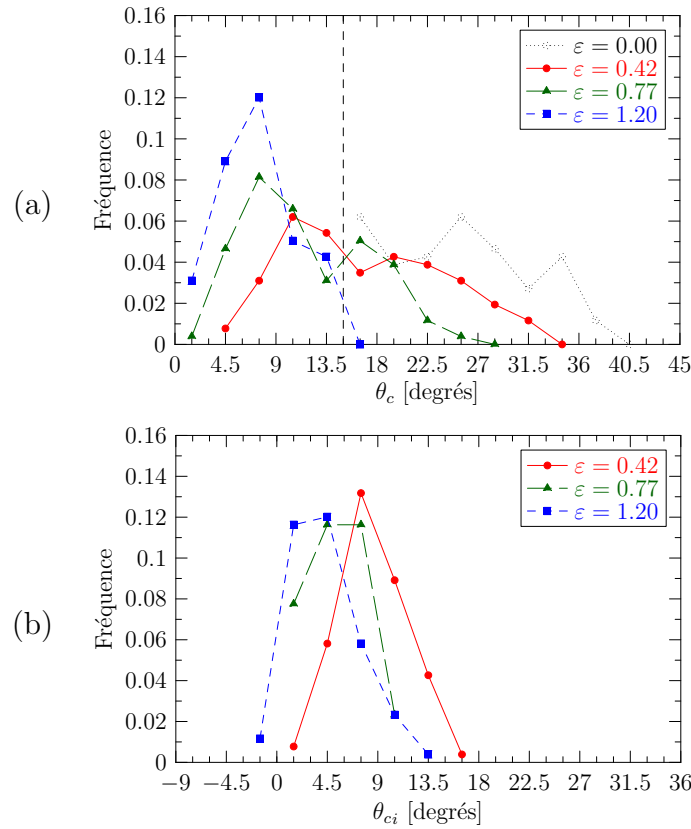


Fig. VI.23 : Évolution des désorientations par rapport à la composante finale en fonction de la déformation (ensemble \mathcal{G}_2). (a) Désorientations et (b) incréments de désorientation (voir le corps du texte pour la définition de θ_{ci}). Modèle de Taylor.

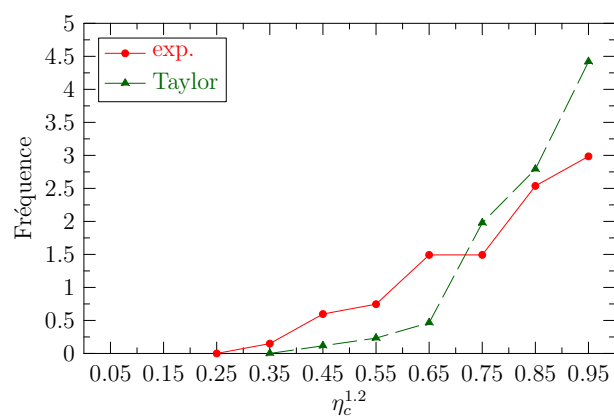


Fig. VI.24 : Rendements de convergence dans les composantes de textures η_c (ensemble \mathcal{G}_2). Voir le corps du texte pour la définition de η_c .

VI.8 Synthèse et Discussion

Les rotations moyennes expérimentales de 123 grains ont été comparées aux rotations prédites par des modèles standards : Taylor et autocohérent, ainsi qu'un modèle intégrant une interaction intergranulaire locale : le modèle RSI. Les comparaisons sont menées globalement, sur l'ensemble des grains, puis grain par grain. Les modes de développement des macrotextures sont également comparés. Certains résultats sont confrontés à ceux issus de l'étude de Panchanadeeswaran *et al.* [13] pour une compression plane à chaud de 0.5, et à ceux de Winther *et al.* [99] pour une traction à froid de 6 %.

Les *macrotextures* prédites par le modèle de Taylor et le modèle autocohérent sont plus intenses que la macrotexture expérimentale. Dans l'expérience, les intensités de la FDOC pour les composantes Laiton, S et Cuivre sont de : 9, 9 et 3, respectivement. Pour le modèle de Taylor, elles sont de 11, 17 et 11, et, pour le modèle autocohérent, de 10, 12 et 17. De telles surestimations sont caractéristiques et couramment rencontrées [51, 52]. Le modèle RSI permet de réduire significativement l'intensité de la FDOC, avec des valeurs de 8, 13 et 10, sans pour autant atteindre les valeurs expérimentales. Le modèle autocohérent, fournissant des résultats moins en accord avec l'expérience que le modèle de Taylor, n'est pas considéré par la suite.

Les *rotations moyennes* produites par les modèles de Taylor et RSI présentent sensiblement les mêmes propriétés. Ci-après, nous ne traitons que du modèle de Taylor. D'une manière générale, les angles de rotation incrémentaux sont sous-estimés : ils sont de 8, 5.8 puis 4.7° contre 10.3, 6.8 puis 4.9° expérimentalement, ce qui représente un écart de 25 % en début de déformation, confirmant les observations de Panchanadeeswaran *et al.* et de Winther *et al.*

Les axes de rotation simulés présentent des distributions comparables à celles expérimentales, avec une transition de DT à DL+DN au cours de la déformation, mais celle-ci est beaucoup plus prononcée. Les chemins de rotation simulés diffèrent de ceux expérimentaux. Alors que la tendance est la même pour les angles de rotation, à savoir qu'ils varient largement au cours de la déformation, les axes de rotation sont moins changeants dans la simulation : entre le premier et le second incrément, ils varient en moyenne de 27° contre 54° dans l'expérience. Entre le deuxième et le troisième incrément, ces angles sont portés à 17 et 65°, respectivement. Il en résulte que les rendements de rotation sont supérieurs dans la simulation : 86 % contre 76 % expérimentalement.

Comme l'ont souligné Panchanadeeswaran *et al.* à l'issue de leur étude, le fait que les rotations simulées soient inférieures aux rotations expérimentales est a priori surprenant compte tenu du fait que les textures simulées se développent plus rapidement. Toutefois, nous mettons ici en évidence que les rotations simulées sont par contre plus régulières au cours de la déformation, et finalement les rotations simulées et expérimentales par rapport à l'état initial, à $\varepsilon = 1.2$, sont très proches (environ 18°). À cette déformation, l'effet de la sous-estimation des angles de rotation dans la simulation est donc annihilé, et ne peut justifier aucune différence entre les macrotextures expérimentales et simulées.

Les *rotations moyennes* sont également comparées *grain par grain* afin d'évaluer la capacité des modèles à prédire les rotations de grains individuels. Pour l'angle de rotation, la corrélation est relativement faible (coefficient de corrélation $\simeq 0.5$ aux deux premiers incréments, $\simeq 0.3$ au dernier). Pour l'axe de rotation, il apparaît que les modèles fournissent un accord au premier ordre : l'erreur moyenne est de 39° au premier incrément (48° au dernier). Enfin, les orientations finales ($\varepsilon = 1.2$) sont prédites à 12° près en moyenne. Ces observations peuvent être comparées à celles des études précédentes, et plus spécifiquement à celles de Panchanadeeswaran *et al.* [13], selon lesquelles « Le modèle [de Taylor] échoue presque complètement pour la prédiction des changements d'orientations mesurés à l'échelle du grain. Le modèle ne prédit pas les grandes rotations observées. Pour seulement 9 des 58 grains, le modèle est en accord – sur le fait que ces grains tournent peu. Dans tous les autres cas, les rotations observées et prédites sont différentes en termes d'amplitude et de direction. ». Au contraire, nous observons dans cette étude que le modèle de Taylor permet de prédire les axes de rotation avec une précision de 39° . Nous pensons que le désaccord constaté par Panchanadeeswaran *et al.* peut être dû à l'importante composante de cisaillement « accidentelle » subie par l'échantillon en plus de la déformation de compression plane appliquée, ainsi qu'aux incertitudes sur les mesures des orientations des grains et sur la détermination de leurs moyennes [13].

Par contre, le modèle de Taylor, pour lequel la rotation ne dépend que de l'orientation, ne peut prédire la variabilité des rotations provoquée par l'interaction intergranulaire, et, par conséquent, ne peut fournir d'accord parfait avec l'expérience. Il en serait de même pour le modèle autocohérent. Le modèle RSI, bien que prenant en compte la microstructure dans la surface d'observation, ne permet pas d'améliorer ces prédictions. Il en est de même pour une modélisation par éléments finis, bien que permettant d'assurer complètement l'équilibre mécanique via des champs mécaniques et d'orientations hétérogènes. Ceci peut être attribué à l'hypothèse de microstructure colonnaire.

Ceci permet de préciser le cadre d'application de notre étude de suivi de grains dans un échantillon tranché. Elle permet l'analyse des comportements collectifs des grains : angles et axes de rotation, etc., en termes de moyenne ou de distribution, mais elle n'est pas adaptée à l'étude des grains un par un : en effet, l'interaction intergranulaire, dont l'effet sur les rotations a été mis en évidence précédemment, ne peut être étudié via les voisinages des grains observés sur la surface d'observation. Pour ce type d'études, il est donc préférable de considérer des « polycristaux 2D », dont la morphologie peut être complètement connue (voir chapitre I).

La *variabilité à orientation constante* des rotations peut également être comparée, pour l'expérience et les simulations. Le modèle de Taylor ne produit aucune variabilité puisque les rotations ne dépendent que de l'orientation. Le modèle RSI permet de produire une certaine variabilité, mais elle est moins prononcée que dans l'expérience. Au premier incrément de déformation, la variabilité des angles de rotation est de 14 % contre 25 % expérimentalement, et la variabilité des axes de rotation de 9° contre 37° expérimentalement. L'interaction intergranulaire telle que prise en compte dans le modèle

n'affecte donc pas suffisamment les rotations des grains. Nous pouvons notamment noter que l'interaction entre grains voisins est considérée globalement dans le modèle RSI, via la « contrainte caractéristique du voisinage », alors qu'elle se manifeste également localement dans l'expérience (voir sous-section V.4.2). Une autre source de variabilité peut être l'écroûissage, qui, se développant différemment dans des grains de mêmes orientations, mais de voisinage différents (puisque leurs déformations sont différentes), pourrait alors produire des rotations d'autant plus différentes. En tout cas, la variabilité à orientation constante des rotations paraît être une caractéristique importante, et sa sous-estimation par les modèles semble pouvoir justifier le fait que les rotations des grains soient moins variées (distributions des angles et axes de rotation) et plus régulières (rendements de rotation).

Le *développement de la texture* peut être comparé pour l'expérience et les deux modèles. Avec le modèle de Taylor, le nombre de grains convergeant dans la fibre β est surestimé : 86 contre 67 expérimentalement. Il apparaît de plus que les grains tendent à être significativement plus proches de l'orientation idéale de la composante, ce qui accroît d'autant plus l'intensité de la FDOC. Avec le modèle RSI, le nombre de grains convergeant est significativement réduit : 70, ce qui est proche de l'expérience, et explique que la texture soit moins prononcée.

Les répartitions finales des grains entre composantes peuvent être rattachées à des interactions entre composantes au cours de la déformation. Expérimentalement, très peu d'échanges de grains entre composantes ont été relevés, et la composante Cuivre s'avère peu stable. Avec le modèle de Taylor, on note au contraire un transfert d'orientation de Laiton à S au sein même de la fibre β , alors que la composante Cuivre est particulièrement stable. Ces phénomènes sont aussi présents concernant les grains convergeant dans la fibre β , et sont responsables des différences entre les répartitions expérimentales et simulées.

Les *composantes de textures* expérimentales et simulées peuvent également être comparées *grain par grain* (comme précédemment, pour les rotations), afin d'évaluer la capacité des modèles à prédire la composante finale de grains individuels. Une telle comparaison n'a pas été menée dans les travaux précédents (notamment ceux de Panchanadeeswaran *et al.*) du fait de taux de déformation insuffisants. Il apparaît que la composante correcte est prédite par le modèle de Taylor dans 59 % des cas, et dans les cas contraires, les composantes S et Cuivre sont favorisées, ce qui cause la différence de répartition finale. Le modèle RSI, alors qu'il permet de réduire l'intensité de la texture, a un effet néfaste sur la composante finale pour les grains individuels, l'accord étant réduit à 53 % en moyenne, ce qui est une nouvelle fois dû à l'hypothèse de microstructure colonnaire.

Enfin, les modes de convergence des orientations dans les composantes diffèrent. Dans la simulation, les grains tournent plus directement vers les composantes : le rendement moyen de convergence est de 86 % contre 78 % expérimentalement. Ceci justifie que les orientations soient plus proches des composantes à $\varepsilon = 1.2$, et donc que la texture soit plus intense.

En conclusion, pour la première fois, les rotations d'un nombre significatif de grains dans un polycristal en grande déformation ont été comparées quantitativement aux rotations prédites par des modèles. Il apparaît principalement que, contrairement aux conclusions émises par Panchanadeeswaran *et al.* [13] à l'issue d'une étude similaire, le modèle de Taylor permet, dans une certaine mesure, de prédire les rotations de grains individuels. Cela est particulièrement vrai pour l'axe de rotation, et la composante finale est correctement prédite pour 59 % des grains. Pour l'étude et la création de nouveaux modèles, les descriptions des rotations proposées ouvrent la possibilité de mener des comparaisons expérience / simulation beaucoup plus instructives que par la seule étude des macrotextures. Parmi elles, la variabilité à orientation constante, absente avec le modèle de Taylor et insuffisamment prise en compte dans le modèle RSI, semble constituer une piste d'étude importante.

Chapitre -VII-

Conclusion générale

VII.1 Résumé du mémoire

La *revue bibliographique*, présentée en chapitre I, a permis de présenter l'état de l'art concernant les textures de déformation et leurs modélisations. Les performances des modèles, intégrant l'interaction intergranulaire selon différentes hypothèses et agissant sur le comportement des grains individuels, sont généralement évaluées en comparant les textures expérimentales et simulées. Cette approche est relativement pauvre, car l'effet de l'interaction n'est évalué que globalement. Au contraire, le suivi expérimental des rotations de grains individuels au sein d'un polycristal permet une évaluation des modèles directement à cette échelle. De telles études, requérant la mise en œuvre de protocoles expérimentaux précautionneux, sont peu nombreuses, mais aussi peu satisfaisantes, soit du fait de l'expérience elle-même, soit des conditions d'application, soit des posttraitements des résultats, toujours qualitatifs. Elles conduisent de plus à des conclusions divergentes.

L'*approche expérimentale* adoptée est détaillée dans le chapitre II, et nous la nommons « suivi de microtextures ». Elle consiste au suivi de grains par EBSD dans un « échantillon tranché » déformé en compression plane. L'échantillon est constitué de deux parties accolées selon la direction transverse, ce qui permet d'observer les grains sur la surface médiane ainsi créée, au cœur du polycristal. Une surface initialement de 4×4 mm a ainsi été analysée aux déformations de 0, 0.42, 0.77 et 1.2, avec un pas de $5 \mu\text{m}$. 176 grains ont été suivis. Des caractérisations ont également été effectuées à l'échelle des sous-grains.

Les *outils mathématiques* utiles à l'étude des microtextures sont décrits, en parallèle, dans le chapitre III. Nous traitons principalement des outils nécessaires à la description des rotations des grains, ce qui comprend des outils standards (description d'orientations, calcul de désorientations), mais aussi des outils plus avancés (moyenne d'orientations, description de dispersions d'orientations). Leur implémentation au cours de cette thèse a

fait l'objet de la création d'une librairie informatique documentée et librement utilisable : `orilib` [83].

L'approche expérimentale a fait l'objet de *validations* présentées au chapitre IV. Cela permet en premier lieu de vérifier que les conditions de déformation de l'échantillon sont satisfaisantes, et notamment que la microstructure de déformation n'est pas affectée (absence de recristallisation). Il s'agit également d'évaluer en quoi le suivi de grains sur une « surface interne » de l'échantillon peut influencer l'analyse des orientations des grains, et leurs rotations. Il apparaît que les mesures d'orientations elles-mêmes sont peu affectées, et que le suivi sur une telle surface ne semble modifier significativement ni les macrotextures, ni les rotations moyennes des grains, ni leurs champs intragranulaires.

Les *rotations des grains individuels* ont été étudiées dans le chapitre V, par l'intermédiaire de descriptions quantitatives. La fragmentation ne touchant que très peu de grains, les rotations peuvent généralement être décrites par les rotations moyennes et les dispersions intragranulaires. Les rotations moyennes sont étudiées en terme d'angle, d'axe, par rapport à l'état initial ou pour chaque incrément. Nous mettons ainsi en évidence des rotations largement différentes selon les grains, d'angles ayant tendance à diminuer au cours de la déformation, et d'axes changeants. Les dispersions intragranulaires se développent rapidement en début de déformation, puis se stabilisent, et les hétérogénéités des champs de désorientation intragranulaires sont rattachées aux mécanismes d'accommodation des déformations locales.

Une méthode permettant de caractériser l'effet causé par l'interaction intergranulaire sur les rotations des grains est proposée : la « variabilité à orientation constante » des rotations est déterminée en moyenne sur l'espace des orientations. Il apparaît ainsi qu'en début de déformation, deux grains de mêmes orientations mais de voisinages différents ont en moyenne des angles de rotation différents de 26 %, et des axes de rotation différents d'environ 37°. Ces variabilités sont provoquées par l'interaction intergranulaire. En fin de déformation, deux grains de mêmes orientations initiales, mais de voisinages différents, sont désorientés en moyenne de 12°.

Concernant le développement de la macrotexture, il apparaît que les grains convergent régulièrement vers les composantes finales qu'ils rejoignent, et tendent à y rester. Ils convergent préférentiellement vers la composante la plus proche, sauf pour la composante Cuivre, pour laquelle les grains convergent vers S, ce qui justifie la texture finale obtenue.

Les rotations des grains individuels sont comparées aux *rotations simulées* dans le chapitre VI. Les modèles considérés sont le modèle de Taylor, le modèle autocohérent et le modèle RSI. Une modélisation éléments finis est également appliquée à une partie de l'étude. Le modèle autocohérent, ne produisant pas de meilleurs résultats que le modèle de Taylor pour les macrotextures, n'est pas considéré dans la suite de l'étude. En accord avec ce qui est couramment observé, la texture simulée avec le modèle de Taylor est trop intense et les intensités des composantes de textures sont mal réparties. Le modèle RSI permet de réduire l'intensité de la texture, mais n'améliore pas la répartition des compo-

santes. Ces faits sont étudiés à partir des rotations des grains individuels.

Concernant le modèle de Taylor, il apparaît qu'il fournit un faible accord pour les angles de rotation, qui tendent, de plus, à être sous-estimés. Par contre, le modèle de Taylor fournit un accord au premier ordre pour les axes de rotation, qui sont prédits à 39° près en moyenne. Les rotations simulées sont plus régulières que les rotations expérimentales. Le modèle RSI ne fournit ici pas de meilleurs résultats, tout comme le modèle éléments finis, ce qui semble indiquer que la seule prise en compte du voisinage des grains sur la surface d'observation n'est pas suffisante pour rendre compte de l'interaction entre voisins. La variabilité à orientation constante des rotations ne peut pas être reproduite par le modèle de Taylor. Le modèle RSI permet d'en rendre compte, mais de manière insuffisante. Cette caractéristique des rotations paraît centrale, car elle peut justifier les différences générales entre les rotations expérimentales et simulées.

L'étude du développement des textures met en évidence plusieurs comportements différents dans les simulations. Pour le modèle de Taylor, le nombre de grains convergeant dans la fibre β est surestimé, et les grains sont trop proches des composantes. Le modèle RSI permet d'atteindre le nombre expérimental de grains dans la fibre β , mais agit peu sur les distances aux composantes. Ceci explique les différences d'intensités moyennes des textures expérimentale et simulées. Les répartitions entre composantes expérimentales et simulées sont différentes. La simulation met en jeu une fuite d'orientations de Laiton vers S, absente expérimentalement. De plus, la composante Cuivre est particulièrement stable, alors qu'elle l'était peu expérimentalement. Malgré cela, le modèle de Taylor fournit la composante correcte dans 59 % des cas. Du fait de la méconnaissance du voisinage effectif des grains, l'accord obtenu avec le modèle RSI est de 53 % seulement.

En conclusion, l'étude proposée de « suivi de microtextures » contribue largement à définir une nouvelle approche de développement des modèles, consistant non plus à étudier uniquement les macrottextures, mais, de manière beaucoup plus instructive, à considérer également les rotations des grains individuels, considérées collectivement. Contrairement à ce qui a été conclu dans les études précédentes concernant de grandes déformations [12, 13, 54], les modèles existants, et notamment le modèle de Taylor, prédisent des rotations comparables aux rotations expérimentales. Le développement de modèles dérivés semble donc tout à fait valide. Il apparaît que le modèle RSI permet, par rapport au modèle de Taylor, d'améliorer les prédictions en réduisant l'intensité de la texture, mais pas la répartition entre composantes. Les propriétés des rotations elles-mêmes sont toutefois trop peu modifiées. Les développements futurs devraient s'appuyer sur ces observations.

VII.2 Perspectives

Les perspectives de cette étude de « suivi de microtextures » sont multiples. Hormis une meilleure prise en compte de l'interaction intergranulaire, mentionnée précédemment, nous pouvons relever les points suivants.

Ajustement du comportement du cristal. Certains paramètres du comportement du cristal peuvent être difficiles à identifier expérimentalement. À chaud, c'est par exemple le cas des cissions résolues critiques relatives des différentes familles de systèmes de glissement. Leurs valeurs sont le plus souvent ajustées par comparaison des microtextures expérimentales et simulées [17]. Cette méthode inverse pourrait être appliquée aux paramètres des rotations. Alors que les effets de l'interaction intergranulaire peuvent être mesurés via la variabilité des rotations, le comportement du cristal peut être ajusté via l'angle α moyen entre les axes de rotation expérimentaux et simulés. Une valeur de 0 ne sera jamais obtenue (du fait de la variabilité des rotations), mais une minimisation permettrait a priori d'obtenir un comportement de cristal plus précis.

Évolution des sous-structures. Notre méthode est également applicable à l'étude des sous-structures. Des cartographies ont été réalisées sur une même zone de surface d'environ 1 mm^2 aux déformations de 0.42, 0.77 et 1.2 (voir exemple en figure V.17). L'orientation spatiale des alignements, dont l'origine est très discutée [99, 100], ne peut être pris en compte directement, mais pourrait l'être après caractérisation du relief de la surface. Une autre approche peut être de comparer les alignements de sous-grains et les traces des plans de glissement parfois visibles à la surface de l'échantillon. Les sous-structures peuvent également être étudiées sous d'autres aspects : désorientations des sous-joints, bandes primaires et secondaires, etc. [100].

Hétérogénéités de déformation. Les champs de déformation au sein du polycristal pourraient être déterminés, certes de manière incomplète, par dérivation des champs de déplacement observés sur la surface interne. Cela permettrait des comparaisons aux hétérogénéités de déformation obtenues dans les simulations. Les champs de déplacements hors plan peuvent être déterminés par interférométrie optique comme nous l'avons réalisé pour l'échantillon A (voir figure IV.4). Les champs de déplacements dans le plan pourraient être déterminés par méthode des grilles, appliquées préférentiellement au second demi-échantillon en cas d'analyse EBSD sur le premier.

Étude locale des rotations des grains. Notre étude de suivi de 176 grains est satisfaisante pour l'analyse de comportements moyennés sur l'espace des orientations, ou de larges sous-ensembles. Un raffinement de notre étude serait de mener des analyses pour

chaque orientation (avec un petit intervalle de tolérance) des rotations et de leurs variabilités. Ceci nécessiterait de disposer de plusieurs grains de même orientation, et donc d'un grand nombre de grains total. Par exemple, l'analyse de 10000 grains permettrait d'obtenir 15 grains par orientation avec une tolérance de 5° . Au-delà des contraintes expérimentales, il deviendrait obligatoire de développer une méthode de relevé des grains automatique (ou semi-automatique) après déformation. Ce dernier point constitue d'ailleurs une perspective en lui-même pour réduire la pénibilité des relevés (réalisés manuellement).

Étude d'autres phénomènes thermomécaniques. La recristallisation après déformation constitue une première étude possible, et des essais de validation ont d'ores et déjà été réalisés. L'échantillon A a été soumis, après déformation, à un traitement thermique de recristallisation. Le demi-échantillon a été porté à 500°C pendant 60 s, puis 110 s supplémentaires, sans protection particulière, mais sous flux d'argon, puis trempé. La couche d'oxyde présente à la surface, potentiellement problématique pour l'analyse EBSD, de 2 à 4 nm à température ambiante, n'est guère plus épaisse à haute température (4 à 8 nm à 500°C) [103]. La cartographie obtenue est présentée en figure VII.1 et est à comparer à celle présentée en figure B.2 (c). La microstructure est presque totalement recristallisée. L'objectif serait plutôt d'étudier la germination de la recristallisation ; ce test de validation n'est donc (scientifiquement) pas concluant, et il serait nécessaire d'optimiser le traitement thermique.

La restauration après déformation à froid peut également être étudiée, et des premiers essais ont aussi été réalisés (thèse en cours de A. Albou [67]).

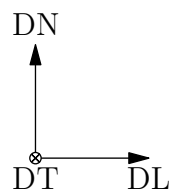
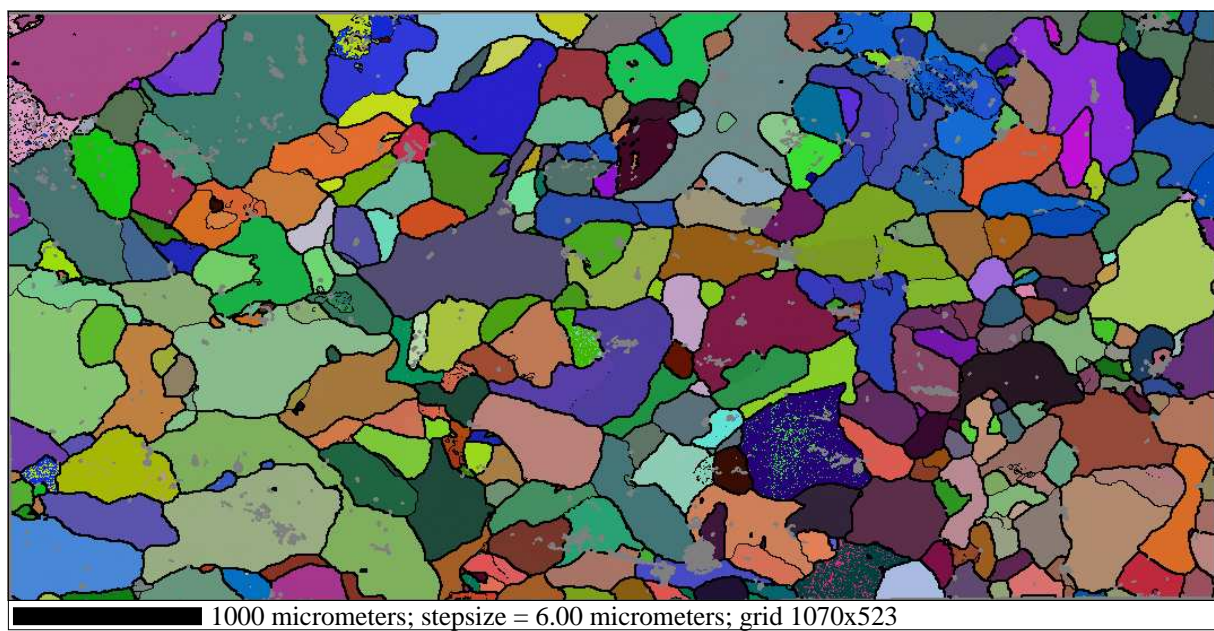


Fig. VII.1 : Analyse de la recristallisation après déformation : essai sur l'échantillon A. Cartographies selon vecteur de Rodrigues. Les contours représentent les désorientations locales (épais $> 15^\circ$, fin $> 5^\circ$). La microstructure, presque complètement recristallisée, peut être caractérisée avec succès par EBSD.

Annexe -A-

Description d'orientations : compléments

Sommaire

| | | |
|------------|---------------------------------------------------------------------|------------|
| A.1 | Descripteurs basés sur les systèmes de coordonnées | 190 |
| A.1.1 | Matrice de rotation | 190 |
| A.1.2 | Indices de Miller | 190 |
| A.1.3 | Figure de pôles | 192 |
| A.1.4 | Figure de pôles inverse | 193 |
| A.2 | Descripteur basé sur trois rotations successives | 194 |
| A.2.1 | Angles d'Euler | 194 |
| A.3 | Quel descripteur pour quelle application? | 196 |
| A.3.1 | Description et représentation graphique d'orientations. | 196 |
| A.3.2 | Description d'orientations idéales. | 197 |
| A.3.3 | Description de désorientations. | 197 |
| A.3.4 | Manipulation de rotations et d'orientations. | 197 |
| A.3.5 | En résumé... | 198 |
| A.4 | Opérateurs de symétrie cubique | 198 |
| A.4.1 | Matrices de rotation | 198 |
| A.4.2 | Quaternions | 199 |

Nous fournissons ici une description des outils de description d'orientations autres que ceux présentés en chapitre III, ainsi que quelques éléments sur les modes d'utilisation et intérêts respectifs des différents descripteurs.

A.1 Descripteurs basés sur les systèmes de coordonnées

Ce premier ensemble de descripteurs s'appuie sur la description des directions de vecteurs du SdC du cristal. La matrice de rotation décrit complètement les directions de ses vecteurs de base, les indices de Miller se limitent à un plan et une direction, alors que la figure de pôles considère une famille de plans (par exemple $\{100\}$ ou $\{111\}$) et représentent leurs normales sur un plan de projection.

A.1.1 Matrice de rotation

La matrice de rotation est le descripteur d'orientations le plus « élémentaire », du fait de son lien direct avec les SdC. Elle est notée g et définie comme suit,

$$\begin{pmatrix} X_c \\ Y_c \\ Z_c \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} g_{11} & g_{12} & g_{13} \\ g_{21} & g_{22} & g_{23} \\ g_{31} & g_{32} & g_{33} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} X_s \\ Y_s \\ Z_s \end{pmatrix} \quad (\text{A.1})$$

Par construction, ses lignes contiennent les coordonnées des vecteurs du SdC du cristal dans le SdC de référence, et, de manière similaire, ses colonnes contiennent les coordonnées des vecteurs du SdC de référence dans le SdC du cristal. Comme les SdC de référence et du cristal sont orthonormés directs, g est orthonormée et a pour déterminant $+1$.

Ainsi, bien que g contienne neuf valeurs, trois peuvent suffire à la définir de façon unique.

A.1.2 Indices de Miller

En science des matériaux, les orientations particulières, telles les composantes de texture, sont souvent décrites par les indices de Miller [104]. Elles sont alors dénommées *orientations idéales*. Les indices de Miller sont notés $(hkl) [uvw]$, où h, k, l, u, v et w sont des entiers. Par définition, (hkl) est le plan coïncident avec le plan de normale Z_s et $[uvw]$ est la direction parallèle à X_s , voir figure A.1. Dans le cas d'une compression plane ou du laminage, ce sont les plan et direction de laminage.

La conversion d'indices de Miller en matrice de rotation est,

$$g = \begin{pmatrix} u/n & (kw - lv)/mn & h/m \\ v/n & (lu - hw)/mn & k/m \\ w/n & (hv - ku)/mn & l/m \end{pmatrix} \text{ avec } \begin{cases} m & = \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \\ n & = \sqrt{u^2 + v^2 + w^2} \end{cases} \quad (\text{A.2})$$

La conversion inverse n'est pas directe, et aucun auteur n'a décrit précisément de méthode systématique à notre connaissance. Le principe général est que (hkl) et $[uvw]$ sont obtenus à partir des dernière et première colonnes de g , respectivement. Ils sont calculés tous deux en multipliant la colonne de la matrice par un facteur adéquat et en l'arrondissant ensuite pour obtenir des nombres entiers.

Il résulte différentes possibilités pour les indices de Miller $(hkl) [uvw]$, qui, d'une part, doivent être aussi faibles que possible, et d'autre part, doivent décrire une orientation aussi proche que possible de l'orientation originelle. De plus, (hkl) et $[uvw]$ doivent être orthogonaux. L'approche que nous utilisons pour choisir la meilleure solution est de minimiser le critère de qualité suivant,

$$m_q = (1 - \alpha_q) \underbrace{(|h| + |k| + |l| + |u| + |v| + |w|)}_{\Sigma} + \alpha_q \theta \quad (\text{A.3})$$

où θ est l'angle de désorientation entre l'orientation originelle et $(hkl) [uvw]$ (voir sous-section III.3.5).

L'expérience montre que la valeur $\alpha_q = 1/2$ fournit des résultats satisfaisants. Par exemple, l'orientation suivante, éloignée de 5° de $(011) [100]$,

$$g = \begin{pmatrix} 1.000000 & 0.000000 & 0.000000 \\ 0.000000 & 0.642788 & 0.766044 \\ 0.000000 & -0.766044 & 0.642788 \end{pmatrix} \quad (\text{A.4})$$

conduit aux indices de Miller donnés dans le tableau A.1.

Les indices de Miller seuls ne permettent donc de décrire précisément (c.-à-d. avec $\theta = 0$) que des orientations particulières – les orientations idéales.

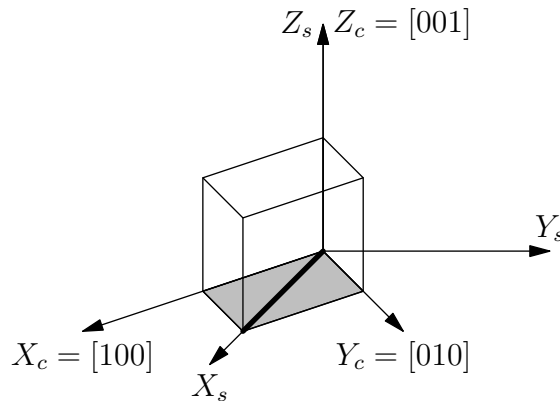


Fig. A.1 : Description d'une orientation par les indices de Miller. Exemple de l'orientation $(001)[110]$. Le plan grisé est de normale $(hkl) = (001)$ et le trait épais de direction $[uvw] = [110]$.

| Indices de Miller | θ | Σ | m_q |
|-------------------|----------|----------|-------|
| {011} <100> | 5.00 | 3 | 4.00 |
| {043} <100> | 3.13 | 8 | 5.57 |
| {054} <100> | 1.34 | 10 | 5.67 |
| {065} <100> | 0.19 | 12 | 6.09 |
| {032} <100> | 6.31 | 6 | 6.15 |
| {076} <100> | 0.60 | 14 | 7.30 |
| {087} <100> | 1.19 | 16 | 8.59 |
| {021} <100> | 13.43 | 4 | 8.71 |
| {075} <100> | 4.46 | 13 | 8.73 |
| {097} <100> | 2.13 | 17 | 9.56 |

Tab. A.1 : Indices de Miller calculés à partir de la matrice de rotation donnée par la relation A.4. Voir le corps du texte pour les définitions de θ , Σ et m_q .

A.1.3 Figure de pôles

Une orientation cristalline peut être représentée par une *figure de pôles* (directe) sur laquelle certains pôles du cristal, par exemple {100}, sont projetés, voir figure A.2.

Pour sa construction, une sphère de référence est attachée au SdC de référence; son centre est de coordonnées (0, 0, 0) et son rayon égal à 1. Un premier pôle est considéré, par exemple (100). Son point d'intersection avec la sphère de référence, situé dans l'hémisphère supérieur, est noté P . Une telle projection ne rend compte que partiellement de l'orientation du cristal puisqu'une rotation est encore possible autour de (OP); deux pôles au moins sont en fait nécessaires pour décrire l'orientation de façon unique. La position de P peut être décrite par des coordonnées sphériques (α, β) , voir figure A.2 (gauche). α est l'angle polaire de $[OP]$ par rapport à l'axe Z_s , avec $\alpha \in [0, 90]$. β est l'angle d'azimut de $[OP]$ dans le plan de normale Z_s depuis l'axe X_s , avec $\beta \in [0, 360[$.

Si (hkl) est le pôle considéré et avec $n = \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$, α et β sont donnés par,

$$\begin{pmatrix} \sin \alpha \cos \beta \\ \sin \alpha \sin \beta \\ \cos \alpha \end{pmatrix} = 1/n \begin{pmatrix} g_{11} & g_{21} & g_{31} \\ g_{12} & g_{22} & g_{32} \\ g_{13} & g_{23} & g_{33} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} h \\ k \\ l \end{pmatrix} \quad (\text{A.5})$$

Par suite, P est projeté sur le plan équatorial, de normale Z_s , voir figure A.2 (milieu). La position du point de projection, p , peut être décrite (dans le plan de projection) par des coordonnées polaires (Op, β) , β étant inchangé. Il existe en fait une infinité de possibilités pour la projection, mais deux d'entre elles présentent des propriétés remarquables pour l'étude des textures :

- La *projection stéréographique*, pour laquelle les relations angulaires dans le cristal sont conservées lors de la projection. p est le point d'intersection du segment $[PS]$

avec le plan de projection ; Op est donné par,

$$Op = \tan(\alpha/2) \quad (\text{A.6})$$

- La *projection à aire égale*, pour laquelle les surfaces sont conservées lors de la projection. Elle est ainsi particulièrement appropriée pour les mesures de densité de population. Op est donné par,

$$Op = \sqrt{2} \sin(\alpha/2) \quad (\text{A.7})$$

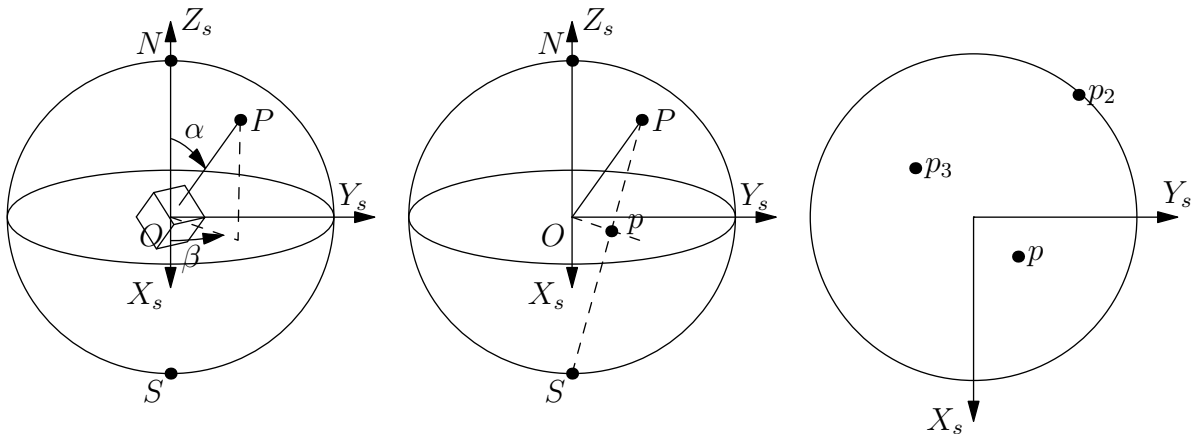


Fig. A.2 : Description d'une orientation par une figure de pôles : principe de construction d'une figure de pôles $\{100\}$: (Gauche) Intersection du pôle avec la sphère de référence. (Milieu) Projection stéréographique sur le plan équatorial. (Droite) Figure de pôles $\{100\}$.

A.1.4 Figure de pôles inverse

Par opposition à la figure de pôles où certaines directions du SdC du cristal sont représentées dans le SdC de référence, il est possible de représenter certaines directions du SdC de référence dans le SdC du cristal. Ces directions sont toujours celles des axes du SdC puisque ce sont par construction les directions d'intérêt. Cette représentation est dénommée *figure de pôles inverse*. Comme, en général, les trois axes du SdC de référence ne sont pas équivalents (contrairement à tous les pôles $\{111\}$ du cristal, par exemple), trois figures de pôles inverses peuvent être nécessaires (une par axe).

Le cristal possédant généralement une structure symétrique, le SdC peut lui être associé de plusieurs manières équivalentes, voir sous-section III.3.3, et cela revient à une division de la figure de pôles inverse en plusieurs régions équivalentes. La figure A.3 illustre le cas d'un cristal de symétrie cubique, pour lequel une subdivision seulement est utile ; elle est dénommée *triangle cristallographique (standard)*.

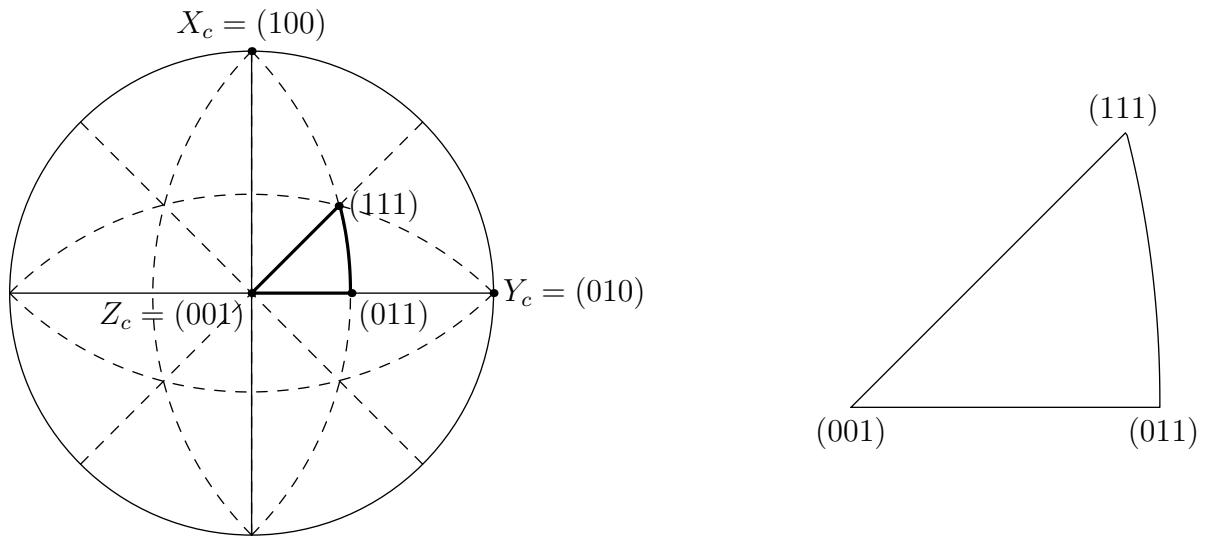


Fig. A.3 : Description d'une orientation par une figure de pôles inverse. La figure de gauche représente le plan équatorial complet. Les lignes pointillées délimitent les parties équivalentes dans le cas d'un cristal de symétrie cubique. Les lignes épaisses délimitent la partie suffisante, le *triangle cristallographique (standard)*, reproduit sur la figure de droite.

A.2 Descripteur basé sur trois rotations successives

A.2.1 Angles d'Euler

Puisque qu'il découle du théorème des rotations d'Euler qu'une orientation peut être décrite par trois variables indépendantes seulement, il est possible de définir une orientation par trois rotations successives autour de différents axes choisis a priori. C'est sur ce raisonnement que sont construits les *angles d'Euler* (1775), ces derniers représentant les angles de rotation autour des différents axes. Il y a en fait douze possibilités pour le choix des axes (en se limitant aux familles d'axes X, Y, Z), conduisant à douze triplets d'angles différents. En science des matériaux, la convention la plus utilisée est celle proposée par Bunge en 1965 ; la séquence d'axes est souvent notée Z-X-Z et les angles sont notés $(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$, voir figure A.4.

Soit \bullet' , \bullet'' et \bullet''' les directions du vecteur \bullet après les première, deuxième et troisième rotations, respectivement. Les rotations successives sont,

1. φ_1 autour de Z_s
de manière à ce que X_s' soit normal au plan contenant les vecteurs Z_s et Z_c , et dans le même sens que $Z_s \wedge Z_c$.
2. ϕ autour de X_s'
de manière à ce que Z_s'' coïncide avec Z_c .
3. φ_2 autour de Z_s''

de manière à ce que X_s''' , Y_s''' et Z_s''' coïncident avec X_c , Y_c et Z_c .

De cette manière, les angles sont définis dans les intervalles suivants : $\varphi_1 \in [0, 360[$, $\phi \in [0, 180]$ et $\varphi_2 \in [0, 360[$.

Il est à noter que, si $\phi = 0$, les première et troisième rotations se font autour du même axe $Z_s = Z_s''$, et par conséquent seul $(\varphi_1 + \varphi_2)$ est défini de façon unique (et non les valeurs individuelles). De la même manière, si $\phi = 180$, seul $(\varphi_1 - \varphi_2)$ est défini de façon unique. C'est la *dégénérescence de l'espace d'Euler*. Dans ces deux cas, par convention, $\varphi_2 = 0$.

D'autres conventions de choix des rotations ont été proposées, notamment les *angles d'Euler symétriques* [105], notés (Ψ, Θ, ϕ) , qui présentent certains avantages sur la convention de Bunge, mais elles sont moins utilisées pour des raisons historiques.

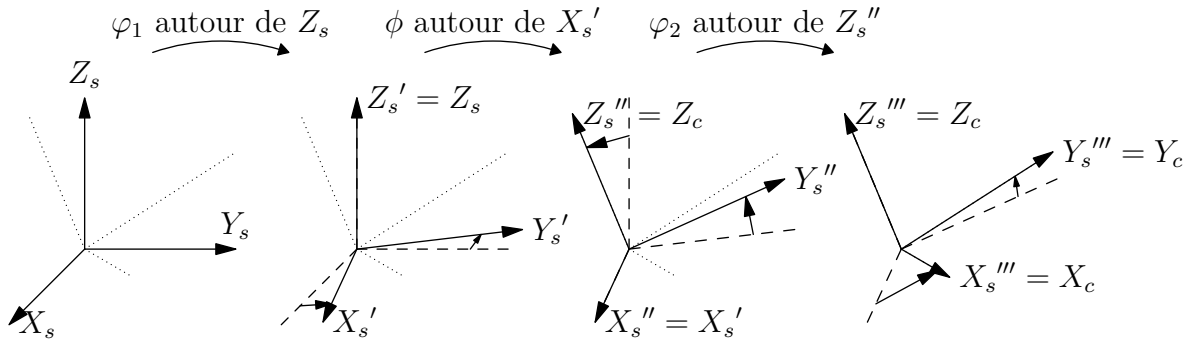


Fig. A.4 : Description d'une orientation par les angles d'Euler définis selon la convention de Bunge $(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$. Ligne pleine : SdC courant, tirets : SdC précédent, points : SdC final.

La conversion d'angles d'Euler en matrice de rotation est,

$$\left\{ \begin{array}{l} g_{11} = \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 - \sin \varphi_1 \sin \varphi_2 \cos \phi \\ g_{12} = \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 + \cos \varphi_1 \sin \varphi_2 \cos \phi \\ g_{13} = \sin \varphi_2 \sin \phi \\ g_{21} = -\cos \varphi_1 \sin \varphi_2 - \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 \cos \phi \\ g_{22} = -\sin \varphi_1 \sin \varphi_2 + \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 \cos \phi \\ g_{23} = \cos \varphi_2 \sin \phi \\ g_{31} = \sin \varphi_1 \sin \phi \\ g_{32} = -\cos \varphi_1 \sin \phi \\ g_{33} = \cos \phi \end{array} \right. \quad (\text{A.8})$$

La conversion inverse est,

$$\begin{aligned} \phi &= \text{acos}(g_{33}) \\ \text{si } \begin{cases} \phi \neq 0 \\ \phi \neq 180 \end{cases} , & \begin{cases} \varphi_1 = \text{atan}_2(g_{31}, -g_{32}) \\ \varphi_2 = \text{atan}_2(g_{13}, g_{23}) \end{cases} \\ \text{si } \begin{cases} \phi = 0 \text{ ou} \\ \phi = 180 \end{cases} , & \begin{cases} \varphi_1 = \text{atan}_2(g_{12}, g_{11}) \\ \varphi_2 = 0 \end{cases} \quad \text{par convention.} \end{aligned} \quad (\text{A.9})$$

A.3 Quel descripteur pour quelle application ?

Nous disposons donc d'une large variété de descripteurs d'orientations, mais dont la raison d'être est bien que nul n'apporte pleine satisfaction dans l'ensemble des applications. . . Nous précisons ici leurs cadres d'utilisation.

A.3.1 Description et représentation graphique d'orientations : figures de pôles (directe et inverse), angles d'Euler, vecteur de Rodrigues

La figure de pôles directe est très employée pour représenter des orientations et distributions d'orientations, car elle consiste en une seule figure bidimensionnelle. Par contre, un point sur la figure ne représente pas une orientation, mais seulement une direction particulière du cristal. La figure de pôles est donc une représentation indirecte, et lorsque plusieurs orientations sont représentées, il n'est pas aisé de les identifier individuellement sur la figure. Pour ce qui est de la figure de pôles inverse, elle nécessite dans le cas général plusieurs figures (une pour chaque axe). En pratique, elle n'est employée que lorsqu'une figure est suffisante, ce qui est le cas par exemple pour des configurations axisymétriques (échantillon en traction, par exemple); elle est alors préférée à la figure de pôles. Cette représentation est aussi utile à la construction de cartographies qualitatives de microstructures.

Les angles d'Euler, quant à eux, sont aujourd'hui le descripteur standard *de facto* pour les logiciels (ou plutôt pour leurs interfaces utilisateur). Ils sont aussi largement utilisés pour la caractérisation et la représentation graphique de distribution d'orientations : on se place pour cela dans l'espace d'Euler où les angles φ_1 , ϕ et φ_2 sont portés sur trois axes orthogonaux, et, pour la représentation bidimensionnelle, on effectue des coupes selon des plans à $\varphi_2 = \text{cste}$.

Les vecteurs de Rodrigues tendent à être utilisés de plus en plus à la place des angles d'Euler, même si cela reste marginal dans les logiciels. En fait, les vecteurs de Rodrigues

présentent nombre d'avantages. Tout comme les angles d'Euler, ils permettent de représenter une orientation par trois variables seulement, mais ils ne présentent pas de dégénérescence. Ils offrent de plus la possibilité d'effectuer directement des opérations de manipulation d'orientations (voir A.3.4). Ils présentent aussi des avantages pour la représentation de distributions d'orientations.

A.3.2 Description d'orientations idéales : indices de Miller

L'application dédiée aux indices de Miller est sans nul doute la description d'orientations particulières, dites « idéales ». Le principal avantage est alors qu'avec de l'habitude, il est possible de visualiser mentalement l'orientation décrite dans le SdC de référence. Ils sont aussi souvent utilisés pour situer approximativement une orientation quelconque ; on spécifie alors une orientation idéale voisine et l'angle de désorientation par rapport à celle-ci.

A.3.3 Description de désorientations : axe / angle de rotation, vecteur de Rodrigues

La description par un axe / angle de rotation est particulièrement appropriée pour caractériser les désorientations pour lesquelles il est souvent souhaité d'explicitier l'axe et / ou l'angle de rotation. Un possible inconvénient reste sa dégénérescence lorsque l'angle de rotation est nul.

Le vecteur de Rodrigues est utile lorsque l'on souhaite combiner axe et angle de rotation, par exemple pour la caractérisation de l'anisotropie d'une dispersion d'orientations ou pour la cartographie de sous-structures.

A.3.4 Manipulation de rotations et d'orientations : matrice de rotation, vecteur de Rodrigues, quaternions

La matrice de rotation, les vecteurs de Rodrigues et quaternions sont adaptés aux manipulations d'orientations (rotation inverse, composition de rotations, etc., voir section III.3), car elles se résument à des opérations simples et bien connues : pour la matrice de rotation et les quaternions, inversion et multiplication, et pour les vecteurs de Rodrigues, inversion ou des combinaisons de produits scalaires et vectoriels. Dans la pratique, la matrice de rotation est à éviter, car, comme elle comporte neuf valeurs, ces opérations sont bien plus gourmandes en mémoire et surtout en temps CPU qu'avec les autres descripteurs.

A.3.5 En résumé...

Les figures de pôles sont très utilisées pour la représentation graphique, mais concernent bien des pôles et non des orientations. Les indices de Miller, eux, sont adaptés à la description d'orientations particulières, telles les composantes de textures. Sinon, dans le cas général, les angles d'Euler sont d'utilisation très commune, que ce soit dans les logiciels (interfaces utilisateur) ou pour la représentation de distribution d'orientations. Toutefois, les vecteurs de Rodrigues combinent nombre d'avantages, si bien que de nombreux auteurs ont plaidé en leur faveur, voir par exemple [74, 91, 106–109]. Pour les manipulations de rotations, dans la pratique, la matrice de rotation est à éviter au profit des quaternions ou vecteurs de Rodrigues (temps de calcul).

A.4 Opérateurs de symétrie cubique

A.4.1 Matrices de rotation

Les 24 opérateurs de symétrie cubique T_i sont (-1 est écrit $\bar{1}$ comme aide d'écriture),

- L'identité,

$$T_1 = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$

- les trois rotations de 90° autour de chacun des trois $\langle 100 \rangle$ ($[100]$, $[010]$ puis $[001]$),

$$T_2 = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \\ 0 & \bar{1} & 0 \end{pmatrix} \quad T_3 = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \bar{1} & 0 \\ 0 & 0 & \bar{1} \end{pmatrix} \quad T_4 = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \bar{1} \\ 0 & 1 & 0 \end{pmatrix}$$

$$T_5 = \begin{pmatrix} 0 & 0 & \bar{1} \\ 0 & 1 & 0 \\ 1 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad T_6 = \begin{pmatrix} \bar{1} & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & \bar{1} \end{pmatrix} \quad T_7 = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 1 \\ 0 & 1 & 0 \\ \bar{1} & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

$$T_8 = \begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 \\ \bar{1} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \quad T_9 = \begin{pmatrix} \bar{1} & 0 & 0 \\ 0 & \bar{1} & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \quad T_{10} = \begin{pmatrix} 0 & \bar{1} & 0 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$

- les rotations de 180° autour de chacun des six $\langle 110 \rangle$ ($[110]$, $[011]$, $[101]$, $[\bar{1}10]$, $[0\bar{1}1]$ puis $[10\bar{1}]$),

$$T_{11} = \begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \bar{1} \end{pmatrix} \quad T_{12} = \begin{pmatrix} \bar{1} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \\ 0 & 1 & 0 \end{pmatrix} \quad T_{13} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 1 \\ 0 & \bar{1} & 0 \\ 1 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

$$T_{14} = \begin{pmatrix} 0 & \bar{1} & 0 \\ \bar{1} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \bar{1} \end{pmatrix} \quad T_{15} = \begin{pmatrix} \bar{1} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \bar{1} \\ 0 & \bar{1} & 0 \end{pmatrix} \quad T_{16} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & \bar{1} \\ 0 & \bar{1} & 0 \\ \bar{1} & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

- les deux rotations de 120° autour de chacun des quatre $\langle 111 \rangle$ ($[111]$, $[\bar{1}11]$, $[1\bar{1}1]$ puis $[11\bar{1}]$),

$$T_{17} = \begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \\ 1 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad T_{18} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 1 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \end{pmatrix} \quad T_{19} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & \bar{1} \\ \bar{1} & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \end{pmatrix} \quad T_{20} = \begin{pmatrix} 0 & \bar{1} & 0 \\ 0 & 0 & 1 \\ \bar{1} & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

$$T_{21} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 1 \\ \bar{1} & 0 & 0 \\ 0 & \bar{1} & 0 \end{pmatrix} \quad T_{22} = \begin{pmatrix} 0 & \bar{1} & 0 \\ 0 & 0 & \bar{1} \\ 1 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad T_{23} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & \bar{1} \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & \bar{1} & 0 \end{pmatrix} \quad T_{24} = \begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & \bar{1} \\ \bar{1} & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

A.4.2 Quaternions

Les 24 opérateurs de symétrie cubique U_i sont,

- L'identité,

$$U_1 = (1, 0, 0, 0)$$

- les trois rotations de 90° autour de chacun des trois $\langle 100 \rangle$ ($[100]$, $[010]$ puis $[001]$),

$$U_2 = (1/\sqrt{2}, 1/\sqrt{2}, 0, 0)$$

$$U_3 = (0, 1, 0, 0)$$

$$U_4 = (-1/\sqrt{2}, 1/\sqrt{2}, 0, 0)$$

$$U_5 = (1/\sqrt{2}, 0, 1/\sqrt{2}, 0)$$

$$U_6 = (0, 0, 1, 0)$$

$$U_7 = (-1/\sqrt{2}, 0, 1/\sqrt{2}, 0)$$

$$U_8 = (1/\sqrt{2}, 0, 0, 1/\sqrt{2})$$

$$U_9 = (0, 0, 0, 1)$$

$$U_{10} = (-1/\sqrt{2}, 0, 0, 1/\sqrt{2})$$

- les rotations de 180° autour de chacun des six $\langle 110 \rangle$ ($[110]$, $[011]$, $[101]$, $[\bar{1}10]$, $[0\bar{1}1]$ puis $[10\bar{1}]$),

$$\begin{aligned}
U_{11} &= (0, & 1/\sqrt{2}, & 1/\sqrt{2}, & 0) \\
U_{12} &= (0, & 0, & 1/\sqrt{2}, & 1/\sqrt{2}) \\
U_{13} &= (0, & 1/\sqrt{2}, & 0, & 1/\sqrt{2}) \\
U_{14} &= (0, & -1/\sqrt{2}, & 1/\sqrt{2}, & 0) \\
U_{15} &= (0, & 0, & -1/\sqrt{2}, & 1/\sqrt{2}) \\
U_{16} &= (0, & 1/\sqrt{2}, & 0, & -1/\sqrt{2})
\end{aligned}$$

- les deux rotations de 120° autour de chacun des quatre $\langle 111 \rangle$ ($[111]$, $[\bar{1}11]$, $[1\bar{1}1]$ puis $[11\bar{1}]$),

$$\begin{aligned}
U_{17} &= (1/2, & 1/2, & 1/2, & 1/2) & U_{18} &= (-1/2, & 1/2, & 1/2, & 1/2) \\
U_{19} &= (1/2, & -1/2, & 1/2, & 1/2) & U_{20} &= (-1/2, & -1/2, & 1/2, & 1/2) \\
U_{21} &= (1/2, & 1/2, & -1/2, & 1/2) & U_{22} &= (-1/2, & 1/2, & -1/2, & 1/2) \\
U_{23} &= (1/2, & 1/2, & 1/2, & -1/2) & U_{24} &= (-1/2, & 1/2, & 1/2, & -1/2)
\end{aligned}$$

Annexe -B-

Résultats expérimentaux : compléments

Sommaire

| | | |
|-----|-----------------------------------------------------------------------------------|-----|
| B.1 | Loi de comportement du matériau | 202 |
| B.2 | Microtextures de l'échantillon A | 203 |
| B.3 | Orientations moyennes de l'échantillon B | 204 |
| B.4 | Chemins de rotation : distribution de α entre axes successifs | 209 |
| B.5 | Influences des incertitudes de mesures sur la variabilité des rotations | 211 |

B.1 Loi de comportement du matériau

À la température considérée (400°C), le matériau suit un comportement viscoplastique : $\sigma = a\dot{\varepsilon}^m$, où m est la sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation. Les paramètres a et m peuvent être identifiés par des essais de compression plane à différentes vitesses de déformation. La figure B.1 (a) présente les courbes contrainte-déformation obtenues. L'identification des paramètres a et m est illustrée sur la figure B.1 (b). Cela conduit à,

$$\sigma = 39.3 \dot{\varepsilon}^{0.12} \quad (\text{B.1})$$

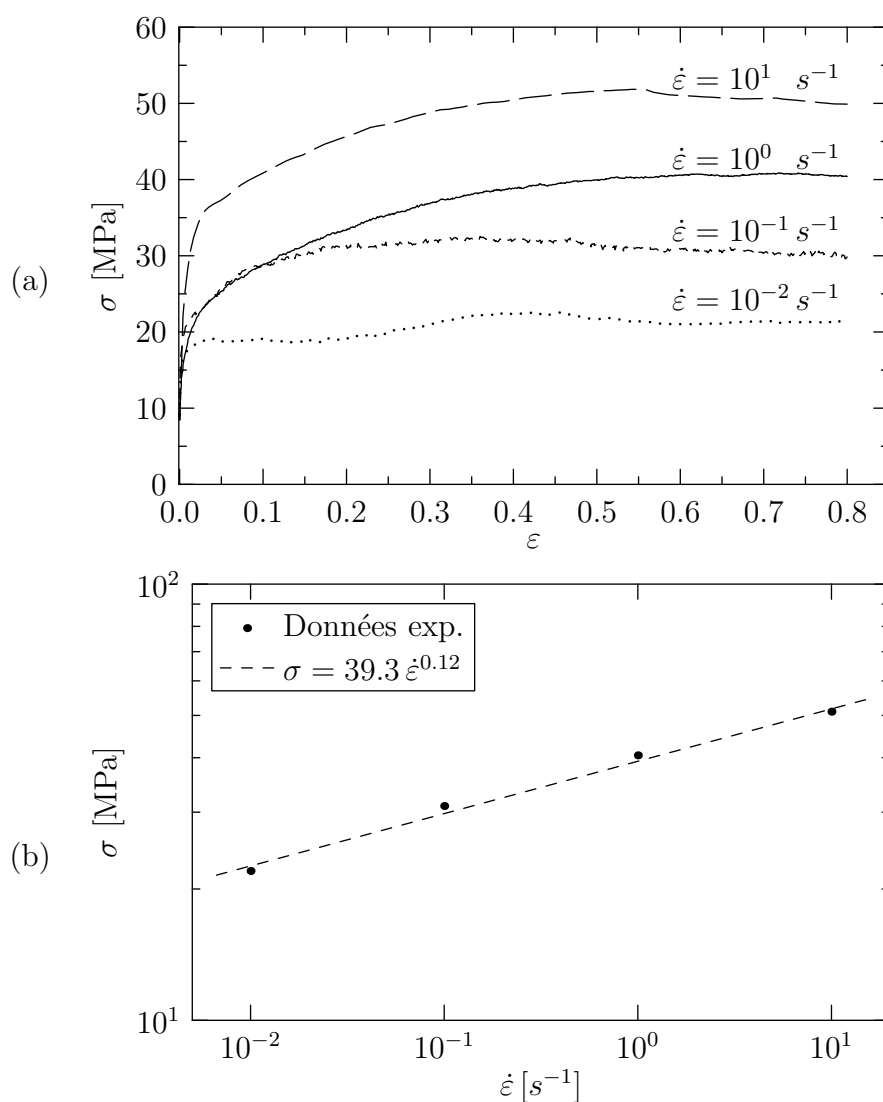


Fig. B.1 : Détermination de la loi de comportement du matériau. (a) Courbes contrainte-déformation à différentes vitesses de déformation, (b) identification des paramètres a et m – les valeurs à saturation des contraintes sont considérées.

B.2 Microtextures de l'échantillon A

La figure B.2 présente les microtextures de l'échantillon A aux différentes déformations.

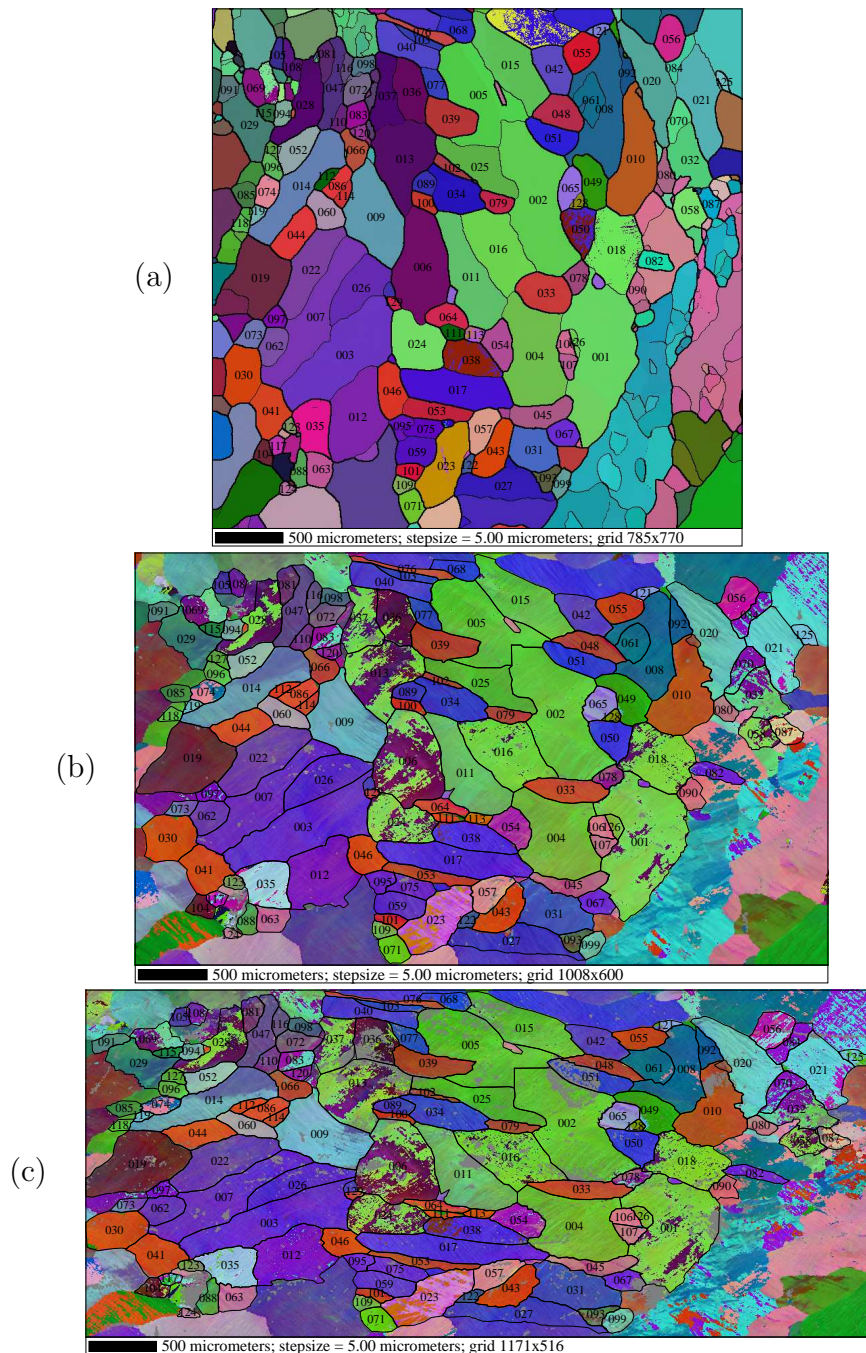


Fig. B.2 : Microtextures de l'échantillon A. (a) $\varepsilon = 0$, (b) $\varepsilon = 0.25$, (c) $\varepsilon = 0.40$. Cartographies selon vecteur de Rodrigues. Les contours représentent : (a) les désorientations locales (épais $> 15^\circ$, fin $> 5^\circ$), (b, c) les contours des grains précédemment définis.

B.3 Orientations moyennes de l'échantillon B

Le tableau B.1 contient les ensembles et orientations moyennes des 207 grains de l'échantillon B. L'ensemble XX contient les grains qui n'ont pu être relevés à toutes les déformations (grains non étudiés).

| nb | ensemble | ori eps=0.0 | | | ori. eps=0.2 | | | ori eps=0.4 | | | ori. eps=0.8 | | | ori eps=1.2 | | |
|-----|----------|-------------|-------|-------|--------------|-------|-------|-------------|-------|-------|--------------|-------|-------|-------------|-------|-------|
| 001 | Gu | 068.0 | 069.7 | 047.4 | 067.0 | 075.4 | 043.7 | 068.4 | 082.5 | 037.6 | 068.1 | 080.8 | 038.4 | 066.2 | 081.9 | 034.9 |
| 002 | Gf | 067.0 | 053.8 | 030.0 | | | | | | | | | | | | |
| 003 | Gu | 012.0 | 049.8 | 009.0 | 010.7 | 049.4 | 006.5 | 016.2 | 048.0 | 002.3 | 011.7 | 044.1 | 009.6 | 017.2 | 041.6 | 001.3 |
| 004 | Gf | 084.7 | 052.2 | 081.4 | 074.6 | 048.8 | 089.6 | | | | | | | | | |
| 005 | Gu | 147.1 | 031.8 | 013.8 | 145.7 | 030.7 | 011.8 | 148.1 | 031.9 | 010.0 | 144.5 | 034.9 | 014.2 | 144.7 | 037.4 | 011.5 |
| 006 | XX | 111.0 | 065.4 | 009.9 | 110.4 | 063.0 | 007.6 | 116.4 | 062.3 | 004.2 | 121.0 | 059.7 | 000.2 | | | |
| 007 | Gu | 037.7 | 046.8 | 078.8 | 030.0 | 044.3 | 085.7 | 026.2 | 041.9 | 001.1 | 028.7 | 043.5 | 087.2 | 027.5 | 041.4 | 088.5 |
| 008 | Gu | 011.6 | 023.6 | 078.0 | 016.7 | 028.4 | 073.2 | 014.1 | 030.1 | 078.3 | 020.4 | 036.2 | 074.2 | 020.6 | 036.6 | 075.8 |
| 009 | Gu | 107.8 | 038.4 | 020.0 | 108.6 | 034.2 | 017.4 | 113.3 | 030.4 | 015.7 | 109.9 | 031.5 | 025.2 | 110.4 | 029.0 | 026.4 |
| 010 | Gu | 061.6 | 045.5 | 058.1 | 055.5 | 039.4 | 062.8 | 053.3 | 033.0 | 066.5 | 050.5 | 030.2 | 070.3 | 056.9 | 029.5 | 062.9 |
| 011 | Gu | 067.5 | 087.6 | 051.6 | 065.3 | 089.3 | 050.1 | 065.7 | 090.0 | 049.1 | 151.1 | 042.0 | 005.8 | 151.1 | 042.0 | 004.4 |
| 012 | Gu | 030.6 | 056.3 | 082.3 | 024.5 | 053.9 | 089.6 | 025.0 | 053.0 | 002.0 | 027.2 | 054.9 | 001.7 | 025.6 | 053.0 | 005.3 |
| 013 | Gu | 015.5 | 046.8 | 004.1 | 016.7 | 046.2 | 003.6 | 023.3 | 044.1 | 000.2 | 024.7 | 040.4 | 004.2 | 029.7 | 036.8 | 088.6 |
| 014 | Gu | 019.4 | 012.4 | 078.1 | 009.3 | 012.4 | 085.3 | 003.1 | 010.5 | 002.3 | 095.1 | 087.0 | 011.1 | 026.3 | 011.3 | 070.1 |
| 015 | Gu | 136.9 | 040.4 | 020.5 | 140.1 | 037.3 | 014.5 | 143.3 | 036.7 | 011.7 | 143.5 | 035.7 | 011.5 | 143.5 | 039.0 | 009.8 |
| 016 | Gu | 100.6 | 028.7 | 051.5 | 092.9 | 027.1 | 055.3 | 094.7 | 022.6 | 051.2 | 099.7 | 025.8 | 043.8 | 108.0 | 027.4 | 031.4 |
| 017 | Gu | 068.0 | 056.8 | 019.5 | 065.5 | 061.9 | 015.2 | 063.4 | 066.6 | 012.3 | 060.5 | 066.4 | 012.8 | 058.2 | 066.5 | 009.1 |
| 018 | Gf | 027.3 | 087.7 | 002.7 | 023.8 | 088.6 | 007.3 | 024.1 | 088.8 | 013.2 | 025.6 | 087.2 | 019.2 | | | |
| 019 | Gu | 046.4 | 057.2 | 001.6 | 040.1 | 055.6 | 008.8 | 039.7 | 055.8 | 009.6 | 036.2 | 057.2 | 012.4 | 033.5 | 056.4 | 011.1 |
| 020 | Gu | 158.7 | 023.6 | 009.3 | 160.6 | 027.4 | 005.6 | 158.0 | 034.1 | 008.6 | 155.9 | 040.6 | 010.4 | 158.5 | 048.0 | 005.3 |
| 021 | Gu | 080.0 | 042.1 | 089.0 | 071.7 | 043.1 | 001.3 | 063.4 | 042.9 | 002.5 | 053.8 | 046.5 | 001.5 | 046.8 | 044.6 | 001.4 |
| 022 | Gf | 070.9 | 050.1 | 029.2 | 071.0 | 053.1 | 022.0 | | | | | | | | | |
| 023 | Gf | 082.3 | 024.4 | 084.8 | 077.7 | 025.0 | 084.7 | 079.7 | 024.7 | 079.3 | 081.9 | 021.1 | 071.1 | | | |
| 024 | Gu | 070.1 | 030.1 | 010.4 | 069.5 | 034.4 | 001.7 | 066.6 | 037.3 | 087.3 | 057.9 | 040.7 | 086.6 | 051.5 | 040.4 | 086.3 |
| 025 | Gu | 034.9 | 046.2 | 036.1 | 041.7 | 052.9 | 024.1 | 044.5 | 059.8 | 016.5 | 041.1 | 060.4 | 019.7 | 040.2 | 065.1 | 015.2 |
| 026 | Gu | 012.3 | 043.5 | 014.0 | 014.9 | 043.3 | 005.8 | 018.3 | 041.0 | 002.0 | 027.3 | 042.0 | 081.9 | 029.2 | 036.2 | 081.1 |
| 027 | Gu | 012.2 | 024.7 | 086.5 | 015.5 | 026.6 | 082.1 | 015.2 | 023.8 | 085.0 | 032.7 | 026.5 | 070.9 | 042.8 | 024.0 | 063.5 |
| 028 | Gu | 023.2 | 025.5 | 061.3 | 027.7 | 029.1 | 055.5 | 027.3 | 025.8 | 059.3 | 031.8 | 026.5 | 059.2 | 033.5 | 025.9 | 059.6 |
| 029 | Gu | 144.4 | 016.5 | 026.9 | 139.2 | 017.8 | 029.5 | 134.8 | 020.5 | 033.2 | 131.6 | 021.4 | 033.6 | 125.4 | 024.3 | 036.4 |
| 030 | Gu | 110.7 | 028.0 | 006.0 | 111.5 | 032.3 | 007.8 | 121.3 | 033.4 | 003.2 | 040.3 | 089.4 | 055.8 | 043.9 | 088.7 | 050.6 |
| 031 | Gu | 032.9 | 075.7 | 041.3 | 032.5 | 081.1 | 036.7 | 036.1 | 082.1 | 033.6 | 040.0 | 080.4 | 033.0 | 043.3 | 082.1 | 028.4 |
| 032 | Gf | 056.1 | 069.3 | 057.9 | | | | | | | | | | | | |
| 033 | Gu | 085.0 | 068.6 | 012.5 | 085.9 | 068.7 | 011.1 | 088.5 | 066.6 | 009.1 | 091.5 | 066.1 | 009.0 | 093.9 | 068.2 | 008.8 |
| 034 | XX | 070.9 | 029.6 | 030.6 | 082.7 | 024.9 | 018.3 | 100.9 | 021.5 | 004.9 | 105.4 | 027.2 | 007.2 | | | |
| 035 | Gu | 019.2 | 087.1 | 054.4 | 021.3 | 089.2 | 050.1 | 029.4 | 087.6 | 049.2 | 037.0 | 087.2 | 048.9 | 042.2 | 085.8 | 046.6 |
| 036 | Gu | 028.8 | 058.7 | 011.6 | 025.1 | 059.7 | 013.6 | 026.6 | 060.5 | 012.0 | 023.8 | 058.1 | 017.5 | 027.4 | 057.0 | 012.0 |
| 037 | Gu | 006.2 | 025.3 | 009.3 | 005.6 | 029.7 | 006.0 | 006.5 | 034.3 | 004.3 | 006.2 | 038.5 | 003.9 | 006.0 | 038.8 | 003.2 |
| 038 | Gu | 007.6 | 062.6 | 041.8 | 013.0 | 067.8 | 032.2 | 018.5 | 068.8 | 028.6 | 027.8 | 072.2 | 019.4 | 030.5 | 068.4 | 017.1 |
| 039 | Gu | 054.4 | 084.3 | 068.9 | 143.5 | 025.8 | 002.1 | 148.5 | 027.3 | 000.0 | 143.1 | 031.7 | 009.6 | 142.6 | 035.6 | 009.6 |
| 040 | Gu | 035.4 | 044.4 | 008.0 | 035.2 | 045.9 | 004.2 | 039.0 | 047.0 | 089.2 | 037.1 | 047.2 | 000.1 | 037.7 | 045.9 | 085.7 |

| nb | ensemble | ori eps=0.0 | ori. eps=0.2 | ori eps=0.4 | ori. eps=0.8 | ori eps=1.2 | | | | | | | | | | |
|-----|----------|-------------|--------------|-------------|--------------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 041 | Gu | 047.5 | 081.6 | 052.7 | 046.1 | 084.8 | 050.5 | 046.5 | 083.7 | 051.0 | 135.7 | 040.5 | 003.0 | 136.0 | 038.4 | 003.7 |
| 042 | Gf | 154.0 | 011.0 | 025.2 | 168.6 | 010.3 | 009.5 | | | | | | | | | |
| 043 | Gu | 099.9 | 024.3 | 011.8 | 095.6 | 026.7 | 018.6 | 100.3 | 029.5 | 021.7 | 110.8 | 024.9 | 017.1 | 115.7 | 028.8 | 014.2 |
| 044 | Gu | 094.2 | 088.4 | 014.7 | 015.2 | 017.8 | 078.6 | 023.8 | 019.4 | 073.8 | 038.4 | 028.1 | 063.4 | 042.6 | 029.0 | 062.4 |
| 045 | Gf | 108.2 | 078.7 | 007.3 | 105.6 | 075.4 | 005.1 | 107.9 | 073.5 | 000.5 | 020.7 | 087.2 | 020.7 | | | |
| 046 | Gu | 023.5 | 076.2 | 050.9 | 022.5 | 081.6 | 049.3 | 025.7 | 084.2 | 050.7 | 121.1 | 041.2 | 001.9 | 036.6 | 090.0 | 049.6 |
| 047 | Gu | 048.3 | 045.9 | 075.9 | 039.5 | 041.3 | 083.0 | 038.8 | 040.2 | 083.9 | 035.5 | 038.6 | 087.2 | 034.2 | 036.7 | 085.9 |
| 048 | Gu | 090.9 | 021.7 | 002.7 | 084.1 | 022.8 | 012.7 | 089.6 | 023.8 | 012.7 | 103.1 | 020.8 | 005.4 | 108.7 | 024.7 | 003.5 |
| 049 | Gf | 095.1 | 066.5 | 017.4 | 095.8 | 066.3 | 015.8 | 100.9 | 067.6 | 011.6 | | | | | | |
| 050 | Gu | 062.1 | 058.6 | 010.3 | 054.8 | 059.6 | 012.1 | 050.8 | 058.5 | 013.3 | 049.7 | 062.6 | 008.2 | 045.4 | 061.4 | 007.2 |
| 051 | Gu | 152.6 | 067.0 | 006.9 | 151.2 | 062.9 | 001.1 | 061.5 | 087.7 | 029.8 | 060.1 | 080.3 | 037.2 | 059.1 | 079.5 | 032.4 |
| 052 | Gu | 030.9 | 010.3 | 065.5 | 032.1 | 012.0 | 061.3 | 048.9 | 016.1 | 046.9 | 051.4 | 019.4 | 048.3 | 056.8 | 022.4 | 043.3 |
| 053 | Gu | 105.5 | 031.8 | 029.9 | 100.5 | 029.9 | 035.6 | 101.6 | 029.7 | 036.0 | 106.4 | 023.9 | 030.7 | 112.9 | 026.7 | 023.2 |
| 054 | Gf | 094.0 | 051.2 | 000.4 | 091.2 | 051.7 | 000.5 | 002.1 | 089.9 | 037.1 | | | | | | |
| 055 | Gu | 047.8 | 062.9 | 019.7 | 046.3 | 066.7 | 014.3 | 047.0 | 067.7 | 011.1 | 045.4 | 066.3 | 012.4 | 043.3 | 065.4 | 011.4 |
| 056 | XX | 080.6 | 016.4 | 056.5 | 071.1 | 022.4 | 061.9 | 066.8 | 020.2 | 064.6 | 069.1 | 026.7 | 058.3 | | | |
| 057 | Gu | 065.7 | 048.4 | 027.1 | 066.3 | 056.6 | 015.0 | 063.8 | 060.4 | 011.6 | 057.8 | 063.7 | 013.1 | 053.1 | 064.5 | 012.6 |
| 058 | Gu | 018.3 | 058.5 | 002.0 | 011.2 | 059.7 | 005.5 | 011.8 | 058.3 | 006.6 | 017.0 | 059.7 | 002.1 | 016.1 | 055.9 | 005.4 |
| 059 | Gu | 051.6 | 053.6 | 035.9 | 051.6 | 059.9 | 025.0 | 053.0 | 065.1 | 016.1 | 049.4 | 065.1 | 015.7 | 046.8 | 068.8 | 012.6 |
| 060 | Gu | 065.1 | 021.0 | 034.7 | 070.0 | 022.0 | 028.0 | 075.7 | 021.3 | 023.0 | 076.0 | 025.5 | 023.9 | 079.0 | 027.1 | 023.5 |
| 061 | Gu | 036.8 | 077.6 | 043.3 | 036.9 | 083.1 | 039.8 | 040.2 | 082.0 | 037.9 | 043.4 | 078.2 | 035.9 | 047.0 | 076.2 | 027.2 |
| 062 | Gu | 146.6 | 066.4 | 009.5 | 146.6 | 061.2 | 002.2 | 060.0 | 086.1 | 033.5 | 058.2 | 077.5 | 035.8 | 056.3 | 078.3 | 027.6 |
| 063 | Gu | 094.5 | 082.5 | 020.7 | 091.1 | 084.2 | 022.3 | 090.3 | 084.1 | 022.8 | 086.7 | 084.0 | 024.9 | 084.3 | 082.4 | 024.8 |
| 064 | Gu | 114.9 | 051.4 | 011.7 | 118.6 | 047.5 | 005.2 | 124.3 | 044.5 | 001.6 | 123.9 | 045.1 | 008.0 | 129.4 | 042.9 | 005.0 |
| 065 | Gu | 089.4 | 051.5 | 023.7 | 094.6 | 046.9 | 017.7 | 107.4 | 041.5 | 009.4 | 123.2 | 035.9 | 002.0 | 040.4 | 089.9 | 052.1 |
| 066 | Gu | 053.2 | 028.0 | 009.9 | 055.7 | 029.1 | 088.6 | 063.2 | 029.5 | 075.3 | 066.7 | 029.3 | 066.4 | 071.7 | 027.1 | 057.4 |
| 067 | Gu | 076.4 | 048.7 | 005.1 | 067.0 | 050.0 | 005.2 | 063.3 | 050.9 | 002.0 | 054.7 | 046.8 | 001.1 | 049.5 | 044.0 | 087.4 |
| 068 | Gu | 087.8 | 084.5 | 075.2 | 148.6 | 018.4 | 025.8 | 134.2 | 022.7 | 039.8 | 124.2 | 024.2 | 047.9 | 124.3 | 025.4 | 044.8 |
| 069 | Gu | 071.1 | 054.6 | 021.8 | 070.4 | 059.6 | 009.9 | 068.8 | 058.8 | 003.4 | 061.7 | 057.6 | 000.5 | 053.7 | 050.7 | 088.1 |
| 070 | Gf | 086.1 | 029.2 | 009.8 | 082.4 | 029.0 | 011.1 | 089.1 | 031.7 | 000.6 | 085.8 | 029.4 | 080.1 | | | |
| 071 | Gu | 068.4 | 075.6 | 032.6 | 071.0 | 081.1 | 036.0 | 074.0 | 082.7 | 036.5 | 073.0 | 078.2 | 038.4 | 072.0 | 085.8 | 039.4 |
| 072 | Gu | 069.1 | 085.6 | 046.1 | 157.2 | 045.5 | 001.2 | 157.3 | 045.9 | 001.3 | 066.8 | 088.9 | 045.5 | 151.8 | 048.1 | 002.8 |
| 073 | XX | 103.2 | 081.6 | 018.4 | 019.5 | 021.5 | 083.9 | 031.1 | 021.5 | 073.7 | 050.8 | 023.5 | 055.3 | | | |
| 074 | Gu | 017.5 | 063.0 | 005.5 | 011.7 | 059.0 | 004.0 | 012.1 | 056.0 | 002.8 | 016.0 | 055.7 | 089.1 | 012.5 | 051.8 | 004.6 |
| 075 | Gu | 057.8 | 052.0 | 012.5 | 052.1 | 054.6 | 013.9 | 047.7 | 054.4 | 016.6 | 047.3 | 059.0 | 012.5 | 044.3 | 059.9 | 010.8 |
| 076 | Gu | 056.5 | 043.3 | 030.0 | 056.9 | 047.8 | 019.4 | 056.7 | 053.4 | 012.6 | 051.5 | 060.1 | 010.1 | 045.5 | 061.9 | 012.0 |
| 077 | Gu | 064.6 | 082.4 | 013.1 | 063.4 | 077.1 | 014.6 | 065.3 | 075.6 | 013.2 | 066.7 | 069.2 | 012.2 | 063.0 | 069.9 | 008.4 |
| 078 | Gu | 017.2 | 085.9 | 035.4 | 021.3 | 085.2 | 032.4 | 027.5 | 082.6 | 033.6 | 034.5 | 082.1 | 029.6 | 039.6 | 079.2 | 025.0 |
| 079 | Gu | 031.3 | 043.7 | 087.6 | 028.6 | 044.3 | 089.2 | 030.2 | 044.0 | 089.3 | 034.3 | 047.5 | 085.4 | 032.7 | 045.4 | 088.6 |
| 080 | Gu | 163.0 | 064.5 | 003.3 | 161.2 | 063.2 | 001.8 | 072.3 | 086.4 | 027.6 | 071.8 | 080.8 | 029.9 | 069.9 | 083.8 | 031.0 |
| 081 | Gu | 086.7 | 067.7 | 003.0 | 082.4 | 065.8 | 004.8 | 080.4 | 063.1 | 006.5 | 073.0 | 066.1 | 012.4 | 073.8 | 070.5 | 008.8 |
| 082 | Gu | 098.8 | 081.8 | 008.6 | 095.1 | 085.8 | 011.2 | 001.7 | 012.3 | 005.3 | 033.5 | 017.5 | 064.7 | 055.0 | 020.8 | 045.4 |
| 083 | Gu | 078.5 | 061.9 | 018.4 | 073.3 | 064.1 | 018.0 | 067.8 | 065.1 | 019.7 | 059.9 | 069.8 | 020.9 | 054.3 | 073.5 | 016.6 |
| 084 | Gu | 078.6 | 074.2 | 066.7 | 076.1 | 083.9 | 061.9 | 162.7 | 034.4 | 001.6 | 071.9 | 089.9 | 052.2 | 158.4 | 045.0 | 003.1 |
| 085 | XX | 004.2 | 089.5 | 031.3 | 001.7 | 088.2 | 033.2 | | | | | | | | | |
| 086 | Gu | 058.5 | 086.4 | 014.1 | 055.8 | 075.0 | 020.8 | 054.6 | 071.6 | 024.2 | 053.9 | 075.9 | 022.9 | 052.7 | 075.3 | 019.1 |

| | nb | ensemble | ori | eps=0.0 | ori. | eps=0.2 | ori | eps=0.4 | ori. | eps=0.8 | ori | eps=1.2 | | | | |
|-----|----|----------|-------|---------|-------|---------|-------|---------|-------|---------|-------|---------|-------|-------|-------|-------|
| 087 | Gu | 030.2 | 034.9 | 000.3 | 028.3 | 036.9 | 088.8 | 025.5 | 035.7 | 001.4 | 027.3 | 038.2 | 088.4 | 029.8 | 033.5 | 087.6 |
| 088 | Gf | 009.7 | 067.6 | 068.2 | 009.4 | 067.2 | 068.9 | | | | | | | | | |
| 089 | Gu | 031.8 | 041.6 | 086.5 | 024.3 | 040.9 | 001.0 | 025.6 | 038.8 | 089.0 | 032.1 | 038.6 | 077.6 | 031.6 | 034.8 | 077.9 |
| 090 | Gf | 072.6 | 019.0 | 082.4 | 072.7 | 021.9 | 076.0 | 075.5 | 022.5 | 069.3 | 078.3 | 024.6 | 061.9 | | | |
| 091 | Gu | 015.6 | 067.6 | 028.0 | 018.1 | 071.8 | 025.4 | 023.9 | 073.5 | 021.0 | 028.7 | 071.8 | 018.9 | 031.3 | 069.2 | 019.1 |
| 092 | Gu | 100.4 | 047.8 | 016.6 | 105.8 | 042.1 | 010.4 | 114.8 | 037.7 | 005.2 | 115.9 | 040.2 | 011.8 | 118.1 | 036.8 | 014.9 |
| 093 | Gu | 039.1 | 065.2 | 003.9 | 031.8 | 061.5 | 005.7 | 031.1 | 059.7 | 006.0 | 029.5 | 059.3 | 005.2 | 024.9 | 054.6 | 008.5 |
| 094 | Gu | 064.0 | 036.7 | 020.3 | 065.8 | 041.5 | 009.7 | 064.9 | 043.8 | 001.2 | 060.2 | 040.4 | 086.3 | 062.9 | 038.2 | 072.5 |
| 095 | XX | 052.9 | 018.5 | 059.3 | 055.9 | 019.3 | 057.4 | 064.2 | 018.6 | 053.0 | 074.6 | 022.0 | 047.9 | | | |
| 096 | Gu | 007.6 | 054.4 | 077.9 | 003.0 | 054.4 | 084.0 | 000.5 | 052.3 | 001.2 | 003.5 | 052.9 | 089.7 | 003.2 | 050.5 | 004.1 |
| 097 | Gu | 028.9 | 086.0 | 027.4 | 034.0 | 080.0 | 030.2 | 041.0 | 073.3 | 027.4 | 047.2 | 070.0 | 022.1 | 046.6 | 066.7 | 021.1 |
| 098 | Gu | 152.1 | 065.4 | 000.1 | 060.0 | 083.6 | 026.5 | 061.8 | 081.2 | 024.6 | 061.8 | 077.7 | 025.1 | 060.3 | 079.7 | 020.8 |
| 099 | XX | 068.5 | 033.7 | 064.8 | 065.7 | 030.2 | 062.6 | 063.0 | 024.3 | 064.7 | 032.7 | 080.9 | 034.9 | | | |
| 100 | Gf | 112.2 | 044.6 | 002.1 | 114.7 | 046.6 | 000.4 | 030.1 | 087.0 | 040.9 | | | | | | |
| 101 | Gu | 081.4 | 068.8 | 004.9 | 072.1 | 068.1 | 009.1 | 066.3 | 068.7 | 010.4 | 059.2 | 070.3 | 013.6 | 052.8 | 071.6 | 015.3 |
| 102 | Gu | 050.1 | 052.9 | 030.3 | 050.6 | 061.7 | 021.3 | 049.8 | 064.8 | 018.6 | 046.6 | 065.1 | 020.7 | 042.7 | 069.8 | 023.6 |
| 103 | Gu | 101.4 | 081.8 | 015.2 | 097.8 | 087.1 | 019.1 | 019.3 | 021.7 | 078.9 | 026.2 | 025.4 | 074.1 | 037.3 | 026.3 | 064.5 |
| 104 | Gu | 053.9 | 084.7 | 079.0 | 145.6 | 014.0 | 000.5 | 138.1 | 014.4 | 011.9 | 115.8 | 017.0 | 039.7 | 104.2 | 020.9 | 052.4 |
| 105 | XX | 090.2 | 025.1 | 079.6 | 075.5 | 025.7 | 088.6 | 069.0 | 030.9 | 086.6 | 115.8 | 017.0 | 039.7 | | | |
| 106 | Gu | 016.3 | 079.6 | 046.3 | 020.4 | 083.7 | 041.1 | 025.9 | 083.2 | 038.6 | 032.7 | 080.9 | 034.9 | 038.3 | 080.2 | 032.9 |
| 107 | Gf | 008.5 | 089.9 | 035.4 | 091.8 | 053.8 | 004.0 | 095.7 | 054.5 | 002.0 | 011.9 | 090.0 | 037.3 | | | |
| 108 | Gu | 083.6 | 080.9 | 009.1 | 081.4 | 080.9 | 010.8 | 081.6 | 082.3 | 010.3 | 080.8 | 078.4 | 012.6 | 077.1 | 079.3 | 015.7 |
| 109 | Gu | 004.3 | 077.7 | 079.7 | 004.0 | 076.4 | 078.7 | 003.3 | 072.0 | 084.4 | 002.7 | 065.4 | 089.8 | 002.9 | 060.9 | 002.9 |
| 110 | XX | 101.2 | 083.8 | 008.0 | 097.7 | 088.0 | 011.3 | 016.3 | 013.3 | 081.5 | 002.7 | 065.4 | 089.8 | | | |
| 111 | Gu | 087.0 | 071.2 | 063.7 | 085.2 | 078.9 | 063.1 | 085.8 | 085.3 | 057.1 | 086.0 | 086.3 | 052.3 | 175.4 | 041.4 | 001.9 |
| 112 | Gu | 051.7 | 057.1 | 032.4 | 047.9 | 061.9 | 024.6 | 046.8 | 066.7 | 019.5 | 043.2 | 068.2 | 019.9 | 041.2 | 067.3 | 015.7 |
| 113 | Gu | 100.1 | 083.9 | 025.2 | 012.7 | 029.7 | 086.6 | 019.8 | 032.1 | 082.1 | 027.0 | 039.5 | 077.9 | 028.5 | 040.4 | 079.7 |
| 114 | XX | 040.9 | 053.1 | 040.1 | 049.4 | 053.0 | 029.7 | | | | | | | | | |
| 115 | Gu | 069.3 | 065.1 | 071.8 | 056.5 | 053.6 | 081.3 | 047.0 | 045.4 | 089.0 | 037.9 | 041.1 | 006.3 | 043.4 | 039.7 | 084.9 |
| 116 | Gu | 117.0 | 084.1 | 006.0 | 037.0 | 007.0 | 073.8 | 084.8 | 014.4 | 023.9 | 097.5 | 023.7 | 013.5 | 109.2 | 026.4 | 007.2 |
| 117 | Gu | 047.4 | 051.7 | 034.5 | 051.0 | 050.8 | 026.3 | 055.1 | 058.4 | 012.0 | 049.3 | 057.9 | 011.3 | 047.9 | 061.1 | 007.1 |
| 118 | Gu | 080.4 | 007.2 | 018.2 | 081.1 | 013.4 | 018.7 | 089.7 | 012.6 | 013.8 | 100.4 | 019.2 | 010.0 | 108.9 | 023.0 | 004.4 |
| 119 | Gf | 093.1 | 071.7 | 019.8 | 094.1 | 074.6 | 018.4 | 099.4 | 078.7 | 017.0 | | | | | | |
| 120 | Gu | 105.9 | 081.0 | 000.1 | 102.7 | 074.6 | 002.3 | 104.1 | 072.7 | 002.7 | 108.5 | 066.4 | 002.3 | 105.5 | 066.2 | 003.7 |
| 121 | XX | 076.6 | 028.3 | 015.0 | 078.5 | 030.2 | 005.5 | 081.6 | 035.2 | 082.3 | | | | | | |
| 122 | Gu | 022.7 | 089.2 | 057.1 | 105.8 | 034.7 | 011.0 | 105.8 | 034.9 | 018.9 | 106.7 | 030.5 | 024.4 | 107.2 | 030.4 | 027.3 |
| 123 | Gu | 017.9 | 019.2 | 087.8 | 023.3 | 023.0 | 080.2 | 027.7 | 025.3 | 075.9 | 033.4 | 030.0 | 070.8 | 037.7 | 031.5 | 069.0 |
| 124 | Gu | 145.0 | 053.2 | 002.9 | 056.8 | 089.2 | 038.9 | 057.4 | 088.3 | 038.2 | 057.9 | 085.6 | 038.9 | 057.4 | 081.5 | 036.3 |
| 125 | Gu | 023.7 | 039.5 | 085.9 | 017.3 | 040.4 | 002.3 | 025.1 | 041.0 | 086.1 | 022.7 | 037.1 | 003.8 | 030.6 | 034.0 | 085.4 |
| 126 | XX | 007.3 | 024.0 | 005.8 | 014.6 | 026.3 | 087.1 | 026.4 | 025.6 | 078.0 | 043.3 | 027.9 | 063.7 | | | |
| 127 | Gu | 071.4 | 004.5 | 012.4 | 066.4 | 010.1 | 015.2 | 067.3 | 015.2 | 014.9 | 061.5 | 014.8 | 020.4 | 057.0 | 013.3 | 025.9 |
| 128 | Gu | 102.1 | 053.6 | 020.2 | 106.9 | 045.9 | 012.9 | 113.8 | 041.5 | 009.9 | 114.3 | 040.8 | 017.5 | 121.2 | 036.7 | 012.3 |
| 129 | Gu | 111.7 | 085.0 | 011.2 | 104.9 | 084.8 | 016.3 | 006.1 | 019.6 | 007.8 | 015.8 | 022.0 | 086.5 | 033.6 | 022.5 | 067.6 |
| 130 | XX | 089.8 | 085.5 | 055.4 | 085.2 | 089.1 | 054.1 | 167.8 | 037.2 | 006.2 | 167.8 | 032.7 | 003.3 | | | |
| 131 | Gu | 017.7 | 083.2 | 065.6 | 021.2 | 088.1 | 060.4 | 114.8 | 031.7 | 005.4 | 111.5 | 035.2 | 019.4 | 120.3 | 034.0 | 014.2 |
| 132 | Gu | 038.6 | 031.0 | 080.3 | 030.3 | 031.7 | 088.0 | 027.7 | 031.6 | 001.9 | 037.2 | 034.7 | 081.1 | 042.0 | 032.2 | 075.8 |

| nb | ensemble | ori | eps=0.0 | ori. | eps=0.2 | ori | eps=0.4 | ori. | eps=0.8 | ori | eps=1.2 | | | | | |
|-----|----------|-------|---------|-------|---------|-------|---------|-------|---------|-------|---------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 133 | Gu | 009.6 | 010.8 | 008.1 | 027.7 | 013.5 | 075.0 | 041.9 | 017.2 | 060.5 | 041.9 | 022.4 | 061.1 | 050.8 | 025.1 | 051.7 |
| 134 | Gu | 061.9 | 055.6 | 037.1 | 063.9 | 062.5 | 027.7 | 065.1 | 069.7 | 020.9 | 066.0 | 067.2 | 019.9 | 062.0 | 069.0 | 015.4 |
| 135 | XX | 085.6 | 025.5 | 004.3 | 077.8 | 026.4 | 011.3 | | | | | | | | | |
| 136 | Gu | 023.3 | 089.4 | 018.3 | 021.1 | 088.6 | 023.7 | 024.1 | 086.5 | 025.4 | 028.1 | 081.4 | 029.6 | 034.5 | 079.1 | 028.8 |
| 137 | Gu | 002.5 | 089.9 | 017.4 | 089.4 | 072.2 | 088.0 | 090.1 | 070.7 | 085.8 | 001.0 | 086.3 | 019.3 | 001.9 | 084.0 | 018.9 |
| 138 | Gf | 169.6 | 075.5 | 000.7 | 001.0 | 015.2 | 076.3 | 003.8 | 013.7 | 073.9 | | | | | | |
| 139 | Gu | 074.1 | 088.6 | 028.4 | 070.6 | 088.2 | 031.1 | 070.0 | 081.9 | 034.5 | 069.0 | 078.2 | 037.8 | 067.3 | 078.7 | 034.3 |
| 140 | Gf | 092.3 | 080.2 | 023.7 | 002.2 | 025.0 | 000.7 | 006.0 | 023.2 | 087.7 | | | | | | |
| 141 | Gu | 138.8 | 027.0 | 011.6 | 130.7 | 028.5 | 019.8 | 131.1 | 027.7 | 021.7 | 121.6 | 030.4 | 034.3 | 123.5 | 029.2 | 030.9 |
| 142 | Gu | 084.8 | 086.3 | 009.9 | 083.2 | 088.5 | 011.2 | 084.0 | 085.7 | 011.3 | 081.0 | 082.4 | 013.4 | 076.7 | 079.9 | 015.0 |
| 143 | Gu | 059.5 | 055.5 | 009.1 | 052.6 | 057.6 | 011.7 | 047.5 | 057.9 | 015.2 | 045.3 | 063.3 | 013.2 | 041.3 | 063.5 | 013.2 |
| 144 | Gu | 081.2 | 049.8 | 001.6 | 071.5 | 047.0 | 002.5 | 067.8 | 043.1 | 089.1 | 062.3 | 038.9 | 084.9 | 059.8 | 038.7 | 077.4 |
| 145 | Gu | 077.4 | 065.9 | 064.2 | 069.1 | 052.7 | 069.2 | 060.6 | 042.2 | 076.2 | 050.0 | 036.9 | 084.7 | 050.9 | 039.3 | 077.5 |
| 146 | Gu | 058.7 | 070.2 | 016.2 | 052.5 | 073.8 | 018.2 | 052.8 | 074.9 | 017.7 | 052.6 | 070.5 | 018.6 | 051.7 | 073.3 | 014.1 |
| 147 | XX | 013.2 | 081.0 | 081.3 | 017.4 | 086.2 | 075.3 | 113.3 | 022.2 | 001.7 | 121.4 | 021.8 | 003.0 | | | |
| 148 | Gu | 017.2 | 087.7 | 025.6 | 021.0 | 086.0 | 029.8 | 026.3 | 084.0 | 027.7 | 030.3 | 079.9 | 029.4 | 035.1 | 077.4 | 023.4 |
| 149 | Gu | 043.1 | 089.4 | 013.0 | 043.2 | 085.0 | 015.5 | 044.4 | 078.8 | 020.5 | 046.1 | 079.8 | 021.3 | 046.3 | 079.5 | 023.3 |
| 150 | Gu | 169.2 | 062.7 | 003.2 | 081.5 | 089.8 | 028.3 | 085.5 | 088.9 | 027.4 | 089.9 | 088.1 | 026.3 | 009.8 | 024.8 | 080.8 |
| 151 | Gu | 083.2 | 086.2 | 024.5 | 079.0 | 084.6 | 027.5 | 076.7 | 080.7 | 028.6 | 072.6 | 080.5 | 031.0 | 069.3 | 080.2 | 032.8 |
| 152 | Gu | 047.9 | 046.2 | 022.4 | 052.0 | 050.3 | 013.3 | 053.6 | 052.9 | 007.6 | 051.5 | 058.2 | 006.5 | 044.1 | 058.3 | 009.3 |
| 153 | Gu | 098.8 | 070.5 | 059.5 | 005.4 | 063.5 | 013.5 | 010.5 | 062.2 | 012.1 | 017.7 | 062.5 | 008.4 | 018.1 | 060.5 | 009.6 |
| 154 | Gu | 030.7 | 073.8 | 026.4 | 029.4 | 079.1 | 021.4 | 031.1 | 080.8 | 022.0 | 034.4 | 083.5 | 020.9 | 036.4 | 083.5 | 019.1 |
| 155 | Gu | 136.3 | 022.3 | 033.1 | 143.4 | 021.6 | 023.2 | 144.8 | 023.9 | 022.5 | 135.8 | 029.5 | 032.4 | 142.0 | 027.4 | 022.4 |
| 156 | XX | 006.7 | 012.5 | 006.1 | 018.7 | 017.1 | 081.0 | 028.5 | 020.0 | 071.2 | | | | | | |
| 157 | Gu | 025.3 | 088.3 | 070.4 | 106.8 | 022.5 | 008.7 | 108.7 | 023.3 | 008.2 | 110.7 | 024.0 | 008.5 | 027.8 | 089.1 | 062.5 |
| 158 | Gu | 155.5 | 062.7 | 009.4 | 157.1 | 058.3 | 001.4 | 067.4 | 081.4 | 035.7 | 066.0 | 084.8 | 033.6 | 066.1 | 081.0 | 025.7 |
| 159 | XX | 048.6 | 076.8 | 047.8 | 047.4 | 082.1 | 045.5 | 049.8 | 084.5 | 043.3 | 050.2 | 089.4 | 040.4 | | | |
| 160 | XX | 079.4 | 064.5 | 077.2 | 079.4 | 061.5 | 074.9 | 086.0 | 060.9 | 067.7 | | | | | | |
| 161 | Gu | 152.8 | 033.6 | 010.9 | 153.4 | 035.7 | 008.4 | 153.3 | 039.3 | 007.6 | 156.0 | 038.8 | 001.5 | 065.2 | 087.6 | 043.3 |
| 162 | Gu | 061.9 | 039.4 | 081.4 | 057.5 | 036.2 | 079.8 | 058.7 | 034.0 | 076.1 | 056.1 | 029.0 | 076.0 | 067.0 | 028.7 | 059.7 |
| 163 | Gu | 046.5 | 079.4 | 061.6 | 135.1 | 036.0 | 001.0 | 134.7 | 039.8 | 005.6 | 051.7 | 088.9 | 052.5 | 052.1 | 088.6 | 044.2 |
| 164 | Gu | 093.5 | 031.1 | 001.3 | 091.6 | 032.8 | 007.9 | 098.6 | 033.7 | 010.9 | 028.2 | 089.6 | 055.5 | 123.2 | 036.6 | 000.1 |
| 165 | Gu | 012.1 | 014.9 | 006.7 | 018.4 | 017.8 | 085.5 | 024.8 | 020.3 | 077.4 | 030.3 | 022.4 | 070.9 | 046.2 | 023.5 | 056.3 |
| 166 | Gu | 036.0 | 040.0 | 028.0 | 043.7 | 043.9 | 014.1 | 047.1 | 048.4 | 004.7 | 040.2 | 048.0 | 010.6 | 040.7 | 054.1 | 006.4 |
| 167 | XX | 003.9 | 053.6 | 080.3 | 086.9 | 089.2 | 051.8 | 173.4 | 039.3 | 002.9 | 166.0 | 036.5 | 006.9 | | | |
| 168 | Gu | 064.5 | 050.6 | 016.7 | 059.0 | 055.0 | 012.4 | 054.8 | 055.2 | 012.2 | 046.9 | 059.7 | 012.8 | 040.6 | 061.6 | 015.1 |
| 169 | Gu | 005.5 | 042.7 | 027.5 | 007.9 | 040.5 | 016.5 | 010.0 | 038.5 | 012.7 | 021.6 | 040.7 | 086.0 | 023.5 | 037.7 | 082.4 |
| 170 | Gu | 033.9 | 015.4 | 043.0 | 052.3 | 018.3 | 019.5 | 072.5 | 022.3 | 082.2 | 083.1 | 021.1 | 063.4 | 085.0 | 028.0 | 053.9 |
| 171 | Gu | 095.5 | 077.6 | 023.9 | 095.1 | 083.6 | 025.8 | 009.2 | 027.4 | 087.7 | 019.3 | 030.9 | 079.5 | 028.0 | 033.0 | 073.3 |
| 172 | XX | 083.1 | 033.3 | 008.2 | 082.2 | 034.7 | 002.8 | 079.0 | 036.5 | 086.3 | | | | | | |
| 173 | Gu | 008.3 | 073.3 | 023.8 | 008.3 | 072.3 | 021.0 | 009.5 | 070.4 | 020.8 | 013.9 | 070.8 | 012.8 | 012.8 | 068.1 | 010.7 |
| 174 | Gu | 044.2 | 080.3 | 024.5 | 043.0 | 080.7 | 027.2 | 045.1 | 081.1 | 027.6 | 047.0 | 078.8 | 030.8 | 048.3 | 082.1 | 027.7 |
| 175 | Gu | 096.4 | 076.7 | 003.2 | 093.3 | 075.6 | 003.5 | 092.5 | 075.6 | 003.8 | 091.1 | 070.7 | 005.3 | 086.6 | 073.5 | 004.5 |
| 176 | Gu | 090.6 | 080.2 | 033.6 | 089.0 | 083.2 | 036.9 | 088.7 | 085.1 | 036.2 | 090.8 | 081.0 | 031.3 | 087.6 | 084.5 | 029.1 |
| 177 | Gu | 028.0 | 007.3 | 075.8 | 048.4 | 010.7 | 052.8 | 061.2 | 014.6 | 040.5 | 054.6 | 022.7 | 048.4 | 056.3 | 027.6 | 049.3 |
| 178 | Gu | 043.3 | 044.3 | 084.0 | 037.1 | 044.3 | 088.5 | 034.5 | 045.0 | 001.8 | 029.8 | 042.2 | 007.4 | 031.5 | 040.8 | 002.5 |

| nb | ensemble | ori eps=0.0 | | | ori. eps=0.2 | | | ori eps=0.4 | | | ori. eps=0.8 | | | ori eps=1.2 | | |
|-----|----------|-------------|-------|-------|--------------|-------|-------|-------------|-------|-------|--------------|-------|-------|-------------|-------|-------|
| 179 | Gu | 082.4 | 006.0 | 030.1 | 081.1 | 011.5 | 030.8 | 103.9 | 012.8 | 010.9 | 105.2 | 018.2 | 017.1 | 102.8 | 026.1 | 023.9 |
| 180 | XX | 021.1 | 086.9 | 000.7 | 017.5 | 086.1 | 088.2 | 018.1 | 084.0 | 080.3 | 023.7 | 085.0 | 071.2 | | | |
| 181 | Gu | 148.5 | 052.8 | 002.2 | 055.6 | 085.4 | 042.5 | 055.3 | 085.7 | 040.9 | 054.2 | 084.2 | 039.7 | 053.3 | 080.4 | 037.7 |
| 182 | Gu | 153.8 | 075.7 | 000.7 | 062.1 | 079.1 | 012.6 | 064.0 | 076.6 | 009.4 | 068.3 | 070.5 | 009.4 | 062.5 | 068.7 | 004.9 |
| 183 | Gu | 055.9 | 025.8 | 041.7 | 064.2 | 025.5 | 036.3 | 077.5 | 021.8 | 030.4 | 081.1 | 019.5 | 034.0 | 088.5 | 026.2 | 029.9 |
| 184 | Gu | 098.5 | 068.0 | 067.0 | 001.8 | 070.0 | 024.3 | 008.1 | 072.1 | 021.0 | 015.0 | 072.1 | 018.1 | 020.3 | 077.2 | 015.7 |
| 185 | Gu | 039.2 | 053.4 | 020.3 | 038.6 | 058.3 | 016.2 | 036.3 | 058.2 | 018.5 | 038.1 | 061.6 | 016.4 | 040.0 | 060.9 | 013.7 |
| 186 | Gu | 042.2 | 080.8 | 055.4 | 043.3 | 088.5 | 052.3 | 045.9 | 089.7 | 050.9 | 134.4 | 042.0 | 005.1 | 137.8 | 042.8 | 002.8 |
| 187 | XX | 121.4 | 019.9 | 011.3 | 112.7 | 021.1 | 023.3 | 106.3 | 025.1 | 034.2 | 102.5 | 021.4 | 037.0 | | | |
| 188 | XX | 114.2 | 029.4 | 008.1 | 107.2 | 030.8 | 017.7 | 105.8 | 026.5 | 023.7 | | | | | | |
| 189 | XX | 097.3 | 030.6 | 025.1 | 093.9 | 030.1 | 028.6 | 095.9 | 026.1 | 030.4 | | | | | | |
| 190 | Gu | 025.5 | 072.6 | 042.9 | 024.9 | 078.0 | 040.2 | 030.8 | 084.4 | 033.2 | 037.2 | 084.5 | 032.8 | 042.8 | 085.5 | 028.4 |
| 191 | XX | 082.7 | 029.0 | 081.3 | 074.7 | 028.3 | 082.2 | 075.4 | 029.3 | 076.6 | | | | | | |
| 192 | XX | 110.8 | 011.3 | 064.5 | 089.8 | 006.5 | 081.2 | 091.7 | 008.2 | 078.9 | 080.0 | 005.0 | 089.7 | | | |
| 193 | Gu | 064.0 | 078.6 | 015.3 | 066.0 | 078.5 | 016.0 | 070.9 | 078.4 | 014.6 | 073.4 | 073.3 | 014.4 | 069.2 | 072.4 | 011.3 |
| 194 | Gu | 002.4 | 082.2 | 031.3 | 090.4 | 054.5 | 085.8 | 088.0 | 045.9 | 088.0 | 089.3 | 042.8 | 085.2 | 095.7 | 045.4 | 077.6 |
| 195 | Gu | 021.2 | 075.0 | 059.2 | 025.4 | 081.5 | 048.1 | 031.5 | 083.3 | 042.2 | 038.2 | 084.7 | 037.5 | 043.3 | 079.8 | 035.1 |
| 196 | XX | 045.3 | 060.5 | 038.2 | 043.4 | 066.6 | 035.8 | 046.9 | 072.6 | 027.0 | 047.0 | 071.3 | 029.0 | | | |
| 197 | Gu | 095.8 | 029.8 | 034.5 | 093.5 | 027.9 | 036.1 | 098.8 | 023.3 | 032.8 | 105.4 | 023.6 | 030.3 | 105.6 | 023.8 | 031.0 |
| 198 | XX | 000.8 | 048.8 | 020.9 | 003.9 | 047.1 | 009.4 | 006.6 | 045.2 | 005.2 | | | | | | |
| 199 | XX | 068.3 | 059.3 | 024.3 | 067.7 | 061.2 | 018.2 | 067.9 | 058.1 | 013.1 | | | | | | |
| 200 | XX | 046.0 | 045.2 | 078.0 | 042.3 | 041.0 | 084.2 | 042.9 | 037.5 | 084.6 | | | | | | |
| 201 | Gu | 168.5 | 036.0 | 004.9 | 082.0 | 086.8 | 052.9 | 171.4 | 039.5 | 000.5 | 083.8 | 089.6 | 051.4 | 166.5 | 040.3 | 007.9 |
| 202 | XX | 086.8 | 082.7 | 014.0 | 085.6 | 085.1 | 016.5 | 088.5 | 087.7 | 018.7 | | | | | | |
| 203 | XX | 000.2 | 079.4 | 001.7 | 089.6 | 084.3 | 079.1 | 000.6 | 076.7 | 007.5 | 001.1 | 073.5 | 013.7 | | | |
| 204 | Gu | 061.2 | 007.4 | 032.7 | 051.9 | 003.5 | 037.1 | 089.1 | 088.1 | 000.3 | 087.9 | 088.8 | 085.9 | 086.5 | 088.9 | 085.2 |
| 205 | Gu | 093.6 | 083.6 | 002.8 | 064.0 | 005.1 | 026.5 | 084.8 | 012.4 | 005.3 | 085.3 | 016.2 | 003.4 | 084.2 | 016.1 | 003.9 |
| 206 | Gu | 028.2 | 074.5 | 048.0 | 029.5 | 082.4 | 041.3 | 032.7 | 084.2 | 038.1 | 037.0 | 082.8 | 038.1 | 040.6 | 085.6 | 032.2 |
| 207 | Gu | 069.8 | 060.5 | 070.9 | 058.7 | 050.9 | 080.5 | 054.1 | 046.3 | 083.0 | 046.8 | 042.0 | 086.9 | 046.1 | 045.8 | 082.1 |

Tab. B.1 : Orientations moyennes des 207 grains de l'échantillon B, aux déformations successives, et ensembles d'appartenance.

B.4 Chemins de rotation : distribution de α entre axes successifs

Pour le cas expérimental, la distribution d'angles entre les axes de rotation des deux premiers incréments de déformation, $\alpha(r_i^{0.42}, r_i^{0.77})$, présente des caractéristiques particulières : sous sa forme normalisée, elle comporte un plateau aux angles compris entre 90° et 180° (sous la forme non normalisée, le plateau correspond à une forme sinusoïdale). L'existence de ce dernier traduit l'existence, pour une certaine proportion de grains, d'une indépendance entre les axes de rotation des deux incréments de déformation. Le fait que le plateau débute à la valeur de 90° en est d'ailleurs une confirmation, car au-delà, la rotation au deuxième incrément comporte une composante de « rotation opposée » qui, par nature, ne peut être corrélée à la première rotation. La proportion des grains pour lesquels il y a indépendance entre les deux axes de rotation peut être quantifiée : l'indépendance est traduite par un plateau qui est en pratique visible au-delà de 90° , mais qui, par nature, s'étend sur tout le domaine angulaire – de 0° à 180° . En deçà de 90° s'ajoute à ce plateau la composante de « corrélation ». Ceci est illustré en figure B.3. Ainsi, la proportion des grains pour lesquels les axes de rotation au premier et deuxième incréments sont indépendants est de $1/3$. Lorsqu'au contraire il y a corrélation (pour $2/3$ des grains), alors l'angle moyen entre les axes de rotation est d'environ 30° .

La distribution de $\alpha(r_{0.42}^{0.77}, r_{0.77}^{1.2})$ possède un plateau moins prononcé, mais, selon le même raisonnement, il apparaît que la proportion des grains pour lesquels les axes de rotation à le deuxième et le troisième incrément sont indépendants est de $1/2$. Lorsqu'il y a corrélation, l'angle moyen entre les axes de rotation est d'environ 40° .

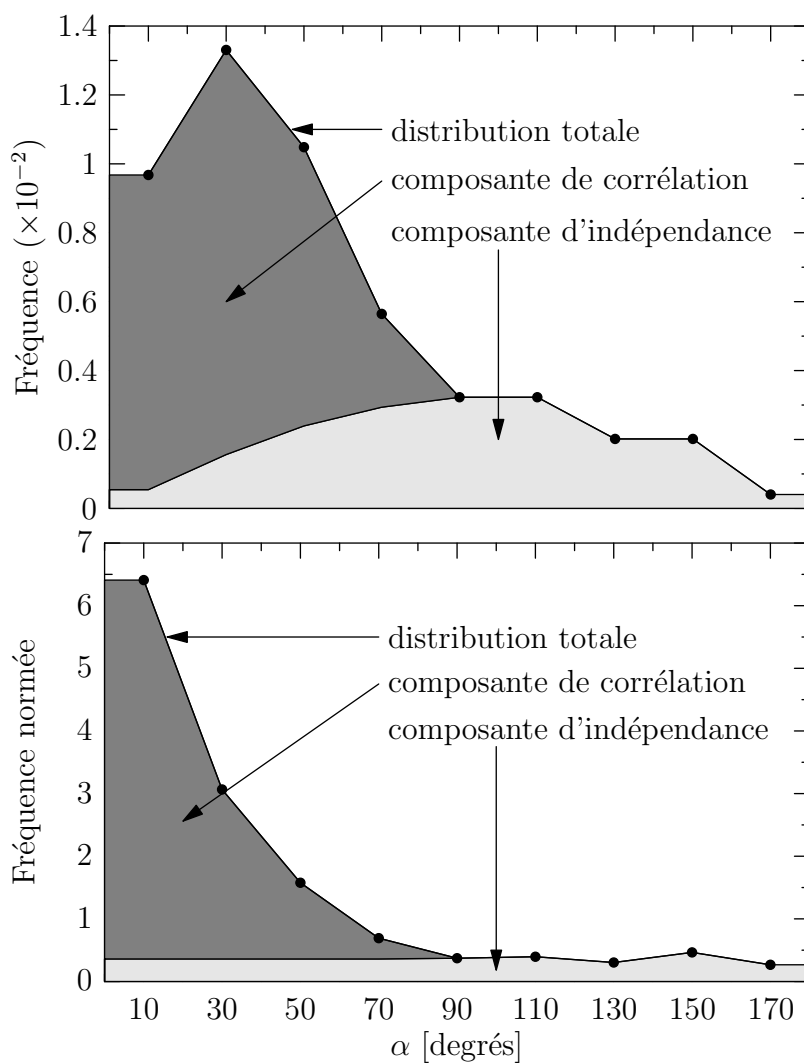


Fig. B.3 : Rotations moyennes aux incréments de déformation successifs : décomposition schématique des distributions de $\alpha (r_i^{0.42}, r_i^{0.77})$ en une composante d'indépendance et une composante de corrélation. (haut) Distributions standards et (bas) normalisées par rapport à l'« aléatoire ». $\alpha (r_i^{0.42}, r_i^{0.77})$ représente l'angle entre les deux axes.

B.5 Influences des incertitudes de mesures sur la variabilité des rotations

Nous quantifions ici l'effet des incertitudes de mesures sur les orientations des grains dans l'expérience sur les variabilités à orientation constante des angles et axes de rotation. L'approche consiste à construire une configuration « idéale » pour laquelle aucune source d'incertitude n'est présente, puis à introduire les incertitudes de mesures, et quantifier les variabilités associées résultantes.

La démarche adoptée est la suivante,

- Nous nous appuyons sur le cas de rotations simulées avec le modèle de Taylor, pour 20000 grains déformés à 0.5.

Ceci permet d'obtenir un angle de rotation moyen proche de celui rencontré expérimentalement. Comme, dans ce cas, les rotations ne dépendent que de l'orientation, la variabilité à orientation constante est nulle.

- Nous appliquons ensuite aux orientations initiales et finales des perturbations représentant les incertitudes de mesure.

L'incertitude sur les mesures d'orientation est considérée être de 1° en moyenne, et elle est supposée suivre une distribution gaussienne. Les axes correspondants sont supposés aléatoires.

Chaque orientation est soumise à une telle rotation.

- Comme dans l'expérience, l'analyse est limitée aux grains d'angles de rotation supérieurs à 2.72° (ensemble \mathcal{G}_{u+}), et les variabilités sont calculées.

Les données résultantes sont présentées sur la figure B.4. Les variabilités résultantes sont $\Delta_r\theta = 0.085$ et $\alpha = 8.6^\circ$. Les valeurs moyennes des variabilités sur toutes les paires de grains (sans prendre en compte les désorientations), notées $\overline{\Delta_r\theta}$ et $\bar{\alpha}$, sont peu affectées. Elles valent respectivement 0.437 et 76.8° sans erreur, et 0.443 et 76.0 avec erreur.

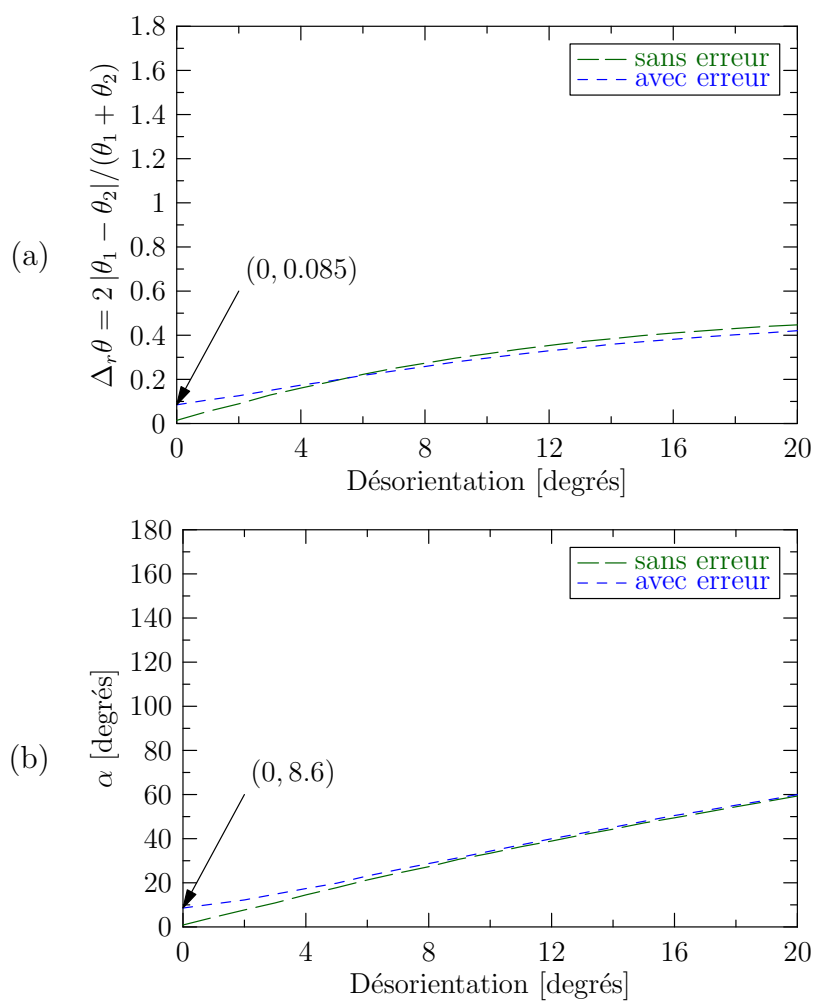


Fig. B.4 : Effet des incertitudes de mesures sur les variabilités à orientation constante des (a) angles et (b) axes de rotation.

Annexe -C-

Modèle RSI : compléments

Sommaire

| | | |
|-------|-------------------------------------------------------------------------------|-----|
| C.1 | Calcul de la contrainte caractéristique du voisinage | 214 |
| C.2 | Effet de l'interaction intergranulaire sur les grandeurs mécaniques | 216 |
| C.2.1 | Contrainte moyenne | 216 |
| C.2.2 | Incompatibilité des contraintes | 217 |
| C.2.3 | Distributions des déformations | 220 |

C.1 Calcul de la contrainte caractéristique du voisinage

La contrainte caractéristique du voisinage est définie comme,

$$\bar{\mathcal{S}} \mid \frac{\partial \mathcal{I}}{\partial \bar{\mathcal{S}}} = \mathbf{0} \quad \text{avec} \quad \mathcal{I} = \sum_{k=1}^N A^k \|\underline{\Delta \mathbf{T}}^k\|^2 \quad (\text{C.1})$$

Pour son calcul, recherchons tout d'abord l'expression de $\frac{\partial \mathcal{I}}{\partial \bar{\mathcal{S}}}$,

$$\frac{\partial \mathcal{I}}{\partial \bar{\mathcal{S}}} = \frac{\partial}{\partial \bar{\mathcal{S}}} \sum_{k=1}^N A^k \|\underline{\Delta \mathbf{T}}^k\|^2 = \sum_{k=1}^N A^k \frac{\partial}{\partial \bar{\mathcal{S}}} \|\underline{\Delta \mathbf{T}}^k\|^2 \quad (\text{C.2})$$

En appliquant la dérivation,

$$\frac{\partial \mathcal{I}}{\partial \bar{\mathcal{S}}} = \sum_{k=1}^N 2 A^k \underline{\Delta \mathbf{T}}^k \cdot \frac{\partial \underline{\Delta \mathbf{T}}^k}{\partial \bar{\mathcal{S}}} \quad (\text{C.3})$$

Déterminons l'expression de $\frac{\partial \underline{\Delta \mathbf{T}}^k}{\partial \bar{\mathcal{S}}}$. En remplaçant $\underline{\Delta \mathbf{T}}^k$ par son expression, puis en notant que les états de contrainte des grains sont indépendants les uns des autres (les \mathcal{S}^k sont indépendants de $\bar{\mathcal{S}}$), nous avons,

$$\frac{\partial \underline{\Delta \mathbf{T}}^k}{\partial \bar{\mathcal{S}}} = \frac{\partial}{\partial \bar{\mathcal{S}}} [(\bar{\mathcal{S}} - \mathcal{S}^k) \cdot \underline{\mathbf{n}}^k] = \frac{\partial}{\partial \bar{\mathcal{S}}} (\bar{\mathcal{S}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k) \quad (\text{C.4})$$

En appliquant la dérivation, et en remarquant que $\underline{\mathbf{n}}^k$ ne dépend pas de $\bar{\mathcal{S}}$,

$$\frac{\partial \underline{\Delta \mathbf{T}}^k}{\partial \bar{\mathcal{S}}} = \frac{\partial \bar{\mathcal{S}}}{\partial \bar{\mathcal{S}}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k + \bar{\mathcal{S}} \cdot \frac{\partial \underline{\mathbf{n}}^k}{\partial \bar{\mathcal{S}}} = \frac{\partial \bar{\mathcal{S}}}{\partial \bar{\mathcal{S}}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k = \underline{\mathbf{I}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k \quad (\text{C.5})$$

où $\underline{\mathbf{I}}$ est le tenseur unité d'ordre 4 défini par $I_{ijkl} = 1$ si $i = k$ et $j = l$; $I_{ijkl} = 0$ sinon.

L'expression de \mathcal{I} devient donc,

$$\frac{\partial \mathcal{I}}{\partial \bar{\mathcal{S}}} = \sum_{k=1}^N 2 A^k \underline{\Delta \mathbf{T}}^k \cdot (\underline{\mathbf{I}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k) \quad (\text{C.6})$$

Soit, en appliquant les produits,

$$\frac{\partial \mathcal{I}}{\partial \bar{\mathcal{S}}} = \sum_{k=1}^N 2 A^k \underline{\Delta \mathbf{T}}^k \otimes \underline{\mathbf{n}}^k \quad (\text{C.7})$$

Soit, en remplaçant $\underline{\Delta \mathbf{T}}^k$ par son expression,

$$\frac{\partial \mathcal{I}}{\partial \bar{\mathcal{S}}} = \sum_{k=1}^N 2 A^k [(\bar{\mathcal{S}} - \mathcal{S}^k) \cdot \underline{\mathbf{n}}^k] \otimes \underline{\mathbf{n}}^k \quad (\text{C.8})$$

Déterminons maintenant l'expression de $\bar{\mathcal{S}}$. Par définition (équation VI.5), $\bar{\mathcal{S}} \mid \frac{\partial \mathcal{I}}{\partial \mathcal{S}} = \mathbf{0}$, ce qui conduit à,

$$\sum_{k=1}^N 2 A^k [(\mathcal{S} - \mathcal{S}^k) \cdot \underline{\mathbf{n}}^k] \otimes \underline{\mathbf{n}}^k = \mathbf{0} \quad (\text{C.9})$$

Soit, en développant,

$$\sum_{k=1}^N A^k (\mathcal{S} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k) \otimes \underline{\mathbf{n}}^k = \sum_{k=1}^N A^k (\mathcal{S}^k \cdot \underline{\mathbf{n}}^k) \otimes \underline{\mathbf{n}}^k \quad (\text{C.10})$$

En notant que $(\underline{\mathbf{a}} \cdot \underline{\mathbf{b}}) \otimes \underline{\mathbf{c}} = \underline{\mathbf{a}} \cdot (\underline{\mathbf{b}} \otimes \underline{\mathbf{c}})$, et comme $\bar{\mathcal{S}}$ ne dépend pas de k ,

$$\bar{\mathcal{S}} \cdot \sum_{k=1}^N A^k (\underline{\mathbf{n}}^k \otimes \underline{\mathbf{n}}^k) = \sum_{k=1}^N A^k \mathcal{S}^k \cdot (\underline{\mathbf{n}}^k \otimes \underline{\mathbf{n}}^k) \quad (\text{C.11})$$

En adoptant pour notation, $\mathcal{N}^k = A^k (\underline{\mathbf{n}}^k \otimes \underline{\mathbf{n}}^k)$, cette égalité peut être écrite comme suit,

$$\bar{\mathcal{S}} \cdot \sum_{k=1}^N \mathcal{N}^k = \sum_{k=1}^N \mathcal{S}^k \cdot \mathcal{N}^k \quad (\text{C.12})$$

Nous obtenons finalement pour expression de $\bar{\mathcal{S}}$, sous condition d'inversibilité de $\sum_{k=1}^N \mathcal{N}^k$ (vérifiée pour des morphologies tridimensionnelles),

$$\bar{\mathcal{S}} = \left(\sum_{k=1}^N \mathcal{S}^k \cdot \mathcal{N}^k \right) \cdot \left(\sum_{k=1}^N \mathcal{N}^k \right)^{-1} \quad (\text{C.13})$$

Le tenseur $\left(\sum_{k=1}^N \mathcal{N}^k \right)$ est un tenseur définissant la géométrie du grain (aires et orientations des faces). Il s'apparente en fait à une matrice de Gramm et à la notion de tenseur d'orientation des normales aux faces de grain, de la forme $\underline{\mathbf{n}}^k \otimes \underline{\mathbf{n}}^k$. Le tenseur $\left(\sum_{k=1}^N \mathcal{S}^k \cdot \mathcal{N}^k \right)$ intègre, lui, les conditions mécaniques imposées au grain par ses voisins. Nous pouvons noter que, puisque les tenseurs \mathcal{S} sont symétriques et déviatoriques, seules 5 composantes (indépendantes) de $\bar{\mathcal{S}}$ sont inconnues.

Le système C.12 peut être également être écrit sous la forme d'un système matriciel de la forme $A X = B$, qui peut être résolu pour des morphologies tridimensionnelles comme bidimensionnelles. En définissant $\bar{\mathcal{S}} = (\bar{S}_{11} \ \bar{S}_{22} \ \bar{S}_{23} \ \bar{S}_{13} \ \bar{S}_{12})^t$, nous obtenons,

$$\mathcal{N} \cdot \bar{\mathcal{S}} = \mathcal{I} \quad (\text{C.14})$$

où \mathcal{N} et \mathcal{I} ont pour expressions,

$$\mathcal{N} = \sum_k \begin{pmatrix} N_{11}^k + N_{33}^k & N_{33}^k & -N_{23}^k & 0 & N_{12}^k \\ N_{33}^k & N_{22}^k + N_{33}^k & 0 & -N_{13}^k & N_{12}^k \\ -N_{23}^k & 0 & N_{22}^k + N_{33}^k & N_{12}^k & N_{13}^k \\ 0 & -N_{13}^k & N_{12}^k & N_{11}^k + N_{33}^k & N_{23}^k \\ N_{12}^k & N_{12}^k & N_{13}^k & N_{23}^k & N_{11}^k + N_{22}^k \end{pmatrix} \quad (\text{C.15})$$

et

$$\mathcal{I} = \sum_k \begin{pmatrix} (\mathcal{S}^k \cdot \mathcal{N}^k)_{11} - (\mathcal{S}^k \cdot \mathcal{N}^k)_{33} \\ (\mathcal{S}^k \cdot \mathcal{N}^k)_{22} - (\mathcal{S}^k \cdot \mathcal{N}^k)_{33} \\ (\mathcal{S}^k \cdot \mathcal{N}^k)_{23} + (\mathcal{S}^k \cdot \mathcal{N}^k)_{32} \\ (\mathcal{S}^k \cdot \mathcal{N}^k)_{31} + (\mathcal{S}^k \cdot \mathcal{N}^k)_{13} \\ (\mathcal{S}^k \cdot \mathcal{N}^k)_{12} + (\mathcal{S}^k \cdot \mathcal{N}^k)_{21} \end{pmatrix} \quad (\text{C.16})$$

$\bar{\mathcal{S}}$ (et $\bar{\mathcal{S}}$) sont finalement donnés par

$$\bar{\mathcal{S}} = \mathcal{N}^{-1} \cdot \mathcal{I} \quad (\text{C.17})$$

C.2 Effet de l'interaction intergranulaire sur les grandeurs mécaniques

C.2.1 Contrainte moyenne

Nous démontrons ici que l'interaction intergranulaire telle qu'appliquée dans notre modèle conserve l'état de contrainte moyen. Nous considérons pour cela un agrégat périodique de M grains, tous de même taille et de même forme (cas des octaèdres tronqués, par exemple). Nous notons \bullet_g la valeur de \bullet du grain g .

D'après l'équation C.12, pour un grain g donné,

$$\bar{\mathcal{S}}_g \cdot \sum_{k=1}^N \mathcal{N}^k = \sum_{k=1}^N \mathcal{S}_{g \cdot}^k \cdot \mathcal{N}^k$$

Considérons la moyenne de cette égalité sur l'agrégat,

$$\frac{1}{M} \sum_g \left(\bar{\mathcal{S}}_g \cdot \sum_{k=1}^N \mathcal{N}^k \right) = \frac{1}{M} \sum_g \left(\sum_{k=1}^N \mathcal{S}_{g \cdot}^k \cdot \mathcal{N}^k \right)$$

Traisons d'abord le terme de gauche. Le facteur $\sum_{k=1}^N \mathcal{N}^k$ étant supposé identique pour tous les grains, nous obtenons,

$$\frac{1}{M} \sum_g \left(\bar{\mathcal{S}}_g \cdot \sum_{k=1}^N \mathcal{N}^k \right) = \frac{1}{M} \left(\sum_g \bar{\mathcal{S}}_g \right) \cdot \left(\sum_{k=1}^N \mathcal{N}^k \right) = \langle \bar{\mathcal{S}}_g \rangle \cdot \left(\sum_{k=1}^N \mathcal{N}^k \right) \quad (\text{C.18})$$

Traisons maintenant le terme de droite. En effectuant de simples manipulations, nous obtenons,

$$\frac{1}{M} \sum_g \left(\sum_{k=1}^N \mathfrak{S}_g^k \cdot \mathbf{N}^k \right) = \sum_{k=1}^N \left(\frac{1}{M} \sum_g \mathfrak{S}_g^k \right) \cdot \mathbf{N}^k \quad (\text{C.19})$$

En remarquant que $\sum_g \mathfrak{S}_g^k = \sum_g \mathfrak{S}_g$,

$$\frac{1}{M} \sum_g \left(\sum_{k=1}^N \mathfrak{S}_g^k \cdot \mathbf{N}^k \right) = \sum_{k=1}^N \left(\frac{1}{M} \sum_g \mathfrak{S}_g \right) \cdot \mathbf{N}^k = \sum_{k=1}^N (\langle \mathfrak{S}_g \rangle \cdot \mathbf{N}^k) \quad (\text{C.20})$$

Soit, finalement, puisque \mathfrak{S}_g ne dépend pas de k ,

$$\frac{1}{M} \sum_g \left(\sum_{k=1}^N \mathfrak{S}_g^k \cdot \mathbf{N}^k \right) = \langle \mathfrak{S}_g \rangle \cdot \left(\sum_{k=1}^N \mathbf{N}^k \right) \quad (\text{C.21})$$

Ainsi,

$$\langle \overline{\mathfrak{S}}_g \rangle \cdot \left(\sum_{k=1}^N \mathbf{N}^k \right) = \langle \mathfrak{S}_g \rangle \cdot \left(\sum_{k=1}^N \mathbf{N}^k \right) \quad (\text{C.22})$$

et finalement,

$$\langle \overline{\mathfrak{S}}_g \rangle = \langle \mathfrak{S}_g \rangle \quad (\text{C.23})$$

C.2.2 Incompatibilité des contraintes

Nous caractérisons ici l'influence de l'interaction intergranulaire telle que prise en compte dans notre modèle sur l'incompatibilité des contraintes, \mathcal{I} . Pour cela, nous recherchons la valeur de \mathcal{I} associée à la contrainte corrigée, \mathfrak{S}^* . Nous notons \mathcal{I}^* et $\underline{\Delta \mathbf{T}}^{k*}$ les valeurs de \mathcal{I} et $\underline{\Delta \mathbf{T}}^k$ pour $\mathfrak{S} = \mathfrak{S}^*$. De la même manière, nous notons $\overline{\mathcal{I}}$ et $\overline{\underline{\Delta \mathbf{T}}}^k$ les valeurs de \mathcal{I} et $\underline{\Delta \mathbf{T}}^k$ pour $\mathfrak{S} = \overline{\mathfrak{S}}$.

L'expression de \mathcal{I}^* est, par définition (équation C.4),

$$\mathcal{I}^*(A) = \sum_k A^k \|\underline{\Delta \mathbf{T}}^{k*}\|^2 = \sum_k A^k \|\mathfrak{S}^* \cdot \underline{\mathbf{n}}^k - \underline{\mathbf{T}}^k\|^2 \quad (\text{C.24})$$

Développons tout d'abord $\|\mathfrak{S}^* \cdot \underline{\mathbf{n}}^k - \underline{\mathbf{T}}^k\|^2$. En remplaçant \mathfrak{S}^* par son expression (équation VI.2), nous obtenons,

$$\begin{aligned} \|\mathfrak{S}^* \cdot \underline{\mathbf{n}}^k - \underline{\mathbf{T}}^k\|^2 &= \|(1-A) \mathfrak{S} + A \overline{\mathfrak{S}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k - \underline{\mathbf{T}}^k\|^2 \\ &= \|(1-A) \mathfrak{S} + A \overline{\mathfrak{S}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k - [(1-A) + A] \underline{\mathbf{T}}^k\|^2 \\ &= \|(1-A) (\mathfrak{S} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k - \underline{\mathbf{T}}^k) + A (\overline{\mathfrak{S}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k - \underline{\mathbf{T}}^k)\|^2 \end{aligned}$$

Sachant que $\|\mathbf{a} + \mathbf{b}\|^2 = \|\mathbf{a}\|^2 + 2\mathbf{a} \cdot \mathbf{b} + \|\mathbf{b}\|^2$, puis en factorisant, cette expression devient,

$$\begin{aligned} \|\underline{\mathcal{S}}^* \cdot \underline{\mathbf{n}}^k - \underline{\mathbf{T}}^k\|^2 &= (1 - A)^2 \|\underline{\mathcal{S}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k - \underline{\mathbf{T}}^k\|^2 + A^2 \|\overline{\underline{\mathcal{S}}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k - \underline{\mathbf{T}}^k\|^2 \\ &\quad + 2A(1 - A) (\underline{\mathcal{S}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k - \underline{\mathbf{T}}^k) \cdot (\overline{\underline{\mathcal{S}}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k - \underline{\mathbf{T}}^k) \end{aligned}$$

En réintroduisant les discontinuités de vecteur contrainte ($\underline{\Delta \mathbf{T}}^k$) dans les 2 premiers termes, nous obtenons,

$$\begin{aligned} \|\underline{\mathcal{S}}^* \cdot \underline{\mathbf{n}}^k - \underline{\mathbf{T}}^k\|^2 &= (1 - A)^2 \|\underline{\Delta \mathbf{T}}^k\|^2 + A^2 \|\overline{\underline{\Delta \mathbf{T}}}^k\|^2 \\ &\quad + 2A(1 - A) (\underline{\mathcal{S}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k - \underline{\mathbf{T}}^k) \cdot (\overline{\underline{\mathcal{S}}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k - \underline{\mathbf{T}}^k) \end{aligned} \quad (\text{C.25})$$

Décomposons maintenant le produit $(\underline{\mathcal{S}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k - \underline{\mathbf{T}}^k) \cdot (\overline{\underline{\mathcal{S}}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k - \underline{\mathbf{T}}^k)$. En introduisant le terme $\overline{\underline{\mathcal{S}}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k$ dans le facteur de gauche, puis en développant,

$$\begin{aligned} (\underline{\mathcal{S}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k - \underline{\mathbf{T}}^k) \cdot (\overline{\underline{\mathcal{S}}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k - \underline{\mathbf{T}}^k) &= (\underline{\mathcal{S}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k - \underline{\mathbf{T}}^k + \overline{\underline{\mathcal{S}}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k - \overline{\underline{\mathcal{S}}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k) \cdot (\overline{\underline{\mathcal{S}}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k - \underline{\mathbf{T}}^k) \\ &= [(\overline{\underline{\mathcal{S}}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k - \underline{\mathbf{T}}^k) + (\underline{\mathcal{S}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k - \overline{\underline{\mathcal{S}}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k)] \cdot (\overline{\underline{\mathcal{S}}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k - \underline{\mathbf{T}}^k) \\ &= \|\overline{\underline{\mathcal{S}}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k - \underline{\mathbf{T}}^k\|^2 + (\underline{\mathcal{S}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k - \overline{\underline{\mathcal{S}}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k) \cdot (\overline{\underline{\mathcal{S}}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k - \underline{\mathbf{T}}^k) \\ &= \|\overline{\underline{\Delta \mathbf{T}}}^k\|^2 + (\underline{\mathcal{S}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k - \overline{\underline{\mathcal{S}}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k) \cdot (\overline{\underline{\mathcal{S}}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k - \underline{\mathbf{T}}^k) \end{aligned}$$

En introduisant cette expression dans celle de $\|\underline{\mathcal{S}}^* \cdot \underline{\mathbf{n}}^k - \underline{\mathbf{T}}^k\|^2$ (éq. C.25), nous obtenons,

$$\begin{aligned} \|\underline{\mathcal{S}}^* \cdot \underline{\mathbf{n}}^k - \underline{\mathbf{T}}^k\|^2 &= (1 - A)^2 \|\underline{\Delta \mathbf{T}}^k\|^2 + [A^2 + 2A(1 - A)] \|\overline{\underline{\Delta \mathbf{T}}}^k\|^2 \\ &\quad + 2A(1 - A) (\underline{\mathcal{S}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k - \overline{\underline{\mathcal{S}}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k) \cdot (\overline{\underline{\mathcal{S}}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k - \underline{\mathbf{T}}^k) \end{aligned}$$

L'expression de $\mathcal{I}^*(A)$ (éq. C.24) devient ainsi,

$$\begin{aligned} \mathcal{I}^*(A) &= \sum_k A^k \left\{ (1 - A)^2 \|\underline{\Delta \mathbf{T}}^k\|^2 + [A^2 + 2A(1 - A)] \|\overline{\underline{\Delta \mathbf{T}}}^k\|^2 \right\} \\ &\quad + \sum_k A^k \left[2A(1 - A) (\underline{\mathcal{S}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k - \overline{\underline{\mathcal{S}}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k) \cdot \overline{\underline{\Delta \mathbf{T}}}^k \right] \end{aligned}$$

soit, en développant le premier terme somme,

$$\begin{aligned} \mathcal{I}^*(A) &= (1 - A)^2 \sum_k A^k \|\underline{\Delta \mathbf{T}}^k\|^2 + [A^2 + 2A(1 - A)] \sum_k A^k \|\overline{\underline{\Delta \mathbf{T}}}^k\|^2 \\ &\quad + \sum_k A^k \left[2A(1 - A) (\underline{\mathcal{S}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k - \overline{\underline{\mathcal{S}}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k) \cdot \overline{\underline{\Delta \mathbf{T}}}^k \right] \end{aligned}$$

En réintroduisant les discontinuités de vecteur contrainte globale (\mathcal{I}) dans les premiers termes sommes, et en développant le dernier,

$$\begin{aligned} \mathcal{I}^*(A) &= (1 - A)^2 \mathcal{I} + [A^2 + 2A(1 - A)] \overline{\mathcal{I}} \\ &\quad + 2A(1 - A) \sum_k A^k (\underline{\mathcal{S}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k) \cdot \overline{\underline{\Delta \mathbf{T}}}^k \\ &\quad - 2A(1 - A) \sum_k A^k (\overline{\underline{\mathcal{S}}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k) \cdot \overline{\underline{\Delta \mathbf{T}}}^k \end{aligned} \quad (\text{C.26})$$

Recherchons maintenant la valeur de $\sum_k A^k (\mathcal{S} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k) \cdot \overline{\Delta \mathbf{T}}^k$.

Sachant que $(\underline{\mathbf{a}} \cdot \underline{\mathbf{b}}) \cdot \underline{\mathbf{c}} = \underline{\mathbf{a}} : (\underline{\mathbf{b}} \otimes \underline{\mathbf{c}})$, puis en remarquant que \mathcal{S} ne dépend pas de k , cette expression devient,

$$\begin{aligned} \sum_k A^k (\mathcal{S} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k) \cdot \overline{\Delta \mathbf{T}}^k &= \sum_k A^k \mathcal{S} : (\underline{\mathbf{n}}^k \otimes \overline{\Delta \mathbf{T}}^k) \\ &= \mathcal{S} : \sum_k A^k (\underline{\mathbf{n}}^k \otimes \overline{\Delta \mathbf{T}}^k) \end{aligned}$$

En développant le produit contracté nous obtenons,¹

$$\sum_k A^k (\mathcal{S} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k) \cdot \overline{\Delta \mathbf{T}}^k = \sum_{i=1,2,3} \left[\sum_{j=1,2,3} S_{ij} \sum_k A^k (\underline{\mathbf{n}}^k \otimes \overline{\Delta \mathbf{T}}^k)_{ij} \right]$$

Sachant que $(\underline{\mathbf{a}} \otimes \underline{\mathbf{b}})_{ij} = (\underline{\mathbf{a}} \cdot \underline{\mathbf{e}}_i) (\underline{\mathbf{b}} \cdot \underline{\mathbf{e}}_j)$ (et en notant $\underline{\mathbf{n}}^k \cdot \underline{\mathbf{e}}_i = n_i^k$), cette expression devient,

$$\sum_k A^k (\mathcal{S} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k) \cdot \overline{\Delta \mathbf{T}}^k = \sum_{i=1,2,3} \left[\sum_{j=1,2,3} S_{ij} \left(\sum_k A^k n_i^k \overline{\Delta \mathbf{T}}^k \cdot \underline{\mathbf{e}}_j \right) \right]$$

En dissociant les termes non-diagonaux des termes diagonaux, nous obtenons,

$$\begin{aligned} \sum_k A^k (\mathcal{S} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k) \cdot \overline{\Delta \mathbf{T}}^k &= \sum_{ij=23,13,12} S_{ij} \left[\sum_k A^k (n_i^k \overline{\Delta \mathbf{T}}^k \cdot \underline{\mathbf{e}}_j + n_j^k \overline{\Delta \mathbf{T}}^k \cdot \underline{\mathbf{e}}_i) \right] \\ &+ \sum_{ii=11,22,33} S_{ii} \left[\sum_k A^k (n_i^k \overline{\Delta \mathbf{T}}^k \cdot \underline{\mathbf{e}}_i) \right] \end{aligned}$$

Du fait de la nature déviatorique de \mathcal{S} ($S_{33} = -S_{11} - S_{22}$), cette expression devient,

$$\begin{aligned} \sum_k A^k (\mathcal{S} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k) \cdot \overline{\Delta \mathbf{T}}^k &= \sum_{ij=23,13,12} S_{ij} \left[\sum_k A^k (n_i^k \overline{\Delta \mathbf{T}}^k \cdot \underline{\mathbf{e}}_j + n_j^k \overline{\Delta \mathbf{T}}^k \cdot \underline{\mathbf{e}}_i) \right] \\ &+ \sum_{ii=11,22} S_{ii} \left[\sum_k A^k (n_i^k \overline{\Delta \mathbf{T}}^k \cdot \underline{\mathbf{e}}_i - n_3^k \overline{\Delta \mathbf{T}}^k \cdot \underline{\mathbf{e}}_3) \right] \end{aligned}$$

soit, en factorisant,

$$\begin{aligned} \sum_k A^k (\mathcal{S} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k) \cdot \overline{\Delta \mathbf{T}}^k &= \sum_{ij=23,13,12} S_{ij} \left[\sum_k A^k \overline{\Delta \mathbf{T}}^k \cdot (n_i^k \underline{\mathbf{e}}_j + n_j^k \underline{\mathbf{e}}_i) \right] \\ &+ \sum_{ii=11,22} S_{ii} \left[\sum_k A^k \overline{\Delta \mathbf{T}}^k \cdot (n_i^k \underline{\mathbf{e}}_i - n_3^k \underline{\mathbf{e}}_3) \right] \end{aligned}$$

¹Sommation sur les 9 couples (i, j)

Les facteurs entre crochets sont égaux (à un facteur 2 près) à $\partial\mathcal{I}/\partial S_{ij}$ et $\partial\mathcal{I}/\partial S_{ii}$, respectivement. Pour $\underline{\mathcal{S}} = \overline{\underline{\mathcal{S}}}$ et par définition de $\overline{\underline{\mathcal{S}}}$, ces expressions sont nulles (équation C.1). Par conséquent,

$$\sum_k A^k (\underline{\mathcal{S}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k) \cdot \overline{\underline{\Delta\mathbf{T}}}^k = 0 \quad (\text{C.27})$$

Et nous pouvons montrer de la même manière que,

$$\sum_k A^k (\overline{\underline{\mathcal{S}}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^k) \cdot \overline{\underline{\Delta\mathbf{T}}}^k = 0 \quad (\text{C.28})$$

Ainsi, nous pouvons conclure sur l'expression de $\mathcal{I}^*(A)$ (éq. C.26),

$$\mathcal{I}^*(A) = (1 - A)^2 \mathcal{I} + [A^2 + 2A(1 - A)] \overline{\mathcal{I}}$$

soit finalement,

$$\mathcal{I}^*(A) = \mathcal{I} + [1 - (1 - A)^2] (\overline{\mathcal{I}} - \mathcal{I}) \quad (\text{C.29})$$

Ainsi, à la loi des mélanges entre les états de contrainte $\underline{\mathcal{S}}$ et $\overline{\underline{\mathcal{S}}}$ pour la définition de $\underline{\mathcal{S}}^*$ correspond une loi des mélanges entre les discontinuités de vecteur contrainte globales \mathcal{I} et $\overline{\mathcal{I}}$ pour la définition de \mathcal{I}^* . Les paramètres de ces lois ne sont pas égaux, mais liés bijectivement,

$$\begin{cases} \underline{\mathcal{S}}^* = \underline{\mathcal{S}} + A (\overline{\underline{\mathcal{S}}} - \underline{\mathcal{S}}) \\ \mathcal{I}^* = \mathcal{I} + B(A) (\overline{\mathcal{I}} - \mathcal{I}) \end{cases} \quad (\text{C.30})$$

avec,

$$B(A) = 1 - (1 - A)^2 \quad (\text{C.31})$$

Ainsi, pour une modification de 10 % de $\underline{\mathcal{S}}$ ($A = 10\%$), la discontinuité de contrainte est modifiée de 19 %; pour une modification de 20 % de $\underline{\mathcal{S}}$ ($A = 20\%$), la discontinuité de contrainte est modifiée de 36 % (équations C.30 et C.31).

Globalement, puisque $B(A)$ est supérieur à A ; la fonction \mathcal{I}^* s'approche de la grandeur optimale $\overline{\mathcal{I}}$ bien plus vite que $\underline{\mathcal{S}}^*$ ne s'approche de $\overline{\underline{\mathcal{S}}}$, 2 fois plus vite pour A petit. Sur ce point, le bilan est donc très positif.

C.2.3 Distributions des déformations

Le modèle RSI autorise les grains à se déformer différemment les uns des autres. La figure C.1 présente les distributions des déformations des grains pour une déformation appliquée de 1. Le modèle est appliqué dans les mêmes conditions que pour les simulations effectuées dans le chapitre VI (notamment, $A = 0.2$). Nous observons une dispersion des déformations selon toutes les composantes, qui n'est autorisée ni par le modèle de Taylor et ses variantes (modèles Lath et Pancake), ni par les modèles de type Taylor que sont les modèles GIA et ALamel, pour lesquels seuls les cisaillements peuvent différer de la valeur macroscopique.

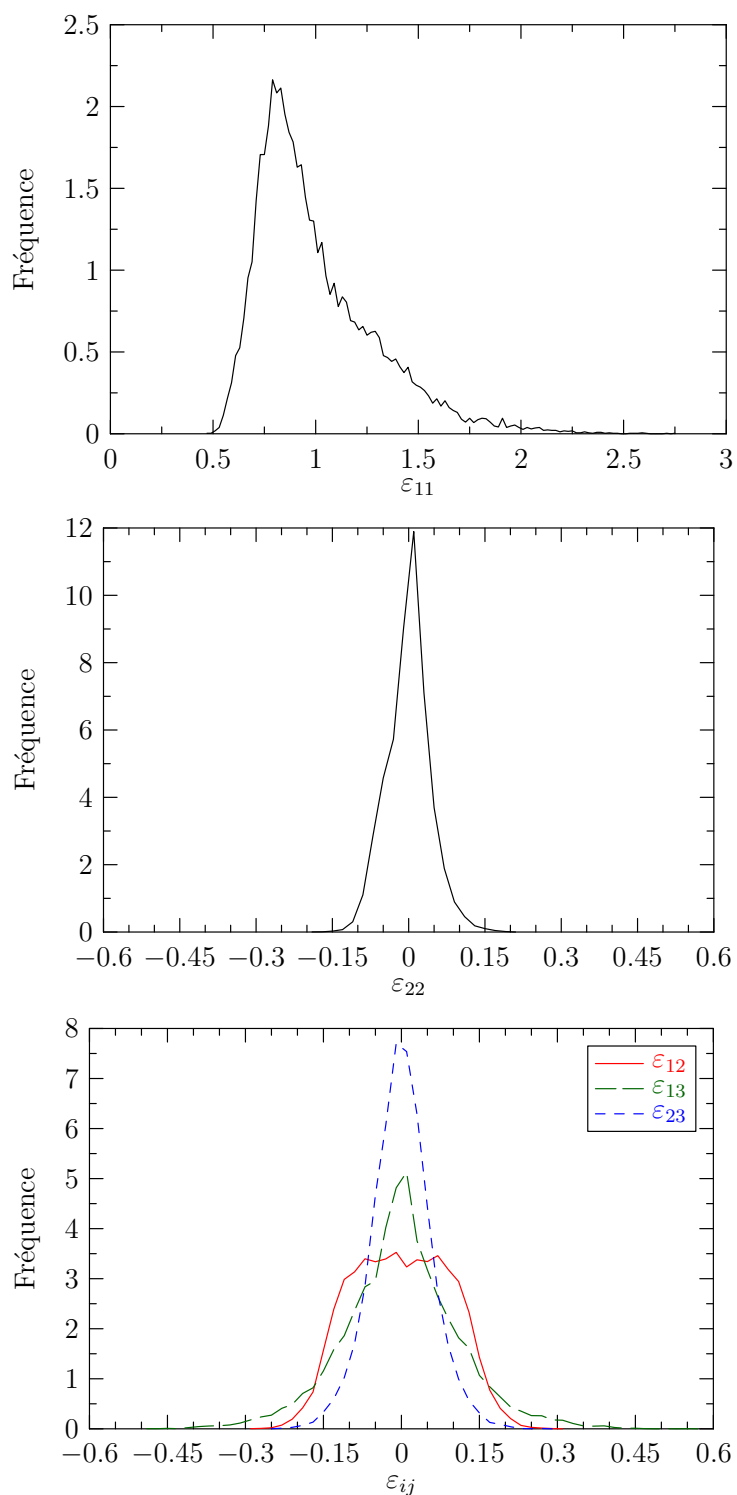


Fig. C.1 : Modèle RSI : distributions des déformations pour une compression plane de 1. Cas d'une simulation avec $A = 0.2$.

Annexe -D-

Comparaison avec le modèle éléments finis

Sommaire

| | | |
|------------|-----------------------------------------|------------|
| D.1 | Modélisation | 224 |
| D.1.1 | Microstructure | 224 |
| D.1.2 | Comportement du cristal | 225 |
| D.2 | Rotations des grains individuels | 225 |
| D.2.1 | Rotations moyennes | 225 |
| D.2.2 | Dispersion | 227 |
| D.3 | Discussion | 227 |

Une modélisation par Éléments Finis (EF) a également été appliquée à l'échantillon A, dans le cadre d'une collaboration établie avec le CEMEF (Mines ParisTech). La simulation a été effectuée par Heba Resk, dans le cadre de sa thèse [110], avec le code de calcul Cimlib.

Les résultats obtenus par EF sont comparés aux observations expérimentales et aux prédictions du modèle de Taylor, en termes de rotations moyennes, ainsi que de dispersions intragranulaires. Nous considérons les rotations entre $\varepsilon = 0$ et 0.4.

D.1 Modélisation

D.1.1 Microstructure

Afin de construire une microstructure 3D à partir de la cartographie obtenue sur la surface d'observation, l'hypothèse de microstructure colonnaire a été appliquée : la microstructure est étendue dans la troisième direction (DT), voir figure D.1 (a-b), comme nous l'avons fait dans le cas de la simulation avec le modèle RSI. Afin d'intégrer les interactions avec le milieu polycristallin environnant, la microstructure a ensuite été plongée dans un milieu englobant 3D, dont le comportement est un comportement de polycristal équivalent (figure D.1 (c)). Le maillage finalement obtenu comporte au total 230000 éléments tétraédriques à interpolation linéaire (4 nœuds, 1 point d'intégration), et la microstructure est remaillée en cours de déformation pour éviter la distorsion des éléments.

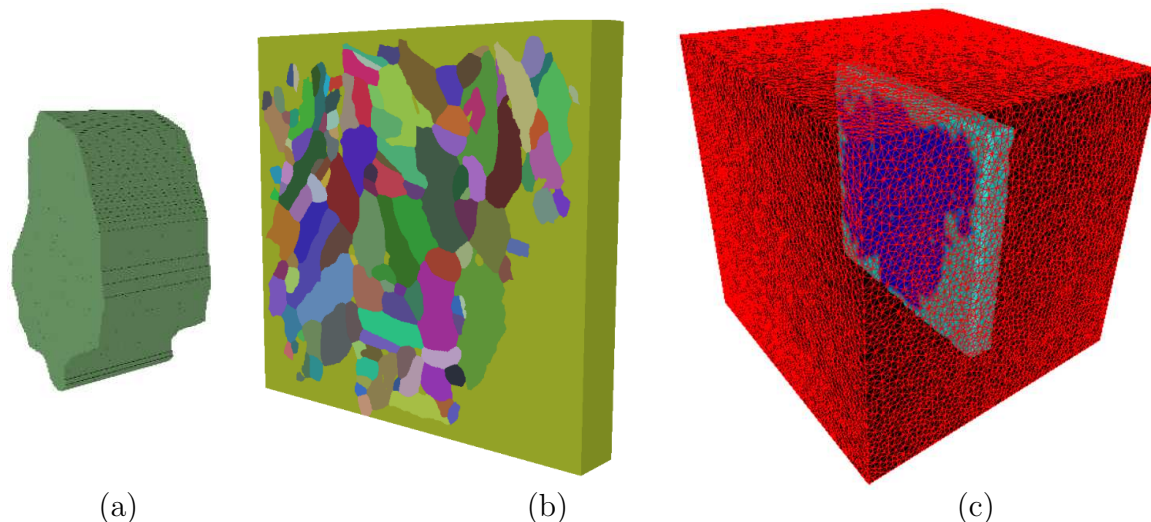


Fig. D.1 : Modèle de microstructure employé pour la simulation EF. (a-b) Extension de la microstructure dans la direction DT par hypothèse de microstructure colonnaire, pour un grain et la microstructure complète, (c) la microstructure (en bleu) est placée dans un milieu englobant (en rouge).

D.1.2 Comportement du cristal

Le comportement de cristal adopté diffère de celui adopté dans nos calculs. Le comportement viscoplastique est décrit comme pour nos simulations, par une loi puissance entre cission et vitesse de glissement,

$$\dot{\gamma}^s = \dot{\gamma}_0 \left| \frac{\tau^s}{\tau_0} \right|^{1/m} \text{sgn}(\tau^s)$$

avec $m = 0.12$ comme précédemment.

Une modification est par contre la prise en compte d'un écrouissage « isotrope » (autoécrouissage + écrouissage latent, à importances égales), sous la forme d'une loi de Voce,

$$\dot{\tau}_0 = H_0 \left(\frac{\tau_{\text{sat}} - \tau_0}{\tau_{\text{sat}} - \tau_{\text{ini}}} \right) \sum_{s=1}^N |\dot{\gamma}^s|$$

où τ_{ini} et τ_{sat} représentent les valeurs initiale et à saturation de la cission résolue, et H_0 un paramètre d'écrouissage. Les valeurs numériques des paramètres sont, $\dot{\gamma}_0 = 0.001 \text{ s}^{-1}$, $\tau_{\text{ini}} = 0.02 \text{ GPa}$, $\tau_{\text{sat}} = 0.03 \text{ GPa}$ et $H_0 = 0.003 \text{ GPa}$. Nous pouvons toutefois remarquer qu'un tel écrouissage n'aurait aucun effet sur les simulations menées avec le modèle de Taylor.

Seuls les glissements sur les systèmes octaédriques sont pris en compte dans la simulation EF, et, pour comparaison, il en est de même dans les simulations réalisées avec le modèle de Taylor décrites ci-après.

D.2 Rotations des grains individuels

D.2.1 Rotations moyennes

Les rotations moyennes prédites par les modèles de Taylor et EF sont comparées aux rotations expérimentales. Le cas des angles de rotation est porté sur la figure D.2. Il apparaît d'une part que la tendance du modèle de Taylor de sous-estimer les angles de rotation n'est quasiment pas rencontrée avec le modèle EF : les angles de rotation expérimentaux sont en moyenne de 11.2° , ceux prédits par Taylor de 8.3° et ceux prédits par la méthode EF de 10.1° . Par contre, tout comme le modèle de Taylor, la méthode EF ne permet pas de prédire les angles de rotation individuels.

Les axes de rotation expérimentaux et simulés sont comparés sur la figure D.3. Comme pour l'étude de l'échantillon B, ils sont comparés en termes de distribution, et grain par grain, par l'intermédiaire de l'angle entre les axes de rotation, noté α . Concernant les distributions, il apparaît que la concentration des axes de rotation proche de DT est mieux reproduite par le modèle de Taylor que par le modèle EF. De même, pour la comparaison grain par grain, le modèle de Taylor fournit de (légèrement) meilleurs résultats que le modèle EF.

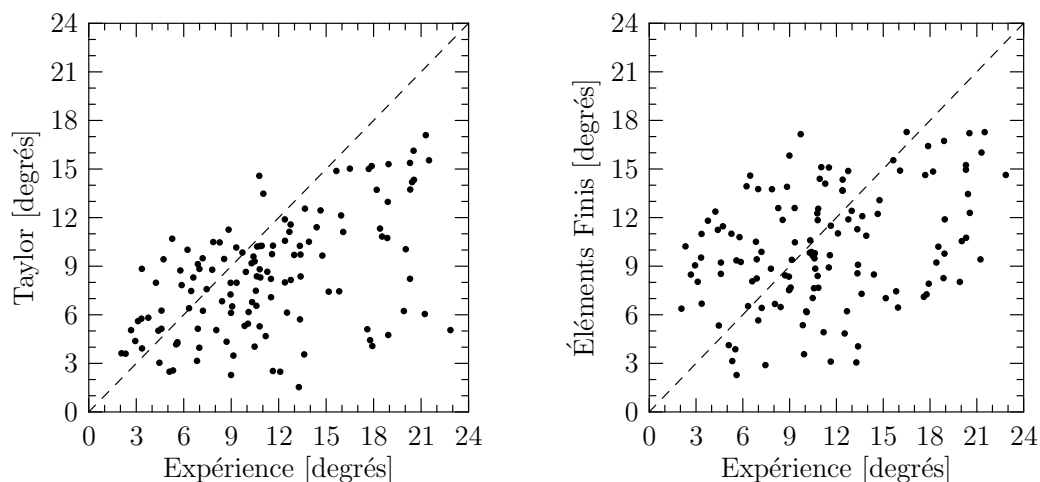


Fig. D.2 : Comparaison des angles de rotation expérimentaux à ceux prédits par les modèles de Taylor et EF. (a) modèle de Taylor, (b) modèle EF.

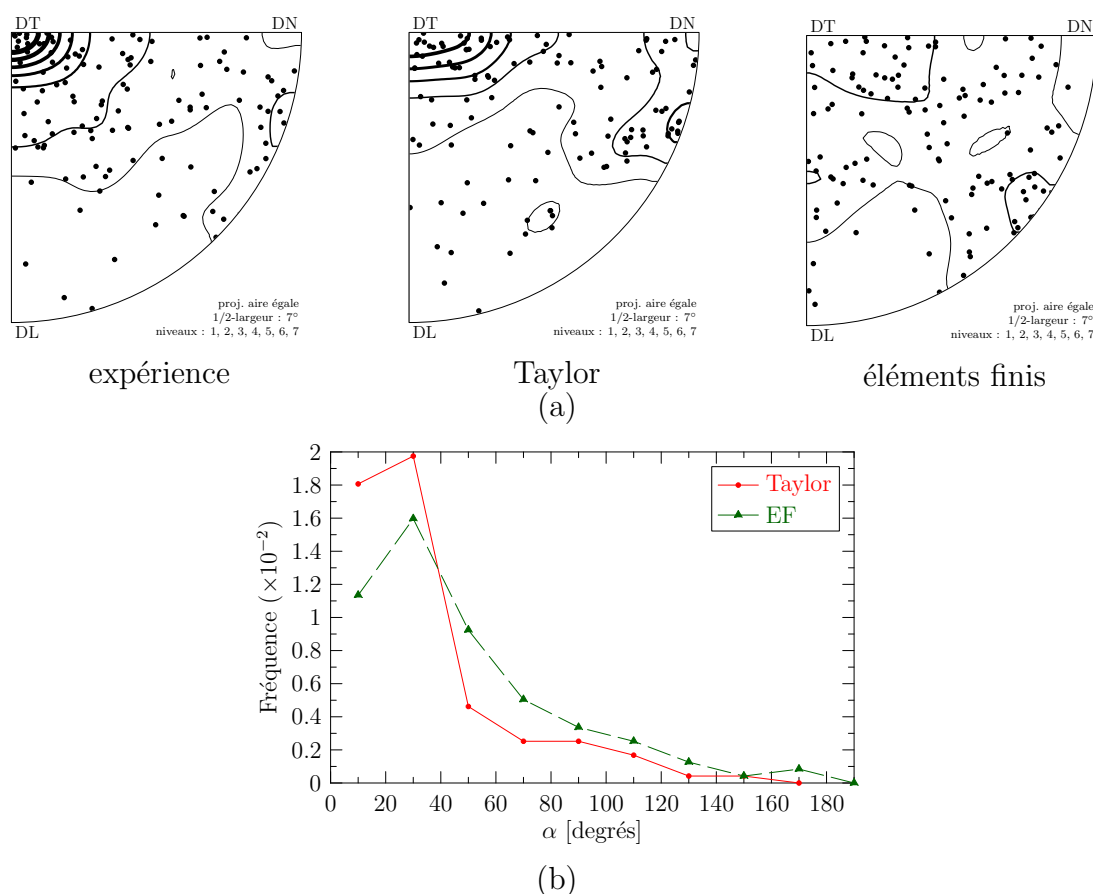


Fig. D.3 : Comparaison des axes de rotations expérimentaux et prédits par les modèles de Taylor et EF. (a) Distributions globales, (b) distribution des angles α entre les axes expérimentaux et simulés.

D.2.2 Dispersions

Les dispersions d'orientations intragranulaires expérimentales et prédites par le modèle EF sont comparées sur la figure D.4. Elles sont décrites en termes de rotations moyennes. Le modèle de Taylor ne permet naturellement pas de prédire de dispersions intragranulaires. La modélisation EF permet au contraire de prédire assez convenablement le développement des dispersions en moyenne : 6.2° dans l'expérience contre 5.3° en moyenne pour la simulation EF. Par contre, concernant les dispersions individuelles, comme pour les rotations moyennes, l'accord est assez pauvre.

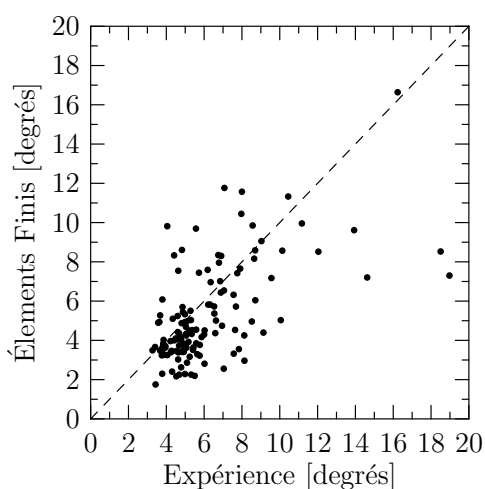


Fig. D.4 : Comparaison des dispersions intragranulaires (désorientations moyennes) expérimentales et prédites par le modèle EF.

D.3 Discussion

La modélisation par éléments finis ne fournit, ici, pas de résultats significativement meilleurs que le modèle de Taylor pour les rotations de grains individuels. Certes les angles de rotation sont en moyenne plus proches des angles expérimentaux, mais au contraire, les axes de rotation sont légèrement moins bien prédits. Pour les dispersions intragranulaires, seule la moyenne est en accord avec les observations expérimentales.

Cela paraît surprenant de prime abord, car, contrairement au modèle de Taylor, la modélisation EF prend en compte explicitement la microstructure et permet de respecter l'équilibre mécanique. Il résulte que ce désaccord est dû à l'hypothèse de microstructure colonnaire. Une discussion détaillée est proposée en section VI.6.

Bibliographie

- [1] E. Schmid and W. Boas. *Plasticity of Crystals – a Translation from the German by F. A. Hughes & Co. Limited of "KRISTALLPLASTIZITAET"*. London : F. A. Hughes & Co. Limited, 1935.
- [2] Cl. Maurice and J. H. Driver. High temperature plane strain compression of cube oriented aluminium crystals. *Acta Metall Mater*, 41(6) :1653–1664, 1993.
- [3] F. Pérocheau and J. H. Driver. Slip system rheology of Al-1% Mn crystals deformed by hot plane strain compression. *Int. J. Plasticity*, 18(2) :185–202, 2002.
- [4] S. Forest and M. Fivel. Plasticité cristalline et transition d'échelle : cas du polycristal. *Techniques de l'ingénieur*, M 4 017 :1–11.
- [5] R. A. Lebensohn and C. N. Tomé. A self-consistent anisotropic approach for the simulation of plastic deformation and texture development of polycrystals : Application to zirconium alloys. *Acta Metall. Mater.*, 41(9) :2611–2624, September 1993.
- [6] G. B. Sarma and P. R. Dawson. Texture predictions using a polycrystal plasticity model incorporating neighbor interactions. *Int. J. Plasticity*, 12(8) :1023–1054, 1996.
- [7] P. Van Houtte, S. Li, M. Seefeldt, and L. Delannay. Deformation texture prediction : from the Taylor model to the advanced Lamel model. *Int. J. Plasticity*, 21(3) :589–624, 2005.
- [8] F. Barbe, L. Decker, D. Jeulin, and G. Cailletaud. Intergranular and intragranular behavior of polycrystalline aggregates. Part 1 : F.E. model. In *Int. J. Plasticity* [31], pages 513–536.
- [9] Z. Zhao, S. Kuchnicki, R. Radovitzky, and A. Cuitiño. Influence of in-grain mesh resolution on the prediction of deformation textures in fcc polycrystals by crystal plasticity FEM. *Acta Mater.*, 55(7) :2361–2373, 2007.
- [10] A. Skalli, R. Fortunier, R. Fillit, and J. H. Driver. Crystal rotations during the rolling of large-grained aluminium sheet. *Acta Metall.*, 33(6) :997–1007, 1985.
- [11] A. Bhattacharyya, E. El Danaf, S. R. Kalidindi, and R. D. Doherty. Evolution of grain-scale microstructure during large strain simple compression of polycrystalline aluminum with quasi-columnar grains : OIM measurements and numerical simulations. *Int. J. Plasticity*, 17(6) :861–883, 2001.

- [12] C. S. Barrett and L. H. Levenson. The Structure of Aluminum after Compression. *A.I.M.E.*, 137 :112, 1939.
- [13] S. Panchanadeeswaran, R. D. Doherty, and R. Becker. Direct observation of orientation change by channel die compression of polycrystalline aluminum—Use of a split sample. *Acta Mater.*, 44(3) :1233–1262, 1996.
- [14] H. F. Poulsen, L. Margulies, S. Schmidt, and G. Winther. Lattice rotations of individual bulk grains : Part I : 3D X-ray characterization. *Acta Mater.*, 51(13) :3821–3830, 2003.
- [15] Cl. Maurice. *Textures de compression plane à chaud d’alliages d’aluminium, expériences et simulations*. PhD thesis, École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne, 1994.
- [16] F. Pérocheau. *Étude et simulation de textures de déformation à chaud d’alliages d’aluminium*. PhD thesis, École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne, 2000.
- [17] W. Robert. *Simulations et mesures de textures de laminage à chaud des tôles fortes d’alliages d’aluminium*. PhD thesis, École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne, 2005.
- [18] R. Quey. Un modèle de prévision de textures intégrant une interaction intergranulaire locale. Master’s thesis, École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne, 2005.
- [19] P. Van Houtte. A Comprehensive Mathematical Formulation of an Extended Taylor-Bishop-Hill Model Featuring Relaxed Constraints, the Renouard-Wintenberger Theory and a Strain Rate Sensitivity Model. *Textures and Microstructures*, 8–9 :313–350, 1988.
- [20] W. F. Hosford. *The Mechanics of Crystals and Textured Polycrystals*. Oxford University Press, 1993.
- [21] M. Renouard and M. Wintenberger. Déformation homogène par glissement des dislocations de monocristaux cubiques face centrées sous l’effet de contraintes et de déplacements imposés. *Comptes Rendus de l’Académie de Sciences*, 283 :237–240, 1976.
- [22] H. Honneff and H. Mecking. In G. Gottstein and K. Lucke, editors, *ICOTOM 5*, volume I, page 265, 1978.
- [23] A. Molinari, G. R. Canova, and S. Ahzi. A self consistent approach of the large deformation polycrystal viscoplasticity. *Acta Metall*, 35(12) :2983–2994, 1987.
- [24] C. N. Tomé. *Elasto-Plastic Self-Consistent (EPSC)*. Los Alamos National Laboratory (USA), 3 edition, 2002.
- [25] C. N. Tomé and R. A. Lebensohn. *Visco-Plastic Self-Consistent (VPSC)*. Los Alamos National Laboratory (USA) and Universidad Nacional de Rosario (Argentina), 6 edition, 2003.

- [26] G. R. Canova, H. R. Wenk, and A. Molinari. Deformation modelling of multi-phase polycrystals : case of a quartz-mica aggregate. *Acta Materialia*, 40 :1519–1530, 1992.
- [27] A. J. Beaudoin, P. R. Dawson, K. K. Mathur, and U. F. Kocks. A Hybrid Finite Element Formulation for Polycrystal Plasticity with Consideration of Macrostructural and Microstructural Linking. *Int. J. Plasticity*, 11(5) :501–521, 1995.
- [28] V. Bachu and S. R. Kalidindi. On the accuracy of the predictions of texture evolution by the finite element technique for fcc polycrystals. *Mater. Sc. Eng., A*, 257(1) :108–117, November 1998.
- [29] D. Raabe, Z. Zhao, and W. Mao. On the dependence of in-grain subdivision and deformation texture of aluminum on grain interaction. *Acta Mater.*, 50(17) :4379–4394, 2002.
- [30] P. Van Houtte, L. Delannay, and S. R. Kalidindi. Comparison of two grain interaction models for polycrystal plasticity and deformation texture prediction. *Int. J. Plasticity*, 18(3) :359–377, 2002.
- [31] F. Barbe, S. Forest, and G. Cailletaud. Intergranular and intragranular behavior of polycrystalline aggregates. Part 2 : Results. *Int. J. Plasticity*, 17(4) :537–563, 2001.
- [32] G. B. Sarma and P. R. Dawson. Effects of interactions among crystals on the inhomogeneous deformations of polycrystals. *Acta Mater.*, 44(5) :1937–1953, 1996.
- [33] L. Anand. Single-crystal elasto-viscoplasticity : application to texture evolution in polycrystalline metals at large strains. *Comp. Methods Appl. Mech. Eng.*, 193(48-51) :5359–5383, 2004.
- [34] A. Ma, F. Roters, and D. Raabe. Numerical study of textures and Lankford values for FCC polycrystals by use of a modified Taylor model. *Comp. Mat. Sc.*, 29(3) :353–361, 2004.
- [35] O. Engler, M. Crumbach, and S. Li. Alloy-dependent rolling texture simulation of aluminium alloys with a grain-interaction model. *Acta Mater.*, 53(8) :2241–2257, 2005.
- [36] S. Ahzi and S. M’Guil. A new intermediate model for polycrystalline viscoplastic deformation and texture evolution. *Acta Mater.*, 56(19) :5357–5367, 2009.
- [37] W. Robert, D. Piot, and J. H. Driver. A rapid deformation texture model incorporating grain interactions. *Scr. Mater.*, 50(9) :1215–1219, 2004.
- [38] R. Quey, S. Ringeval, D. Piot, and J. Driver. New grain interaction models for deformation texture simulations. In *Materials Science Forum*, volume 539–543, pages 3371–3376, 2007.
- [39] P. Van Houtte, L. Delannay, and I. Samajdar. Quantitative Prediction of Cold rolling Textures in Low-Carbon Steel by Mean of the Lamel Model. *Textures and Microstructures*, 31 :109–149, 1998.

- [40] M. Crumbach, G. Pomana, P. Wagner, and G. Gottstein. A Taylor Type Deformation Texture Model considering Grain Interaction and Material Properties. In *Proceedings of the 1st joint International Conference on Recrystallization and Grain Growth*, 2001.
- [41] B. Bacroix and J. J. Jonas. The Influence of Non-Octahedral Slip on Texture Development in FCC Metals. *Textures and Microstructures*, 8 & 9 :267–311, 1988.
- [42] U. F. Kocks, C. N. Tomé, and H.-R. Wenk. *Texture and Anisotropy*. Cambridge University Press, 2001.
- [43] H.-J. Bunge. *Texture Analysis in Materials Science – Mathematical Methods*. London : Butterworths, 1982.
- [44] H. J. Bunge and C. Esling. Non-Random Orientation Distribution Functions with Random Pole Figures. *Texture of Crystalline Solids*, 3 :169–190, 1979.
- [45] H. J. Bunge, C. Esling, and J. Muller. The influence of crystal and sample symmetries on the orientation distribution function of the crystallites in polycrystalline materials. *Acta Cryst. A*, 37(6) :889–899, November 1981.
- [46] J. Hirsch and K. Lücke. Overview no. 76 : Mechanism of deformation and development of rolling textures in polycrystalline f.c.c. metals–I. Description of rolling texture development in homogeneous CuZn alloys. *Acta Metall.*, 36(11) :2863–2882, November 1988.
- [47] S. Matthies, K. Helming, and K. Kunze. On the Representation of Orientation Distributions in Texture Analysis by sigma-Sections. I. General Properties of sigma-Sections. *Phys. Status Solidi B*, 157 (1) :71–83, 1990.
- [48] S. Matthies, K. Helming, and K. Kunze. On the Representation of Orientation Distributions in Texture Analysis by sigma-Sections. II. Consideration of Crystal and Sample Symmetry, Examples. *Phys. Status Solidi B*, 157 (2) :489–507, 1990.
- [49] Cl. Maurice and J. H. Driver. Hot rolling textures of f.c.c. metals–Part I. Experimental results on Al single and polycrystals. *Acta Mater.*, 45(11) :4627–4638, 1997.
- [50] J. Hirsch and K. Lücke. Overview no. 76 : Mechanism of deformation and development of rolling textures in polycrystalline f.c.c. metals–II. Simulation and interpretation of experiments on the basis of Taylor-type theories. *Acta Metall.*, 36(11) :2883–2904, November 1988.
- [51] Cl. Maurice and J. H. Driver. Hot rolling textures of f.c.c. metals–Part II. Numerical simulations. *Acta Mater.*, 45(11) :4639–4649, 1997.
- [52] S. V. Harren. The finite deformation of rate-dependent polycrystals–II : A comparison of the self-consistent and Taylor methods. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 39(3) :361–383, 1991.

- [53] S. Panchanadeeswaran and R. D. Doherty. Direct observation of orientation change by channel die compression in polycrystalline aluminum—Use of split sample. *Scripta Metall. Mater.*, 28(2) :213–218, 1993.
- [54] R. Becker and S. Panchanadeeswaran. Effects of grain interactions on deformation and local texture in polycrystals. *Acta Metall. Mater.*, 43(7) :2701–2719, 1995.
- [55] I. Samajdar, B. Verlinden, and P. Van Houtte. Developments in Macro and Micro Texture during Plane Strain Channel Die Compression of IF Steel. *Jap. Iron Steel Inst.*, 7 :759–765, 1998.
- [56] C. C. Merriman, D. P. Field, and P. Trivedi. Orientation dependence of dislocation structure evolution during cold rolling of aluminum. *Mater. Sc. Eng., A*, 494(1-2) :28–35, 2008.
- [57] S. Kalidindi, A. Bhattacharyya, and R. Doherty. Detailed analyses of grain-scale plastic deformation in columnar polycrystalline aluminium using orientation image mapping and crystal plasticity models. *Proc. R. Soc. A*, 460(2047) :1935–1956, 2004.
- [58] A. Akef and J. H. Driver. Orientation splitting of cube-oriented face-centred cubic crystals in plane strain compression. *Mater. Sc. Eng., A*, 132 :245–255, 1991.
- [59] G. Winther, L. Margulies, S. Schmidt, and H. F. Poulsen. Lattice rotations of individual bulk grains Part II : correlation with initial orientation and model comparison. *Acta Mater.*, 52(10) :2863–2872, 2004.
- [60] G. Winther. Slip systems extracted from lattice rotations and dislocation structures. *Acta Mater.*, 56(9) :1919–1932, 2008.
- [61] S. Schmidt, U.L. Olsen, H.F. Poulsen, H.O. Sørensen, E.M. Lauridsen, L. Margulies, Cl. Maurice, and D. J. Jensen. Direct observation of 3-D grain growth in Al-0.1% Mn. *Scr. Mater.*, 59(5) :491–494, 2008.
- [62] E.M. Lauridsen, E. Schmid, R. M. Suter, and H. F. Poulsen. Tracking : a method for structural characterization of grains in powders of polycrystals. *J. Appl. Crystallogr.*, 34 :744–750, 2001.
- [63] A. Lens, Cl. Maurice, and J. H. Driver. Grain boundary mobilities during recrystallization of Al-Mn alloys as measured by in situ annealing experiments. *Mater. Sc. Eng., A*, 403(1-2) :144–153, 2005.
- [64] J.-Ch. Glez. *Sous-structures et sous-textures de déformation à chaud d'un alliage d'aluminium Al-1%Mn*. PhD thesis, École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne, 2002.
- [65] A. Lens. *Mobilité des joints de grains dans les alliages Al-Mn et Al-Fe-Si*. PhD thesis, École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne. Université Jean Monnet, 2004.
- [66] F. Barou. *Restauration dans les alliages d'aluminium (titre provisoire)*. PhD thesis, École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne, (en cours).

- [67] A. Albou. *Rôle de l'orientation sur les microstructures de déformation plastique et la restauration d'alliages Al-Mn (titre provisoire)*. PhD thesis, École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne, (en cours).
- [68] C. Chovet, Ch. Desrayaud, and F. Montheillet. A mechanical analysis of the plane strain channel-die compression test : friction effects in hot metal testing. *International Journal of Mechanical Sciences*, 44(2) :343–357, 2002.
- [69] B. Morère. *Recristallisation d'un alliage d'aluminium 7010 après déformation, influence sur la ténacité*. PhD thesis, École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne, 1999.
- [70] F. Basson. *Déformation de l'orientation Cube dans des alliages d'aluminium-magnésium*. PhD thesis, École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne, Institut National Polytechnique de Grenoble, 1999.
- [71] Cl. Maurice, D. Piot, H. Klöcker, and J. Driver. Hot plane strain compression testing of aluminum alloys by channel-die compression. *Metall. Mater. Trans. A*, 36(4) :1039–1047, 2005.
- [72] B. Kowalski, A. J. Lacey, and C. M. Sellars. Correction of plane strain compression data for the effects of inhomogeneities deformation. *Mater. Sci. Technol.*, 19 :1564–1570, 2003.
- [73] B. L. Adams, S. I. Wright, and K. Kunze. Orientation Imaging : The Emergency of a New Microscopy. *Metall. Trans. A*, 24A :819–830, 1993.
- [74] A. J. Schwartz, M. Kumar, and B. L. Adams. *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*. Springer, 2000.
- [75] V. Randle and O. Engler. *Introduction to texture analysis. Macrotexture, microtexture & orientation mapping*. Gordon and Breach Science Publishers, 2000.
- [76] J. Goldstein, D. E. Newbury, D. C. Joy, Lyman C. E., P. Echlin, E. Lifshin, L. C. Sawyer, and J. R. Michael. *Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis*. Springer, 2003.
- [77] M. Nixon and A. S. Aguado. *Feature Extraction and Image Processing*. Newnes, 2002.
- [78] Orientation averaging of electron backscattered diffraction data. *J. Microsc.*, 201 :50 – 58, 2001.
- [79] Cl. Maurice and R. Fortunier. A 3D Hough transform for indexing EBSD and Kossel patterns. *J. Microsc.*, 230(3) :520–529, 2008.
- [80] F. J. Humphreys, Y. Huang, I. Brough, and C. Harris. Electron backscatter diffraction of grain and subgrain structures - resolution considerations. *J. Microsc.*, 195(3) :212–216, 1999.
- [81] A. Morawiec. *Orientations and Rotations*. Springer, 2004.

- [82] J. Hansen, J. Pospiech, and K. Lücke. *Tables for Texture Analysis of Cubic Crystals*. Springer-Verlag, 1978.
- [83] R. Quey. *orilib : a collection of routines for orientation manipulation*. <http://sourceforge.net/projects/orilib>, 2.0 edition, 2008.
- [84] GNU. The GNU General Public License. <http://www.gnu.org/licenses/gpl.html>, 1988.
- [85] J. C. Radix. Quaternions. Applications aux rotations dans l'espace. *Les techniques de l'ingénieur*, A 140 :1–6, 1981.
- [86] K. T. Lee, J. A. Szpunar, A. Morawiec, D. B. Knorr, and K. P. Rodbell. Correlation between special grain boundaries and electromigration behavior of aluminum thin films. *Can. Metall. Q.*, 34 :287–292, 1994.
- [87] V. Randle, H. Davies, and I. Cross. Grain boundary misorientation distributions. *Current Opinion in Solid State & Materials Science*, 5 :3–8, 2001.
- [88] N. C. Krieger Lassen, D. J. Jensen, and K. Conradsen. On the Statistical Analysis of Orientation Data. *Acta Crystall.*, A50 :741–748, 1994.
- [89] M. Humbert, N. Gey, J. Muller, and Cl. Esling. Determination of a Mean Orientation from a Cloud of Orientations. Application to Electron Back-Scattering Pattern Measurements. *J. Appl. Crystallogr.*, 26 :662–666, 1996.
- [90] J.-Ch. Glez and J. H. Driver. Orientation distribution analysis in deformed grains. *J. Appl. Crystallogr.*, 34 :280–288, 2001.
- [91] F. Frank. Orientation mapping. *Metall. Mater. Trans. A*, 19(3) :403–408, 1988.
- [92] A. Morawiec. Misorientation-Angle Distribution of Randomly Oriented Symmetric Objects. *J. Appl. Crystallogr.*, 28 :289–293, 1995.
- [93] W. Pantleon. Retrieving Orientation Correlations in Deformation Structures from Orientation Maps. *Mater. Sci. Technol.*, 21 :1392–1396, 2005.
- [94] W. Pantleon, W. He, T. P. Johansson, and C. Gundlach. Orientation Inhomogeneities within Individual Grains in Cold-rolled Aluminium resolved by Electron Backscatter Diffraction. *Mater. Sc. Eng., A*, 483-484 :668–671, 2008.
- [95] M. Galassi, J. Davies, J. Theiler, B. Gough, G. Jungman, M. Booth, and F. Rossi. *GNU Scientific Library Reference Manual*, 2nd edition, 2007.
- [96] R. Quey, D. Piot, and J. Driver. Local Crystal Rotations of Bulk Grains by High-Resolution EBSD during Hot PSC of Al-0.1 % Mn Polycrystals. *Ceramic Trans.*, 210 :205–212, 2008.
- [97] P. S. Bate, R. D. Knutsen, I. Brough, and F. J. Humphreys. The characterization of low-angle boundaries by EBSD. *J. Microsc.*, 220(1) :36–46, 2005.
- [98] J.-Ch. Glez and J. H. Driver. Substructure development in hot plane strain compressed Al-1%Mn crystals. *Acta Mater.*, 51(10) :2989–3003, 2003.

- [99] G. Winther, X. Huang, A. Godfrey, and N. Hansen. Critical comparison of dislocation boundary alignment studied by TEM and EBSD : technical issues and theoretical consequences. *Acta Mater.*, 52(15) :4437–4446, 2004.
- [100] F. J. Humphreys and P. S. Bate. The microstructures of polycrystalline Al-0.1Mg after hot plane strain compression. *Acta Mater.*, 55(16) :5630–5645, 2007.
- [101] S. Ringeval. *Microstructures et textures d’alliages d’aluminium déformés par forgeage croisé (compression multidirectionnelle)*. PhD thesis, École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne, 2006.
- [102] A. Zeghadi. *Etude de la morphologie tridimensionnelle et de la taille de grain sur le comportement mécanique d’agrégats polycristallins*. PhD thesis, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2005.
- [103] M. Reboul. Corrosion des alliages d’aluminium. *Les techniques de l’ingénieur*, COR 325 :1–19.
- [104] W. H. Miller. *A Treatise on Crystallography*. Cambridge, London, 1839.
- [105] U. F. Kocks. A symmetric set of Euler angles and oblique orientation space sections. In *ICOTOM 8*, 1988.
- [106] R. Becker and S. Panchanadeeswaran. Crystal Rotations Represented as Rodrigues Vectors. *Textures and Microstructures*, 10 :167–195, 1989.
- [107] V. Randle. *Microtexture Determination and its Application*. London : Institute of Materials, 1992.
- [108] A. Morawiec. Rodrigues Parameters for orientation and misorientation distributions. *Philos. Mag.*, 73 :1113 – 1130, 1996.
- [109] A. Kumar and P. R. Dawson. Computational modeling of f.c.c. deformation textures over Rodrigues’ space. *Acta Mater.*, 48(10) :2719–2736, 2000.
- [110] H. Resk. *Modeling of 3D polycrystalline aggregates subjected to important strains : towards an effective link to the simulation of subsequent recrystallization (provisional title)*. PhD thesis, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2009.

N° d'ordre: 522 SGM

Romain QUEY

MICROTEXTURE TRACKING IN HOT DEFORMED ALUMINIUM

Speciality: Materials Science

Keywords: texture, microtexture, polycrystal, crystal plasticity, EBSD, local behaviour, scale transition, aluminium.

Abstract:

This work aims to better understand the development of deformation crystallographic textures in aluminium alloys, and thus to improve their modeling. An original method used is to follow the rotations of individual grains in a polycrystal during deformation. The experimental approach, called “microtexture tracking”, is based on the use of a “split sample” deformed at 400°C in several passes of plane strain compression, combined with the EBSD technique for the local orientation analysis of the grains on the median surface of the sample during deformation. 176 grains could be followed, up to a strain of 1.2. The data (typically 3000 orientations per grain) provide the average grain rotations, which directly contribute to the texture development. They are described in terms of rotation angle and axis, but also rotation path. In-grain disorientations are characterized and related to strain accommodation mechanisms. Moreover, an effect of grain interaction is examined to extend the modeling accuracy. A wide range of models are studied, notably the Taylor model and a Taylor-type model (RSI). It is shown that the Taylor model provides a first-order agreement for the rotations of the individual grains. The discrepancies can be attributed partly to grain interaction. The RSI model accounts for grain interaction, but not sufficiently. These new and original data are now available to improve crystal plasticity models.

École Nationale Supérieure des Mines
de Saint-Étienne

N° d'ordre : 522 SGM

Romain QUEY

SUIVI DE MICROTEXTURES DANS L'ALUMINIUM EN GRANDE DÉFORMATION
À CHAUD

Spécialité : Sciences et Génie des Matériaux

Mots-clés : texture, microtexture, polycristal, plasticité cristalline, EBSD, comportement local, transition d'échelles, aluminium.

Résumé :

Ce travail vise à améliorer la compréhension du développement des textures cristallographiques de déformation dans les alliages d'aluminium, et ainsi améliorer leur modélisation. La méthode originale adoptée consiste à suivre les rotations de grains individuels dans un polycristal en cours de déformation.

L'approche expérimentale, nommée « suivi de microtextures », s'appuie sur l'utilisation d'un « échantillon tranché » déformé en compression plane à 400°C, appliquée en plusieurs passes, et de la technique EBSD pour l'analyse des orientations locales des grains sur la surface médiane de l'échantillon au cours de la déformation. 176 grains ont ainsi pu être suivis, jusqu'à une déformation de 1.2.

Les données obtenues (classiquement 3000 orientations par grain) donnent accès aux rotations moyennes des grains, lesquelles contribuent directement à la formation de la texture. Elles sont décrites en termes d'angle et d'axe de rotation, mais aussi de chemins de rotation. Les désorientations intragranulaires sont caractérisées et rattachées aux mécanismes d'accommodation des déformations. De plus, un effet d'interaction intergranulaire est mis en évidence afin d'améliorer les modèles.

Une large gamme de modèles sont étudiés, notamment le modèle de Taylor et un modèle de type Taylor (RSI). Nous montrons que le modèle de Taylor fournit un accord au premier ordre pour les rotations des grains individuels. Les désaccords peuvent être attribués en partie à l'interaction intergranulaire. Le modèle RSI permet de rendre compte de cette interaction, mais pas suffisamment. Ces données, nouvelles et originales, sont maintenant disponibles pour améliorer les modèles de plasticité cristalline.