



HAL
open science

Interaction dislocations - joints de grains en déformation plastique monotone : étude expérimentale et modélisations numériques

Gaël Daveau

► **To cite this version:**

Gaël Daveau. Interaction dislocations - joints de grains en déformation plastique monotone : étude expérimentale et modélisations numériques. Autre. Ecole Centrale Paris, 2012. Français. NNT : 2012ECAP0035 . tel-00740650

HAL Id: tel-00740650

<https://theses.hal.science/tel-00740650>

Submitted on 4 Jul 2014

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.



**ÉCOLE CENTRALE DES ARTS
ET MANUFACTURES
« ÉCOLE CENTRALE PARIS »**

THÈSE

présentée par

Gaël DAVEAU

pour l'obtention du

GRADE DE DOCTEUR

Spécialité : Mécanique et Matériaux

**Laboratoire d'accueil : Laboratoire d'Etude des Microstructures
(UMR 0140, unité mixte CNRS / ONERA)
Laboratoire Mécanique des Sols, Structures et
Matériaux (UMR 8579), Ecole Centrale Paris**

SUJET :

**Interaction dislocations – joints de grains en déformation
plastique monotone : étude expérimentale et modélisations
numériques**

soutenue le : 19 septembre 2012

devant un jury composé de :

**P. Bompard
S. Forest
P. Goudeau
O. Robach
J. Gil Sevillano
T. Hoc
B. Devincré**

**Président
Rapporteur
Rapporteur
Examinatrice
Examineur
Directeur de thèse
Directeur de thèse**

2012ECAP0035

Remerciements

Mes remerciements les plus vifs vont à mes deux directeurs de thèse, Benoit Devincere et Thierry Hoc, pour m'avoir proposé ce travail de recherche et pour m'y avoir accompagné de bout en bout. C'est encore lui rendre trop peu hommage que d'écrire que l'encadrement de Benoit a été de haut niveau, tant sur le plan scientifique que sur le plan humain. De son côté, Thierry a toujours su m'éclairer de ses conseils avisés, même depuis Lyon où il s'est installé. Leur influence à tous deux a été considérable et je les en remercie encore.

Je remercie chaleureusement Odile Robach de m'avoir épaulé lors de l'analyse expérimentale. La microdiffraction Laue est source d'une énorme quantité de données et Odile m'a évité bien des fausses pistes par son implication, sa compétence et sa disponibilité. Je remercie également Pierre-Jacques Liotier qui a posé les bases indispensables à la partie Éléments Finis, ainsi que Denis Boivin pour l'aide qu'il m'a apporté lors de la préparation des échantillons.

Je remercie particulièrement Samuel Forest et Philippe Goudeau d'avoir bien voulu être les rapporteurs de ce travail, Philippe Bompard d'avoir accepté de présider le jury et Javier Gil Sevillano d'avoir accepté d'y participer.

Je tiens à remercier Alphonse Finel, Jean-Marie Fleureau et Hachmi Ben Dhia de m'avoir permis de réaliser ma thèse au LEM et au MSSMAT. La haute compétence scientifique des membres de ces laboratoires est incontestable et m'a été une source continue de motivation, ce pour quoi je les remercie tous.

La réalisation d'une thèse est avant tout une aventure humaine et il me faut remercier ceux qui, au départ simples collègues, sont devenus des amis. C'est dans ce cadre que je salue Pierre Evellin, le rugbyman catcheur ; Sondes Karoui et son enthousiasme jovial si communicatif ; Riccardo Gatti, mon co-bureau toujours si souriant ; Pierre-Antoine Geslin, l'as du déguisement disloqué ; Roxane Marull, quasi-VRP chez Nespresso ; Hakim Amara et sa gentillesse ; Loïc Patout et ses goûts musicaux ; Micheline Fougeray et sa connaissance des petons ; et enfin Céline Varvenne (last but certainly not least) dont la bonne humeur rayonnante a tant contribué à mon intégration au LEM.

Je salue également Aurélie Pierret, Mamadou Diarra, Yann Battie, Romain Fleurier, Sylvain Queyrau, Adèle Lyprendi, Denys Baillon, Ladislav Kubin, Pierre-Louis Valdenaire, Eric Moussodji, Kevin Thibault et Julien De Jaegger, avec qui j'ai passé de très bons moments durant ces trois années. Sans oublier Bernard Willot pour ses nombreux aller-retour au poste de garde dans les derniers instants de cette thèse. Je leur souhaite à tous la meilleure continuation possible.

Et puis il y a tous les autres : celles et ceux qui, aussi éloignés de la science des matériaux que présents dans ma vie, ont grandement contribué au bon déroulement de cette thèse. De tous ceux là je ne parlerais pas plus : ils sont dans mon cœur et ils le savent. Une longue pensée vaut mille mots...

Table des matières

Introduction générale	8
I Rappels bibliographiques	12
Introduction	12
I.1 Quelques rappels de Mécanique des Milieux Continus	12
I.2 Notions de base de la théorie des dislocations	14
I.2.1 Vecteur de Burgers des dislocations	14
I.2.2 Déformation plastique et systèmes de glissement	15
I.2.3 Tenseur et facteur de Schmid	16
I.3 Courbure du réseau cristallin et dislocations	17
I.3.1 Courbure du réseau cristallin et tenseur de dislocations	17
I.3.2 Notions de dislocations géométriquement nécessaires (GND) / statistique- ment stockées (SSD)	20
I.4 Interactions entre dislocations et joints de grains	22
I.4.1 Les descriptions du joint de grains	22
I.4.2 Les forces exercées sur une dislocation située près d'un joint de grains	24
I.4.3 Comportement des dislocations situées près d'un joint	25
I.4.4 Un modèle simple de stockage de dislocations sur un joint : l'empilement unidimensionnel de dislocations coins	28
I.4.5 Champs de contraintes et incompatibilités de déformation aux joints à basse température	30
I.5 Les différentes formes du durcissement plastique	31
I.5.1 Mécanisme de l'écrouissage isotrope	31
I.5.2 La notion d'écrouissage cinématique	33
II Étude par microdiffraction Laue des mécanismes de déformation plastique près des joints de grains	35
Introduction	35
II.1 Présentation générale de la microdiffraction Laue	35
II.1.1 Présentation de la technique	35
II.1.2 Étude bibliographique des expériences par microdiffraction Laue	38
II.2 Présentation de l'expérience	41
II.2.1 Préparation de l'échantillon	41
II.2.2 Description des mesures effectuées à l'ESRF	42
II.3 Méthodologie d'analyse des résultats	45
II.3.1 Mesure de la déformation macroscopique	46
II.3.2 Traitement des clichés de diffraction par le logiciel <i>Xmas</i>	47
II.3.3 Traitement de l'orientation cristalline	49
II.3.4 Calcul de la contrainte appliquée résolue sur chaque système activé et évaluation de la densité de dislocations de forêt correspondante	50
II.3.5 Calcul de la courbure du réseau cristallin induite par la compression	51

II.3.6	Mesure des densités de dislocations géométriquement nécessaires stockées lors de la compression	52
II.3.7	Mesure de l'augmentation des contraintes locales sous l'effet de la compression	57
II.4	Analyse macroscopique de l'échantillon et de sa déformation	58
II.4.1	Orientation moyenne des grains	58
II.4.2	Désorientation entre grains	59
II.4.3	Analyse de la déformation macroscopique de l'échantillon	60
II.4.4	Identification des systèmes de glissement activés	60
II.4.5	Calcul de la contrainte résolue sur les systèmes activés	62
II.4.6	Conclusions sur les caractérisations macroscopiques	63
II.5	Analyse locale des mécanismes de déformation plastique près des joints de grains	63
II.5.1	Influence des joints sur les champs mécaniques à l'échelle microscopique dans l'échantillon non déformé	63
II.5.2	Impact des joints sur la rotation et la courbure cristallines induites par la déformation plastique	67
II.5.3	Stockage de dislocations géométriquement nécessaires aux joints	69
II.5.4	Évolution de la déformation élastique locale sous l'effet de la compression	77
II.5.5	Importance et portée des champs de contraintes aux joints dans le polycristal déformé	78
II.5.6	Conclusions sur les analyses locales	81
	Résumé	82
III Étude numérique par Dynamique des Dislocations		84
	Introduction	84
III.1	Conditions de simulation	84
III.1.1	Description des volumes simulés	84
III.1.2	Simulations de bicristaux élastique - plastique reproduisant les configurations expérimentales	86
III.1.3	Simulations de bicristaux plastique - plastique reproduisant les configurations expérimentales	87
III.1.4	Méthodologie de traitement des résultats	89
III.2	Résultats des simulations élastique - plastique en glissement simple	90
III.2.1	Évolution de la densité totale avec la distance au joint	90
III.2.2	Évolution du cisaillement plastique avec la distance au joint	92
III.2.3	Évolution de la densité de GND avec la distance au joint. Comparaison à la densité totale	95
III.2.4	Évolution de la contrainte résolue avec la distance au joint	97
III.3	Description par le biais d'équations continues	100
III.3.1	Description de la configuration théorique utilisée	100
III.3.2	Évolution de la densité de dislocations	101
III.3.3	Évolution du cisaillement avec la distance au joint	103
III.3.4	Évolution de la contrainte résolue avec la distance au joint	104
III.4	Détermination des paramètres d'un modèle continu	112
III.4.1	Taux de stockage	112
III.4.2	Évaluation du backstress	113
III.4.3	Modification de la contrainte critique	114
III.5	Résultats des simulations plastique - plastique en glissement simple	115
III.5.1	Évolution du cisaillement avec la distance au joint	115
III.5.2	Évolution de la contrainte résolue avec la distance au joint	117
III.5.3	Bilan sur les simulations plastique - plastique	120
	Résumé	121

IV Adaptation du modèle continu : introduction de l'influence des joints de grains sur la déformation plastique	122
Introduction	122
IV.1 Le modèle originel : simulation de la plasticité du monocristal CFC en sollicitation monotone	122
IV.1.1 Équations de base	123
IV.1.2 Modification de l'équation de la contrainte critique	123
IV.1.3 Modification des paramètres de la loi de stockage - restauration	124
IV.1.4 Paramètres du modèle dédié au monocristal, validation du modèle	125
IV.2 Adaptation au cas du polycristal	126
IV.2.1 Modification de l'expression de la contrainte critique	127
IV.2.2 Adaptation de la loi de stockage	127
IV.2.3 Adaptation de la loi d'écoulement plastique	129
IV.3 Validation du modèle à partir de cas concrets étudiés par Éléments Finis	130
IV.3.1 Étude d'un bicristal élastique / plastique	130
IV.3.2 Reproduction de la déformation du tricristal expérimental	135
Résumé	142
Conclusion générale	144
A Représentations mathématiques de la rotation	158
B Calcul du tenseur des déformations élastiques	160
B.1 Expression des paramètres cristallins	160
B.2 Détermination du tenseur déviatorique des déformations à partir de quatre réflexions	162
B.3 Calcul du tenseur déviatorique à partir de l'ensemble des pics d'un cliché de Laue	165
C Présentation des programmes écrits pour le post-traitement des données de microdiffraction Laue	166
D Évolution du stockage de GND avec la distance au joint, calculée à partir de la mesure de l'étalement des pics de diffraction.	168
E Résultats complets de la mesure des densités de GND stockées par la mesure du tenseur de dislocations.	170
F Évolution des contraintes expérimentales sous l'effet de la compression.	173
G Description de la procédure d'échange des contraintes mises en place pour la simulation de bicristaux plastique - plastique (logiciel microMegs).	174
H Résultats obtenus lors de la simulation de la déformation du tricristal par Éléments Finis. Utilisation du modèle adapté au polycristal	176

Introduction générale

La recherche d'une théorie prédictive du durcissement plastique des métaux est presque aussi ancienne que la théorie des dislocations. Des premiers travaux de Taylor (Taylor (1934)) aux modèles d'aujourd'hui, la distance qui nous sépare d'une pleine compréhension des phénomènes mis en jeu a été grandement réduite. De nombreuses zones d'ombre demeurent néanmoins, principalement du fait de nos difficultés à appréhender l'influence des hétérogénéités structurales sur les mécanismes de déformation. Pour preuve de la complexité de la tâche, Kocks et Mecking ouvrent la longue analyse qu'ils consacrent au sujet (Kocks and Mecking (2003)) en citant Cottrell, qui dès 1953 affirmait du durcissement plastique : « it was the first problem to be attempted by dislocation theory and may be the last to be solved ».

Comme souvent, l'objectif à atteindre a évolué en réponse aux difficultés rencontrées, et l'on est passé de la recherche d'une théorie du durcissement à celle, moins ambitieuse, de modèles prédictifs de ce durcissement. La théorie est basée sur la pleine compréhension d'un ensemble de lois qui décrivent des mécanismes microscopiques clairement identifiés, et dont l'ensemble permet une prédiction quantitative et exacte du comportement macroscopique du matériau. À l'inverse, le modèle n'est qu'une reproduction simplifiée du comportement macroscopique global, basée sur des lois d'évolution qui font intervenir différents paramètres, et dans laquelle les mécanismes réellement à l'œuvre aux échelles inférieures ne sont pas forcément considérés. De nombreux modèles prédictifs du durcissement plastique ont ainsi vu le jour au cours des cinquante dernières années, en réponse à un besoin très fort.

C'est que derrière le challenge scientifique se cache un enjeu industriel majeur : un modèle capable de prédire de manière fiable et précise le comportement de pièces métalliques au cours de leur cycle de vie représenterait un atout considérable pour toute industrie en lien avec les matériaux.

Les modèles actuels sont basés sur des lois phénoménologiques, qui sont parfois très éloignées des comportements physiques réels qu'elles visent à décrire. Ces lois utilisent des paramètres ajustables, qu'il faut étalonner à partir de données expérimentales. Ces modèles, même s'ils représentent de réelles avancées sur la voie d'une pleine prédiction du durcissement, sont très dépendants du choix de ces paramètres. Ils ne sauraient donc constituer des modèles universels et totalement fiables du comportement plastique. À l'inverse, un modèle macroscopique basé sur des lois construites à partir de l'observation des mécanismes de plasticité, étudiés aux échelles inférieures, devrait être capable de prédire de manière appropriée le comportement du métal, sans nécessiter l'ajustement de paramètres artificiels. Ce qu'il faut, c'est donc rapprocher le mécanicien du physicien, ou vice versa suivant le point de vue...

En 2007, ce principe a été mis en application à travers la création d'un modèle continu, multi-échelle et physiquement justifié, dédié à la déformation plastique du monocristal CFC en sollicitation monotone (Devincre, Hoc et Kubin (2008)). Ce modèle est implémenté dans le logiciel de simulation par Éléments Finis ABAQUS, par l'intermédiaire d'un code de calcul de plasticité cristalline nommé ANAIS. Il est multi-échelle au sens où les paramètres des lois de comportement du modèle macroscopique ont été mesurés à partir de simulations numériques

réalisées à l'échelle des dislocations (que nous appellerons échelle mésoscopique). Il est physiquement justifié car ces simulations mésoscopiques ont permis de s'affranchir de toute utilisation de paramètres phénoménologiques. Il reste cependant limité au cas du monocristal pur en sollicitation monotone, car il est basé sur l'hypothèse d'une déformation plastique purement isotrope.

Problématique :

Cette thèse vise à poser les bases d'un modèle macroscopique continu, qui soit à la fois physiquement justifié et dédié à la déformation plastique du polycristal CFC. L'objectif n'est pas ici de construire un nouveau modèle, mais plutôt d'adapter le modèle du monocristal mis en place par Devincere, Hoc et Kubin (2008), en y intégrant l'effet des joints de grains sur les mécanismes de déformation plastique. Posée telle quelle, cette problématique englobe un immense champ d'investigation, allant de l'étude d'effets de taille à celle des mécanismes de réaction à haute température, en passant par les effets des joints sur le fluage et la fatigue. Un domaine d'étude d'une telle étendue n'est pas raisonnable dans le cadre d'une thèse de doctorat, et nous avons choisi d'avancer par étapes. Cette thèse vise ainsi à poser les premières pierres de ce vaste édifice, à travers la modélisation de la déformation plastique de polycristaux à taille de grains conventionnelle, dans des gammes de températures modérées, lors d'une sollicitation monotone, et pour de faibles déformations imposées.

Ce domaine d'étude, si réduit qu'il puisse paraître, est très loin d'être anodin : c'est en effet à travers l'étude de ces gammes de températures et de déformations qu'il sera possible d'identifier clairement les phénomènes qui seront exacerbés lors de plus fortes sollicitations. L'analyse approfondie de ces phénomènes passe nécessairement par une étude multi-échelle, basée sur l'observation de mécanismes issus des propriétés discrètes des dislocations, vectrices de la déformation plastique et observables au niveau mésoscopique, dans le but de dégager des lois d'évolution continues applicables à l'échelle macroscopique.

Parce que le but des simulations numériques est de reproduire les comportements réels, un modèle numérique ne saurait être fiable sans avoir été validé par une comparaison à l'expérience. L'étude que nous nous proposons de mener inclut donc une comparaison à des résultats expérimentaux, dans le but de valider nos simulations.

Méthodologie

Cette thèse se décompose en trois parties distinctes mais interdépendantes :

- une partie expérimentale qui vise à fournir une validation aux simulations numériques
- l'étude des mécanismes de déformation plastique près des joints par des simulations réalisées à l'échelle mésoscopique
- l'adaptation du modèle macroscopique au cas du polycristal CFC, à partir des lois identifiées au niveau mésoscopique

La littérature ne fournit pas d'exemple de mesures expérimentales pouvant servir à la validation de nos simulations : nous parlons ici de mesures des mécanismes de déformation plastique, réalisées à température ambiante et avec de faibles niveaux de déformation, à une échelle assez fine pour pouvoir observer les hétérogénéités de propagation de la plasticité. Il nous a donc été nécessaire de réaliser nos propres caractérisations expérimentales en préalable à la mise en place des simulations numériques.

Le but de ces mesures expérimentales réside dans la mesure des champs mécaniques associés à la déformation plastique près des joints de grains. Par champs mécaniques, nous entendons les champs associés à la propagation de la déformation plastique : il s'agit en premier lieu des densités de dislocations – qui sont les porteuses de la déformation plastique –, ainsi que des

champs de rotation et de contrainte qui leur sont associés. Il a donc été nécessaire de choisir une technique de caractérisation qui soit capable de déterminer l'évolution de ces différents champs.

Ces mesures nécessitent également une résolution spatiale suffisamment fine pour pouvoir être effectuées à proche distance des joints de grains, afin de capturer les gradients prononcés de champs mécaniques existant éventuellement au voisinage de ces joints. Ces champs mécaniques évoluant probablement très rapidement, il est nécessaire que cette résolution spatiale soit de l'ordre de l'espacement moyen entre les entités à l'origine de ces champs : les dislocations (soit une résolution de l'ordre du micron pour une densité de dislocations standard dans le CFC, égale à 10^{12} m^{-2}).

Nous recherchions donc une technique de caractérisation qui ait une résolution spatiale micrométrique, qui soit capable de caractériser des évolutions de densités de dislocations et de contraintes et qui nous fournisse des informations sur le volume du matériau (sans effet de lame notamment). À notre connaissance, seule la technique de microdiffraction Laue répond à ces trois impératifs (à titre de comparaison, les caractérisations en MET nécessitent une découpe en lame, et les mesures EBSD ne fournissent qu'une caractérisation de surface). Nous avons donc choisi de déformer en compression un tricristal de cuivre, et d'utiliser cette technique pour caractériser l'évolution des champs mécaniques sous l'effet de la déformation plastique.

Les simulations numériques à l'échelle mésoscopique ont pour but d'étudier les phénomènes discrets à l'œuvre lors de la déformation plastique des polycristaux, dans le but d'en tirer des lois d'évolution utilisables dans un modèle macroscopique continu. La vision d'une déformation plastique discrète est liée à la notion de dislocation. Le but de ces simulations est donc d'étudier le comportement des dislocations dans les polycristaux. Par rapport au monocristal, les entités additionnelles qui vont influencer sur le comportement des dislocations dans un polycristal sont les joints de grains. Nos simulations doivent donc étudier le comportement des dislocations dans les zones impactées par la présence des joints de grains, c'est-à-dire au voisinage de ces joints.

Les seules simulations permettant l'étude du comportement de populations discrètes de dislocations, à une échelle de quelques dizaines de microns et sur une échelle de temps raisonnable, sont les simulations par Dynamique des Dislocations (DD). Nos simulations mésoscopiques ont donc été réalisées par Dynamique des Dislocations. Du reste, ces raisons avaient déjà conduit au choix de cette technique pour les simulations mésoscopiques utilisées pour la mise en place du modèle multi-échelle dédié au monocristal. En toute logique, nous avons donc décidé de continuer à utiliser la Dynamique des Dislocations pour justifier physiquement les évolutions que nous apporterons à ce modèle.

Enfin, l'adaptation du modèle macroscopique continu au cas du polycristal a été effectuée à partir des lois régissant le comportement des dislocations près d'un joint de grains, qui ont été identifiées en Dynamique des Dislocations. Le modèle modifié, implémenté dans le logiciel de simulation par Éléments Finis ABAQUS, a ensuite été validé par le biais d'une comparaison avec une simulation de Dynamique des Dislocations, puis avec les résultats de l'analyse expérimentale.

Un schéma récapitulatif de cette méthodologie est présenté figure 1. Ce schéma reprend de manière succincte les interactions entre les trois parties qui constituent cette thèse.

Structure du mémoire

Le mémoire est structuré autour des trois parties que nous avons identifiées, auxquelles vient s'ajouter un chapitre préalable dédié à la présentation de notions essentielles. Après ce premier chapitre de rappels bibliographiques, le chapitre 2 est consacré à la description des mesures expérimentales et à l'analyse des résultats obtenus. Le chapitre 3 présente les résultats de nos simulations par Dynamique des Dislocations, ainsi que la façon dont ces résultats ont été interprétés afin d'obtenir les lois d'un modèle de stockage des dislocations près du joint. Enfin, le

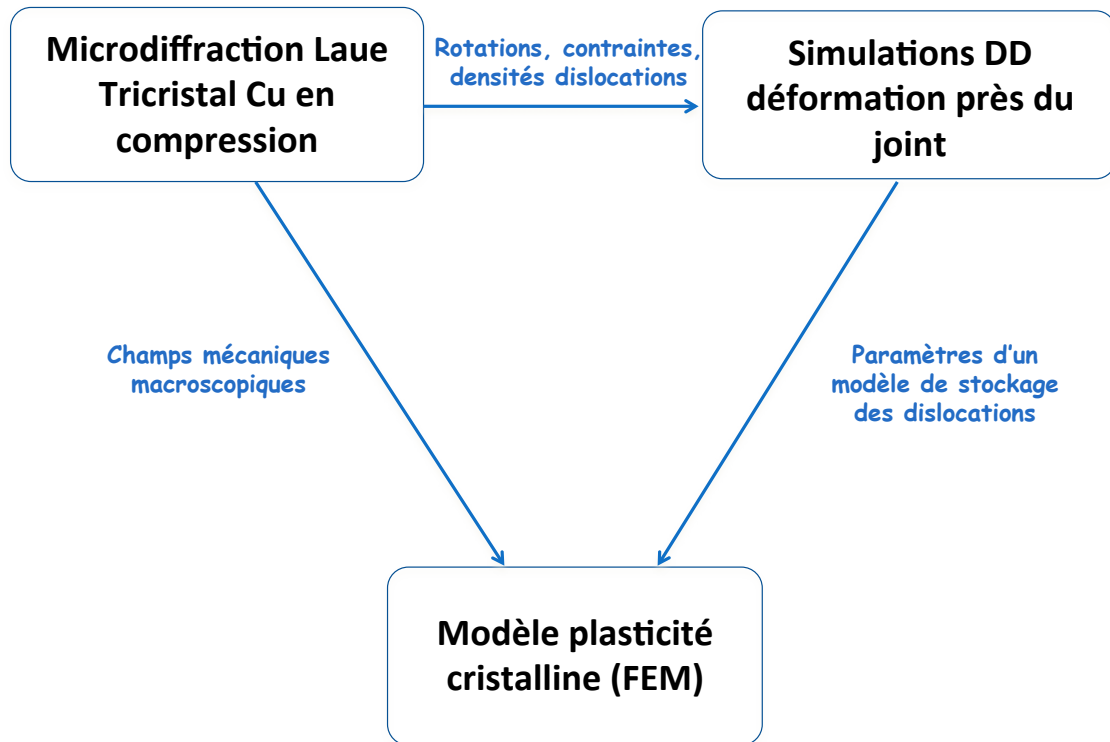


FIGURE 1 – Schéma de la méthodologie employée au cours de la thèse.

chapitre 4 est dédié à la modification du modèle macroscopique continu dans le but de l'adapter au cas du polycristal. Une validation du modèle modifié, par comparaison de ses résultats à ceux d'une simulation de Dynamique des Dislocations, puis aux résultats de l'analyse expérimentale, y est présentée.

Chapitre I

Rappels bibliographiques

Introduction

Le but de ce premier chapitre est d'introduire les notions indispensables à la compréhension des travaux réalisés au cours de cette thèse. Les deux premières sections y sont consacrées à des rappels de base concernant la mécanique des milieux continus et la théorie des dislocations. La troisième partie vise à introduire les notions de courbure du réseau cristallin et de dislocations géométriquement nécessaires que nous emploierons abondamment par la suite. La quatrième section est consacrée au traitement théorique des interactions entre dislocations et joint de grains, sujet central de ce mémoire. Enfin, la dernière partie vise à définir la notion d'écoulement cinématique, dont la modélisation constitue la problématique ultime de cette thèse.

Dans ce chapitre comme dans l'ensemble du mémoire, et à de rares exceptions près, les relations tensorielles seront principalement données en notation indicielle. La convention de sommation d'Einstein sur les indices répétés se doit ainsi d'être appliquée.

I.1 Quelques rappels de Mécanique des Milieux Continus

Considérons un corps matériel évoluant dans le temps sous l'effet des forces qui lui sont appliquées. Soit Ω_0 la configuration de ce corps au temps $t = 0$, choisie comme configuration de référence. Soit M un point matériel de Ω_0 occupant la position \vec{X} dans un référentiel R . La position de ce point au temps t sera alors décrite par l'équation I.1, illustrée figure I.1 :

$$\vec{x}(t) = \Phi(\vec{X}, t) \quad (\text{I.1})$$

Ce type de description de la trajectoire d'un point matériel est appelé description Lagrangienne du mouvement.

On peut également suivre la trajectoire du point M en observant son déplacement \vec{u} , défini par :

$$\vec{x}(t) = \vec{X} + \vec{u}(\vec{X}, t) \quad (\text{I.2})$$

Afin d'étudier localement la transformation Φ au voisinage du point M , on définit le gradient de la transformation, noté F_{ij} , par :

$$dx_i = F_{ij} dX_j \quad \text{avec} \quad F_{ij} = \frac{\partial x_i}{\partial X_j} \quad (\text{I.3})$$

F_{ij} peut également être exprimé à partir du gradient du déplacement $\vec{u}(\vec{X}, t)$:

$$F_{ij} = \delta_{ij} + \frac{\partial u_i}{\partial X_j} \quad (\text{I.4})$$

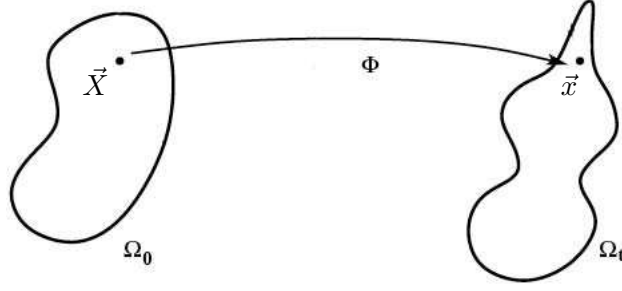


FIGURE I.1 – Transformation d'un corps matériel à l'instant t . (D'après Forest (2009))

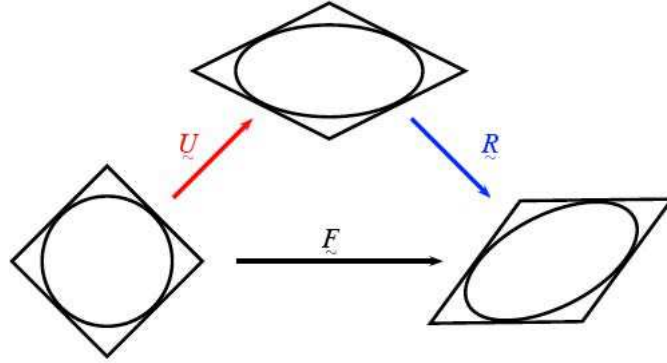


FIGURE I.2 – Décomposition du gradient de transformation en déformation et rotation. (D'après Forest (2009))

On peut montrer que ce tenseur gradient de transformation est inversible et correspond au produit contracté d'un tenseur rotation R_{ij} et d'un tenseur des déformations pures U_{ij} , ainsi qu'illustré figure I.2 :

$$F_{ij} = R_{ik} \cdot U_{kj} \quad (\text{I.5})$$

F_{ij} peut également être décomposé en une part due à la transformation élastique du corps matériel et en une part due à sa transformation plastique. Cette décomposition s'exprime mathématiquement à l'aide du produit contracté :

$$F_{ij} = F_{ik}^e \cdot F_{kj}^p \quad (\text{I.6})$$

On peut quantifier la déformation à partir du tenseur de Green-Lagrange :

$$E_{ij} = \frac{1}{2} \left(F_{ki} \cdot F_{kj} - \delta_{ij} \right) = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_i}{\partial X_j} + \frac{\partial u_j}{\partial X_i} + \frac{\partial u_k}{\partial X_i} \cdot \frac{\partial u_k}{\partial X_j} \right) \quad (\text{I.7})$$

ce qui mène à une expression relativement compliquée, car non-linéaire du fait de la présence du dernier terme. Ce calcul se simplifie considérablement si l'on pose l'hypothèse de transformations infinitésimales. Dans ce cas les termes en $(\partial u_k / \partial X_i \cdot \partial u_k / \partial X_j)$ deviennent négligeables devant les termes du type $\partial u_i / \partial X_j$, et l'expression du tenseur des déformations devient linéaire. On parle alors du tenseur des déformations linéarisées ε_{ij} , défini par la relation :

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_i}{\partial X_j} + \frac{\partial u_j}{\partial X_i} \right) \quad (\text{I.8})$$

On définit également un tenseur des rotations infinitésimales ω_{ij} :

$$\omega_{ij} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_i}{\partial X_j} - \frac{\partial u_j}{\partial X_i} \right) \quad (\text{I.9})$$

Ces deux tenseurs sont reliés entre eux par l'expression $(\partial u_i / \partial X_j)$. Cette expression correspond au tenseur des distorsions β_{ij} , défini par :

$$\beta_{ij} = \frac{\partial u_i}{\partial X_j} = \omega_{ij} + \varepsilon_{ij} \quad (\text{I.10})$$

La distorsion d'un corps matériel se décompose donc en une rotation et en une déformation pure. Cette décomposition est similaire à celle existant dans le cas des grandes transformations, symbolisée par le biais de l'équation I.5.

La décomposition de la transformation en transformation élastique et transformation plastique, exprimée par l'équation I.6 dans le cas des grandes transformations, se retrouve également à travers les expressions :

$$\beta_{ij} = \beta_{ij}^e + \beta_{ij}^p \quad (\text{I.11})$$

$$\omega_{ij} = \omega_{ij}^e + \omega_{ij}^p \quad (\text{I.12})$$

$$\varepsilon_{ij} = \varepsilon_{ij}^e + \varepsilon_{ij}^p \quad (\text{I.13})$$

I.2 Notions de base de la théorie des dislocations

I.2.1 Vecteur de Burgers des dislocations

On appelle dislocations les défauts linéaires du réseau cristallin qui, en se déplaçant, sont à l'origine de la déformation plastique du matériau. Chaque dislocation est caractérisée par son vecteur de Burgers, dont la définition est liée à celle du circuit de Burgers entourant la ligne de dislocation. Ces deux notions sont illustrées figure I.3. Sur cette figure, il est facile de voir que le vecteur de Burgers correspond au défaut de fermeture observé lorsque l'on reproduit, autour de la ligne de dislocation, le circuit de Burgers C du cristal idéal (Hirth and Lothe (1982)) :

$$\vec{b} = \oint_C \frac{\partial \vec{u}}{\partial l} dl \quad (\text{I.14})$$

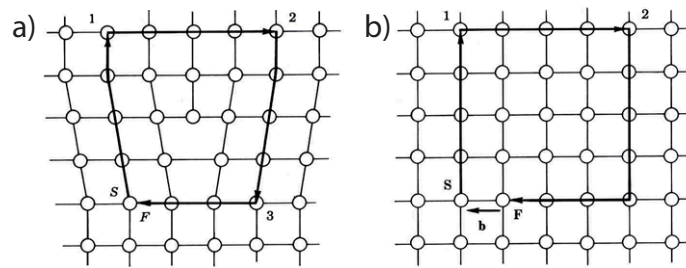


FIGURE I.3 – (a) Circuit de Burgers autour d'une dislocation coin. (b) Le vecteur de Burgers \vec{b} correspond au défaut de fermeture observé en retraçant ce circuit dans le cristal idéal. (D'après Hirth and Lothe (1982))

Le caractère local d'une dislocation dépend de l'orientation locale du vecteur unitaire directeur de la ligne de dislocation $\vec{\ell}$ par rapport au vecteur de Burgers \vec{b} . Le caractère local de chaque incrément de ligne de dislocation peut ainsi être exprimé comme la somme d'une partie purement vis et d'une partie purement coin (voir figure I.4).

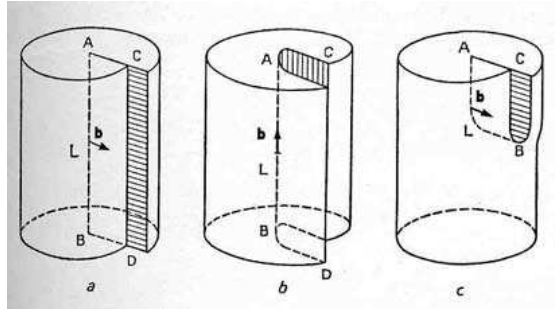


FIGURE I.4 – Illustration du concept de caractère local d'une dislocation : (a) coin (b) vis (c) mixte (composée d'une partie coin et d'une partie vis, l'importance relative de chacune de ces deux parties variant localement suivant l'emplacement considéré sur la ligne de dislocation). (D'après Friedel (1964))

I.2.2 Déformation plastique et systèmes de glissement

Jusqu'aux moyennes températures, la déformation plastique des matériaux cristallins est principalement contrôlée par le glissement des dislocations. Ce glissement s'effectue dans des conditions bien particulières, dépendant de la symétrie cristalline du matériau : il n'a en effet lieu que selon certaines familles de plans cristallographiques et induit un cisaillement selon certaines directions particulières.

Dans le cas des matériaux de type Cubique Face Centrée (CFC), tel le cuivre objet de notre étude, les plans de glissement sont les plans de type $\{111\}$, et les directions de cisaillement (parfois appelées directions de glissement en référence au glissement relatif des plans cristallins selon ces directions) sont les directions de type $\langle 110 \rangle$. Les dislocations d'un cristal CFC ne peuvent donc glisser que le long de 4 plans de glissements bien définis. De plus, une dislocation située sur l'un de ces 4 plans ne pourra provoquer un cisaillement que selon 3 directions distinctes, qui correspondent en fait aux 3 vecteurs de Burgers possibles pour les dislocations du système. Les dislocations d'un cristal CFC ont donc la possibilité d'induire un cisaillement plastique suivant 12 *systèmes de glissements* différents. Ces systèmes, répertoriés suivant la convention de Schmid and Boas (1935), sont listés table I.1

Système	A2	A3	A6	B2	B4	B5	C1	C3	C5	D1	D4	D6
Plan	$1\bar{1}\bar{1}$			111			$11\bar{1}$			$1\bar{1}1$		
Direction	$0\bar{1}1$	101	110	$0\bar{1}\bar{1}$	$10\bar{1}$	$1\bar{1}0$	011	101	$1\bar{1}0$	011	$10\bar{1}$	110

TABLE I.1 – Définition des 12 systèmes de glissement du cristal CFC. La lettre correspond au plan de glissement et le chiffre à la direction du cisaillement. (D'après Schmid and Boas (1935)).

Ces systèmes peuvent être représentés dans la projection stéréographique des axes de symétrie du cristal CFC (figure I.5). Chaque système de glissement est alors représenté par un triangle stéréographique. Si, lors de la sollicitation mécanique du cristal, la projection de l'axe de sollicitation apparaît être au centre de l'un des triangles stéréographiques de la figure I.5, alors le système associé à ce triangle sera préférentiellement activé. Si la représentation de cet axe se trouve à la frontière entre deux triangles, alors les deux systèmes de glissement associés seront activés de manière équivalente.

L'activité de ces systèmes de glissement est observable à la surface de l'échantillon déformé (pour peu que l'orientation du système en question soit compatible avec cette observation). La figure I.6 illustre le principe de formation de bandes de glissement en surface de l'échantillon, conséquence du glissement des dislocations.

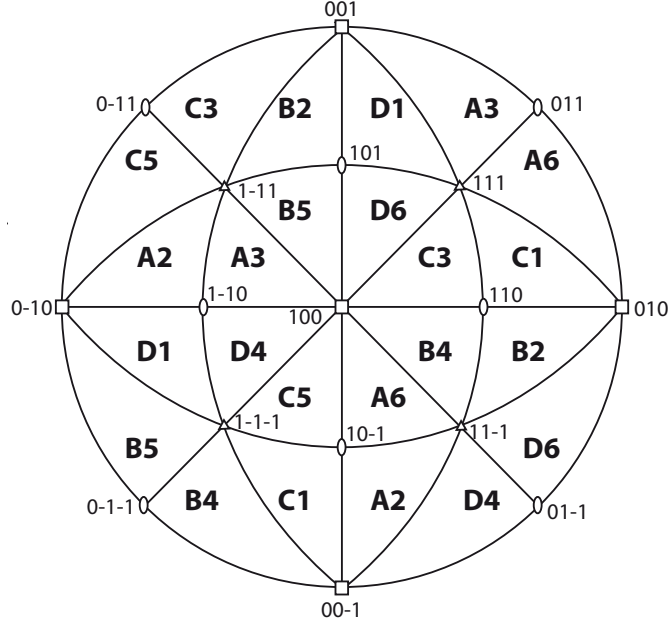


FIGURE I.5 – Projection stéréographique indiquant les systèmes de glissement activés lorsque l'axe de sollicitation se trouve dans le triangle standard correspondant. (D'après Hosford (1993))

I.2.3 Tenseur et facteur de Schmid

Un système s est activé et participe à la déformation plastique du cristal lorsque la contrainte de cisaillement « vue » par ce système atteint une valeur critique τ_c . Cette contrainte *résolue* sur le système s est reliée, par le biais du tenseur de Schmid, à la contrainte macroscopique $(\sigma_{app})_{ij}$ que l'on applique à l'échantillon dans le but de le déformer (Hosford (1993); Dommelen et al. (2000)) :

$$\tau_{app}^s = s_{ij}^s (\sigma_{app})_{ij} \quad (\text{I.15})$$

On appelle tenseur de Schmid le tenseur s_{ij}^s attaché au système s , défini dans le repère de référence par :

$$s_{ij}^s = \frac{1}{2} (b_i^s n_j^s + b_j^s n_i^s) \quad (\text{I.16})$$

avec n_i^s le vecteur unitaire normal au plan de glissement du système s et b_i^s le vecteur unitaire donnant la direction de cisaillement plastique de ce système (donc le vecteur directeur du vecteur de Burgers associé à s).

Dans le cas d'une sollicitation uni-axiale σ_{app} , l'expression du tenseur s_{ij}^s se ramène à un scalaire, noté F^s et appelé facteur de Schmid. On a donc :

$$\tau_{app}^s = F^s \sigma_{app} \quad \text{avec} \quad F^s = \cos \lambda \cos \phi \quad (\text{I.17})$$

λ et ϕ sont les angles entre la direction de sollicitation et les vecteurs \vec{n} et \vec{b} respectivement (figure I.7).

Pour que le glissement ait lieu sur le système s , il faut que la contrainte résolue τ^s dépasse la contrainte critique τ_c^s . Les systèmes se déformant préférentiellement seront donc ceux pour lesquelles la contrainte appliquée, résolue sur ces systèmes par le biais de l'équation I.15, sera la plus élevée. Dans le cas particulier d'une contrainte appliquée uni-axiale, les systèmes se déformant préférentiellement seront les systèmes de plus fort facteur de Schmid.

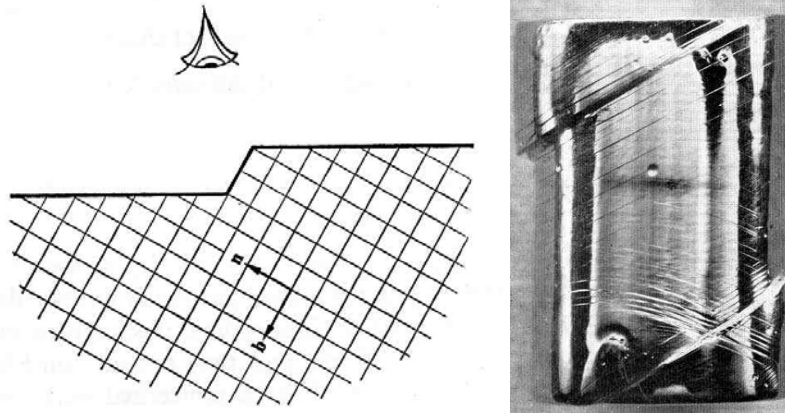


FIGURE I.6 – À gauche : illustration de la formation d’une bande de glissement en surface, due à des dislocations glissant sur le plan normal à \vec{n} dans la direction $-\vec{b}$. À droite : bandes de glissement à la surface d’un cristal de niobium compressé. (D’après Reid (1973))

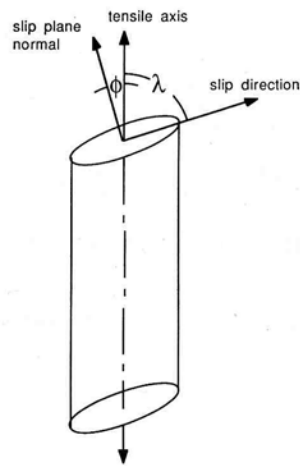


FIGURE I.7 – Illustration de la loi de Schmid en traction uni-axiale, d’après Hosford (1993)

I.3 Courbure du réseau cristallin et dislocations

I.3.1 Courbure du réseau cristallin et tenseur de dislocations

Définition de la courbure du réseau cristallin

La courbure du réseau cristallin est définie comme le gradient spatial de l’orientation cristalline. On l’exprime mathématiquement par le biais du tenseur κ_{ij} , défini par la relation :

$$\kappa_{ij} = \frac{\partial \theta_i}{\partial x_j} \quad (\text{I.18})$$

avec θ_i le vecteur rotation définissant l’orientation cristalline dans le repère de référence $(\vec{x}_1, \vec{x}_2, \vec{x}_3)$ (voir annexe A pour une définition du vecteur rotation).

Introduction du tenseur de dislocations

Le tenseur α_{ij} , introduit par Nye (1953) (d’où l’appellation « tenseur de Nye » qui le désigne souvent), a originellement été défini comme le tenseur reliant le vecteur de Burgers \vec{b} au vecteur

\vec{t} normal au plan d'aire unité contenant, dans le cristal non déformé, le circuit de Burgers C . Nye le définit ainsi par la relation :

$$b_i = \alpha_{ij} t_j \quad (\text{I.19})$$

À partir d'un raisonnement basé sur la géométrie d'un petit circuit de Burgers de forme carrée, Nye démontre que ce tenseur est relié au tenseur κ_{ij} par la relation :

$$\alpha_{ij} = \kappa_{ji} - \delta_{ij}\kappa_{kk} \quad (\text{I.20})$$

Lien entre tenseur de dislocations et courbure du réseau

Cette équation a depuis été complétée par plusieurs auteurs (Sun et al. (2000); Arsenlis and Parks (1999); Pantleon (2008)), à partir d'équations de la théorie continue des dislocations mise en place par Kröner (Kröner (1966)).

Considérons le cas d'une transformation globale compatible (au sens où le cristal, compact dans son état de référence, demeure compact après transformation, ce qui se traduit notamment par une continuité du champ de déplacement $\vec{u}(\vec{x})$). Nous avons alors vu que la distorsion cristalline β_{ij} était définie comme le gradient de $\vec{u}(\vec{x})$:

$$\beta_{ij} = \frac{\partial u_i}{\partial x_j} \quad (\text{I.21})$$

Appliquons l'opérateur rotationnel aux deux termes de l'équation, réécrite en notation tensorielle :

$$\underline{\underline{rot}}(\underline{\underline{\beta}}) = \underline{\underline{rot}}(\underline{\underline{grad}}(\underline{\underline{u}})) = 0 \quad (\text{I.22})$$

soit sous forme indicelle :

$$\epsilon_{ijk} \frac{\partial \beta_{lj}}{\partial x_k} = 0 \quad (\text{I.23})$$

Nous avons également vu (équation I.11) que la distorsion β_{ij} se décomposait en une partie élastique et en une partie plastique :

$$\beta_{ij} = \beta_{ij}^e + \beta_{ij}^p$$

La combinaison des équations I.23 et I.11 amène ainsi à la relation :

$$\epsilon_{ijk} \frac{\partial \beta_{lj}^e}{\partial x_k} = - \epsilon_{ijk} \frac{\partial \beta_{lj}^p}{\partial x_k} \quad (\text{I.24})$$

Considérons maintenant un contour fermé C placé arbitrairement dans le cristal idéal, puis déformons plastiquement ce cristal. Un certain nombre de dislocations vont alors venir traverser la surface S délimitée par ce contour, produisant chacune un incrément de déplacement $\delta \vec{u}^{\vec{b}}$ équivalant à leur vecteur de Burgers $\delta \vec{b}$. La somme de tous les déplacements $\delta \vec{u}^{\vec{b}}$ que l'on rencontre en faisant le tour du contour C va alors être égale au vecteur de Burgers global de toutes les dislocations traversant S :

$$b_i = \sum \delta b_i = \oint_C \delta u_i^p \quad (\text{I.25})$$

D'autre part la relation I.19 peut être appliquée à l'ensemble des dislocations traversant un incrément δS de la surface S :

$$\delta b_i = \alpha_{ij} \delta S_j \quad (\text{I.26})$$

La combinaison des relations I.21, I.25 et I.26 nous permet donc d'écrire :

$$\oint_C \beta_{ij}^p dx_j = \iint_S \alpha_{ij} dS_j \quad (\text{I.27})$$

soit, après application du théorème de Stokes :

$$\iint_S \epsilon_{jkl} \frac{\partial \beta_{ik}^p}{\partial x_l} dS_j = \iint_S \alpha_{ij} dS_j \quad (\text{I.28})$$

ce qui nous amène à la relation fondamentale :

$$\epsilon_{jkl} \frac{\partial \beta_{ik}^p}{\partial x_l} = \alpha_{ij} \quad (\text{I.29})$$

soit en notation tensorielle :

$$\underline{\underline{rot}}(\underline{\underline{\beta}}^p) = \underline{\underline{\alpha}} \quad (\text{I.30})$$

et ainsi, par le biais de la relation I.24 :

$$\underline{\underline{rot}}(\underline{\underline{\beta}}^e) = - \underline{\underline{\alpha}} \quad (\text{I.31})$$

le signe - étant ici purement conventionnel.

L'équation I.31 est fondamentale puisqu'elle permet de connecter le tenseur de dislocations, d'origine plastique, à la distorsion élastique. La décomposition de la distorsion en somme d'une déformation et d'une rotation (équation I.10) nous permet de réécrire l'équation I.31 sous la forme :

$$\alpha_{ij} = - \epsilon_{jkl} \frac{\partial \beta_{ik}^e}{\partial x_l} = - \epsilon_{jkl} \left(\frac{\partial \varepsilon_{ik}^e}{\partial x_l} + \frac{\partial \omega_{ik}^e}{\partial x_l} \right) \quad (\text{I.32})$$

Il peut de plus être montré que la rotation du réseau ω_{ij} est purement d'origine élastique (Kröner (1966)), soit $\omega_{ij}^e = \omega_{ij}$. Ce tenseur est relié à la (faible) rotation du réseau cristallin contenue dans la distorsion d'origine élastique. Cette faible rotation peut être représentée par le biais du tenseur rotation g_{ij} , relié à ω_{ij} par :

$$g_{ik} = \omega_{ik} + \delta_{ik} \quad (\text{I.33})$$

Ce tenseur peut également être représenté sous la forme du vecteur rotation θ_i . Dans le cas qui nous intéresse, l'angle θ_0 de la rotation est faible, ce qui nous autorise à écrire ce vecteur sous la forme (Sun et al. (2000); Pantleon (2008)) :

$$g_{ik} = \delta_{ik} - \epsilon_{ikq} \theta_q \quad (\text{I.34})$$

et ainsi :

$$\omega_{ik} = - \epsilon_{ikq} \theta_q \quad (\text{I.35})$$

L'équation I.32 se réécrit alors sous la forme :

$$\alpha_{ij} = \epsilon_{jkl} \epsilon_{ikq} \frac{\partial \theta_q}{\partial x_l} - \epsilon_{jkl} \frac{\partial \varepsilon_{ik}^e}{\partial x_l} \quad (\text{I.36})$$

avec $(\partial \theta_q) / (\partial x_l) = \kappa_{ql}$. En développant le produit $\epsilon_{jkl} \epsilon_{ikq}$ on obtient alors :

$$\alpha_{ij} = - \kappa_{ji} + \delta_{ji} \kappa_{mm} - \epsilon_{jkl} \frac{\partial \varepsilon_{ik}^e}{\partial x_l} \quad (\text{I.37})$$

que l'on peut réécrire sous la forme :

$$\alpha_{ij} = - \kappa_{ji} + \delta_{ji} \kappa_{mm} + \epsilon_{jlk} \frac{\partial \varepsilon_{ik}^e}{\partial x_l} \quad (\text{I.38})$$

L'équation I.38 correspond, au signe près, à la relation I.20 obtenue par Nye pour un cas particulier, les contributions élastiques étant ici prises en compte. L'inversion de signe est liée

aux conventions de notation utilisées dans cette démonstration.

Remarque : cette relation correspond à celle donnée par Arsenlis and Parks (1999) et Pantleon (2008). La relation donnée par Sun et al. (2000) présente quant à elle une inversion des indices du tenseur α_{ij} , due aux conventions différentes que ces auteurs ont utilisées pour définir les tenseurs β_{ij} , ε_{ij} et ω_{ij} .

La théorie rappelée dans cette sous-section revêt une importance particulière pour la compréhension de cette thèse. Elle est en effet à la base des mesures de densités de dislocations géométriquement nécessaires à partir de la mesure du tenseur de dislocations réalisées dans la partie expérimentale.

I.3.2 Notions de dislocations géométriquement nécessaires (GND) / statistiquement stockées (SSD)

En soi, la relation I.19 ne permet pas de remonter à la densité de dislocations associée au tenseur de dislocations. Afin de relier ces deux informations, Nye propose la méthodologie suivante : considérons un ensemble de dislocations rectilignes et toutes de même caractère, de vecteur ligne unitaire $\vec{\ell}$ et de vecteur de Burgers \vec{b} . Soit n le nombre de ces dislocations traversant l'aire unité normale à $\vec{\ell}$ (n représente donc un nombre de dislocations par unité d'aire, c'est-à-dire une densité de dislocations). Le nombre de ces dislocations (toujours en unités d'aire) traversant une unité de surface normale à \vec{t} - c'est-à-dire une unité de surface du plan du circuit de Burgers - est alors égal à $(n \vec{\ell} \cdot \vec{t})$, et le vecteur de Burgers global associé \vec{B} est défini par :

$$B_i = b_i (n \ell_j t_j) \quad (\text{I.39})$$

En injectant cette expression dans la relation I.19, Nye arrive ainsi à une expression liant la densité de dislocations qui traverse un plan donné (à condition de considérer une répartition homogène et continue de ces dislocations) et le tenseur de dislocations associé :

$$\alpha_{ij} = n b_i \ell_j \quad (\text{I.40})$$

Cette relation peut alors se généraliser à un ensemble de N configurations différentes de dislocations, en appelant n le nombre de dislocations traversant le plan (d'aire unité) d'investigation :

$$\alpha_{ij} = \sum_{s=1}^N n^s b_i^s \ell_j^s \quad (\text{I.41})$$

Arsenlis and Parks (1999) ont depuis montré que cette relation pouvait se généraliser en considérant la densité de dislocations ρ^s sur chaque système de glissement s , à l'intérieur d'un volume élémentaire de référence :

$$\alpha_{ij} = \sum_{s=1}^N \rho^s b_i^s \ell_j^s \quad (\text{I.42})$$

L'équation I.42 révèle que les contributions de deux lignes de dislocations de même caractère mais de signe opposé, appartenant au même système de glissement et traversant le volume élémentaire de référence sur une même longueur (c'est-à-dire deux dislocations appariées dans le volume élémentaire de référence, cf figure I.8) sont égales et opposées. La somme des contributions de ces deux dislocations est donc nulle, de sorte que ces dislocations n'ont aucune incidence sur l'expression du tenseur de dislocations, ainsi que sur la courbure du volume élémentaire de référence. L'analyse des densités de dislocations par le biais du tenseur de dislocations ne permet donc pas d'avoir accès à la densité totale dans le volume élémentaire de référence. Nous

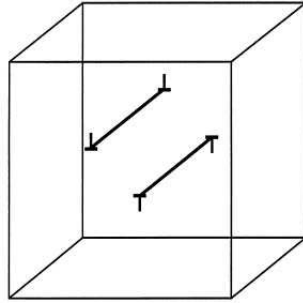


FIGURE I.8 – Exemple de deux dislocations appariées dans le volume élémentaire de référence. La contribution globale de ces deux dislocations dans l’expression du tenseur de dislocations sera donc nulle. (D’après Arsenlis and Parks (1999))

allons ainsi devoir différencier les dislocations en excès, intervenant dans son expression, des dislocations localement appariées qui n’ont pas d’incidence sur l’expression de ce tenseur.

Pour ce faire, il est commode d’utiliser le concept de *dislocations géométriquement nécessaires* (*geometrically-necessary dislocations* en anglais, abrégé en GND) introduit par Ashby (1970). La définition originelle de ce concept est basée sur la constatation que le stockage des dislocations, responsable du durcissement plastique, a deux origines : la nécessité de rendre compatible la déformation des différentes parties du matériau d’une part, le mécanisme de la forêt d’autre part. Ashby appelle ainsi dislocations géométriquement nécessaires (car nécessaires à une déformation (géométriquement) compatible du matériau) les dislocations stockées sous l’effet du premier phénomène et *dislocations statistiquement stockées* (*statistically-stored dislocations* en anglais, abrégé en SSD) les dislocations stockées sous l’effet du second.

De nombreux auteurs (Arsenlis and Parks (1999); Sun et al. (2000); Ice and Barabash (2007); Pantleon (2008), parmi d’autres) ont depuis étendu la définition des dislocations géométriquement nécessaires à l’ensemble des dislocations induisant une distorsion d’un volume élémentaire de référence : seront ainsi considérées comme statistiquement stockées toutes les dislocations de ce volume appariées deux à deux, telles que représentées figure I.8. Les autres dislocations, qui contribuent toutes à la distorsion du volume élémentaire de référence, seront donc considérées comme géométriquement nécessaires (voir figure I.9).

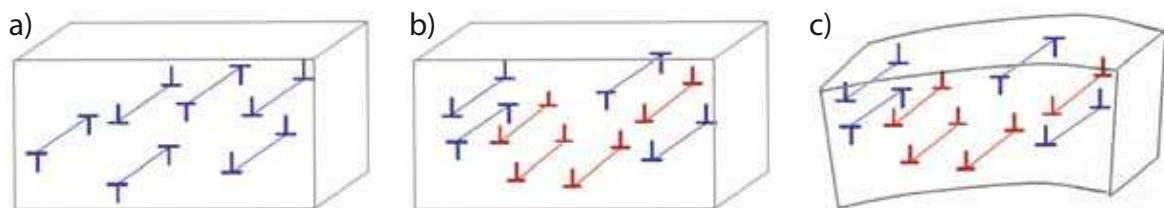


FIGURE I.9 – Représentation schématique des concepts de GND et SSD.

(a) Le volume élémentaire de référence ne contient que des dislocations statistiquement stockées. Ces dislocations étant appariées deux à deux, elles n’induisent pas de distorsion globale du volume élémentaire de référence.

(b) On introduit des dislocations toutes de même signe dans le volume. Nous avons défini ces dislocations comme géométriquement nécessaires.

(c) La présence de ces dislocations géométriquement nécessaires polarise le champ de distorsion généré par l’ensemble des dislocations du volume, qui est donc distordu.

Il apparaît ainsi que les dislocations contribuant à l’expression du tenseur de dislocations dans un volume de référence donné sont les dislocations que nous venons de définir comme

géométriquement nécessaires. La forme la plus correcte de l'expression I.42 sera donc :

$$\alpha_{ij} = \sum_{s=1}^N \rho_{GND}^s b_i^s l_j^s \quad (\text{I.43})$$

Outre leur impact sur la courbure de réseau, ces deux populations de dislocations se différencient également par les champs de contraintes qu'elles génèrent. Les dislocations géométriquement nécessaires d'un volume élémentaire de référence étant en effet toutes de même signe, les champs de contraintes qu'elles génèrent vont s'additionner, et l'on va avoir formation d'un champ de contraintes à longue portée. À l'inverse, les champs de contraintes des dislocations statistiquement stockées vont mutuellement s'écranter, et ces dislocations ne généreront pas de contraintes à longue portée (cf figure I.10).

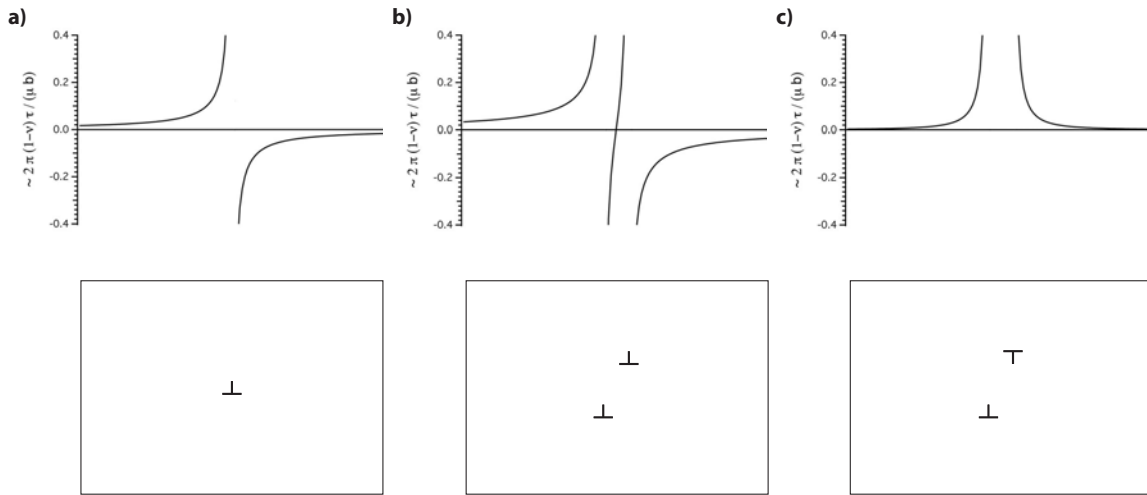


FIGURE I.10 – Schéma représentatif des contraintes générées par différents ensembles de dislocations. (a) Une dislocation coin isolée génère une contrainte résolue qui décroît en $(1/r)$. (b) À longue distance, la contrainte résolue générée par deux GND est plus importante que celle générée par cette dislocation isolée. (c) À l'inverse, la contrainte résolue générée par deux SSD s'annule assez vite lorsque l'on s'écarte du cœur des dislocations.

Pour finir, ajoutons que la notion de dislocations géométriquement nécessaires telle que nous l'avons définie se doit d'être maniée avec précaution. L'attribution de l'appellation géométriquement nécessaire à une dislocation donnée dépendra en effet fortement du choix du volume élémentaire de référence, toutes les dislocations d'un cristal apparaissant comme géométriquement nécessaires si l'on choisit de découper ce cristal en volumes infinitésimaux. Notons également que la définition que nous venons de donner apparaît en contradiction avec la définition originelle d'Ashby, les dislocations géométriquement nécessaires définies ici pouvant très bien avoir été stockées par le biais d'interactions de la forêt.

Ce concept reste cependant indispensable à notre étude, puisqu'il permet de désigner les dislocations créatrices des champs mécaniques polarisés à longue distance. Il nous faudra donc l'utiliser, tout en identifiant clairement le volume élémentaire de référence associé à la définition de ces dislocations : volume sondé par les rayons X pour l'étalement des pics de diffraction, volume séparant deux points de mesure dans le cas d'un calcul à partir de la courbure de réseau...

I.4 Interactions entre dislocations et joints de grains

I.4.1 Les descriptions du joint de grains

La compréhension des modèles descriptifs des joints de grains nécessite de distinguer deux catégories de joints. La première concerne les joints ne générant pas de contrainte à longue portée dans le cristal en l'absence de l'application d'une contrainte externe. Ce type de joint correspond au cas de deux monocristaux collés l'un à l'autre, en l'absence de contrainte extérieure appliquée. La seconde catégorie est associée à un champ de contrainte à longue portée. Ce type d'interface, qui se retrouve dans certains cas particuliers, telle l'interface entre une couche d'épitaxie et un film mince (Sutton and Balluffi (1995)), ne correspond pas aux joints de notre étude et ne sera donc pas considérée.

Un joint de grains ne produisant pas de champ de contrainte à longue portée peut être décrit par deux approches théoriques : une approche continue par le biais de la théorie de Franck-Bilby, et une approche discrète par l'introduction d'ensembles de dislocations.

Approche continue

Le joint de grains peut être décrit par l'approche mise au point par Frank (1950) dans le cas d'un joint de faible angle, adaptée au cas général de l'interface par Bilby (1955). Ces auteurs se sont attachés à décrire l'interface par le biais d'une distribution continue de dislocations séparant deux grains, appelés ici grains blanc (white) et noir (black) :

$$\epsilon_{ijk} n_l \beta_{sj}^w - \epsilon_{ijk} n_l \beta_{sj}^b = \alpha_{ks} \quad (\text{I.44})$$

avec n_l la normale à l'interface, β_{sj} le tenseur distorsion et α_{ks} le tenseur de dislocations de l'interface. Dans les faits, cette approche constitue une adaptation de la description continue des dislocations de Kröner (voir I.3.1) au cas d'une distribution bidimensionnelle.

L'équation I.44, reformulée en notation tensorielle par Christian (1981), est connue sous le nom d'équation de Frank-Bilby :

$$\underline{B} = ((\underline{S}^w)^{-1} - (\underline{S}^b)^{-1}) \cdot \underline{p} \quad (\text{I.45})$$

Cette équation, illustrée figure I.11, permet d'exprimer le vecteur de Burgers global \underline{B} de l'interface en fonction des transformations affines générant les réseaux des deux cristaux \underline{S} à partir d'un réseau de référence, et d'un vecteur \underline{p} contenu dans le plan de l'interface.

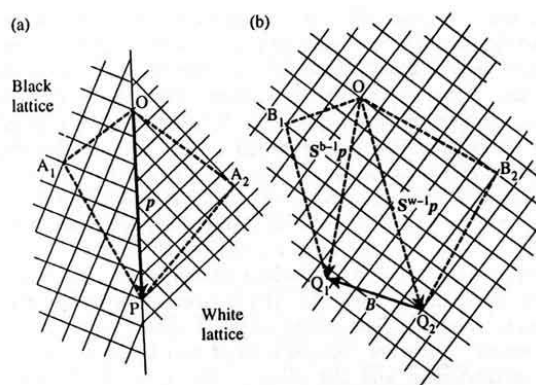


FIGURE I.11 – Illustration de l'équation de Frank-Bilby : (a) un circuit fermé PA_1OA_2P entourant le vecteur \underline{p} contenu dans l'interface est dessiné. Ce circuit est appelé circuit de Frank. (b) Redessiné dans un réseau de référence ce circuit devient $Q_1B_1OB_2Q_2$, qui présente le défaut de fermeture Q_2Q_1 égal à \underline{B} . (D'après Christian (1981))

On peut montrer que cette approche décrit bien une interface ne générant pas de contraintes à longue portée. Considérons ainsi une interface sans sa distribution de dislocations \underline{B} . Les vecteurs $(\underline{S}^w)^{-1} \cdot \underline{p}$ et $(\underline{S}^b)^{-1} \cdot \underline{p}$ se retrouvent alignés le long de l'interface. Il est alors nécessaire que les deux réseaux cristallins soient déformés élastiquement afin de permettre cet alignement. L'interface se retrouve ainsi dans un état de cohérence forcée caractérisé par l'existence d'un champ de contraintes à longue portée, et peut ainsi être modélisée comme la distribution continue de dislocations génératrices de contraintes à l'interface.

La distribution de dislocations \underline{B} , décrite par l'équation de Frank-Bilby, correspond ainsi à une distribution de dislocations annihilatrices de ces contraintes. L'interface décrite par cette équation peut ainsi être vue comme la superposition d'une distribution uniforme et continue de dislocations générant des contraintes, et d'une distribution de dislocations les annihilant. Cette interface n'est donc pas génératrice de contraintes à longue portée (Sutton and Balluffi (1995)).

Approche discrète

La littérature fournit de nombreuses descriptions discrètes du joint de grains à partir d'arrangements de dislocations. La logique globale de tous ces modèles repose sur l'introduction de dislocations créatrices de la désorientation θ associée au joint de grains, et génératrices d'un champ de contraintes à longue portée. L'introduction d'une seconde population de dislocations, annihilatrices de ces contraintes, assure que le joint de grains ne génère pas de champ de contraintes à longue portée, ainsi que l'illustre la figure I.12. Par souci de concision, nous n'explicitons pas tous ces modèles.

Les appellations de ces dislocations d'interface prolifèrent dans la littérature, principalement parce que les différents auteurs ont été amenés à considérer de manières diverses le rôle joué par ces dislocations (Sutton and Balluffi (1995)). Parmi toutes ces appellations, nous explicitons seulement la différenciation entre dislocations intrinsèques et extrinsèques (Hirth and Balluffi (1973); Bollmann (1970)).

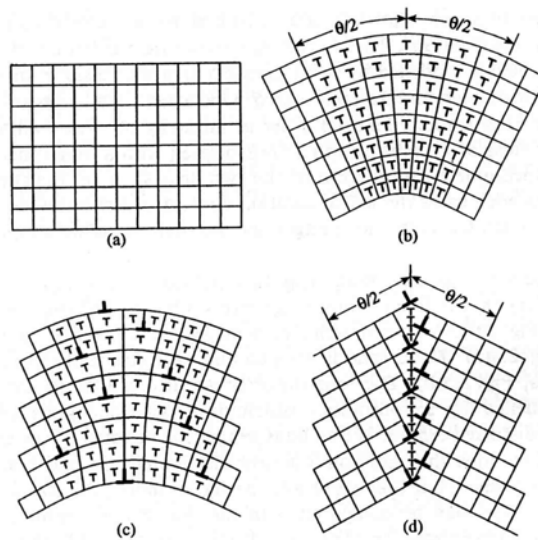


FIGURE I.12 – Construction discrète d'un joint de grains ne générant pas de contraintes à longue portée. (a) On part d'un cristal non déformé contenant le réseau de référence. (b) Ce cristal est courbé de manière à induire la désorientation θ associée au joint de grains. Cette courbure nécessite l'introduction de dislocations génératrices d'un champ de contraintes à longue portée. (c) Des dislocations annihilatrices de ces contraintes sont introduites. Le vecteur de Burgers global de cette seconde population de dislocations annule celui de la première population. (d) L'énergie élastique est minimisée en réarrangeant les dislocations dans le plan du joint. (D'après Sutton and Balluffi (1995))

Les dislocations dont nous parlons dans ce chapitre, qui sont réparties périodiquement dans l'interface et ne génèrent pas de champ de contraintes à longue portée en l'absence de contrainte appliquée, peuvent être appelées dislocations *intrinsèques*. La distribution de ces dislocations satisfait à l'équation de Frank-Bilby (I.45).

À l'inverse, toute dislocation située dans le plan du joint et n'étant pas intrinsèque sera appelée *extrinsèque*, ce qui signifie qu'elle est en-dehors de la structure d'équilibre du joint et induit un champ de contraintes à longue distance.

I.4.2 Les forces exercées sur une dislocation située près d'un joint de grains

Une dislocation à proximité d'un joint de grain subit deux types de contraintes (Priester (2006); Sutton and Balluffi (1995)) :

- des contraintes élastiques
- une friction de réseau

Interactions élastiques

Toute dislocation située loin d'une interface est soumise au champ de contraintes σ_{ij}^d généré par les dislocations environnantes. À ces interactions s'ajoute la contrainte appliquée au cristal σ_{ij}^a (si elle existe). Une dislocation située près d'un joint de grains subira en plus l'effet des contraintes de compatibilité σ_{ij}^c dont nous reparlerons (section I.4.5).

La dislocation est ainsi soumise à une force \vec{F} , qui résulte de ces différents champs de contraintes. L'équation de Peach et Koehler (Hirth and Lothe (1982)) nous donne l'expression de cette force par unité de longueur L :

$$\frac{\vec{F}}{L} = [\vec{b} \cdot (\underline{\sigma}^d + \underline{\sigma}^a + \underline{\sigma}^c)] \wedge \vec{\xi} \quad (\text{I.46})$$

avec \vec{b} le vecteur de Burgers de la dislocation et $\vec{\xi}$ son vecteur ligne unitaire.

Parallèlement à la force de Peach et Koehler, toute force au voisinage d'une interface subira une force additionnelle \vec{F}_i (voir figure I.13), appelée force image. Dans le cas d'une dislocation près d'une surface libre, cette force est attractive et correspond approximativement à la force exercée par une dislocation fictive (ou "image"), symétrique de la dislocation réelle par rapport à la surface libre et située hors du solide. Dans le cas d'une dislocation près d'un joint de grain, la référence à une dislocation image n'est plus justifiée, et la dislocation sera considérée comme interagissant avec une distribution continue de dislocations infinitésimales située dans le joint (Priester (2006)). La force image résultante sera alors beaucoup plus faible que dans le cas d'une surface libre et pourra aussi bien être attractive que répulsive.

Friction de réseau

Toute dislocation du cristal subit des contraintes de friction dues à l'interaction du cœur de la dislocation avec le réseau cristallin, qui se traduira par une force \vec{F}_f exercée sur la dislocation. Une dislocation située à moins d'une périodicité atomique d'un joint de grains subira de même une force \vec{F}_c due aux contraintes d'interaction avec le cœur de ce joint (voir figure I.13).

I.4.3 Comportement des dislocations situées près d'un joint

Le comportement d'une dislocation arrivant sur un joint de grains varie suivant la contrainte appliquée, la température du matériau ou encore la géométrie du joint de grains. Suivant la nature de ces différents paramètres, la dislocation pourra ainsi se stocker au voisinage du joint, s'intégrer à ce joint ou encore le traverser.

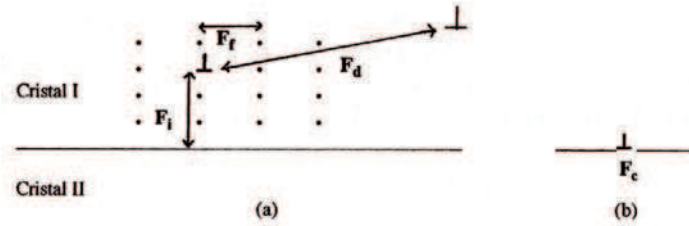


FIGURE I.13 – Ensemble des forces s’appliquant sur une dislocation au voisinage d’un joint de grains. \vec{F}_d est la force de Peach et Koehler due aux dislocations environnantes. Les composantes de cette force dues aux contraintes de compatibilité et à la contrainte appliquée, également présentes, ne sont ici pas représentées. (D’après Priester (2006))

Stockage de dislocations au joint

À température modérée ($T < 0.4 T_f$) le joint de grain jouera principalement un rôle de barrage au mouvement des dislocations. Les dislocations arrivant sur le joint vont alors s’empiler les unes derrière les autres, ainsi que schématisé figure I.14. Le voisinage immédiat du joint, saturé de dislocations, sera ainsi fortement écroui.

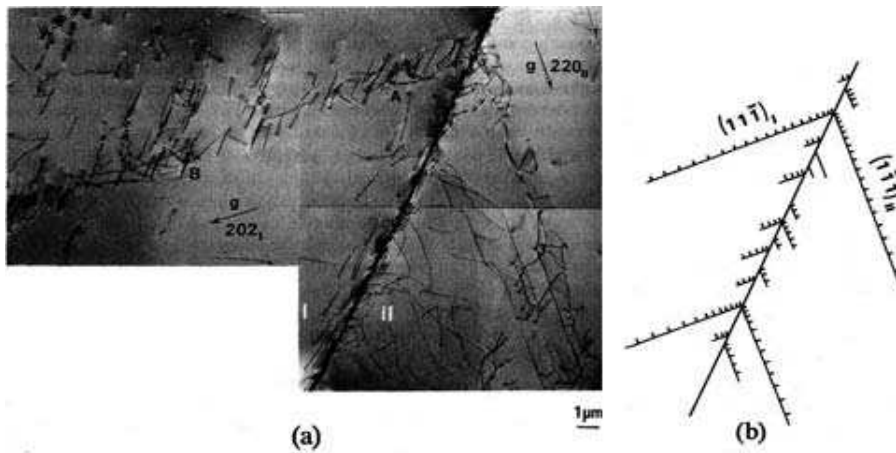


FIGURE I.14 – (a) Image par microscopie électronique en transmission d’empilements de dislocations au voisinage d’un joint de grains, (b) schéma bidimensionnel illustrant ce phénomène d’empilement. (D’après Martinez-Hernandez et al. (1987))

Combinaison avec une dislocation intrinsèque

Une dislocation d’un cristal, caractérisée par un vecteur de Burgers \vec{b}_m , peut se combiner avec une dislocation intrinsèque de vecteur \vec{b}_i pour donner une dislocation extrinsèque de vecteur \vec{b}_e (voir figure I.15), et ainsi s’intégrer au joint.

Dans les faits, ce processus est très favorable uniquement dans les joints de grains de faible angle (avec un angle de désorientation entre grains inférieur à 15°). La réaction est alors rendue possible car les dislocations intrinsèques ont un vecteur de Burgers proche des vecteurs de Burgers des cristaux, et une incorporation ne nécessitant pas de combinaison pourra même être possible dans le cas idéal de dislocations arrivant du cristal avec un vecteur de Burgers identique à celui des dislocations intrinsèques. Ce type de réaction se produira beaucoup plus rarement dans les joints généraux.

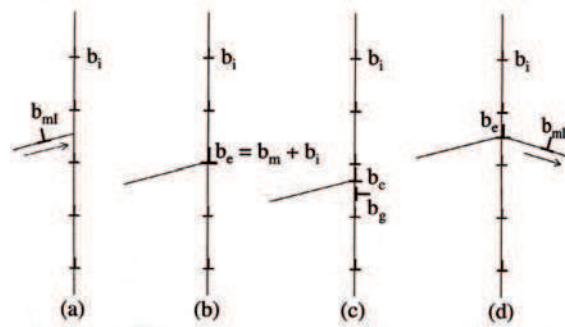


FIGURE I.15 – Les trois modes de réaction d’une dislocation avec un joint de grains : combinaison avec une dislocation intrinsèque (b) ; décomposition en deux dislocations, l’une glissile, l’autre sessile (c) ; transmission au grain voisin (d) . (D’après Priester (2006))

Décomposition

La dislocation pourra également être intégrée dans le joint en se décomposant en une composante sessile et en une composante glissile (figure I.15), chacune de ces deux composantes pouvant être constituée de plusieurs dislocations de faible vecteur de Burgers. Les dislocations issues de la décomposition ne se forment pas de manière aléatoire et doivent avoir un vecteur de Burgers lié géométriquement au réseau de l’un des deux cristaux.

Dans les joints de grain généraux ce processus sera surtout favorisé à haute température, les produits de la décomposition pouvant alors se différencier par le biais d’un processus de montée (Sutton and Balluffi (1995)).

Transmission au grain voisin

Une dislocation arrivant sur un joint de grains peut, sous certaines conditions, traverser le joint et être transmise au grain voisin. Cette transmission peut se faire de manière directe par glissement dévié, avec ou sans décomposition de la dislocation (figure I.16). Ce transfert direct n’est cependant possible qu’à certaines conditions bien particulières (Lee et al. (1990)) :

- Les intersections des deux plans de glissement avec le plan du joint doivent être quasi-confondues.
- Si une dislocation résiduelle existe, son vecteur de Burgers doit être très faible.
- La contrainte résolue sur la dislocation émise doit être très importante.

Ces conditions, très restrictives, rendent les cas de transmission directe très rares.

La transmission peut également être indirecte (figure I.16) lorsque des dislocations empilées contre le joint induisent un fort champ de contrainte. Sous l’effet de cette contrainte, des dislocations extrinsèques peuvent être expulsées dans le grain voisin. Il est possible aussi qu’une source de dislocations située dans le plan du joint ou près de celui-ci soit activée et émette des dislocations dans le grain voisin. Cette source peut également être activée dans le grain contenant l’empilement, donnant ainsi naissance à un phénomène de réflexion. Ce phénomène de transmission indirecte est en fait lié à celui de la relaxation des contraintes près des joints que nous allons évoquer dans la prochaine sous-section (I.4.5).

La compréhension des différents mécanismes que nous venons de décrire est un préalable indispensable à la lecture de cette thèse. Les différentes simulations utilisées sont en effet basées sur une hypothèse de stockage des dislocations au joint de grains, et il nous faut nous assurer que ces simulations reproduisent bien les mécanismes mis en œuvre lors de l’étude expérimentale. L’étude bibliographique que nous venons de réaliser montre que cette condition devrait être

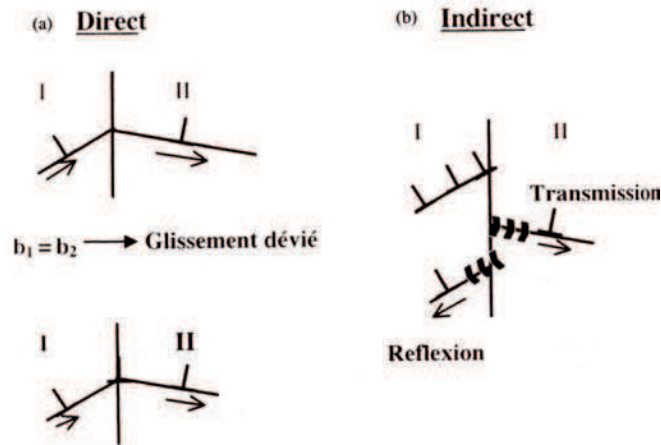


FIGURE I.16 – (a) Transmission directe de dislocations à travers un joint. La transmission peut se faire avec ou sans résidu à l'interface. (b) Transmission indirecte ou réflexion sous l'effet du champ de contraintes généré par un empilement de dislocations. (D'après Priester (2006))

remplie pour une expérience réalisée à faible déformation et à température ambiante, dans un polycristal contenant des joints généraux.

I.4.4 Un modèle simple de stockage de dislocations sur un joint : l'empilement unidimensionnel de dislocations coins

Nous venons de voir que l'interaction de dislocations et d'un joint de grains à basse température se résumait généralement au phénomène de stockage des dislocations sur le joint. Nous allons ici nous intéresser à un cas simple d'empilement de dislocations : l'empilement unidimensionnel de dislocations coins.

Ce type d'empilement est amplement décrit dans la littérature (voir par exemple Hirth and Lothe (1982)). Dans cet empilement, représenté figure III.19, le stockage de dislocations au joint de grains est décrit par l'empilement de dislocations coins glissant dans un plan normal au joint, sous l'effet d'une contrainte appliquée homogène τ_{app} . Ces dislocations sont générées par une source située au cœur du cristal. Le sens de déplacement des dislocations étant déterminé par leur signe, toutes les dislocations empilées au joint seront de même signe. Cet empilement est donc composé de GND.

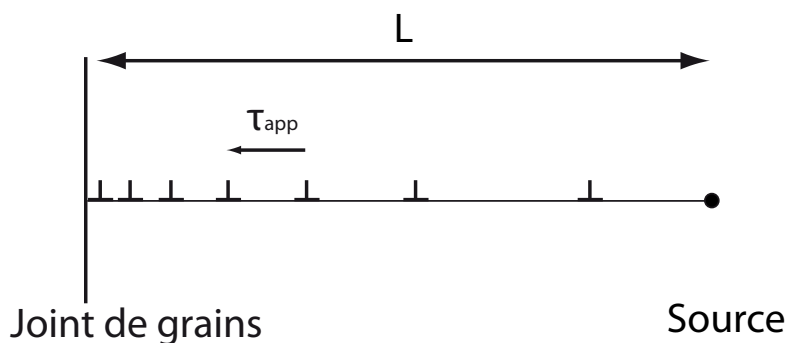


FIGURE I.17 – Empilement unidimensionnel de dislocations coins glissant dans un plan normal au joint. Chaque dislocation de l'empilement est à l'équilibre sous l'effet d'une contrainte interne τ_{int} , générée par les dislocations environnantes, qui est égale et opposée à la contrainte appliquée.

Le champ de contraintes associé à cet empilement est lié à la forme des contraintes associées

aux dislocations coins. Les composantes du tenseur des contraintes d'une dislocation coin rectiligne infinie, exprimées en coordonnées cartésiennes dans le repère illustré figure I.18, sont égales à (Hirth and Lothe (1982)) :

$$\sigma_{xx} = - \frac{\mu b}{2 \pi (1 - \nu)} \frac{y (3 x^2 + y^2)}{(x^2 + y^2)^2} \quad (\text{I.47})$$

$$\sigma_{yy} = \frac{\mu b}{2 \pi (1 - \nu)} \frac{y (x^2 - y^2)}{(x^2 + y^2)^2} \quad (\text{I.48})$$

$$\sigma_{xy} = \frac{\mu b}{2 \pi (1 - \nu)} \frac{x (x^2 - y^2)}{(x^2 + y^2)^2} \quad (\text{I.49})$$

$$\sigma_{zz} = \nu (\sigma_{xx} + \sigma_{yy}) \quad (\text{I.50})$$

$$\sigma_{xz} = \sigma_{yz} = 0 \quad (\text{I.51})$$

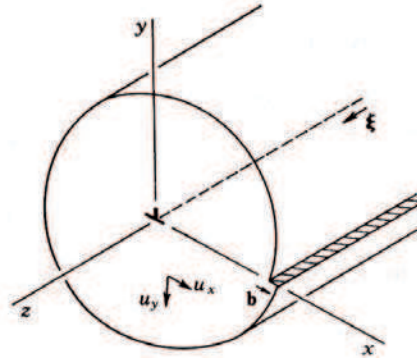


FIGURE I.18 – Repère $(\vec{x}, \vec{y}, \vec{z})$ associé à la définition des composantes du champ de contraintes généré par une dislocation coin.

Ces composantes sont illustrées sur les graphiques de la figure I.19. Ainsi que le montre les équations I.47 à I.51, le signe de chacune des lobes illustrées sur cette figure va dépendre du signe du vecteur de Burgers \vec{b} , c'est-à-dire du signe de la dislocation coin. L'empilement étant constitué de GND, la répartition du signe des lobes sera identique pour toutes les dislocations qui le composent.

Les dislocations de l'empilement sont toutes à l'équilibre : selon leur direction de glissement, les composantes xy des tenseurs des contraintes qui leur sont associées se compensent mutuellement, de manière à ce que chaque dislocation subisse une contrainte interne τ_{int} , résultant de la somme des contraintes associées aux dislocations environnantes, égale et opposée à la contrainte appliquée τ_{app} . Seule la dislocation de tête d'empilement (celle située sur le plan du joint) ne suit pas cette règle et voit une forte contrainte résultant de la somme des contributions du signe de τ_{app} associées à chaque dislocation de l'empilement. En dehors du plan de glissement, tous les champs de contraintes sont de même signe. On n'a donc pas d'écrantage élastique sur ces composantes hors-plan et la valeur du champ de contrainte associé peut être relativement importante, ce qui peut mener à un phénomène de relaxation plastique par l'intermédiaire de l'activation de sources de dislocations situées sur des systèmes de glissement non activés. Ce phénomène est représenté de façon très schématique figure I.20.

Les dislocations de l'empilement sont donc toutes à l'équilibre sous l'effet combiné de la contrainte appliquée τ_{app} et de la contrainte interne τ_{int} . L'arrivée d'une nouvelle dislocation dans l'empilement, associée à un resserrement des dislocations déjà présentes, va donc nécessiter une augmentation de la contrainte appliquée.

La contrainte interne dans l'empilement est reliée à la notion de "backstress" généré par cet empilement. Par définition, le backstress est la contrainte interne résiduelle vue par les

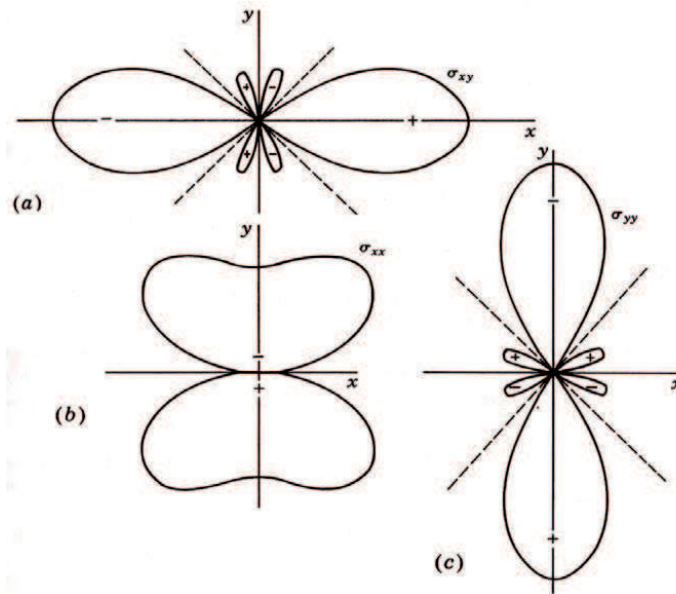


FIGURE I.19 – Graphiques montrant la forme des composantes du champ de contrainte généré par une dislocation coin : (a) σ_{xy} , (b) σ_{xx} , (c) σ_{yy} (d’après Hirth and Lothe (1982)).

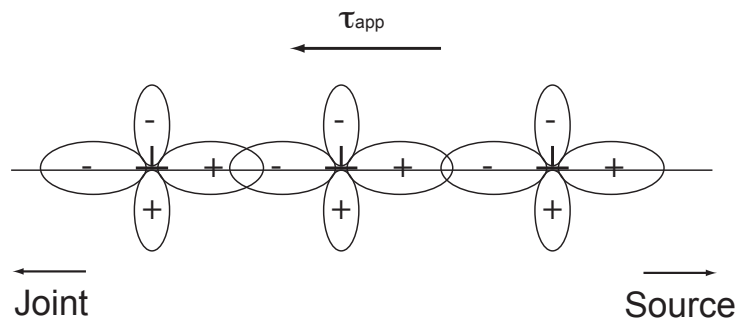


FIGURE I.20 – Illustration des interactions entre dislocations dans l’empilement. Les dislocations sont toutes à l’équilibre, car leurs contraintes de cisaillement dans leur plan de glissement s’opposent deux à deux. À l’opposé, les composantes hors-plan de glissement sont de même signe et leur somme peut être la source de fortes contraintes internes. La valeur du champ de contrainte hors-plan peut donc être relativement importante.

dislocations. Dans le cas d’un empilement de dislocations le long d’un plan de glissement, le backstress n’est donc rien d’autre que la contrainte τ_{int} , qui est égal et opposé au chargement. Un chargement homogène sera ainsi associé à un backstress homogène dans l’empilement.

I.4.5 Champs de contraintes et incompatibilités de déformation aux joints à basse température

L’application d’une contrainte ou d’une déformation macroscopique à un bicristal anisotrope va induire une réponse différente de chacun des deux cristaux, ce qui va se traduire par une incompatibilité de la déformation au niveau de l’interface (figure I.21). Cette incompatibilité de la déformation résultera de l’anisotropie des constantes élastiques des grains dans le cas d’une déformation élastique du bicristal. Elle résultera de la différence d’orientations des systèmes de glissement activés de part et d’autre de l’interface dans le cas d’une déformation plastique. Des incompatibilités de déformation aux joints de grains pourront également être provoquées par un gradient de température dans un bicristal biphasé ou par la transformation de phase de l’un des grains, ces cas ne concernant pas notre étude.

L'accommodation de ces incompatibilités sera alors assurée par la déformation élastique des réseaux cristallins des deux grains, ce qui va se caractériser par la présence de contraintes internes de compatibilité à l'interface ainsi que l'on peut le voir figure I.21.

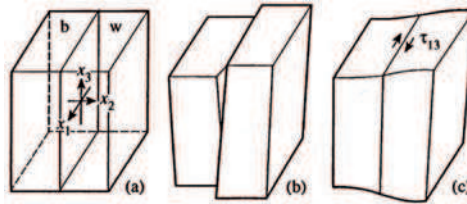


FIGURE I.21 – (a) Bicristal composé de deux cristaux (b et w) de même phase et d'élasticité anisotrope. (b) Les deux cristaux sont soumis à des déformations opposées sous l'effet d'une compression selon l'axe 3. (c) Il est nécessaire de déformer élastiquement les deux cristaux par le biais d'une contrainte τ_{13} afin d'assurer leur compatibilité. (D'après Sutton and Balluffi (1995))

L'accommodation de la rotation contenue dans ces incompatibilités de déformation va également impliquer la présence de distributions de dislocations géométriquement nécessaires.

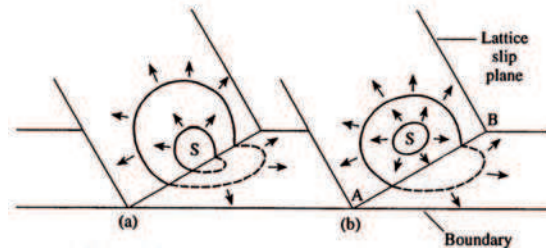


FIGURE I.22 – Les deux possibilités d'activation de nouvelles sources de dislocations sous l'effet de fortes contraintes : (a) la source S prend naissance directement à l'interface, (b) les boucles sont générées dans le cristal, près du joint. Dans les deux cas une partie de la boucle s'étend dans le cristal tandis que l'autre est incorporée dans le joint. (D'après Sutton and Balluffi (1995))

L'ensemble des dislocations stockées près du joint (dislocations de l'empilement ou dislocations géométriquement nécessaires pour accommoder les inhomogénéités de déformation du réseau) génèrent ainsi de fortes contraintes qui s'ajoutent aux contraintes de compatibilité. Il est ainsi possible que de nouvelles sources de dislocations s'activent pour relaxer ces contraintes, ces sources pouvant être situées dans le joint ou dans son environnement immédiat (figure I.22). Ces nouvelles sources de dislocations peuvent notamment se situer sur des plans de glissement non activés à cette étape de la déformation, la déformation plastique au joint se traduisant alors par l'activation de nouveaux systèmes de glissement. Les zones proches des joints de grains, présentant une déformation plastique répartie sur un plus grand nombre de systèmes et saturées de dislocations nécessaires à l'accommodation de cette déformation, se trouvent ainsi dans un état d'écroutissage bien plus avancé que le cœur des cristaux, pour un niveau de déformation macroscopique donné. Les bi- et polycristaux se caractérisent ainsi par un durcissement plastique bien supérieur à celui des monocristaux, ainsi que l'illustre la figure I.23.

I.5 Les différentes formes du durcissement plastique

I.5.1 Mécanisme de l'écroutissage isotrope

Nous avons vu que les dislocations glissent le long de différents systèmes de glissement. La structure en 3 dimensions des dislocations du cristal va donc constituer un enchevêtrement complexe qui sera fonction des zones de croisement entre systèmes de glissement et des densités de

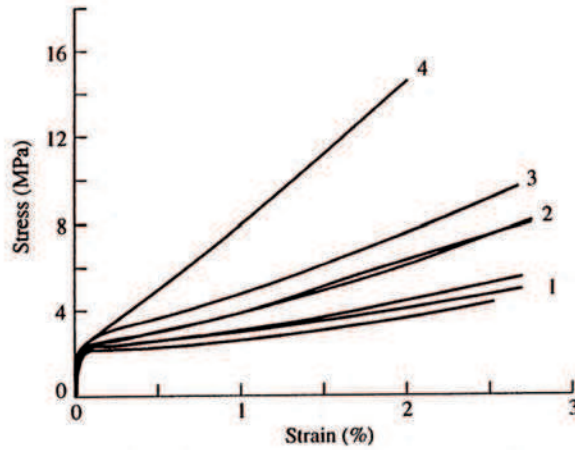


FIGURE I.23 – Courbes contrainte - déformation d'éprouvettes d'Ag déformées en traction uniaxiale : (1) monocristal, (2) et (3) bicristaux, (4) polycristal. (D'après Hauser and Chalmers (1961))

dislocations sur ces systèmes. Une dislocation glissant sur le système i va croiser les dislocations intersectant son plan de glissement, comme illustré figure I.24, ce qui va ainsi freiner son glissement.

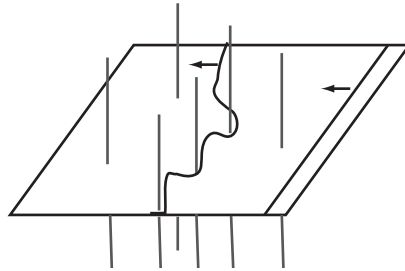


FIGURE I.24 – Schéma du mécanisme de la forêt : une dislocation glissant dans le plan i interagit avec les dislocations des différents plans j croisant i .

On parle alors d'écroûissage du cristal : à mesure que la déformation se poursuit, la densité de dislocations augmente et ces dernières s'enchevêtrent de plus en plus, ce qui rend de plus en plus difficile leur mouvement. La contrainte critique nécessaire pour mettre en mouvement les dislocations du système i va ainsi s'accroître avec la densité de dislocations intersectant ce système (Saada (1960)) :

$$\tau_c^i = \alpha \mu b \sqrt{\rho_f} \quad (\text{I.52})$$

avec τ_c^i la contrainte critique sur le système i , α une constante dépendant du matériau, μ le module de cisaillement, b le vecteur de Burgers des dislocations et ρ_f la densité de dislocations intersectant le plan i . On appelle ce phénomène le durcissement de la forêt, par analogie des dislocations intersectant le plan i avec les arbres d'une forêt.

Ce mécanisme est lié aux interactions entre dislocations situées sur des plans sécants. Parmi elles, les interactions attractives vont notamment avoir un rôle fondamental, car elles conduisent à des réactions entre dislocations qui aboutissent à la formation de jonctions. Ces jonctions constituent alors de véritables points d'ancrage pour les segments de dislocations mobiles, et la déformation plastique ne pourra se poursuivre qu'à la condition que ces lignes de dislocations puissent se courber entre ces points, séparés par une distance moyenne $d \propto 1/\sqrt{\rho_f}$ (avec ρ_f la densité totale de dislocations de la forêt), jusqu'à ce que les jonctions les retenant soient détruites.

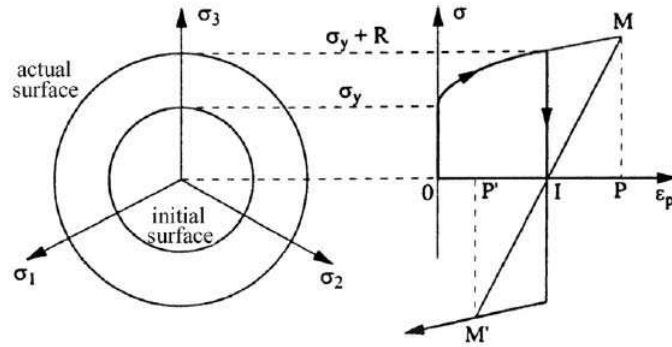


FIGURE I.25 – Principe de l'écroutissement isotrope : l'écroutissement se traduit, sur la courbe contrainte - déformation, par une augmentation R de la limite d'élasticité σ_y . La nouvelle limite d'élasticité obtenue après décharge sera alors égale à $\sigma_y + R$, quel que soit le signe de la sollicitation imposée. Cet écroutissement se traduit en effet par une augmentation isotrope de la surface de charge vue dans le plan déviatorique (c'est-à-dire orthogonal à la droite d'équation $\sigma_1 = \sigma_2 = \sigma_3$). (D'après Chaboche (2008))

Ce type de durcissement plastique est donc surtout un effet de tension de ligne, qui est la force s'opposant à la courbure des dislocations entre deux points d'ancrage, et n'est pas associé à la présence de contraintes à longue portée génératrices d'une quelconque polarisation. Il conduit donc à une augmentation isotrope de la surface de charge, illustrée figure I.25. On parle ainsi d'écroutissement isotrope.

I.5.2 La notion d'écroutissement cinématique

À l'opposé de l'écroutissement isotrope, l'écroutissement dit *cinématique* se caractérise par un déplacement de la surface de charge selon la direction de la sollicitation. Ce comportement peut essentiellement s'expliquer par la présence de dislocations génératrices de contraintes à longue portée. Les mécanismes mis en jeu peuvent se résumer de la manière suivante : la première déformation plastique provoque à la fois un déplacement des dislocations dans un sens déterminé par la direction de la sollicitation et une polarisation d'une partie de ces dislocations. Les contraintes générées par ces dislocations polarisées vont alors perturber le déplacement normal des dislocations lors de toute sollicitation ultérieure. Le cas le plus connu est l'effet Bauschinger, dans lequel ces contraintes vont favoriser le retour des dislocations lors d'une sollicitation dans la direction inverse à la sollicitation initiale (voir figure I.26)

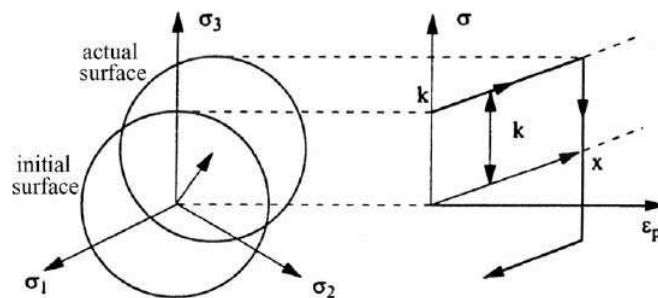


FIGURE I.26 – Principe de l'écroutissement cinématique : l'écroutissement se traduit par un déplacement de la surface de charge dans une direction donnée. Un premier chargement suivi d'une décharge entraîne notamment un abaissement de la limite élastique dans la direction de sollicitation inverse à celle du premier chargement (effet Bauschinger). (D'après Chaboche (2008))

Les origines des GND responsables de l'écroutissement cinématique sont diverses et varient

suivant les matériaux : concentrations de ces dislocations aux joints de grains, présence de précipités durs, forte asymétrie des obstacles de la forêt, maillage,...

Dans les faits, il faut se garder de la vision simplificatrice d'un écrouissage isotrope associé à la déformation du monocristal et d'un écrouissage cinématique associé à celui de matériaux polycristallins ou polyphasés. L'écrouissage des matériaux réels se situe entre ces deux extrêmes, et il est fréquent qu'un monocristal présente une forte composante cinématique dans son écrouissage, due à la présence en son sein de fortes sources de contraintes internes (GND,...). Un polycristal peut à l'inverse présenter un comportement proche de l'écrouissage isotrope, les effets anisotropes étant contrebalancés de manière statistique par la variété d'orientation des grains.

Là encore, ces deux notions sont directement reliées aux objectifs de cette thèse. Celle-ci a en effet pour but d'adapter un modèle reproduisant l'écrouissage isotrope du monocristal CFC en sollicitation monotone afin d'y inclure une composante cinématique, liée à la présence de joints de grains.

Chapitre II

Étude par microdiffraction Laue des mécanismes de déformation plastique près des joints de grains

Introduction

Ce chapitre est dédié aux mesures de microdiffraction Laue effectuées sur un tricristal de cuivre en compression. Ces mesures ont pour but d'étudier les mécanismes de la déformation plastique près des joints de grains, pour une faible déformation imposée, dans le but de servir à la validation du modèle numérique mis en place dans les chapitres III et IV.

La première section de ce chapitre est dédiée à la présentation générale de la technique de microdiffraction Laue. La seconde partie est quant à elle consacrée à la description de l'expérience réalisée. Les différentes méthodes de post-traitement des données issues de cette expérience sont décrites dans la troisième section. Enfin, les résultats de l'expérience sont présentés dans les deux dernières parties : résultat de l'analyse macroscopique de la déformation de l'échantillon dans la section quatre, et résultat des analyses locales de cette déformation dans la section cinq.

II.1 Présentation générale de la microdiffraction Laue

II.1.1 Présentation de la technique

La microdiffraction Laue est une technique de mesure basée sur la diffraction d'un micro-faisceau de rayons X. Cette technique, que l'on peut également retrouver dans la bibliographie sous les appellations microdiffraction en faisceau blanc, microdiffraction en faisceau polychromatique ou sous les acronymes μ XRD (de l'anglais "micro X-Ray Diffraction") et PXM ("Polychromatic X-ray Microdiffraction"), a connu un fort développement au début des années 2000. Il est utile de rappeler quelques grands principes généraux de diffraction des rayons X afin de pouvoir mettre en avant les spécificités de la microdiffraction Laue.

Quelques principes généraux concernant la diffraction des rayons X

Nous proposons ici un rappel très succinct de la technique de diffraction des rayons X. Le lecteur cherchant de plus amples explications à ce sujet pourra se référer à l'ouvrage de B.E. Warren (1969).

Un faisceau de rayons X monochromatique, de longueur d'onde λ , frappant un échantillon cristallin, va provoquer la diffraction des familles de plans (hkl) satisfaisant à la loi de Bragg :

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

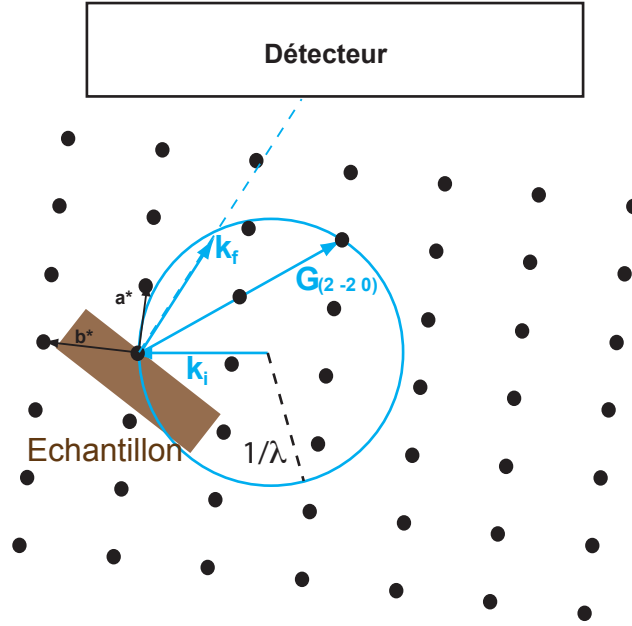


FIGURE II.1 – Construction d'Ewald pour la diffraction d'un faisceau incident de longueur d'onde λ . Le pic de Bragg correspondant à la famille de plans cristallins $(2 - 2 0)$ sera visible sur le détecteur.

avec d_{hkl} la distance inter-réticulaire entre les plans (hkl) et θ le demi-angle entre le faisceau incident et le faisceau diffracté.

Appelons \vec{k}_i le vecteur d'onde lié au faisceau incident et \vec{k}_f celui lié au faisceau diffracté par la famille de plans (hkl) . La diffusion des rayons X par la matière étant ici considérée comme purement élastique, \vec{k}_i et \vec{k}_f sont de même longueur. Leur norme est égale à $(1 / \lambda)$. Le vecteur diffraction \vec{G}_{hkl} est défini par :

$$\vec{G}_{hkl} = \vec{k}_f - \vec{k}_i \quad (\text{II.2})$$

Le vecteur \vec{k}_i étant constant, on voit qu'à chaque direction de diffraction correspond un unique vecteur diffraction \vec{G}_{hkl} . On peut de plus montrer que ce l'extrémité du vecteur diffraction correspond également à un nœud du réseau réciproque. On voit donc qu'à chaque famille de plans cristallins correspond un nœud du réseau réciproque. L'ensemble des vecteurs \vec{k}_f étant de même longueur que \vec{k}_i , les extrémités des vecteurs \vec{G}_{hkl} sont toutes situées sur la sphère de rayon $(1 / \lambda)$, appelée sphère d'Ewald et représentée dans le plan figure II.1. Plaçons l'origine du réseau réciproque sur cette sphère. L'extrémité du vecteur \vec{G}_{hkl} est alors également un point de cette sphère, ce qui revient à dire que le nœud (hkl) du réseau réciproque est un point de la sphère.

La construction d'Ewald s'avère ainsi d'une importance primordiale puisqu'elle nous apprend qu'un faisceau de rayons X monochromatique ne pourra faire diffracter une famille de plans cristallins (hkl) que si le nœud du réseau réciproque associé à cette famille de plan se trouve sur sa sphère d'Ewald. De plus, un faisceau diffracté par la famille de plans (hkl) satisfaisant à la relation de Bragg ne pourra être observé qu'à la condition d'être orienté vers le détecteur. Il sera alors nécessaire de tourner l'échantillon et/ou le détecteur pour observer successivement plusieurs pics de diffraction.

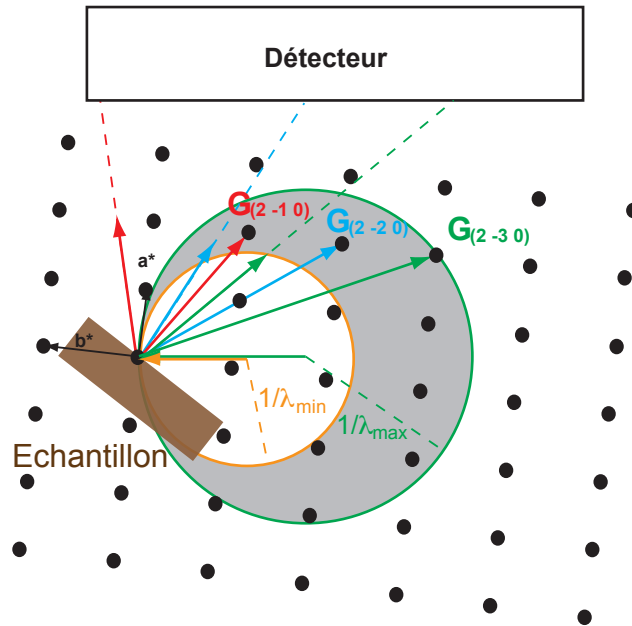


FIGURE II.2 – Construction d’Ewald pour la diffraction d’un faisceau incident polychromatique. Les pics de Bragg correspondant aux nœuds du réseau réciproque compris entre les sphères d’Ewald associées aux deux longueurs d’ondes extrêmes seront visibles, pour peu que les vecteurs diffractés qui leur sont attachés pointent vers le détecteur.

De la diffraction classique à la microdiffraction Laue

La microdiffraction Laue, comparée à la diffraction des rayons X classique, présente deux grandes caractéristiques. La première tient à l’aspect diffraction Laue, c’est-à-dire utilisant un faisceau incident polychromatique. La seconde est quant à elle reliée à l’aspect microdiffraction, c’est-à-dire utilisant un faisceau incident de diamètre micrométrique.

La diffraction Laue est la plus ancienne des méthodes de mesure par diffraction des rayons X (Warren (1969)). L’avantage de cette technique, par rapport à la diffraction classique, est qu’elle permet l’accès à un grand nombre de pics de diffraction à partir d’une seule mesure. Le faisceau étant polychromatique, il contient en effet toute une gamme de longueurs d’onde, bornée par une longueur d’onde minimale (λ_{min}) et une longueur d’onde maximale (λ_{max}). Nous avons vu qu’à chacune de ces longueurs d’onde va correspondre une sphère d’Ewald. Le faisceau polychromatique va ainsi provoquer la diffraction de toutes les familles de plans cristallins correspondant à des nœuds du réseau réciproque contenus entre la sphère d’Ewald associée à λ_{min} et la sphère d’Ewald associée à λ_{max} (figure II.2). Chaque faisceau diffracté pointant vers le détecteur et associé à l’un de ces nœuds va être caractérisé par un pic de diffraction sur l’écran du détecteur. L’accès à un grand nombre de pics de diffraction est ainsi immédiat et ne nécessite pas de manipulation du détecteur ni de l’échantillon.

Le second avantage de la microdiffraction Laue réside dans le diamètre micrométrique du faisceau incident employé. Cette réduction de la taille de faisceau est liée au concept de brillance d’un rayonnement X, qui correspond au flux de rayons X par $\text{mm}^2 \cdot \text{rad}^2$. Les sources standard de rayons X, de faible brillance, utilisent ainsi une taille de faisceau de l’ordre de la centaine de micromètre de diamètre. En dessous de ce diamètre, le rayonnement diffracté n’est plus suffisamment intense pour pouvoir être analysé. À l’inverse, la haute brillance des rayonnements synchrotrons autorise l’emploi d’une taille de faisceau de l’ordre du micromètre. Profitant d’améliorations des équipements expérimentaux, des mesures utilisant un faisceau incident de dimensions micrométriques, issu d’un rayonnement synchrotron, ont ainsi pu être mises en œuvre dès la fin des années 1980 (Ice (1987); Rebonato et al. (1989)). Plusieurs innovations dans les

systèmes optiques de focalisation du rayonnement incident ont depuis considérablement amélioré cette résolution spatiale, et les mesures réalisées à l'heure actuelle utilisent un faisceau incident dont le diamètre est compris entre 1 μm et quelques dizaines de nanomètres (Liu et al. (2005); Ice et al. (2009)).

II.1.2 Étude bibliographique des expériences par microdiffraction Laue

La microdiffraction Laue est la technique de mesure la plus à même de nous permettre de valider les résultats de nos simulations par Dynamique des Dislocations et par Éléments finis, car elle permet d'effectuer des mesures de contraintes et de densités de dislocations très près des joints de grains. Une revue bibliographique s'est donc avérée indispensable afin de rechercher d'éventuelles expériences reproductibles en simulation, présentant des mesures d'évolution des contraintes et des densités de dislocations avec la distance aux joints de grains, dans des polycristaux déformés. Les simulations de Dynamique des Dislocations nécessitant des temps de calcul importants, seules de faibles déformations (typiquement $< 0.2\%$ pour les volumes de grande taille simulés dans cette étude) près des joints sont simulables. Les expériences susceptibles de nous intéresser doivent donc avoir été réalisées à suffisamment faible déformation pour pouvoir être reproduites en simulation. Ce type d'expérience présente en outre l'avantage de s'intéresser aux tout premiers stades de la déformation plastique, ce qui nous aidera à bien identifier les divers phénomènes à l'œuvre.

De nombreux articles expérimentaux traitant de caractérisations par microdiffraction Laue ont vu le jour au cours des douze dernières années. La technique, principalement utilisée pour mesurer des déformations locales dans des films minces et des interconnexions de cuivre et d'aluminium au début des années 2000 (Spolenak et al. (2000); Tamura et al. (2000); Spolenak et al. (2003); Tamura et al. (2002a,b, 2003); Phillips et al. (2004), voir figure II.3 pour un exemple), a ensuite vu son application être élargie à des domaines relativement divers. Parmi les plus étudiés d'entre eux, on retrouve des axes de recherche purement liés au développement de la technique elle-même, tels la mise au point de mesures en trois dimensions (Ice and Larson (2002); Larson et al. (2002); Yang et al. (2003, 2004); Ice and Larson (2004); Chung et al. (2007)) ou l'étude de l'impact de la concentration de dislocations polarisées, contenues dans le volume sondé, sur la forme des pics de diffraction (Barabash et al. (2002, 2003, 2005); Ice and Barabash (2007); Barabash and Ice (2008); Ice and Barabash (2008)). L'autre grand domaine d'étude utilisant la microdiffraction Laue a trait à la caractérisation de la déformation plastique, à travers l'étude des mécanismes de plasticité à l'œuvre lors de la mise en forme et la déformation de micropiliers (Maass et al. (2006, 2007, 2008a,b, 2009); Zimmermann et al. (2010); Frick et al. (2010); Kirchlechner et al. (2011a)), de la nano-indentation d'un métal (Yang et al. (2003); Feng et al. (2008); Barabash et al. (2009, 2010)) ou encore liés à la déformation de mono et de polycristaux. La présente étude étant liée à cette dernière thématique, nous nous proposons d'en faire ici un descriptif plus détaillé.

Le cuivre, en tant que matériau modèle fréquemment étudié dans la littérature, a servi de base à la plupart des études des mécanismes de déformation plastique du monocristal réalisées par microdiffraction Laue. Les structures de dislocations résultant de la déformation d'échantillons monocristallins de cuivre en traction ont ainsi été étudiées, soit à travers l'étude de la courbure du réseau cristallin basée sur des mesures d'orientation cristalline (Pang et al. (2010)), soit directement à partir de l'étalement de pics de diffraction (Kirchlechner et al. (2011b)). Magid et al. (Magid et al. (2009); Field et al. (2010)) ont quant à eux étudié les mécanismes de déformation plastique à l'œuvre dans un monocristal de cuivre déformé en compression uniaxiale, dans une configuration d'orientation visant à favoriser le glissement simple, à 10% de déformation. Cette expérience couple mesures macroscopiques de la déformation par corrélation d'images et caractérisations mésoscopiques par microdiffraction Laue et EBSD. Elle met en évidence l'existence d'hétérogénéités de la déformation macroscopique, sous formes de bandes de déformation corres-

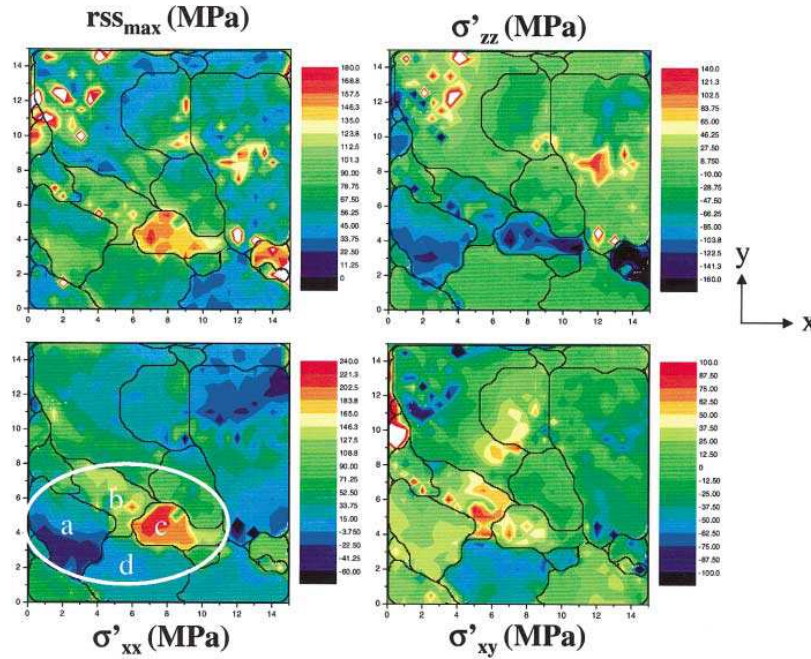


FIGURE II.3 – Mesures des contraintes déviatoriques dans des films minces. rss_{max} représente la contrainte résolue sur le système présentant la plus forte valeur de cette contrainte. (D’après Spolenak et al. (2003))

pendant au système de glissement primaire, que croisent de manière orthogonale des bandes de déformation ne correspondant pas à un système de glissement du cristal CFC. Les mesures de microdiffraction révèlent que si l’essentiel des dislocations stockées sont bien contenues dans des plans $\{111\}$, on trouve des dislocations rangées le long de bandes quasi-orthogonales, mettant ainsi en évidence une structure polygonale de dislocations.

Des mesures, réalisées au cœur de cellules de dislocations dans des échantillons de cuivre monocristallin, ont quant à elles permis d’évaluer précisément les évolutions de contraintes locales à l’intérieur de cellules de dislocations, dans le but d’établir un lien avec le modèle composite de Mughrabi (Levine et al. (2006); Mughrabi and Ungar (2006); Kassner et al. (2009)).

Les études liant microdiffraction Laue et plasticité des polycristaux font quant à elles appel à une gamme de matériaux plus variée. L’apparition de murs de dislocations polarisés (GNB : “Geometrically Necessary Boundaries”) a ainsi été mis en évidence lors de la sollicitation cyclique en fatigue d’un superalliage base nickel (Huang et al. (2009)). Les évolutions de densités de dislocations ont également été caractérisées dans le cas bien particulier de la déformation d’un film mince d’or par le biais de contraintes uni- et bi-axiales (Nyilas et al. (2009, 2010)).

Plus proche de notre étude, Joo et al. (Joo et al. (2004)) ont observé l’impact du caractère des joints de grains sur la rotation cristalline, à partir d’un échantillon de cuivre polycristallin et pour des déformations supérieures à 2%. Cette expérience met en exergue la présence de fortes rotations près des joints de faible angle et de faibles rotations près des joints de grand angle. Cependant les objectifs des auteurs n’étant pas de caractériser de façon précise les arrangements de dislocations près des joints, cette étude est réalisée de manière globale sur plusieurs grains et ne présente pas de mesures de contrainte. Elle apparaît ainsi difficilement utilisable pour servir de référence claire à des simulations par Dynamique des Dislocations.

Des mesures de microdiffraction en trois dimensions ont été réalisées par Barabash et al. (2005) pour caractériser l’organisation des GND dans un échantillon de nickel polycristallin déformé à 15% en traction uni-axiale. Dans cette étude les auteurs utilisent l’élargissement des pics de diffraction sous l’effet du chargement. L’échantillon étant très déformé, cet étalement, très marqué, est accompagné d’une décomposition quasi-systématique des pics en sous-pics,

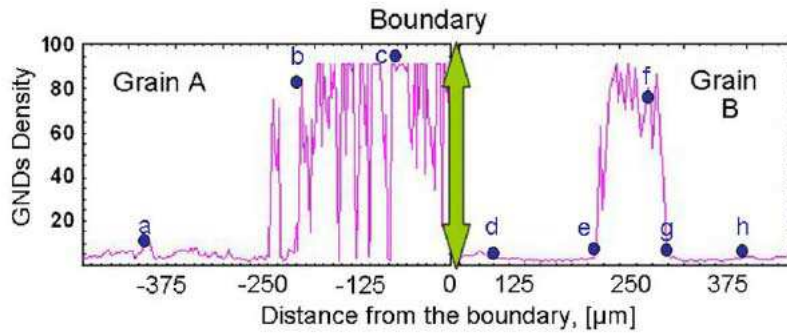


FIGURE II.4 – Mesures par microdiffraction Laue des densités de GND stockées des deux côtés d’un joint de grains. La densité est exprimée en pourcentage de la valeur maximale : $1.5 \times 10^{12} \text{m}^{-2}$ (D’après Ohashi et al. (2009))

signe caractéristique de la présence de murs de dislocations polarisés (GNB) dans le volume sondé. Cependant, les auteurs de cette étude étant plus intéressés par l’impact de la distance à la surface de l’échantillon sur les densités de GNB plutôt qu’à un éventuel effet de stockage de ces dislocations dû aux joints de grains, leurs résultats ne permettent pas de tirer de conclusions franches quant à l’arrangement des dislocations aux joints.

À notre connaissance, on trouve seulement deux articles visant réellement à mesurer l’effet d’un joint de grains sur les mécanismes de plasticité au moyen d’expériences de microdiffraction Laue.

Le premier (Ohashi et al. (2009)), présente l’étude des concentrations de GND des deux côtés du joint de grains d’un nickel bicristallin déformé à 12 puis 16% en traction, dans le but de les comparer avec des résultats de simulation par plasticité cristalline. Les résultats montrent une différence de comportement des deux cristaux. Le premier grain présente une concentration de GND, s’étendant sur près de $250 \mu\text{m}$, près du joint de grains. Le second grain ne présente pas de stockage fort au joint, mettant ainsi en évidence l’absence de transmission des dislocations à travers le joint (voir figure II.4). Les auteurs constatent en revanche la présence de concentrations de GND sur une bande isolée située à $125 \mu\text{m}$ du joint. Une étude de la dilatation du réseau cristallin avec la distance au joint, basée sur la mesure de l’énergie d’un pic de diffraction, a également été menée. Les résultats montrent des dilatations élevées dans le second grain, même loin du joint. À l’inverse, dans le premier grain l’importance de ces déformations décroît rapidement lorsque l’on s’éloigne du joint. Ces résultats semblent ainsi souligner l’importance des GND dans la relaxation des incompatibilités de déformation au joint.

Cette expérience diffère cependant de l’étude que nous nous proposons de mener du fait du haut degré de déformation imposée (16%), déformation que nous serions incapables de simuler en DD au vu des volumes de simulation importants utilisés dans notre étude. De plus, l’expérience d’Ohashi est basée sur l’étude d’un unique joint de grains, empêchant ainsi de vérifier l’impact de la configuration du joint sur les résultats obtenus.

Le second article en lien avec la mesure des mécanismes de plasticité près d’un joint est dû à Yang et al. (2011). Dans cette étude, les auteurs ont utilisé des mesures de microdiffraction Laue en trois dimensions afin d’observer le comportement de GND aux joints de grain dans un échantillon de titane α de structure hexagonale, déformé en flexion quatre points jusqu’à 6% de déformation, dans le but de le comparer avec les résultats d’un modèle de plasticité cristalline. Deux joints de grains ont été étudiés. Le premier présente des traces manifestes de transmission du glissement, et est associé à un très faible stockage de GND. À l’inverse, le second joint n’est pas associé à ce phénomène de transmission, et les auteurs constatent la présence d’un fort stockage de GND. Les auteurs ont publié un second article (Wang et al. (2011)) lié à cette expérience, dans lequel ils identifient les systèmes responsables de la rotation cristalline à partir de l’analyse

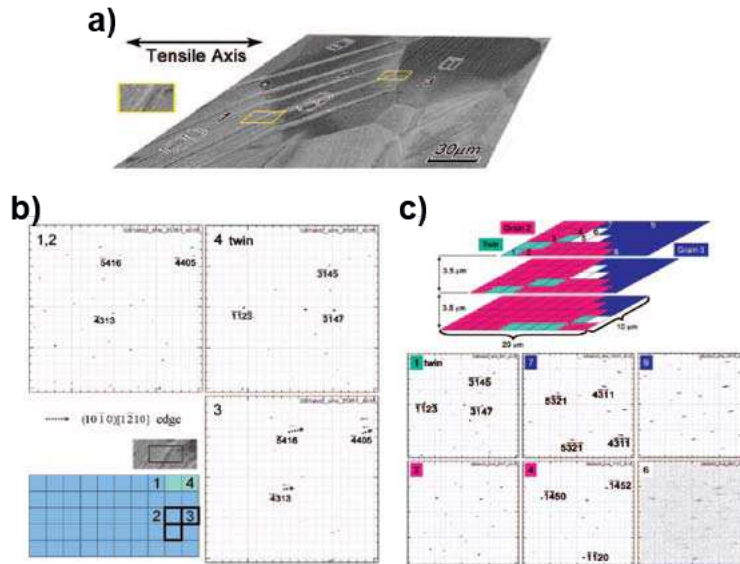


FIGURE II.5 – Mesures par microdiffraction Laue sur un échantillon de titane polycristallin déformé à 6 % en flexion 4 points. (a) Le joint séparant les grains 1 et 2 présente des signes manifestes de transmission des dislocations à travers le joint (les bandes de glissement des 2 grains se rejoignent parfaitement au joint). Le joint entre les grains 2 et 3 ne présente pas ce phénomène. (b) Les mesures sur les grains 1 et 2 montrent des pics très peu étalés des deux côtés du joint, indice d'une absence de stockage des dislocations près de ce joint (les carrés turquoise correspondent à des zones s'étant déformées par maillage). Ces mesures confirment donc la présence d'un processus de transmission directe des dislocations à travers le joint. (c) Les mêmes mesures, effectuées à différentes profondeurs et réalisées près du joint entre les grains 2 et 3, montrent des pics étalés dans le grain 3, signe d'un important stockage de GND à cet endroit. (Extrait de Yang et al. (2011))

de la direction d'étalement des pics de diffraction. Là encore, la structure du matériau utilisé et le mode de sollicitation rendent cette étude très difficilement utilisable pour servir de référence à des simulations de DD.

En résumé, bien que la déformation plastique du polycristal ait déjà été étudiée par microdiffraction Laue, il n'existe pas d'expérience s'intéressant aux évolutions des densités de dislocations près des joints lors des tout premiers stades de la déformation plastique. L'étude expérimentale menée au cours de cette thèse s'est donc avérée indispensable pour servir de référence à nos simulations par dynamique des dislocations.

II.2 Présentation de l'expérience

L'étude expérimentale réalisée au cours de cette thèse vise à mesurer les champs de contraintes et de densités de GND associés à la déformation plastique d'un échantillon de cuivre tricristallin. Les résultats de ces mesures sont destinés à servir de référence pour la validation des modélisations des mécanismes de plasticité dans le polycristal CFC, réalisées postérieurement et décrites dans les chapitres III et IV de ce mémoire.

En plus de ce tricristal, des mesures par microdiffraction Laue ont été pratiquées sur deux bicristaux de cuivre. Les résultats de ces mesures n'ont cependant pas pu être utilisés, du fait d'une préparation imparfaite des échantillons menant à un fort écrouissage de surface à l'état initial. Les clichés de diffraction issus de la mesure de ces échantillons présentaient ainsi des pics trop étalés pour que l'on puisse obtenir des résultats précis à partir de l'analyse de ces clichés. L'utilisation de méthodes non standard (Laue DIC (Petit et al. (2012)), mesure des densités de GND par l'analyse du tenseur de dislocations (comme décrit en II.3.6),...) pourrait cependant permettre l'analyse de ces échantillons, ce qui n'a pu être fait faute de temps.

II.2.1 Préparation de l'échantillon

L'échantillon étudié est issu d'un polycristal de cuivre synthétisé par un procédé Bridgman. Le bloc polycristallin obtenu a été découpé au laboratoire au moyen d'une tronçonneuse à métaux (1200 tr/min pour une vitesse d'avancée de $0.03 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$), de manière à obtenir un tricristal centré sur le point triple et présentant un joint de grains parallèle au grand axe de l'échantillon (voir figure II.6). La découpe a également été effectuée de manière à obtenir une surface d'échantillon qui soit la plus perpendiculaire possible aux joints de grains. La face supérieure de l'échantillon a ensuite été polie par voie mécanique jusqu'à $1 \mu\text{m}$, avant un polissage final par voie électrolytique dans une solution de D2 (tension : 15 V, flux : 13, durant 15 secondes avec agitateur).

Ce polissage s'étant cependant avéré imparfait, un polissage mécano-chimique à $25 \mu\text{m}$, impliquant l'emploi d'une solution d'OPF, a été mis en œuvre. L'orientation de l'échantillon a finalement été caractérisée par "Electron Back-Scattered Diffraction" (EBSD). Il a ainsi pu être vérifié, sur une aire de $3 \times 3 \text{ mm}^2$ centrée sur le point triple, que les variations locales d'orientation n'excédaient pas 1° . Les dimensions finales de l'échantillon ont été mesurées au pied à coulisse.

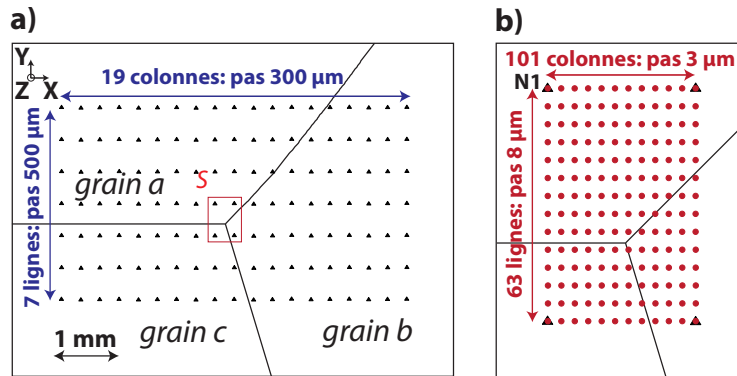


FIGURE II.6 – (a) Schéma de la surface de l'échantillon. Le point triple se trouve approximativement au centre de cette surface, et le joint de grains $a - c$ est parallèle au grand axe de l'échantillon. 133 empreintes de nano-indentation ont été réalisées afin de servir de points de repère pour la mesure de la déformation macroscopique. L'aire S correspond à la zone étudiée par microdiffraction, schématisée sur la figure de droite. Le repère macroscopique de référence (\vec{X} , \vec{Y} , \vec{Z}) est représenté sur le coin supérieur gauche de la figure. (b) Schéma de la zone de mesure. Les points de microdiffraction sont disposés le long de 63 lignes de 101 points. Le premier point de mesure est situé au point le plus profond de l'empreinte de nano-indentation N1, de manière à assurer une correspondance spatiale entre les mesures réalisées avant et après déformation.

Ces dimensions étaient de $6.9 \times 5.2 \times 2.5 \text{ mm}^3$, la dernière dimension correspondant à l'épaisseur.

Des empreintes de nano-indentation, réparties en sept lignes de dix-neuf empreintes, ont été réalisées à la surface de l'échantillon, dans le but de permettre la mesure de la déformation macroscopique de l'échantillon aux différentes étapes de l'essai mécanique.

II.2.2 Description des mesures effectuées à l'ESRF

Les mesures par microdiffraction Laue ont été réalisées sur la ligne BM32 (ligne CEA-CNRS CRG-IF) de l'ESRF. Ces mesures se sont déroulées en deux étapes : une première série de mesures a été effectuée sur le tricristal à l'état initial, puis une seconde série après déformation par compression de l'échantillon.

Description de la ligne BM32

Le fonctionnement de la ligne BM32 de l'ESRF, schématisé figure II.7, a été décrit en détail par Ulrich et al. (2011). Nous n'en ferons donc pas ici une description détaillée.

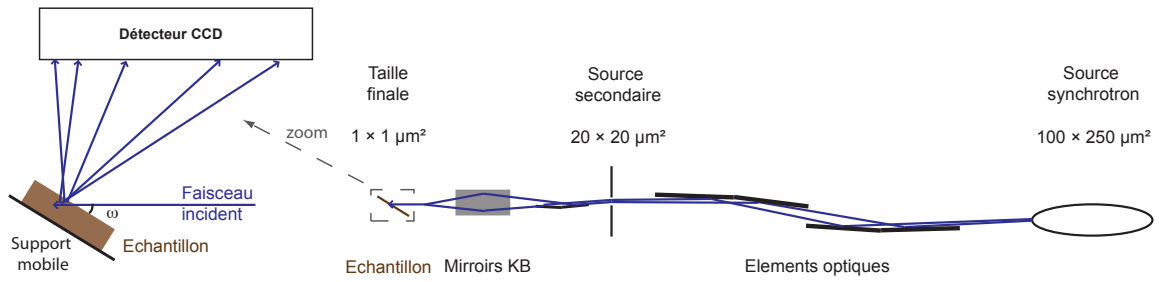


FIGURE II.7 – Schéma illustrant le fonctionnement de la ligne *BM32* (ESRF, d’après Ulrich et al. (2011)). Le rayonnement émis par la source synchrotron est focalisé vers une paire de micro-fentes par un premier système de miroirs. Ces fentes agissent comme une source secondaire de rayonnement émettant un faisceau plus fin. Ce rayonnement est lui-même focalisé sur l’échantillon par deux miroirs Kirk-Patrick Baez (le lecteur désirant une description de ces miroirs particuliers la trouvera dans l’article de Hignette et al. (2005)). La valeur de l’angle ω , angle entre le faisceau incident et la surface de l’échantillon, varie suivant les lignes de microdiffraction. Cet angle est de 40° dans le cas de la ligne *BM32* illustré ici. L’orientation des faisceaux diffractés est obtenue à partir de la position des pics sur le détecteur CCD. Un détecteur de fluorescence est utilisé en parallèle afin de mesurer la fluorescence de l’échantillon sous l’effet du faisceau incident.

Précisons toutefois que l’échantillon est placé sur des platines mobiles qui permettent un déplacement relatif de l’échantillon par rapport au faisceau incident. Précisons également qu’un détecteur de fluorescence est utilisé, parallèlement au détecteur CCD, dans le but de mesurer la fluorescence X émise par l’échantillon sous l’action du faisceau incident.

Mesures avant compression

L’échantillon a été placé dans l’équipement de compression préalablement à la mesure de l’état initial (figure II.8). Cet équipement fonctionne à vitesse de déplacement imposé, avec une mesure de force réalisée par le biais d’un capteur de force relié à un ordinateur. Une pré-déformation, équivalente à une force d’environ 10 N, a été imposée à l’échantillon dans le but de le maintenir entre les mors tout en évitant d’induire un début de déformation plastique. Des images de la surface de l’échantillon, prises par le biais d’un microscope optique, ont été enregistrées avec des objectifs de 2.5, 5, 10 et 20, puis l’assemblage équipement de compression - échantillon a été fixé sur le support de la ligne de microdiffraction tel que schématisé figure II.10.

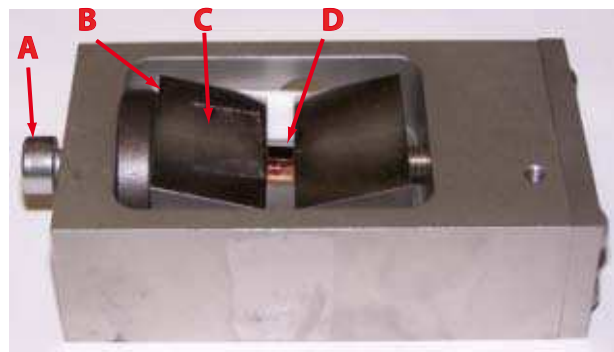


FIGURE II.8 – L’échantillon dans l’équipement de compression. A : vis permettant d’imposer un déplacement rectiligne au mors mobile, B : mors mobile, C : échantillons de référence pour la calibration, D : échantillon.

Des mesures de calibration ont été réalisées par microdiffraction Laue sur des échantillons de référence préalablement fixés sur l’équipement de compression. Ces échantillons de référence

sont constitués d'un monocristal de Ge sans déformation locale et d'un plot de Cu. Le but de ces mesures a été expliqué par Ulrich et al. (2011). En premier lieu, il s'agit de fournir les données nécessaires à la détermination de la calibration de la géométrie de l'expérience grâce au Ge. Ce point sera explicité lors de la description du traitement des clichés de diffraction (section II.3.2). Le plot de Cu sert à la mesure de la taille du faisceau incident : le support de microdiffraction est déplacé dans les directions macroscopiques \vec{X} et \vec{Y} de sorte que le faisceau incident intercepte les bords du plot. Le détecteur de fluorescence enregistre alors la variation de signal lorsque le faisceau incident passe sur ces bords, ce qui permet de déterminer la taille du faisceau dans les directions \vec{X} et \vec{Y} (figure II.9). La taille de faisceau relevée pour cette série de mesures réalisée avant compression est de $1.4 \times 2.9 \mu\text{m}^2$.

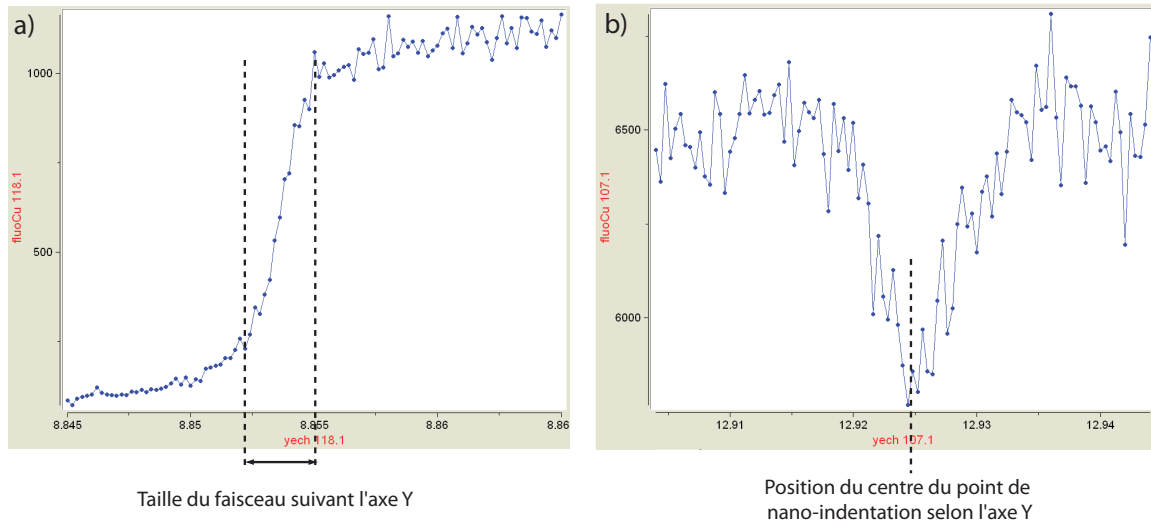


FIGURE II.9 – (a) Signal relevé par le détecteur de fluorescence lorsque le faisceau croise le bord du plot du fait d'un déplacement de l'échantillon selon l'axe \vec{Y} . L'étendue du saut de fluorescence correspond à la taille du faisceau selon \vec{Y} . (b) Signal relevé lorsque le faisceau balaye l'aire du triangle de nano-indentation du fait d'un déplacement de l'échantillon selon l'axe \vec{Y} . Le point d'intensité minimale correspond à la coordonnée \vec{Y} du point de profondeur maximale. La même mesure doit être reproduite selon \vec{X} afin de déterminer précisément la position de ce point.

Ces mesures de calibration effectuées, des points de mesure régulièrement alignés, schématisés figure II.6, ont été réalisés sur une zone centrée autour du point triple. Une attention toute particulière a été portée à l'emplacement du premier point de mesure : ce point a été placé sur la zone la plus profonde de l'empreinte de nano-indentation N1 (figure II.6). La localisation de cette zone de profondeur maximale a été effectuée grâce à l'utilisation d'un détecteur de fluorescence : du fait de reflets sur les parois de l'empreinte de nano-indentation, l'intensité recueillie par ce détecteur varie avec l'inclinaison de la surface frappée par le faisceau incident. Le point de profondeur maximale correspond donc au point où l'intensité mesurée est minimale (figure II.9). Cet alignement précis sur l'empreinte de nano-indentation N1 nous a ainsi permis d'avoir un point de repère fiable (à une demi taille de faisceau près) lors de la cartographie de l'état déformé, dans le but d'assurer la meilleure correspondance spatiale possible entre les points de mesures des deux étapes.

Compression de l'échantillon

Cette mesure effectuée, le système équipement de compression - échantillon a été retiré du support, puis a été relié à l'ordinateur dédié au traitement du signal fourni par le capteur de force. L'échantillon a alors été sollicité en compression jusqu'à apparition, en surface, des premières bandes de glissement visibles au microscope optique. Ces bandes de glissement, représentées

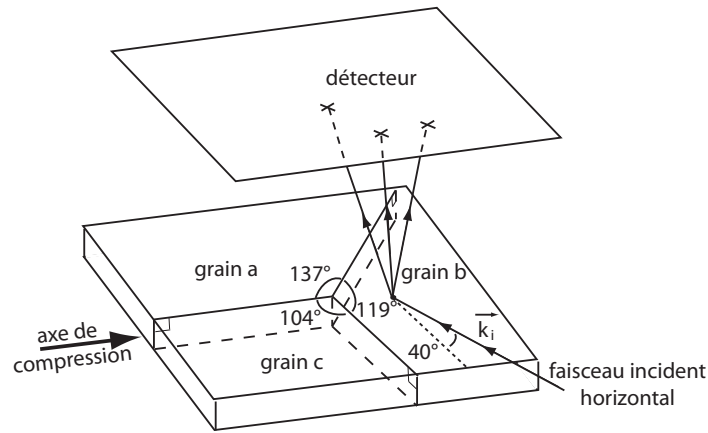


FIGURE II.10 – Schéma de la géométrie expérimentale

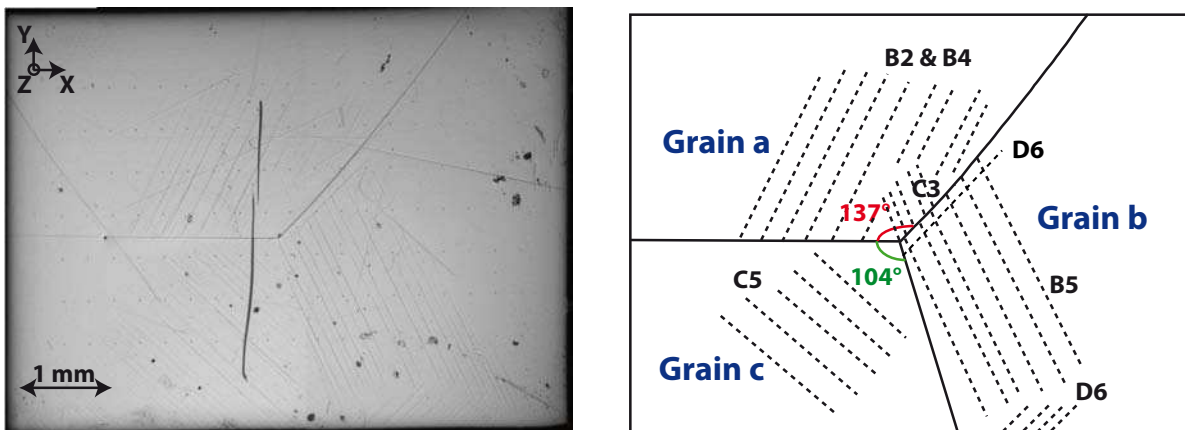


FIGURE II.11 – À droite : la surface de l'échantillon après compression, observée au grossissement 2.5. À gauche : représentation schématique des systèmes de glissement visibles à la surface de l'échantillon

figure II.11, sont apparues quasi-simultanément sur les trois grains de l'échantillon, pour une force mesurée de 303 N. Là encore, une série d'images du tricristal déformé a été prise à différents grossissements.

Mesures sur l'échantillon en compression

Le système équipement de compression - échantillon déformé a été replacé sur le support de microdiffraction. Les mesures de calibration précédemment décrites ont alors été refaites, puis la cartographie de points de microdiffraction, effectuée à l'état initial depuis le point de nano-indentation N1, a été reproduite.

Ces mesures effectuées, nous étions donc en possession de deux séries de clichés de microdiffraction et de deux séries de photographies réalisées au microscope optique, correspondant aux deux étapes de mesure. Le traitement de ces données est décrit dans la partie suivante.

II.3 Méthodologie d'analyse des résultats

Les résultats bruts de l'expérience réalisée à l'ESRF sont composés de :

- la contrainte macroscopique imposée à l'échantillon

- les images de la surface de l'échantillon prises avant et après compression
- les clichés de Laue pris avant et après compression

Dans cette section, la partie II.3.1 est consacrée à la méthode de mesure de la déformation macroscopique à partir des images de la surface de l'échantillon, et les sous-sections II.3.2 à II.3.7 sont consacrées au traitement des clichés de diffraction. La contrainte macroscopique appliquée est un résultat en soi et ne nécessite pas de traitement particulier.

Ces analyses ont demandé l'écriture de six programmes `python`, accessibles par `subversion` à l'url <http://zig.onera.fr/svn/xrm>. Les grandes lignes de ces programmes sont données dans l'annexe C.

II.3.1 Mesure de la déformation macroscopique

La déformation macroscopique de l'échantillon a été mesurée par corrélation d'images, à l'aide du logiciel *correlmanuv* développé par M. Bornert. Cette déformation a été calculée à partir de la mesure des déplacements relatifs de défauts surfaciques et du sommet supérieur des triangles de nano-indentation entre les configurations initiale et déformée. La méthode de corrélation d'images est basée sur l'identification de points précis, couplée à la mémorisation des niveaux de gris des pixels environnant ces points, sur une image correspondant à la configuration de référence. La position de ces points sera alors approximée sur l'image correspondant à la configuration déformée, grâce à une analyse des différentiels d'intensité des pixels de la zone étudiée. La précision de l'identification de cette position sur l'image déformée sera ainsi sub-pixel. Le calcul du déplacement des points entre les deux configurations va ainsi permettre de remonter à la déformation macroscopique. La méthode de mesure des déformations par corrélation d'images n'intervenant que de manière très annexée dans notre étude, nous ne l'explicitons pas de manière approfondie ici. Le lecteur cherchant de plus amples informations à ce sujet pourra se référer aux écrits de M. Bornert (Bornert (1996); Bornert et al. (2009)) ou de Doumalin (2000).

Deux séries d'analyses de la déformation macroscopique selon les directions \vec{X} et \vec{Y} (voir figure II.6 pour la définition de ces axes) ont ainsi été réalisées. La première (série S1), dont l'objectif était de mesurer la déformation globale de l'échantillon, a été effectuée à partir du déplacement des quatre empreintes de nano-indentation extrêmes. La seconde (S2), qui avait trait à la mesure de cette déformation dans la zone S étudiée par la suite en microdiffraction Laue, a été effectuée à partir des points représentés sur la configuration initiale donnée en figure II.12. Afin d'améliorer la précision de la mesure, les points de références pour l'étude de cette configuration ont été pris aux croisements de fines imperfections de surface, localisées sur un à quatre pixels, plutôt que sur le sommet supérieur des points de nano-indentation, beaucoup plus étalés.

II.3.2 Traitement des clichés de diffraction par le logiciel *Xmas*

Du fait du caractère polychromatique du faisceau incident utilisé en microdiffraction Laue, les clichés de diffraction obtenus vont contenir un grand nombre de pics de diffraction (voir figure II.13 pour un exemple de cliché de microdiffraction Laue). Leur analyse va ainsi nécessiter l'emploi d'une procédure spécifiquement développée pour cette application. À notre connaissance, deux logiciels librement disponibles sur internet permettent actuellement d'analyser ces clichés de façon automatisée : le logiciel *Xmas* (Tamura et al. (2003)) développé à l'Advanced Light Source (Berkeley, USA) et le logiciel *LaueTools* développé par le CEA et le CNRS à l'European Synchrotron Radiation Facility (Grenoble).

Ces logiciels permettent de remonter à deux quantités distinctes :

- L'orientation cristalline locale
- La partie déviatorique du tenseur local des déformations élastiques du réseau cristallin

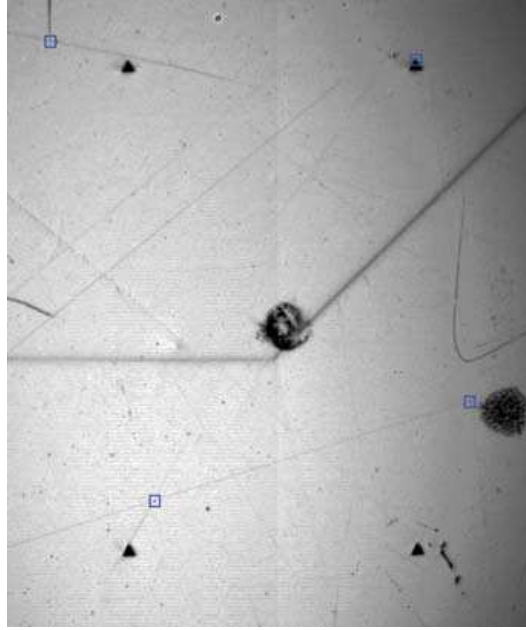


FIGURE II.12 – Localisation des points de mesure, utilisés pour la corrélation d’images, sur l’image de référence de la zone S (figure II.6), mesurée par microdiffraction Laue et délimitée par les quatre empreintes de nano-indentation entourant le point triple. Grossissement $\times 20$.

Nous nous proposons ici de décrire de manière succincte les moyens par lesquels ces quantités sont obtenues. Le lecteur cherchant de plus amples informations à ce sujet pourra se référer à la littérature existante (Chung and Ice (1999); Tamura et al. (2003); Ice and Barabash (2007); Ice and Pang (2009); Tamura (2012)).

Détermination de l’orientation cristalline locale

Ces deux logiciels procèdent d’une méthodologie commune. La première étape consiste à déterminer les paramètres géométriques de l’expérience analysée (distance normale détecteur-échantillon ; deux angles décrivant l’orientation du faisceau incident dans le repère du détecteur ; deux coordonnées correspondant à la projection, sur le détecteur, du point d’impact du faisceau incident sur l’échantillon). La détermination de ces paramètres de calibration se fait à partir de l’analyse des clichés du Ge monocristallin que nous évoquions en II.2.2. Ce cristal étant supposé non déformé, le logiciel va pouvoir, par le biais d’un raffinement simultané de la calibration et de l’orientation du Ge, approximer les paramètres géométriques nécessaires à la détermination de l’orientation cristalline de la maille non déformée.

Les clichés de Laue de l’échantillon proprement dit peuvent alors être analysés. Cette analyse est basée sur l’étude de la position des vecteurs unitaires \vec{u}_i , \vec{u}_f et \vec{u}_q , respectivement vecteurs directeurs du faisceau incident, du faisceau diffracté et du vecteur diffraction :

$$\vec{k}_i = \frac{1}{\lambda} \cdot \vec{u}_i \quad (\text{II.3})$$

$$\vec{k}_f = \frac{1}{\lambda} \cdot \vec{u}_f \quad (\text{II.4})$$

$$\vec{q} = q \cdot \vec{u}_q \quad (\text{II.5})$$

Un ajustement du profil d’intensité à deux dimensions de chaque pic sur un profil connu (Gaussienne,...) permet de localiser le centre du pic sur le détecteur. La connaissance de la position de chaque pic, couplée à celle des paramètres de calibration, permet alors de calculer

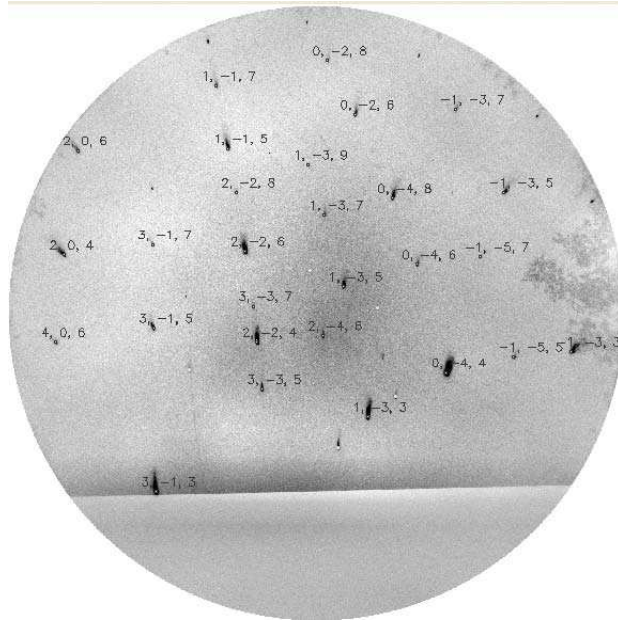


FIGURE II.13 – Exemple de cliché obtenu par microdiffraction Laue, indexé grâce au logiciel Xmas.

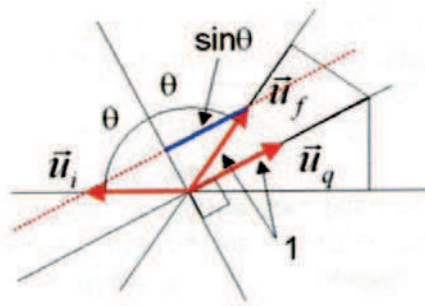


FIGURE II.14 – Relation entre \vec{u}_f , \vec{u}_i , \vec{u}_q et θ (image O. Robach).

précisément l'expression du vecteur unitaire \vec{u}_f et de l'angle de diffraction θ qui lui sont associés. Le faisceau étant polychromatique, il est cependant impossible de connaître la longueur d'onde associée au pic de diffraction considéré, et ainsi de remonter au vecteur diffraction expérimental \vec{q} par l'intermédiaire de la relation (II.1). Il est néanmoins possible d'accéder à la direction des vecteurs \vec{q} par le biais de la relation (illustrée figure II.14) :

$$\vec{u}_q = \frac{\vec{u}_f - \vec{u}_i}{2 \sin(\theta)} \quad (\text{II.6})$$

Il est alors aisé de calculer les angles entre chaque paire de vecteurs \vec{u}_q . La comparaison de ces angles expérimentaux à une table d'angles théoriques entre vecteurs \vec{G}_{hkl} permet d'indexer le cliché en associant un triplet d'indices de Miller (hkl) à chaque pic. Les positions des pics indexés permettent alors de déterminer l'orientation des plans cristallins (hkl) dans un repère de référence, et ainsi de déterminer la matrice donnant localement l'orientation des vecteurs cristallins ($\vec{a}, \vec{b}, \vec{c}$) dans ce repère.

Détermination de la partie déviatorique du tenseur local des déformations élastiques

La détermination de la partie déviatorique du tenseur des déformations élastiques, moyennées sur le volume sondé par les rayons X, fait quant à elle appel à la mesure précise des angles entre les vecteurs \vec{u}_q . Le détail de la procédure de calcul associée est décrit en annexe (annexe B). Nous précisons seulement ici que l'utilisation d'un faisceau polychromatique ne nous donne accès qu'à la part déviatorique du tenseur des déformations. En effet, la norme des vecteurs diffractions expérimentaux \vec{q} étant inconnue, il est impossible de remonter au calcul du paramètre de maille à partir de données de diffraction en faisceau polychromatique. Il sera par conséquent impossible d'accéder à la dilatation de la maille cristalline. La mesure du tenseur complet des déformations élastiques nécessite la mesure de l'énergie de l'un des pics de diffraction, soit en déterminant la longueur d'onde optimale pour la diffraction par le biais d'une mesure en faisceau monochromatique (MacDowell et al. (2001)), soit en mesurant directement l'énergie d'un pic de diffraction lors de la diffraction en faisceau polychromatique par le biais d'un détecteur résolu en énergie (Robach et al. (2011)).

II.3.3 Traitement de l'orientation cristalline

Nous venons de voir comment l'orientation locale avait été déterminée par le biais du logiciel *Xmas*. Intéressons-nous maintenant à la méthodologie appliquée dans cette étude pour traiter ces résultats d'orientation locale.

Orientations locale

Nous avons vu en II.3.2 que l'analyse par microdiffraction Laue donnait accès à une matrice \mathbf{M} , de dimensions 3×3 , exprimant les coordonnées des vecteurs cristallins ($\vec{a}, \vec{b}, \vec{c}$) dans un repère de référence. Cette matrice comprend à la fois une partie rotation (du cristal cubique idéal dans le repère de référence) et une partie déformation (du cristal réel par rapport au cristal idéal). Cette décomposition est similaire à celle illustrée figure I.2 dans le cas général d'une transformation quelconque. La matrice \mathbf{M} se décompose donc en une matrice de rotation \mathbf{U} et en une matrice de déformation \mathbf{B} , sous la forme :

$$\mathbf{M} = \mathbf{U} \cdot \mathbf{B} \quad (\text{II.7})$$

La matrice de rotation pure \mathbf{U} s'obtient en orthonormalisant la matrice \mathbf{M} . Nous appellerons dans la suite orientation du cristal la matrice \mathbf{U} décrivant la position du repère orthonormé construit à partir de la maille cristalline dans le repère macroscopique de référence. L'angle θ_0 de la rotation décrite par cette matrice nous est fourni par la relation (Priester (2006)) :

$$\theta_0 = \frac{\text{Tr}(\mathbf{U}) - 1}{2} \quad (\text{II.8})$$

Le vecteur rotation $\vec{\theta}$ est défini en annexe (annexe A). Ce vecteur est orienté suivant l'axe de la rotation qu'il représente. Dans le cas général, il se calcule à partir de la matrice \mathbf{U} par la relation :

$$\theta_k = \frac{\theta_0}{\sin(\theta_0)} (-\epsilon_{ijk} \frac{U_{ij}}{2}) \quad (\text{II.9})$$

avec ϵ_{ijk} le tenseur de permutation.

Dans le cas d'une faible rotation ($\sin(\theta_0) \approx \theta_0$), la relation II.9 devient :

$$\theta_k = -\epsilon_{ijk} \frac{U_{ij}}{2} \quad (\text{II.10})$$

Orientation moyenne des grains

Les matrices d'orientations locales calculées, il est aisé de calculer l'orientation moyenne de chaque cristal dans le repère de référence. Un moyen simple de calculer une rotation moyenne à partir d'un ensemble de rotations est de calculer la moyenne arithmétique de tous les vecteurs rotations (Sharf et al. (2010)). Le vecteur rotation moyen est alors donné par la relation :

$$\bar{\theta} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \theta_i \quad (\text{II.11})$$

La matrice de rotation moyenne peut finalement être calculée à partir de ce vecteur rotation moyen, grâce à la relation (Priester (2006)) :

$$\mathbf{P}_{\text{moy}} = \cos \theta_0 \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} + (1 - \cos \theta_0) \begin{pmatrix} e_1^2 & e_1 e_2 & e_1 e_3 \\ e_2 e_1 & e_2^2 & e_2 e_3 \\ e_3 e_1 & e_3 e_2 & e_3^2 \end{pmatrix} + \sin \theta_0 \begin{pmatrix} 0 & -e_3 & e_2 \\ e_3 & 0 & -e_1 \\ -e_2 & e_1 & 0 \end{pmatrix} \quad (\text{II.12})$$

avec θ_0 la norme du vecteur rotation moyen $\bar{\theta}$ et (e_1, e_2, e_3) le vecteur unitaire directeur de ce vecteur rotation.

Désorientation entre grains

Une fois l'orientation moyenne de chaque grain connue, il est possible de calculer la transformation amenant un cristal en correspondance avec son voisin. Cette transformation se décompose, là encore, en une rotation amenant les deux cristaux "idéaux" en correspondance et en une déformation. Nous approximerons ici que cette transformation se réduit à une rotation pure \mathbf{R} (les deux cristaux étant de la même phase (Cu), ils présentent en effet des réseaux suffisamment similaires pour que l'on puisse négliger la déformation associée au joint). La rotation pure \mathbf{R} peut être obtenue à partir de la matrice d'orientation moyenne du premier cristal ($\mathbf{U}_{1,\text{moy}}$) et celle du second cristal ($\mathbf{U}_{2,\text{moy}}$), toutes deux exprimées dans le même repère de référence, par le biais de la relation :

$$\mathbf{R} = \mathbf{U}_{2,\text{moy}} \cdot \mathbf{U}_{1,\text{moy}}^{-1} = \mathbf{U}_{2,\text{moy}} \cdot \mathbf{U}_{1,\text{moy}}^T \quad (\text{II.13})$$

$\mathbf{U}_{1,\text{moy}}$ et $\mathbf{U}_{2,\text{moy}}$ étant des matrices de rotation.

La matrice \mathbf{R} ainsi calculée n'est cependant pas l'unique matrice décrivant la rotation relative des deux cristaux (Priester (2006); Sutton and Balluffi (1995)). En effet, le jeu des symétries cristallines implique que toute matrice d'orientation \mathbf{U} d'un cristal, exprimée dans un repère de référence, possède autant de matrices équivalentes qu'il y a d'opérations de symétrie \mathbf{S} dans le groupe d'espace G du cristal. Si l'on fixe la base de référence dans le cristal 1, alors toute rotation $\mathbf{R}' = \mathbf{R} \cdot \mathbf{S}_i$ (avec i de 1 au nombre d'opérations de symétrie) est équivalente à \mathbf{R} . De plus il est également possible d'exprimer \mathbf{R} dans une autre base du cristal, équivalente par symétrie : $\mathbf{R}' = \mathbf{S}_j^{-1} \cdot \mathbf{R} \cdot \mathbf{S}_j$.

G étant un groupe au sens mathématique du terme, toute composition $\mathbf{S}_i \cdot \mathbf{S}_j$ d'éléments de G est elle-même un élément de G , et tout inverse \mathbf{S}_i^{-1} d'éléments de G appartient également à G . En conséquence, la matrice \mathbf{R} admet pour équivalent toute matrice \mathbf{R}' vérifiant la relation :

$$\mathbf{R}' = \mathbf{S}_i \cdot \mathbf{R} \cdot \mathbf{S}_j \quad (\text{II.14})$$

avec \mathbf{S}_i et \mathbf{S}_j des éléments de G .

De plus chacun des deux cristaux peut être considéré comme le cristal de référence, de sorte que la désorientation R entre deux cristaux cubiques, contenant chacun 24 éléments de symétrie, peut être décrite par $24 \times 24 \times 2 = 1152$ matrices équivalentes. Parmi ces matrices, on appellera *désorientation* entre grains l'expression correspondant à la rotation minimale autour d'un axe contenu dans le triangle stéréographique standard.

II.3.4 Calcul de la contrainte appliquée résolue sur chaque système activé et évaluation de la densité de dislocations de forêt correspondante

La connaissance de l'orientation moyenne de chaque grain permet de déterminer le facteur de Schmid associé à chaque plan de glissement du grain. Dans le cas d'une sollicitation uniaxiale, le calcul du facteur de Schmid et de la contrainte résolue associée se fait par le biais de la relation I.17 (voir sous-section I.2.3) :

$$\tau_{app}^s = F^s \sigma_{app} \quad \text{avec} \quad F^s = \cos \lambda \cos \phi$$

avec λ et ϕ les angles entre la direction de sollicitation et les vecteurs normaux \vec{n} et de Burgers \vec{b} respectivement. Une fois connue la valeur de la contrainte appliquée résolue sur chacun des systèmes de glissement activés, il est possible d'évaluer la densité de dislocations jouant le rôle de forêt sur ce système par le biais de la relation I.52. Pour ce faire, il est nécessaire d'approximer que l'essentiel du durcissement est dû aux mécanismes de la forêt, ce qui semble justifié à faible déformation où l'influence des joints n'est encore que minimale. On pose alors que la contrainte critique sur le système s est égale à la contrainte appliquée résolue sur ce système :

$$\tau_{app}^s = \alpha \mu b \sqrt{\rho_f} \quad (\text{II.15})$$

ce qui nous permet d'évaluer la densité ρ_f à partir de τ_{app}^s .

II.3.5 Calcul de la courbure du réseau cristallin induite par la compression

Les orientations locales issues de l'analyse des états initiaux et déformés ont été calculées par le biais du procédé explicité en II.3.3. Nous nous intéressons ici au calcul de la rotation locale induite par la déformation plastique. Cette rotation correspondant à la variation de l'orientation locale entre les états initiaux et déformés, le calcul revient à soustraire point à point l'orientation initiale à l'orientation de l'état déformé.

D'un point de vue mathématique, réaliser cette soustraction revient à calculer point à point la rotation transformant l'orientation du cristal à l'état initial en son équivalent à l'état déformé. Ce calcul suppose que l'on arrive à suivre correctement un point matériel de l'échantillon entre les états initial et déformé. Appelons ainsi \mathbf{U}_i la matrice de rotation locale décrivant, à l'état initial, la position du repère local orthonormé dans le repère de référence (\mathbf{U}_i est ainsi la matrice de passage du repère macroscopique de référence vers le repère local, c'est-à-dire qu'elle donne les coordonnées des vecteurs macroscopiques $(\vec{X}, \vec{Y}, \vec{Z})$ en colonnes dans la base locale orthonormée $(\vec{a}_0, \vec{b}_0, \vec{c}_0)$). Soit \mathbf{U}_d la matrice équivalente pour l'état déformé. Appelons ω_t la matrice de la rotation de l'état initial vers l'état déformé au point de mesure considéré. ω_t , exprimée dans le repère macroscopique de référence pourra alors être obtenue par le biais de la relation :

$$\omega_t = \mathbf{U}_d^T \cdot \mathbf{U}_i \quad (\text{II.16})$$

ω_t quantifie la rotation locale entre l'état initial et l'état déformé. Cette rotation contient à la fois une composante liée à la rotation plastique locale du réseau cristallin (la rotation issue de la distorsion plastique du réseau) et une composante liée à la rotation introduite par la manipulation de l'équipement de compression entre les deux étapes de mesure par microdiffraction Laue. Cette seconde composante a néanmoins pu être quantifiée grâce au calcul de la rotation du cristal de germanium, utilisé pour la calibration, entre les deux étapes de mesure. Il est en effet possible de quantifier cette rotation grâce à une relation similaire à la relation II.16 :

$$\omega_{Ge} = \mathbf{U}_{Ged}^T \cdot \mathbf{U}_{Gei} \quad (\text{II.17})$$

avec \mathbf{U}_{Gei} la matrice de rotation décrivant, à l'état initial, l'orientation locale du germanium "idéal" dans le repère de référence, \mathbf{U}_{Ged} la matrice correspondante pour la mesure de l'échantillon

déformé, et $\omega_{\mathbf{Ge}}$ la matrice de la rotation du germanium entre ces deux étapes, exprimée dans le repère macroscopique de référence.

La rotation cristalline ω induite par la compression a ainsi pu être localement identifiée à partir des expressions II.16 et II.17 :

$$\omega = \omega_{\mathbf{Ge}}^{\mathbf{T}} \cdot \omega_{\mathbf{t}} \quad (\text{II.18})$$

Cette rotation locale ω constituant la variation d'orientation entre l'état initial et l'état déformé, et afin de ne pas susciter de confusion lors de l'évocation d'autres types de rotation, nous l'appellerons *désorientation locale* (cette désorientation locale n'ayant évidemment aucun lien avec la désorientation entre grains décrite au paragraphe II.3.3).

Nous avons vu en I.3.2 que les GND induisent une rotation du cristal contenu dans le volume élémentaire de référence associé à leur définition. L'étude de la désorientation cristalline telle que nous venons de la définir est ainsi reliée à l'étude de l'évolution de la densité de GND, contenues dans le volume sondé par les rayons X et stockées dans le cristal durant la déformation plastique. Chaque dislocation polarisée induisant cependant un incrément de désorientation, il est plus pertinent, dans l'optique de visualiser le stockage de ces dislocations polarisées, d'étudier le gradient de désorientation plutôt que la désorientation elle-même.

Le calcul du gradient spatial de cette désorientation locale passe par l'emploi du vecteur rotation associé, que nous avons déjà défini par la relation II.10 dans le cas d'une rotation de faible angle :

$$\theta_k = -\epsilon_{ijk} \frac{\omega_{ij}}{2} \quad (\text{II.19})$$

On peut alors exprimer le gradient de désorientation sous la forme d'un tenseur du second ordre :

$$\kappa_{ij} = \frac{\partial \theta_i}{\partial x_j} \quad (\text{II.20})$$

La définition de ce tenseur correspond à celle de la courbure de réseau, définie comme le gradient spatial d'orientation cristalline (section I.3.1). La grandeur étudiée dans notre cas n'est cependant pas à proprement parler l'orientation cristalline, mais la désorientation du cristal associée à la déformation plastique. Par souci de rigueur, nous continuerons donc à parler de gradient de désorientation et non de courbure lorsque nous évoquerons le tenseur κ tel que défini ci-dessus.

Les cartographies de microdiffraction Laue réalisées au cours de cette étude étant en deux dimensions seulement, nous ne disposons pas d'informations sur l'évolution de la désorientation avec la profondeur. Les trois composantes de κ reliées au gradient de désorientation suivant l'axe macroscopique \vec{Z} nous sont donc inaccessibles. Dans le but de simplifier la visualisation des variations de κ , nous nous proposons ainsi d'étudier le gradient de désorientation moyen $\bar{\kappa}$, en faisant l'approximation que ce gradient moyen est correctement exprimé par la moyenne des six composantes identifiables du tenseur (Sun et al. (2000); El-Dasher et al. (2003); Lim et al. (2011)), exprimées en valeur absolue :

$$\bar{\kappa} \simeq \frac{1}{6} \sum_{i=1}^3 \sum_{j=1}^2 |\kappa_{ij}| \quad (\text{II.21})$$

II.3.6 Mesure des densités de dislocations géométriquement nécessaires stockées lors de la compression

L'analyse par microdiffraction permet de mesurer les densités de dislocations géométriquement nécessaires stockées dans l'échantillon. Deux méthodes complètement dissociées permettent d'accéder à cette information. La première est basée sur l'étude de l'étalement des pics de diffraction. La seconde, basée sur l'étude de la désorientation plastique telle que nous l'avons définie au chapitre précédent, permet de remonter à la densité de dislocations géométriquement nécessaires par le biais du tenseur de Nye.

Mesure par une analyse de l'étalement des pics de diffraction

La forme des pics de diffraction est influencée par les défauts contenus dans le volume sondé. Ces défauts ont été classés en deux catégories distinctes, dépendant de leur influence sur les pics de diffraction, par M.A. Krivoglaz (Krivoglaz (1969); Ice and Barabash (2007)). Les défauts de 1^{ère} classe sont associés à un déplacement des pics de diffraction et un affaiblissement de leur intensité intégrée, mais ne provoquent pas d'élargissement de ces pics. Cette classe de défauts est constituée par les défauts ponctuels (lacune, interstitiel, ...). À l'inverse, les défauts de 2^{nde} classe se caractérisent par un élargissement des pics de diffraction. Cette classe de défauts est constituée par les défauts étendus, au premier rang desquels on trouve les lignes de dislocations. Le lecteur désirant des explications approfondies à ce sujet pourra les trouver dans l'ouvrage de Krivoglaz (1969).

La mesure des densités de dislocations à partir de l'étalement des pics de microdiffraction Laue a été intensément étudiée par R. Barabash (Barabash et al. (2002, 2003, 2005); Ice and Barabash (2007); Barabash and Ice (2008); Ice and Barabash (2008)). Ces études, notamment basées sur les travaux de Krivoglaz (1969) et de M. Wilkens (Wilkens (1970, 1979)), ont abouti à la mise au point d'équations permettant la détermination des densités de GND et de SSD contenues dans le volume sondé par les rayons X.

Les dislocations vont en effet avoir un impact différent sur l'étalement des pics de diffraction suivant qu'elles induisent ou non une distorsion du volume élémentaire de référence, qui correspond au volume sondé par les rayons X dans notre cas. Les SSD vont ainsi induire un élargissement isotrope des pics, tandis que les GND vont être caractérisées par un allongement des pics dans une direction déterminée par les caractéristiques de ces dislocations, ainsi que par les indices (hkl) des pics considérés.

Au niveau cristallin, l'axe de la rotation induite par la partie coin des GND va coïncider avec le vecteur unitaire $\vec{\ell}$, vecteur directeur de la ligne de dislocation (car cet axe est colinéaire à $\vec{n} \wedge \vec{b}$, avec \vec{n} la normale au plan de glissement et \vec{b} le vecteur de Burgers). Dans l'espace réciproque, cette rotation du cristal va correspondre à une rotation du vecteur diffraction \vec{G}_{hkl} . Exprimée dans l'espace réciproque, la direction d'allongement $\vec{\xi}$ d'un pic de diffraction d'indice (hkl) , sous l'effet d'un excès de dislocations coins de l'un des deux signes, sera donc à la fois perpendiculaire à $\vec{\ell}$ (axe de la rotation) et au vecteur diffraction \vec{G}_{hkl} (dans une hypothèse de faible rotation).

La densité de GND sur un système de glissement k sera alors proportionnelle à la largeur à mi-hauteur de l'étalement du pic dans la direction $\vec{\xi}$, au vecteur de Burgers \vec{b} des dislocations, à la longueur du volume sondé suivant \vec{b} et à un facteur de contraste (Ice and Barabash (2007); Kirchlechner et al. (2011a)). Ce dernier dépend à la fois du pic de diffraction étudié et de l'orientation des dislocations du système k .

De manière plus explicite, l'expression de la variation $\Delta \vec{q}$ du vecteur diffraction, exprimée dans l'espace réciproque et correspondant à la largeur à mi-hauteur de l'étalement introduit, sur le cliché de Laue, par la densité de dislocations géométriquement nécessaires ρ_{GND} , est donnée par Robach et al. (2012), en réécriture de la formule de Ice and Barabash (2007) :

$$\Delta \vec{q} = \|\vec{b}\| \rho_{GND} L_b \|\vec{G}_{hkl}\| |\sin \alpha| \frac{\vec{u}_{\vec{\ell}} \wedge \vec{u}_{\vec{G}_{hkl}}}{\|\vec{u}_{\vec{\ell}} \wedge \vec{u}_{\vec{G}_{hkl}}\|} \quad (\text{II.22})$$

avec $\vec{u}_{\vec{b}}$, $\vec{u}_{\vec{\ell}}$ et $\vec{u}_{\vec{G}_{hkl}}$ les vecteurs unitaires directeurs du vecteur de Burgers, des lignes de dislocations et du vecteur diffraction, α l'angle entre \vec{G}_{hkl} et la ligne de dislocation $\vec{\ell}$, et L_b un terme lié à la longueur suivant \vec{b} du volume sondé par les rayons X. Dans cette étude, nous avons utilisé une première approximation de la valeur du volume L_b , donnée par l'expression :

$$L_b = \sqrt{(\vec{u}_{\vec{b}} \cdot \vec{s}_x)^2 + (\vec{u}_{\vec{b}} \cdot \vec{s}_y)^2 + (\vec{u}_{\vec{b}} \cdot \vec{s}_z)^2} \quad (\text{II.23})$$

où \vec{s}_x , \vec{s}_y et \vec{s}_z sont les trois vecteurs définissant le volume traversé par les rayons X, tels que définis figure II.15

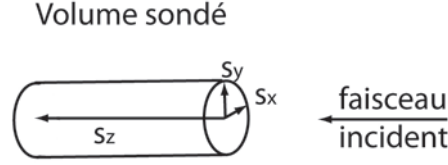


FIGURE II.15 – Le volume sondé par les rayons X, défini par les vecteurs \vec{s}_x , \vec{s}_y et \vec{s}_z .

La formule II.22 se justifie « avec les mains », si l'on fait l'approximation d'une répartition homogène de la densité de GND dans le volume sondé, de la façon suivante :

- \vec{u}_b définit la direction du gradient d'orientation introduit par les dislocations coins de vecteur de Burgers \vec{b} . L_b définit donc la longueur « d'action » du gradient d'orientation mesuré (appelons la Δx)
- $\|\vec{b}\|$ définit l'incrément du gradient d'orientation ($\delta\theta / \delta x$) introduit par un incrément de densité de dislocations $\delta\rho_{GND}$. Par intégration, $\|\vec{b}\| \rho_{GND}$ définit donc le gradient d'orientation ($\delta\theta / \delta x$) introduit par la densité ρ_{GND} . Ce terme peut également s'exprimer sous la forme ($\Delta\theta / \Delta x$) avec notre hypothèse d'une répartition homogène des dislocations géométriquement nécessaires dans le volume sondé.
- $\|\vec{G}_{hkl}\| |\sin \alpha|$ est le rayon du cercle décrit par \vec{G}_{hkl} lors de sa rotation autour de $\vec{\ell}$. La rotation $\Delta\theta$ introduite, entre les deux bords du volume sondé, par les GND contenues dans ce volume va donc correspondre à un déplacement de $\Delta q = \Delta\theta \|\vec{G}_{hkl}\| |\sin \alpha|$ le long de ce cercle.
- $(\vec{u}_{\vec{\ell}} \wedge \vec{u}_{\vec{G}_{hkl}}) / (\|\vec{u}_{\vec{\ell}} \wedge \vec{u}_{\vec{G}_{hkl}}\|)$ est le vecteur unitaire directeur de $\vec{\Delta q}$.

L'expression II.22 correspond ainsi à une relation plus simple à interpréter d'un point de vue physique, de la forme :

$$\vec{\Delta q} = \left(\frac{\Delta\theta}{\Delta x} \cdot \Delta x \cdot \frac{\Delta q}{\Delta\theta} \right) \vec{u}_{\Delta q} \quad (\text{II.24})$$

Mesure par une analyse du tenseur de dislocations

L'étude réalisée par le biais de cette méthode est tirée du programme d'analyse développé avec E. Moussodji lors de son stage de Master au LEM. Un plus ample descriptif de la méthode utilisée, ainsi que des tests de validation de cette méthode, pourront être trouvés dans son mémoire de stage (Moussodji (2011)). Les travaux qui y sont réalisés font suite à plusieurs études ayant trait au calcul de densités de GND à partir de la courbure du réseau cristallin (Sun et al. (2000); He et al. (2008); Pantleon (2008); Arsenlis and Parks (1999); Kysar et al. (2010); Britton et al. (2010); Karamched and Wilkinson (2011); Demir et al. (2009)).

Le tenseur de dislocations permet de relier la courbure du réseau à la densité de dislocations géométriquement nécessaires par le biais des relations I.38 et I.43 (cf I.3) :

$$\alpha_{ij} = \kappa_{ji} - \delta_{ji}\kappa_{pp} - \epsilon_{jkl}\epsilon_{il,k}^e \quad (\text{I.38})$$

$$\alpha_{ij} = \sum_{n=1}^N \rho_{GND}^n b_i^n t_j^n \quad (\text{I.43})$$

avec N le nombre de systèmes de glissement du matériau. Afin de décrire l'ensemble des caractères possibles des GND, il est nécessaire de décomposer chaque système de glissement en densités coins et en densités vis. Pour le cristal CFC, comprenant douze systèmes de glissement, on va donc se retrouver avec douze « configurations » de dislocations coins et six « configurations » de dislocations vis, assimilables à autant de systèmes différents dans l'expression I.43. On va donc

devoir résoudre le système d'équations correspondant à cette expression avec $N=18$ inconnues correspondant aux 18 différentes configurations.

Si l'on néglige la contribution élastique (c'est-à-dire que l'on considère que le gradient de la déformation élastique est faible devant le gradient de désorientation), l'équation I.38 peut quant à elle se réécrire sous la forme :

$$\alpha_{ij} = \kappa_{ji} - \delta_{ji} \kappa_{pp} \quad (\text{II.25})$$

Nous allons appliquer ces relations au gradient de désorientation κ tel que nous l'avons défini en II.3.5. Nous avons vu que nous ne disposons que de six des neuf composantes du tenseur κ . Seules cinq des composantes du tenseur de dislocations, calculées à partir de l'équation II.25, nous sont donc directement accessibles :

$$\alpha_{12} = \kappa_{21} \quad (\text{II.26})$$

$$\alpha_{13} = \kappa_{31} \quad (\text{II.27})$$

$$\alpha_{21} = \kappa_{12} \quad (\text{II.28})$$

$$\alpha_{23} = \kappa_{32} \quad (\text{II.29})$$

$$\alpha_{33} = -\kappa_{11} - \kappa_{22} \quad (\text{II.30})$$

auxquelles on peut ajouter un terme composé de deux composantes non accessibles (Pantleon (2008)) :

$$\alpha_{11} - \alpha_{22} = \kappa_{11} - \kappa_{22} \quad (\text{II.31})$$

L'expression I.43 va donc correspondre à un ensemble de six équations à dix-huit inconnues, puisque seules six valeurs de composantes de α_{ij} nous sont fournies par la relation II.25.

Remarquons que cette dernière relation peut s'inverser sous la forme :

$$\kappa_{ji} = \alpha_{ij} - \frac{1}{2} \delta_{ji} \alpha_{mm} \quad (\text{II.32})$$

ce qui nous amène à une relation liant directement les termes accessibles de la courbure de réseau aux densités de dislocations géométriquement nécessaires (Pantleon (2008)) :

$$\kappa_{ij} = \sum_{n=1}^N (b_j^n t_i^n - \frac{1}{2} \delta_{ji} b_m^n t_m^n) \rho_{GND}^n = \sum_{n=1}^N d_{ij}^{c,n} \rho_{GND}^n \quad (\text{II.33})$$

Les vecteurs de Burgers et de ligne caractéristiques de chaque système étant exprimés dans le repère local lié au cristal, il est nécessaire de calculer l'expression des matrices $\mathbf{d}^{c,n}$ dans le repère macroscopique lié à l'échantillon, à partir de la matrice de passage \mathbf{U} du repère macroscopique vers le repère local :

$$\mathbf{d}^{s,n} = \mathbf{U}^T \cdot \mathbf{d}^{c,n} \cdot \mathbf{U} \quad (\text{II.34})$$

Le système d'équations linéaires finalement obtenu est alors de la forme :

$$\kappa_{ij} = \sum_{n=1}^N d_{ij}^{s,n} \rho_{GND}^n \quad (\text{II.35})$$

avec $N=18$ dans le cas du cristal CFC.

La direction du vecteur de Burgers associé à un système de glissement i n'est définie qu'au signe près : le vecteur peut pointer dans un sens comme dans le sens opposé. Il est donc nécessaire de séparer les densités de GND reliées à l'équation II.33 en densités positives et négatives (en considérant les deux signes opposés du vecteur de Burgers lors de la construction de la matrice d_{ij}), ce qui nous amène à étudier $N = 36$ densités différentes dans l'équation II.35. La densité de dislocations totale sur un système de glissement sera alors égale à la somme des densités positives et des densités négatives sur ce système.

On a donc affaire à un système d'équations de la forme $y_l = \sum_{n=1}^N A_{ln} x_n$ (Pantleon (2008)), avec un vecteur $y = (\kappa_{11}, \kappa_{21}, \kappa_{31}, \kappa_{12}, \kappa_{22}, \kappa_{32})$ qui contient les six courbures de réseau accessibles et une matrice \mathbf{A} de dimensions $6 \times N$ qui est entièrement déterminée par les vecteurs $b^{\vec{n}}$ et $t^{\vec{n}}$ et par la matrice d'orientation \mathbf{U} .

La résolution de ce système de six équations à trente-six inconnues passe par l'emploi d'une procédure de minimisation par le biais d'un algorithme simplex. Ce type d'algorithme est basé sur l'introduction d'une équation additionnelle dans le système d'équations, qui contraint la minimisation à converger vers la « bonne » solution. Dans la suite, nous appellerons critère de minimisation cette équation de contrainte. La littérature fournit plusieurs exemples d'études (Sun et al. (2000); Arsenlis and Parks (1999); Pantleon (2008)) utilisant un critère basé sur la minimisation d'une norme L^1 , caractéristique de l'énergie de ligne des dislocations, et défini de la façon suivante :

$$L^1 = \sum_{n=1}^N |w^n \rho_{GND}^n| \quad (\text{II.36})$$

où w^n est un facteur de poids donnant apportant une signification physique à l'équation (Kysar et al. (2010)).

Le choix de ce type de critère est cependant critiquable si l'on considère qu'un ensemble de dislocations est un système hors équilibre, organisé en microstructures qui ne correspondent pas au vrai minimum d'énergie élastique, mais plutôt à un minimum local métastable. Nous avons donc choisi d'utiliser un second critère, basé sur la minimisation des travaux mécaniques ayant conduit à la microstructure de dislocations observée, c'est-à-dire sur la minimisation de la contrainte critique d'écoulement plastique associée à la microstructure de dislocations qui résulte de l'« histoire » mécanique du matériau. Dit plus simplement, ce critère vise à minimiser la surface de charge donnant la limite d'élasticité du cristal.

Lors d'un écrouissage isotrope, la contrainte d'écoulement des matériaux ductiles est contrôlée par les interactions (à la fois de contact et à longue portée) entre dislocations (cf I.5.1). La résistance au glissement, contrôlée par la densité de dislocations du matériau, se calcule alors par le biais de la loi de Taylor :

$$\tau = \alpha \mu b \sqrt{\rho} = \alpha \mu b \sqrt{\rho_{GND} + \rho_{SSD}} \quad (\text{II.37})$$

Cette équation peut se généraliser à l'échelle du système de glissement :

$$\tau_c^i = \mu b \sqrt{\sum_j a_{ij} (\rho_{GND} + \rho_{SSD})} \quad (\text{II.38})$$

avec τ_c^i la contrainte critique résolue associée au système i , μ le module de cisaillement et a_{ij} les coefficients d'interactions entre les différents systèmes de glissement (Franciosi et al. (1979)).

Le critère de minimisation que nous avons mis en place est donc basé sur la recherche de la configuration de GND permettant la poursuite de la déformation plastique la plus « facile », car mettant en jeu la contrainte critique la plus faible possible. Ce critère, tel qu'il est écrit relation II.38, fait intervenir l'ensemble des dislocations du cristal (GND aussi bien que SSD) car les GND (au sens où nous les avons définies section I.3.2) sont des obstacles de la forêt au même titre que les SSD. Le tenseur de dislocations ne fait cependant intervenir que les GND, de sorte que les GND forment la seule population de dislocations qui va être concernée par la minimisation. L'expression correcte de notre contrainte de minimisation est donc reliée à $\tau_{c,GND}^i$, définie par :

$$\tau_{c,GND}^i = \mu b \sqrt{\sum_j a_{ij} \rho_{GND}} \quad (\text{II.39})$$

Les coefficients d'interaction a_{ij} du cristal CFC ont été déterminés par Devincere et al. (2006) par le biais de simulations par Dynamique des Dislocations. Leurs valeurs sont données table II.1.

Nom de jonction	Dipolaire	Coplaire	Colinéaire	Hirth	Glissile	Lomer
Symbole	a_0	a_1^{copl}	a_1^{coli}	a_1^{ortho}	a_2	a_3
Valeur	0.122	0.122	0.625	0.07	0.137	0.127

TABLE II.1 – Valeurs des coefficients d’interaction dans le cristal CFC, pour une densité de dislocations forêts de référence égale à 10^{12} m^{-2} , d’après Devincré et al. (2006). Les noms de jonctions correspondent aux cas suivant : l’interaction dipolaire concerne deux dislocations appartenant au même système de glissement ; l’interaction coplaire correspond à l’interaction entre deux dislocations de systèmes différents mais situées sur le même plan de glissement ; l’interaction colinéaire concerne deux dislocations situés sur deux systèmes colinéaires (c’est-à-dire de même vecteur de Burgers) ; et les interactions de Hirth, de Lomer et glissile sont les interactions de forêt « classiques ».

Notons que la racine carrée apparaissant dans l’équation II.39 peut être éliminée de la procédure de minimisation sans que cela n’affecte mathématiquement la solution. Précisons également que le durcissement de la forêt est, pour chaque système i , calculé sans considérer la densité ρ_i . En effet, considérer cette densité fait clairement apparaître une solution évidente plaçant le maximum de dislocations sur le système considéré sans que cela ne soit réellement justifié. Considérer les auto-interactions des GND n’est de plus pas physiquement justifié, comme nous le verrons en III.4.3.

L’analyse basée sur la courbure de réseau ne donnant exclusivement accès qu’aux dislocations géométriquement nécessaires, on ne pourra mesurer qu’une fraction de la densité totale. Il est également important de rappeler que le champ de rotation cristalline introduit par une dislocation coin est différent de celui introduit par une dislocation vis. Il est par conséquent nécessaire de différencier les deux populations de dislocations dans la procédure de minimisation.

Le problème mathématique posé revient finalement à rechercher l’expression minimale de la contrainte résolue sous la forme :

$$(\tau_{c,GND}^i)^2 = \sum_j a_{ij} (\rho_{GND,vis}^j + \rho_{GND,coin}^j) \quad (\text{II.40})$$

La contrainte minimum τ_c^i correspondant à chaque système i est ainsi calculée par le biais d’un algorithme simplex. Cette contrainte minimum est alors divisée par le facteur de Schmid F_s^i du système de glissement i de manière à aboutir à une minimisation de l’expression de la surface de charge cohérente avec le chargement appliqué à l’échantillon. L’expression choisie est finalement celle correspondant au système de glissement sur lequel la valeur de τ_c^i / F_s^i est minimale.

La méthode revient donc à calculer pour chaque système de glissement :

$$\sigma_{min} = \min_i \frac{((\tau_{c,GND}^i)^2 - a_{ii} (\rho_{GND,vis}^i + \rho_{GND,coin}^i))}{F_s^i} = \min_{i \neq j} \frac{(a_{ij} (\rho_{GND,vis}^j + \rho_{GND,coin}^j))}{F_s^i} \quad (\text{II.41})$$

Les densités de dislocations géométriquement nécessaires stockées dans la zone étudiée par microdiffraction ont donc été calculées en introduisant dans l’équation II.35 le gradient de désorientation κ_{ij} , calculé à partir des désorientations locales induites par la compression.

II.3.7 Mesure de l’augmentation des contraintes locales sous l’effet de la compression

Nous avons vu en II.3.2 que le traitement des clichés issus de l’analyse par microdiffraction Laue permettait d’accéder à la partie déviatorique du tenseur local des déformations élastiques. Il est donc possible de calculer les contraintes déviatoriques en chaque point de mesure.

Le tenseur des contraintes est relié au tenseur des déformations élastiques par le biais de la loi de Hooke :

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl} \cdot \varepsilon_{kl} \quad (\text{II.42})$$

Le tenseur des rigidités C_{ijkl} , d'ordre quatre, est constitué de vingt-et-une constantes élastiques indépendantes dans le cas d'un matériau anisotrope. Dans le cas du cuivre, matériau cubique, le nombre de ces constantes indépendantes se réduit à trois. La forme particulière de ce tenseur en symétrie cubique permet de généraliser la relation II.42 au cas des tenseurs déviatoriques :

$$\sigma_{ij}^D = C_{ijkl} \cdot \varepsilon_{kl}^D \quad (\text{II.43})$$

avec ε_{kl}^D et σ_{ij}^D la part déviatorique des tenseurs des déformations élastiques et des contraintes.

Le tenseur déviatorique des déformations élastiques est calculé, en un point de mesure, à partir de la mesure du déplacement relatif des différents pics de Bragg sur le cliché de Laue (annexe B). Des études préliminaires réalisées sur diverses lignes de microdiffraction ont cependant montré que la mesure des composantes XZ et YZ (en notant (X,Y,Z) le repère macroscopique de référence) du tenseur ε_{ij}^D nécessitait une mesure statistique sur un nombre de pics plus élevé que la mesure des autres composantes du tenseur (Robach (2009); Hofmann et al. (2011); Poshadel et al. (2012)). La mesure de ces deux composantes présente donc une forte erreur potentielle pour le nombre de pics utilisés pour ce calcul (entre quinze et vingt-cinq pics suivant les clichés). Par conséquent, toutes les composantes du tenseur σ_{ij}^D calculé par le biais de la loi de Hooke en symétrie cubique présenteront une incertitude forte liée à l'incertitude sur ces deux composantes du tenseur ε_{ij}^D . Les résultats de contraintes obtenus dans notre expérience présenteront donc un bruit important.

La contrainte résolue sur chaque système de glissement peut être calculée, en chaque point de mesure, à partir de l'expression du tenseur σ_{ij}^D :

$$\tau^k = s_{ij}^k \sigma_{ij} \quad (\text{II.44})$$

avec s_{ij}^k le tenseur de Schmid associé au système k, défini par :

$$s_{ij}^k = \frac{1}{2}(b_i n_j + b_j n_i) \quad (\text{II.45})$$

où \vec{b} et \vec{n} sont respectivement les vecteurs unitaires direction de cisaillement et normal au plan de glissement du système k . Ces deux vecteurs étant perpendiculaires, s_{ij}^k est un tenseur de trace nulle. La décomposition de l'équation II.44 en composantes déviatorique et hydrostatique du tenseur des contraintes peut alors se simplifier sous la forme :

$$\tau^k = s_{ij}^k (\sigma_{ij}^D + \sigma_{ij}^H) = s_{ij}^k \sigma_{ij}^D \quad (\text{II.46})$$

puisque :

$$s_{ij}^k \sigma_{ij}^H = \frac{\Delta}{3} (s_{11} + s_{22} + s_{33}) = 0 \quad (\text{II.47})$$

avec Δ la contrainte hydrostatique.

Il est ainsi intéressant de noter que lorsque l'on s'intéresse aux contraintes associées à l'activité de glissement plastique d'un matériau, l'analyse par microdiffraction Laue en faisceau blanc (qui permet la mesure exacte des composantes de cisaillement seules) est pertinente.

II.4 Analyse macroscopique de l'échantillon et de sa déformation

La section II.3 était consacrée à la présentation du post-traitement effectué sur nos données de microdiffraction Laue. Nous allons ici nous attacher à examiner les résultats qui sont en lien avec la caractérisation macroscopique de l'échantillon et de sa déformation. Nous commencerons par présenter les résultats ayant trait à l'orientation moyenne et à la désorientation entre grains, obtenus à partir de l'analyse de l'échantillon après compression. Nous étudierons ensuite les résultats liés à la déformation de cet échantillon, à travers la mesure de sa déformation macroscopique et l'identification des systèmes de glissement activés.

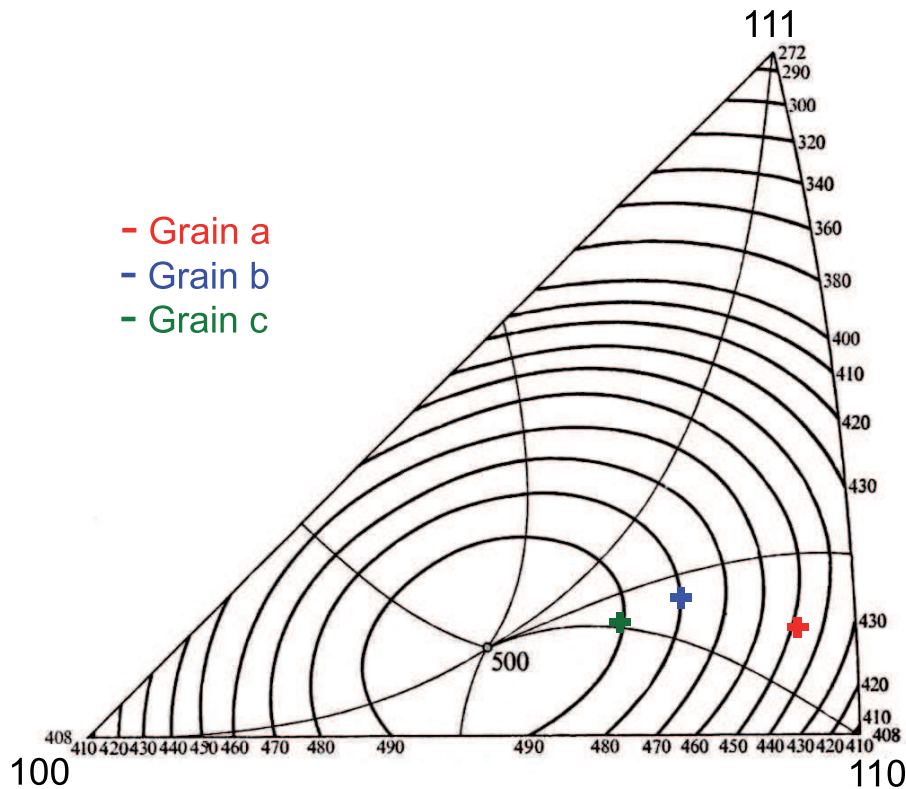


FIGURE II.16 – Orientation moyenne de l’axe de compression dans le repère cristallographique des trois grains. Des lignes d’isovaleur de facteur de Schmid, issues de l’ouvrage de Reid (1973), ont été rajoutées sur la figure.

II.4.1 Orientation moyenne des grains

Pour chaque cristal, un vecteur rotation moyen a été calculé selon la procédure décrite en II.3.3, à partir de l’ensemble des points de mesure du cristal situés à plus de vingt microns d’un joint de grains sur l’échantillon à l’état initial. Ces trois vecteurs rotation décrivent ainsi les rotations moyennes reliant les repères cristallographiques des trois grains au repère de référence, c’est-à-dire l’orientation moyenne des trois grains dans ce repère. Les angles d’Euler correspondant à ces vecteurs rotation moyens sont répertoriés table II.4.

On fait l’hypothèse qu’à la faible déformation imposée, le chargement est semblable à un chargement uniaxial dans les zones qui ne sont pas situées à proximité immédiate des joints. Ceci revient donc à faire l’hypothèse d’un chargement selon l’axe macroscopique (100), qui correspond à l’axe de compression.

L’orientation de cet axe macroscopique dans le repère cristallographique de chacun des trois grains a été calculée à partir des orientations moyennes obtenues, et les trois points correspondants ont été placés dans une figure de pôle inverse (pour une description détaillée de ce calcul, voir Hosford (1993)). Ces points, ramenés dans le triangle stéréographique standard, apparaissent figure II.16.

Notre étude visant à caractériser les tout premiers stades de la déformation plastique, associés à un faible glissement multiple et dans des conditions faisant intervenir le moins de systèmes de glissement possibles dans chaque grain, il est primordial de vérifier que notre expérience rentre bien dans ces critères.

La figure II.16 montre clairement que les grains *b* et *c* sont dans une configuration très favorable au glissement simple (la projection de l’axe de sollicitation dans le repère cristallographique de ces deux grains est proche du centre du triangle stéréographique). Cela est moins vrai pour le grain *a*, qui présente une projection de l’axe assez proche des bords du triangle. On

Joint	Désorientation entre grains
a - b	$51.3^\circ < 82, 57, 3 >$
a - c	$45.0^\circ < 79, 59, 16 >$
b - c	$31.0^\circ < 75, 54, 38 >$

TABLE II.2 – Désorientation entre les trois grains du tricristal à l'état initial. L'angle et les coordonnées de l'axe de la rotation (exprimées dans le repère macroscopique) correspondant à la désorientation sont donnés à chaque fois.

Série de mesure	Déformation selon \vec{X}	Déformation selon \vec{Y}
S1	-0.03%	0.04%
	-0.22%	-0.03%
S2	-0.07%	0.06%
	-0.20%	-0.17%

TABLE II.3 – Valeurs de la déformation macroscopique mesurées par corrélation d'images sur l'ensemble de l'échantillon (série S1) et sur la zone étudiée en microdiffraction Laue (série S2). Pour chaque série, la première mesure selon \vec{X} correspond à la mesure de la déformation entre les deux points de référence de la partie supérieure de l'image, alors que la seconde quantifie la déformation entre les deux points de référence de la partie inférieure. De même, la première mesure selon \vec{Y} correspond à la déformation entre les deux points à gauche de l'image, et la seconde à la déformation entre les deux points de droite.

peut en déduire que si glissement multiple il y a, il se produira d'abord dans le grain a . En effet, l'orientation de l'axe de sollicitation va rendre l'activation d'un second (voire d'un troisième) système de glissement relativement favorable. Il s'agira alors des systèmes représentés par les triangles de la figure de pôle inverse qui sont contigus aux bords dont est proche la projection de l'axe de sollicitation dans le repère du grain a (figure I.5).

II.4.2 Désorientation entre grains

La désorientation entre grains associée aux trois joints du tricristal de cuivre a été calculée à partir des orientations moyennes des cristaux à l'état initial. Ces désorientations entre grains, exprimées en terme de rotation autour d'un axe, sont répertoriées dans la table II.2.

On vérifie ainsi que les joints de grains de notre échantillon sont des joints généraux, ne présentant pas de caractère particulier. Aucun joint n'est donc de faible angle (on a toujours $\theta > 15^\circ$), ce qui signifie que l'intégration de dislocations dans les joints par le biais d'un processus de combinaison (indésirable ici) est peu probable (cf I.4.3).

II.4.3 Analyse de la déformation macroscopique de l'échantillon

Les séries de mesures $S1$ et $S2$, décrites en II.3.1, ont conduit à des résultats similaires, présentés dans le tableau II.3. Ces résultats sont assez dispersés, principalement du fait du manque de précision de la technique de mesure par corrélation d'images telle que nous l'avons mise en œuvre ici, pour la mesure de déformations aussi faibles que les nôtres. Nous pouvons néanmoins constater que la déformation macroscopique est inférieure à 0.2% dans la direction \vec{X} , direction de compression. On vérifie au passage que l'on est bien en compression selon cet axe (la déformation mesurée selon \vec{X} est négative), ce qui est cohérent avec notre hypothèse d'une contrainte de compression uniaxiale selon cet axe. La phase de déformation purement élastique du cuivre étant quasi inexistante, on vérifie ainsi que la déformation induite correspond bien aux tout premiers stades de la déformation plastique.

II.4.4 Identification des systèmes de glissement activés

Les coordonnées des normales et des directions de glissement de chaque système de glissement de l'échantillon ont été calculées, dans le repère macroscopique de référence, à partir des orientations moyennes. Les facteurs de Schmid des différents systèmes de glissement ont été alors calculés à partir de ces coordonnées et de l'orientation de l'axe de compression dans le repère de référence. Le tableau II.4 répertorie l'ensemble de ces systèmes de glissement.

Il a été vérifié que dans chaque grain, l'intersection des plans de glissement de plus hauts facteurs de Schmid (ceux marqués en rouge table II.4) avec le plan (\vec{X}, \vec{Y}) , plan de la surface de l'échantillon, était bien colinéaire à une série de bandes de glissement visibles après déformation. Tous ces systèmes, qui sont ceux présentant les plus forts facteurs de Schmid, ont donc bien été activés, conformément à la théorie. On constate également que pour chaque grain, le facteur de Schmid du système primaire répertorié table II.4 correspond bien à la ligne d'isovaleur de facteur de Schmid proche du point représentant l'orientation locale de l'axe de compression (figure II.16).

Une incertitude demeure toutefois quant à la possible co-activation des systèmes B4 et B2. En effet, ces deux systèmes étant coplanaires, ils se caractérisent par les mêmes bandes de glissement à la surface du grain. La simple analyse de l'orientation de ces bandes ne permet donc pas de déterminer qui de B4 et B2 (les deux pouvant avoir été activés simultanément) est actif.

L'analyse de la surface de l'échantillon ne montre pas de traces de glissement situées dans des grains contigus et aboutissant exactement au même endroit sur le joint séparant ces grains. Il semblerait donc que l'on n'observe pas le phénomène (peu probable) de transmission directe des dislocations à travers les joints.

Ainsi que nous l'avons envisagé lors de l'analyse de l'orientation de l'axe de compression dans le repère cristallographique des trois grains (figure II.16), le grain *a* s'est déformé en glissement multiple. Le grain *c* s'est quant à lui déformé en glissement simple, ce qui est là encore cohérent avec l'analyse faite en figure II.16.

L'observation de la surface de l'échantillon montre que le grain *b* s'est également déformé en glissement double. Le système primaire (D6) est très visible près du bord inférieur de l'échantillon, et le long d'une bande de glissement située près du joint *a-b*. D'autres bandes de glissement liées à la déformation de l'échantillon, très faiblement contrastées, sont également visibles dans la zone étudiée par microdiffraction Laue. Le système secondaire du grain (B5) est quant à lui clairement visible sur une zone s'étendant jusqu'à une distance d'un millimètre du point triple (cf figure II.11).

L'orientation de ce grain était pourtant favorable à une situation de glissement simple (cf II.4.1), surtout pour la faible déformation plastique imposée ($\varepsilon < 0.2\%$). Il est donc possible que l'activation du système B5 résulte de la relaxation de contraintes induites par la déformation plastique près des joints de grains et du point triple.

Pour finir, notons que l'activation du système C3 semble également résulter de l'activité d'un joint : ce système, dont le facteur de Schmid est le plus faible des systèmes activés de l'échantillon, n'est actif qu'au voisinage du grain *a-b* (cf schéma de droite de la figure II.11). Les traces de glissement associées aux systèmes B2 et B4 sont de plus peu visibles dans cette zone d'activité du système C3. Il semble donc que C3 ait été activé en raison de conditions particulières au joint *a-b*.

II.4.5 Calcul de la contrainte résolue sur les systèmes activés

La contrainte mesurée en fin de compression était de 22.46 MPa. Cette contrainte a été résolue sur chacun des systèmes activés de l'échantillon par le biais de l'équation I.17. Les valeurs de contraintes résolues ainsi obtenues sont présentées table II.5.

La densité de dislocations forêt sur chaque système a été calculée à partir de la relation II.15, en prenant $\alpha = 0.35$, $\mu = 42$ GPa et $b = 2.5525 \cdot 10^{-10}$ m⁻². La densité ainsi calculée sur le

Grain	Angles d'Euler moyens			Système de glissement	Facteur de Schmid
	ϕ_1	Φ	ϕ_2		
a	349.0°	38.4°	327.1°	A2= $(\bar{1}11)[0\bar{1}1]$	0.06
				A3= $(\bar{1}11)[101]$	0.05
				A6= $(\bar{1}11)[110]$	0.12
				<i>B2=$(111)[01\bar{1}]$</i>	<i>0.41</i>
				<i>B4=$(111)[\bar{1}01]$</i>	<i>0.45</i>
				B5= $(111)[\bar{1}10]$	0.04
				C1= $(\bar{1}\bar{1}1)[011]$	0.34
				<i>C3=$(\bar{1}\bar{1}1)[101]$</i>	<i>0.39</i>
				C5= $(\bar{1}\bar{1}1)[\bar{1}10]$	0.05
				D1= $(1\bar{1}1)[011]$	0.01
				D4= $(1\bar{1}1)[10\bar{1}]$	0.01
				D6= $(1\bar{1}1)[110]$	0.02
b	80.4°	35.0°	269.1°	A2= $(\bar{1}11)[0\bar{1}1]$	0.01
				A3= $(\bar{1}11)[101]$	0.03
				A6= $(\bar{1}11)[110]$	0.02
				B2= $(111)[01\bar{1}]$	0.24
				B4= $(111)[\bar{1}01]$	0.15
				<i>B5=$(111)[\bar{1}10]$</i>	<i>0.40</i>
				C1= $(\bar{1}\bar{1}1)[011]$	0.13
				C3= $(\bar{1}\bar{1}1)[101]$	0.23
				C5= $(\bar{1}\bar{1}1)[\bar{1}10]$	0.11
				D1= $(1\bar{1}1)[011]$	0.36
				D4= $(1\bar{1}1)[10\bar{1}]$	0.12
				<i>D6=$(1\bar{1}1)[110]$</i>	<i>0.48</i>
c	285.5°	32.3°	83.1°	A2= $(\bar{1}11)[0\bar{1}1]$	0.22
				A3= $(\bar{1}11)[101]$	0.20
				A6= $(\bar{1}11)[110]$	0.42
				B2= $(111)[01\bar{1}]$	0.02
				B4= $(111)[\bar{1}01]$	0.09
				B5= $(111)[\bar{1}10]$	0.07
				C1= $(\bar{1}\bar{1}1)[011]$	0.33
				C3= $(\bar{1}\bar{1}1)[101]$	0.16
				<i>C5=$(\bar{1}\bar{1}1)[\bar{1}10]$</i>	<i>0.49</i>
				D1= $(1\bar{1}1)[011]$	0.14
				D4= $(1\bar{1}1)[10\bar{1}]$	0.27
				D6= $(1\bar{1}1)[110]$	0.14

TABLE II.4 – Caractéristiques des trois grains du cristal. La seconde colonne donne l'orientation moyenne de chaque grain, exprimée par le biais d'angles d'Euler en convention Bunge. Les deux dernières colonnes répertorient l'ensemble des systèmes de glissement de l'échantillon et le facteur de Schmid associés. Les systèmes suspectés d'avoir été activés (d'après l'orientation des traces de glissement visibles à la surface de l'échantillon après compression et les valeurs de facteurs de Schmid) sont identifiés en écriture italique rouge.

Système	Grain	τ_{app} (MPa)	ρ_f ($\cdot 10^{12}m^{-2}$)
C5	<i>c</i>	11.01	8.60
D6	<i>b</i>	10.78	8.26
B4	<i>a</i>	10.11	7.26
B2	<i>a</i>	9.21	6.02
B5	<i>b</i>	8.98	5.73
C3	<i>a</i>	8.76	5.45

TABLE II.5 – Valeurs des contraintes appliquées résolues sur chacun des systèmes activés et densités de dislocations correspondantes.

système s correspond à la densité de dislocations de forêt sur ce système, en fin de compression. Rentre dans cette densité de forêt l'ensemble des dislocations situées sur les systèmes de l'échantillon différents de s , ainsi que l'ensemble des SSD du système s (en effet, considérer les GND sur ce système n'est pas justifié physiquement, voir III.4.3).

II.4.6 Conclusions sur les caractérisations macroscopiques

La mesure de la déformation macroscopique de l'échantillon montre que la déformation imposée est très faible ($< 0.2\%$), comme souhaité. La phase élastique du cuivre étant quasi inexistante, ce sont bien les tout premiers stades de la déformation plastique du cuivre qui ont été étudiés.

La déformation du tricristal s'est effectuée par glissement simple du grain c et par glissement multiple des grains a et b . Les systèmes activés sont en bonne cohérence avec les prédictions issues du calcul des facteurs de Schmid.

Les caractérisations montrent que l'on est en présence de joints généraux. La déformation, imposée à température ambiante, est de plus demeurée faible. On peut donc s'attendre à une interaction entre dislocations et joints de grains principalement sous la forme d'empilements tridimensionnels de dislocations aux joints (cf partie I.4). Il est néanmoins possible que l'activation des systèmes C3 (grain a) et B5 (grain b) résulte de conditions particulières inhérentes au voisinage des joints a - b et b - c . Selon cette hypothèse, ces joints (ou leurs voisinages) se seraient comportés comme des sites favorisant localement la multiplication de dislocations depuis des sources situées sur des systèmes de glissement à plus faible facteur de Schmid.

II.5 Analyse locale des mécanismes de déformation plastique près des joints de grains

II.5.1 Influence des joints sur les champs mécaniques à l'échelle microscopique dans l'échantillon non déformé

Nous allons nous intéresser ici aux champs mécaniques dans l'échantillon à l'état initial, c'est-à-dire avant compression. Cette analyse vise à vérifier que notre expérience part bien d'un état initial « propre », c'est-à-dire ne présentant pas d'impact fort des joints de grains sur ces champs locaux.

Orientations et courbures locales

La figure II.17 présente la cartographie EBSD réalisée sur le tricristal avant déformation. Elle montre que les grains ne présentaient pas d'hétérogénéité d'orientation marquée à cette étape de l'expérience.

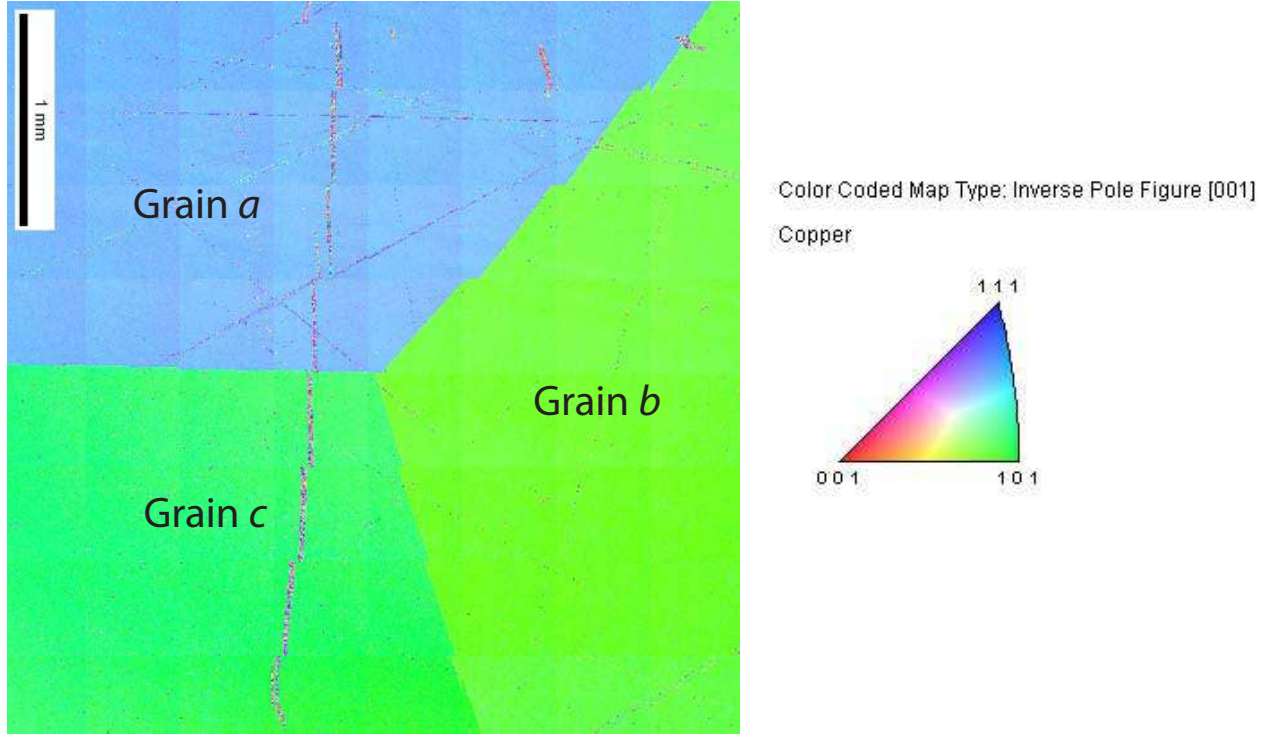


FIGURE II.17 – Cartographie donnant l’orientation de la normale à la surface du tricristal dans le repère cristallin, obtenue par une mesure EBSD avant déformation. Le code couleur donne l’impression que les grains b et c ont une orientation très similaire : cette impression est trompeuse, comme le montrera la mesure de la désorientation entre ces deux grains, présentée table II.2.

La résolution angulaire de l’EBSD utilisée pour cette étude est de l’ordre de 0.2° , soit bien inférieure à la résolution obtenue en microdiffraction Laue (de l’ordre de 0.01°). Les mesures de microdiffraction Laue réalisées à l’état initial nous ont permis d’accéder à l’orientation initiale \mathbf{U}_i en chaque point de mesure. Afin de visualiser les écarts d’orientation locale sur l’échantillon, l’écart à l’orientation moyenne du grain a été calculée en chaque point, par le biais d’une matrice $\mathbf{U}_{i,\text{écart}}$ définie par :

$$\mathbf{U}_{i,\text{écart}} = \mathbf{U}_{\text{moy}}^T \cdot \mathbf{U}_i \quad (\text{II.48})$$

Dans cette relation, la matrice d’orientation moyenne \mathbf{U}_{moy} de chaque grain est la matrice correspondant aux angles d’Euler donnés table II.4 (la relation liant angles d’Euler et matrice de rotation est donnée dans l’annexe A). L’angle $\theta_{0,\text{écart}}$ de la rotation $\mathbf{U}_{i,\text{écart}}$ a été obtenu par application de l’expression II.8 :

$$\theta_{0,\text{écart}} = \frac{\text{Tr}(\mathbf{U}_{i,\text{écart}}) - 1}{2} \quad (\text{II.49})$$

L’évolution spatiale de $\theta_{0,\text{écart}}$ est présentée figure II.18 (a).

Cette figure confirme que l’échantillon ne présente pas d’hétérogénéités d’orientation importantes à l’état initial. Elle révèle surtout que les joints de grains ont peu d’influence sur ces variations d’orientation. Les variations mesurées près des joints sont en effet de l’ordre de grandeur des fluctuations mesurées à l’intérieur des grains (comprises entre 0.1° et 0.5°).

Dans le but de fournir une comparaison avec les mesures du gradient de désorientation associé à la compression (cf II.3.5 et II.5.2), la courbure de réseau correspondant à l’état initial a été calculée à partir de l’application de la relation II.20 aux matrices $\mathbf{U}_{i,\text{écart}}$:

$$\kappa_{ij} = \frac{\Delta\theta_{i,\text{écart}}}{\Delta x_j} \quad (\text{II.50})$$

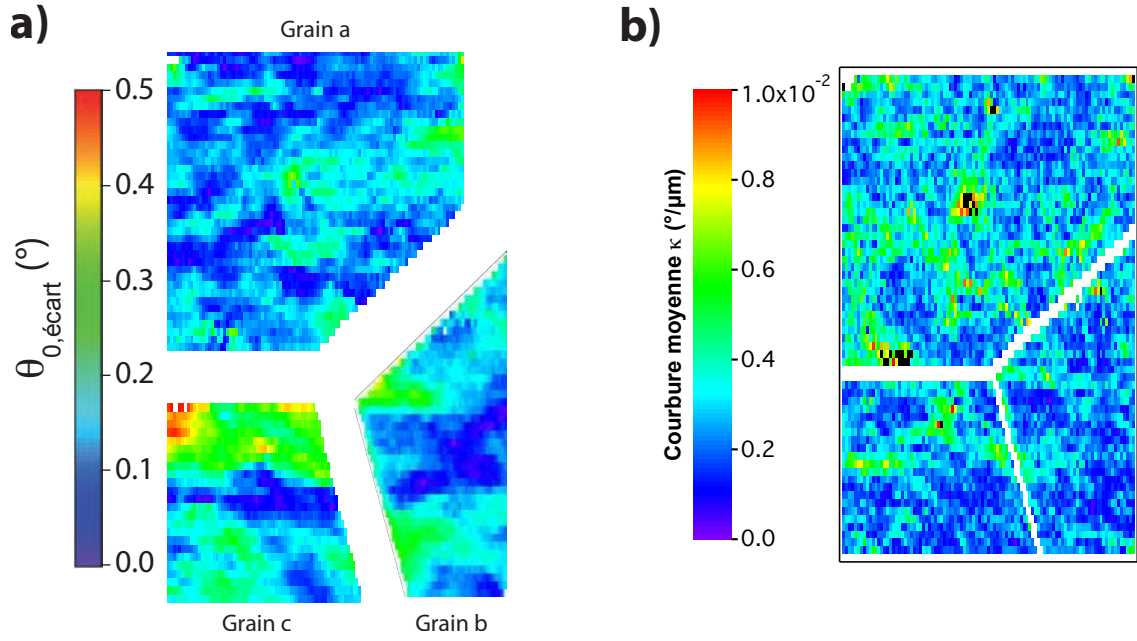


FIGURE II.18 – (a) Évolution de l'angle $\theta_{0,\text{écart}}$ de la rotation locale par rapport à l'orientation moyenne dans chaque grain, à l'état initial. (b) Évolution de la courbure de réseau $\bar{\kappa}$ à l'état initial.

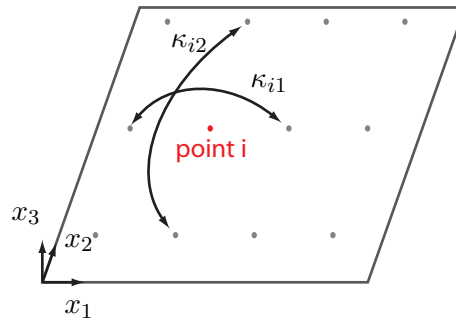


FIGURE II.19 – Illustration de la méthode de calcul du tenseur κ_{ij}

avec $\theta_{i,\text{écart}}$ le vecteur rotation local obtenu à partir de l'application de l'équation II.9 à la matrice $\mathbf{U}_{i,\text{écart}}$. La définition des différentiels de désorientation et de longueur utilisée pour le calcul de κ_{ij} est donnée en figure II.19.

L'évolution de la courbure de réseau moyenne $\bar{\kappa}$, obtenue par application de l'équation II.21 au tenseur de courbure local κ_{ij} , est présentée figure II.18 (b).

On note des variations de courbure non négligeables (de l'ordre de $0.6^\circ/\mu\text{m}$) dans l'échantillon, signe d'un important stockage de GND à l'état initial. Les zones de fortes courbures ne sont pas spécialement concentrées près des joints, ce qui semble montrer que ce stockage initial n'est pas lié à la présence des joints.

À la lumière de ces résultats d'orientation locale à l'état initial, il apparaît qu'en l'absence de déformation plastique les joints de grains ont peu d'influence sur l'orientation locale des zones situées dans leur voisinage immédiat.

Densités de dislocations géométriquement nécessaires

Les clichés de diffraction obtenus lors de l'analyse de l'état initial montrent des pics déjà très étalés à cette étape (voir par exemple figure II.13), signe d'un important stockage de GND dans les grains avant compression. Il est probable que ces dislocations aient été stockées dans le cristal lors de la préparation de l'échantillon. La présence de cet important stockage de GND est compatible avec les niveaux de contrainte et de densité de dislocations de forêt obtenus lors de l'analyse macroscopique (table II.5).

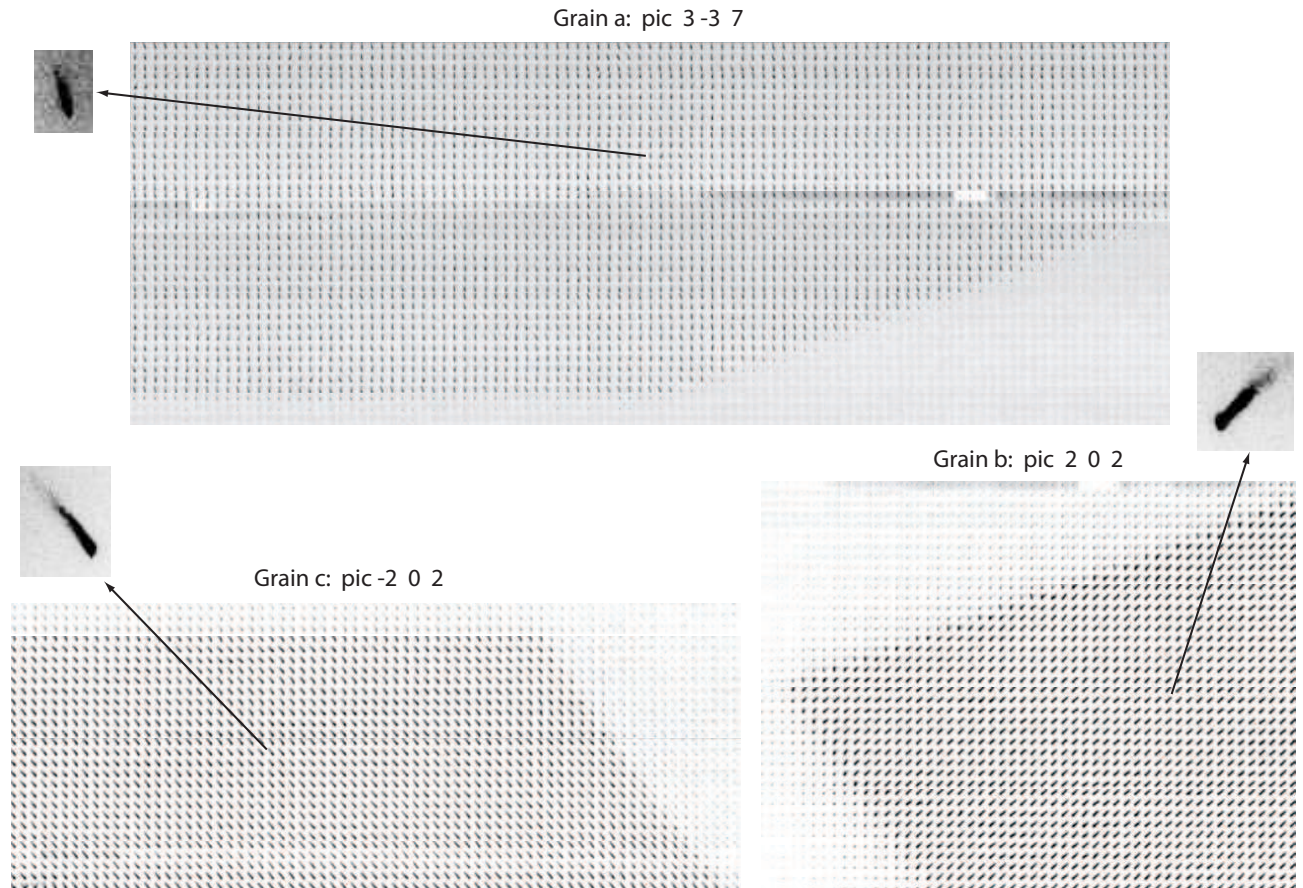


FIGURE II.20 – Évolutions de pics à l'état initial, pour chaque grain. Les pics sont déjà étalés, signe d'une importante présence de dislocations géométriquement nécessaires dans les cristaux à l'état initial. Cet étalement est relativement constant dans l'échantillon, signe que cette densité initiale est globalement homogène dans l'échantillon.

Une étude morphologique des pics montre que ce stockage est à peu près homogène dans l'échantillon (figure II.20). Cette elongation initiale correspond à celle pouvant être provoquée par des GND coins des systèmes A2 et D4 pour le grain *a*, et par des GND coins du système B4 pour le grain *c*. En revanche, elle ne correspond à aucun système de dislocations purement coins dans le grain *b*. L'objectif de nos mesures de densités de dislocations étant de mesurer les profils de stockage dus à la déformation plastique, ce stockage initial n'est pas dérangeant en soi. Sa présence nous apprend seulement que nous risquons d'induire des interactions de forêt relativement importantes lors de la déformation. Il nous faudra cependant trouver un moyen de corriger les calculs de densité stockée durant la déformation plastique afin qu'ils ne soient pas influencés par cette densité initiale (cf II.5.3).

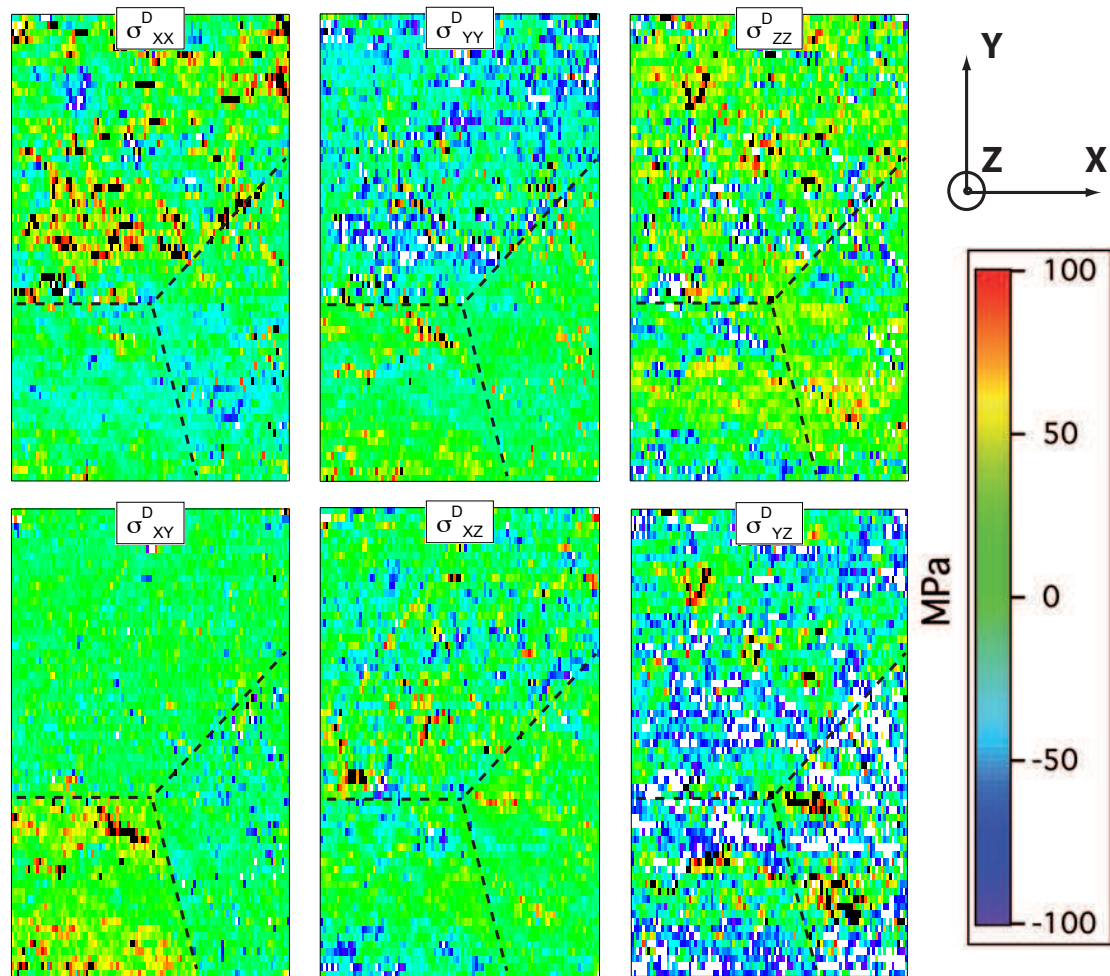


FIGURE II.21 – Évolution des composantes du tenseur déviatorique local des contraintes dans l'échantillon avant compression. Le repère d'expression du tenseur est le repère macroscopique de référence présenté figure II.11. Les points en noir sont les points présentant une valeur de contrainte plus forte que 100 MPa, les points en blanc sont les points présentant une valeur de contrainte plus faible que -100 MPa. Les variations observées ne semblent pas réalistes pour une limite élastique de 22 MPa.

Contraintes locales

La part déviatorique du tenseur local des contraintes a été calculée à partir des mesures de microdiffraction sur le tricristal avant compression. L'évolution des composantes de ce tenseur dans le repère de référence $(\vec{X}, \vec{Y}, \vec{Z})$ est présentée figure II.21. Les variations de contraintes mesurées sont très importantes et sont difficilement crédibles si l'on considère que l'on a affaire à un polycristal de cuivre avant déformation. Bien qu'une faible part de ces contraintes puisse s'expliquer par la présence de GND à l'état initial, l'explication la plus vraisemblable de ces fortes variations réside dans l'imprécision de la mesure. En effet, nos pics sont déjà très étalés à l'état initial, ce qui rend très difficile l'identification automatique du centre de ces pics. Or la moindre erreur de positionnement des pics peut mener à une surestimation très importante de la déformation calculée. À cette surestimation des déformations élastiques correspond une surestimation des contraintes, ce qui explique les très fortes valeurs de contrainte que l'on obtient.

Notons tout de même qu'il n'apparaît pas de région caractérisée par une forte concentration de contraintes.

Bilan

Les caractérisations locales de l'échantillon à l'état initial ne montrent pas d'influence des joints de grains sur les champs locaux de rotation et de densités de dislocations avant compression. On est donc sûr que les éventuelles concentrations de ces champs locaux aux joints que l'on pourra mesurer lors de l'analyse des effets de la compression seront caractéristiques de la déformation plastique. Les calculs de contrainte à l'état initial sont très bruités. On relève cependant que ces calculs ne font pas apparaître de zone caractérisée par une forte concentration de contraintes.

II.5.2 Impact des joints sur la rotation et la courbure cristallines induites par la déformation plastique

L'évolution spatiale de l'angle de la matrice de désorientation ω a été calculée grâce à la relation II.8. Les angles ainsi calculés peuvent contenir une part de rotation de corps rigide de l'échantillon, du fait d'un réalignement des faces en compression sous l'effet de la déformation appliquée. Comme il est très difficile de calculer précisément l'importance de cette rotation de corps rigide, il est très difficile de connaître quantitativement la part de rotation cristalline due à la déformation plastique. Il est ainsi difficile de définir un point de mesure correspondant à une rotation nulle à partir de ce calcul. Cela ne signifie cependant pas que l'information relative à la rotation n'a pas d'intérêt, car le différentiel de rotation entre deux points de mesure est lui clairement défini.

La figure II.22 révèle la présence de zones présentant une désorientation marquée, situées le long de bandes de glissement associées à la déformation du système C3 et au voisinage du grain $a - b$ dans le grain a . La rotation du cristal a eu lieu de manière différente à l'emplacement de ces bandes de glissement et dans le reste de l'échantillon. Comme nous ne connaissons pas l'ampleur ni le sens de l'éventuelle rotation de corps rigide associée à la déformation, il n'est pas possible de dire si la part de rotation due à la déformation plastique est plus ou moins importante dans ces zones particulières, par rapport au reste de l'échantillon. Cependant, il apparaît clairement que ces zones ont un comportement particulier. Les grains b et c présentent comparativement une rotation plus homogène, à l'exception d'une zone de rotation marquée située près du point triple dans le grain c .

La cartographie de droite présente quant à elle l'évolution du gradient de désorientation moyen $\bar{\kappa}$, tel que défini par la relation II.21 à partir d'un tenseur κ , calculé à partir des différentiels de désorientation et de longueur définis figure II.19 :

$$\kappa_{ij} = \frac{\Delta\theta_i}{\Delta x_j} \quad (\text{II.51})$$

avec θ_i le vecteur rotation local associé à la matrice de désorientation ω .

Parce que calculer ce différentiel entre deux points appartenant à des grains différents n'a pas de sens, ce calcul n'a pas été effectué lorsque les matrices d'orientation initiale T_i des deux points utilisés correspondaient à des rotations différant de plus de 1° . Le gradient n'a donc pas été calculé au voisinage immédiat des joints de grains (c'est-à-dire aux points ayant pour voisin un point situé dans un autre grain). Ceci explique les points non calculés à ces endroits, représentés en blanc sur la cartographie de droite de la figure II.21, et qui correspondent à une zone d'une dizaine de microns des deux côtés de chaque joint.

La figure II.22 met en évidence la présence d'un gradient de désorientation plus élevé le long des deux faces des joints $a - b$ et $b - c$, le long du joint $a - c$ côté grain a , et le long des bandes de glissement du système C3. Ces forts gradients sont mesurés dans des zones clairement identifiées (près des joints et des bandes de glissement de C3), qui ne correspondaient pas à des zones de courbure marquée à l'état initial (figure II.18). Ces zones de forts gradients de désorientations sont donc révélatrices d'un stockage accru de GND près d'hétérogénéités structurales, sous l'effet de la déformation plastique du polycristal.

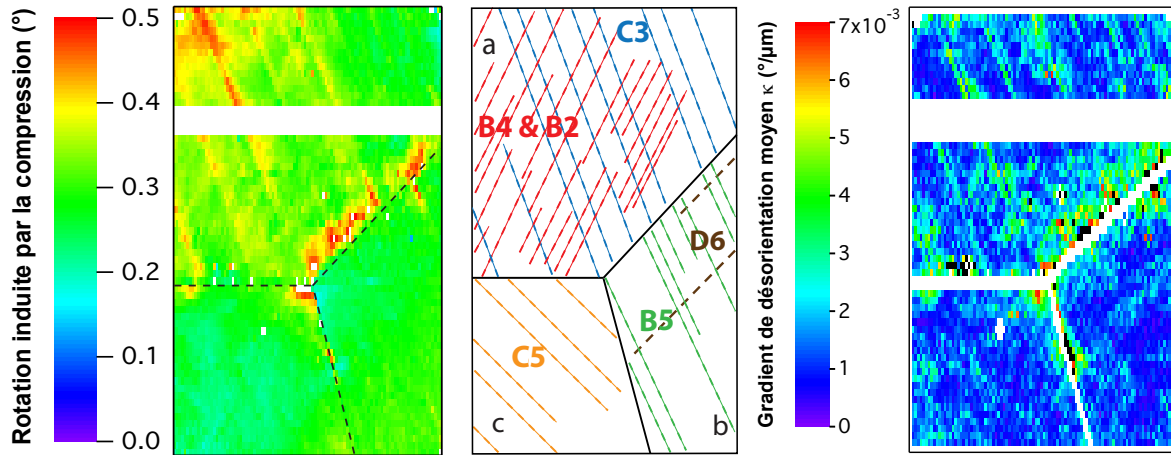


FIGURE II.22 – A gauche : évolution de l’angle de la désorientation cristalline locale induite par la compression de l’échantillon. Au centre : position exacte des bandes de glissement observées au microscope optique en surface de la zone étudiée par microdiffraction Laue. À droite : évolution du gradient moyen de la désorientation cristalline locale représentée sur la figure de gauche. La présence de gradients plus importants le long des joints et de certaines bandes de glissement est le signe d’un stockage de dislocations polarisées à ces endroits sous l’effet de la déformation plastique de l’échantillon. Dans les deux cartographies, les points blancs correspondent à des points non mesurés en microdiffraction Laue ou à des points où le calcul n’a pas été fait. La bande blanche correspond à une zone non mesurée pour cause d’une coupure du faisceau durant la mesure de l’état déformé à l’ESRF.

Dans le but de quantifier l’influence des joints de grains sur le gradient de désorientation, l’évolution de ce gradient a été étudiée, à partir des données présentées sur la cartographie de droite de la figure II.22, le long de lignes perpendiculaires à chaque joint de grain. Suivant le joint de grains considéré, cette évolution a été relevée le long de 20 à 45 lignes normales au joint, séparées d’au moins $3 \mu\text{m}$. L’évolution du gradient de rotation moyen avec la distance au joint a alors été calculée, pour chaque joint, à partir de la moyenne arithmétique de ces différentes lignes. Les résultats de ces calculs sont présentés figure II.23.

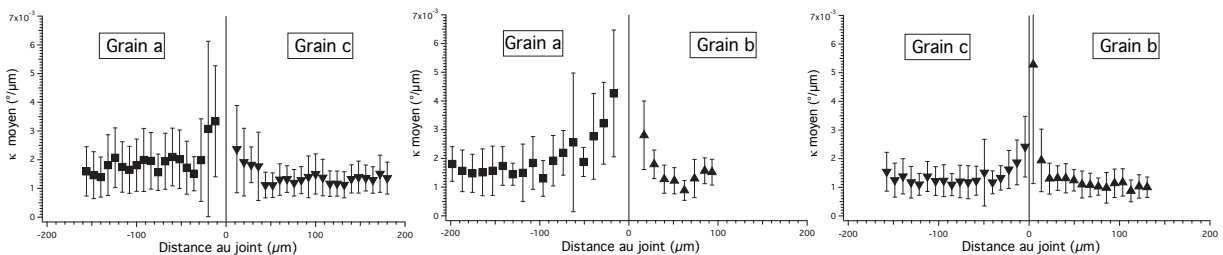


FIGURE II.23 – Évolution du gradient de désorientation moyen avec la distance aux joints de grains. Ces gradients moyens ont été calculés à partir de l’évolution de 20 à 45 lignes (suivant le joint étudié) normales aux joints. Les barres d’erreur correspondent à l’écart-type sur les valeurs moyennées. Le résultat montre clairement la présence de gradients plus importants aux joints de grains, révélateurs de stockage de dislocations géométriquement nécessaires à cet endroit.

Les courbes de la figure II.23 révèlent la présence d’une zone de fort gradient de désorientation à l’approche de tous les joints de grains, observable jusqu’à $50 \mu\text{m}$ du joint pour la zone la plus étendue. Cette analyse met ainsi en évidence le stockage de dislocations géométriquement nécessaires aux joints de grains lors de l’écroutissage du polycristal. Il faut cependant relever que les valeurs du gradient de désorientation moyen dans ces zones restent faibles (de l’ordre de quelques millièmes de $^\circ/\mu\text{m}$).

II.5.3 Stockage de dislocations géométriquement nécessaires aux joints

Détermination par une analyse de la morphologie des pics de diffraction

L'analyse de pics sur les données issues de la compression du tricristal de cuivre, décrite en II.3.6, pose deux problèmes :

- Les pics issus de l'analyse de l'état initial présentent déjà un aspect étalé, probablement dû à des dislocations introduites lors de la mise en œuvre de l'échantillon
- L'utilisation de l'équation II.22, bien justifiée dans un cas de glissement simple, l'est beaucoup moins dans le cas d'un glissement multiple tel qu'observé dans le grain a

Par conséquent, nous avons décidé d'analyser l'étalement des pics de diffraction dans la direction théorique d'étalement liée à l'activité de chaque système de glissement i activé lors de la compression de l'échantillon, puis d'approximer la densité de GND du système i en appliquant l'équation II.22 à cet étalement. Cependant, l'application brute de cette méthode surestime vraisemblablement les densités de GND du système i aux deux étapes de mesure, car il est très probable qu'une part de l'étalement ainsi mesuré corresponde à l'étalement initial. Nous avons donc choisi de ne travailler que sur l'augmentation de la densité de GND sous l'effet de la compression, qui correspond au différentiel des densités obtenues à partir des deux étapes de mesure, et non sur les données de ces étapes en elles-mêmes. L'accroissement de la densité de GND de chaque système de glissement impliqué dans le glissement multiple a ainsi été approximé comme étant équivalent à celui qu'aurait généré ce système en glissement simple.

La densité de GND associée à chaque système de glissement activé lors de la compression du tricristal a ainsi été calculée, en chaque point mesuré par microdiffraction Laue, à partir de la formule II.22, aux deux étapes de mesure. L'augmentation de la densité de GND associée à la déformation plastique induite par la compression a ensuite été calculée pour chaque système activé i :

$$(\rho_{GND}^i)_{compression} = (\rho_{GND}^i)_{deforme} - (\rho_{GND}^i)_{initial} \quad (II.52)$$

La quantité ainsi calculée correspond donc à la densité de GND stockée sur le système i durant la déformation plastique. Les résultats de ces mesures sont présentés figure II.24.

Le grain c s'est déformé en glissement simple, sous l'action du système C5. L'analyse dans ce grain a donc été menée de manière à mesurer l'augmentation de la densité de GND du système C5 exclusivement. Les résultats montrent un stockage de GND essentiellement concentré aux joints de grains. On mesure ainsi une augmentation de densité comprise entre 1 et $2 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-2}$ le long du joint $b - c$ et de la partie supérieure du joint $a - b$. Comparativement, le stockage mesuré à l'intérieur du grain est plus faible (de l'ordre de $5 \cdot 10^{11} \text{ m}^{-2}$), ce qui renforce l'hypothèse d'une déformation du grain s'accompagnant d'un stockage de GND aux joints.

Les deux systèmes de glissement activés du grain b ont été étudiés. On mesure un stockage de GND du système D6 plutôt localisé près du joint $a - b$ et de la partie supérieure du joint $b - c$, et un stockage de GND du système B5 essentiellement concentré près de la partie supérieure du joint $b - c$. Ces stockages près des joints sont de l'ordre de 1 à $2 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-2}$. Le stockage sur ces deux systèmes est faible à l'intérieur du grain.

L'analyse optique des systèmes activés dans le grain a n'a pas permis de déterminer si deux ou trois systèmes avaient été activés (cf II.4.4). Dans le doute, l'augmentation de la densité de GND sur les trois systèmes potentiellement actifs (B4, B2 et C3) a donc été mesurée. On trouve un stockage de GND sur les trois systèmes, de l'ordre de 1 à $2 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-2}$. Ce stockage apparaît à la fois au niveau des joints de grains et à l'intérieur du cristal, avec une concentration au niveau des bandes de glissement associées à la déformation du système C3 dans le second cas (cf figure II.22). Le stockage apparaît globalement plus important sur les systèmes B2 et C3 que sur le système B4, alors que ce dernier système présente le plus fort facteur de Schmid. Il est cependant possible que l'étalement du pic selon une direction particulière impacte la mesure

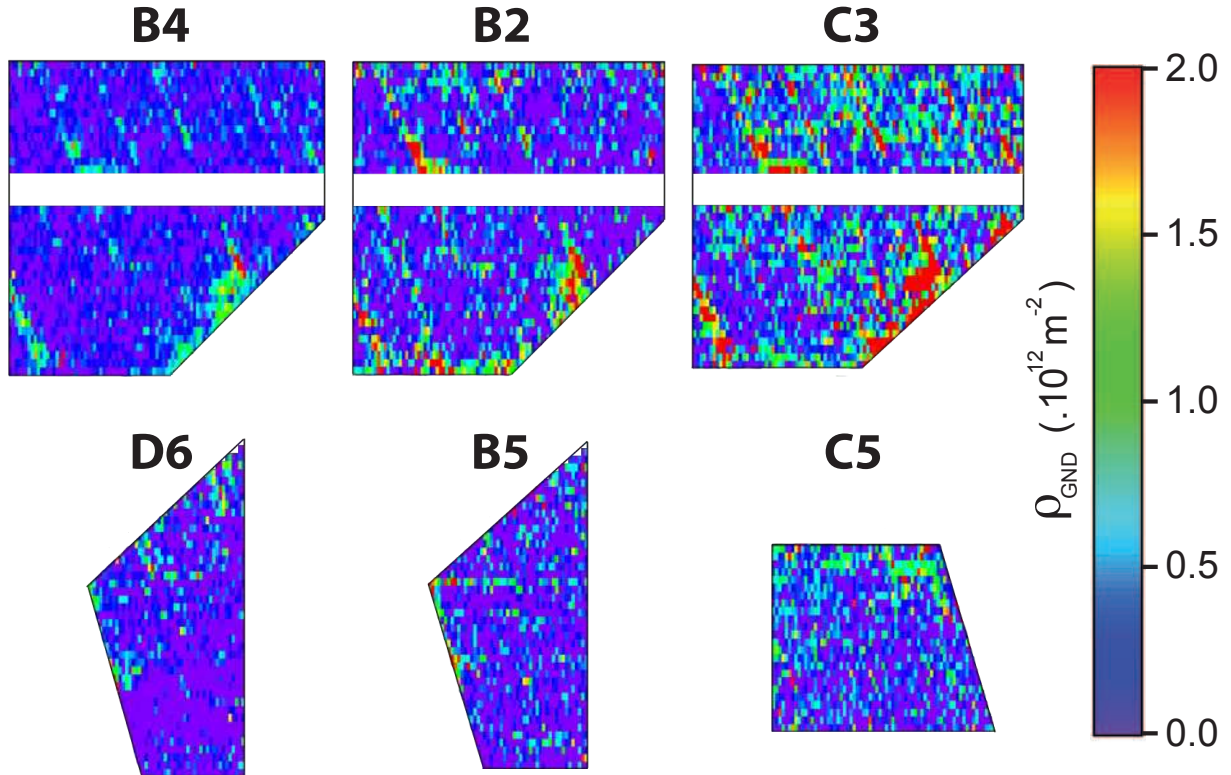


FIGURE II.24 – Stockage de GND sur les systèmes activés, obtenu par une analyse morphologique des pics de diffraction. Pour chaque système de glissement, la densité de GND correspond à la densité moyenne calculée à partir des densités mesurées sur huit pics de diffraction.

de l'étalement dans d'autres directions, de sorte qu'il est difficile, à ce stade, de déterminer le système responsable de ce stockage.

L'analyse révèle donc que la déformation du polycristal à faible déformation se caractérise principalement par un stockage de GND près des joints de grain (le cas du grain a apparaissant comme un cas particulier). La mesure précise de cette concentration aux joints est cependant impossible, du fait de la résolution spatiale utilisée lors de l'expérience. En effet, les points de mesure les plus proches du joint $a - b$ lui sont distants d'environ $4.5 \mu\text{m}$. Bien que cette distance minimale soit réduite à $4 \mu\text{m}$ dans le cas du joint $a - c$ et à $2 \mu\text{m}$ dans celui du joint $b - c$, le fait est qu'il nous est impossible de mesurer la densité GND stockée au voisinage immédiat du joint de grain. Il est ainsi fort probable que les densités mesurées près des joints ne soient que la « queue » d'empilements de dislocations contre le plan du joint, et que la densité au voisinage immédiat du joint soit beaucoup plus importante.

Afin de vérifier une éventuelle influence à longue portée des joints de grains sur le stockage de GND, l'évolution des densités moyennes de dislocations en fonction de la distance normale aux joints a été étudiée. Cette évolution est présentée figure II.25 pour plusieurs systèmes de glissement activés. Les systèmes représentés sont ceux présentant le plus fort stockage de GND dans la zone étudiée dans le cas des grains b et c , et le système B4 dans le cas du grain a (pour des raisons qui seront explicitées en II.5.3). Les résultats complets sont présentés en annexe (annexe D)

Du fait de la forte dispersion de l'augmentation de la densité de dislocations mesurée suivant les zones du grain, ces évolutions moyennes présentent un écart-type important. Elles révèlent toutes la présence d'un gradient de concentration de GND stockées, qui s'étend sur une distance de 30 (pour les systèmes B5 et D6) à $80 \mu\text{m}$ (pour le système B4 près du joint $a-b$). La déformation

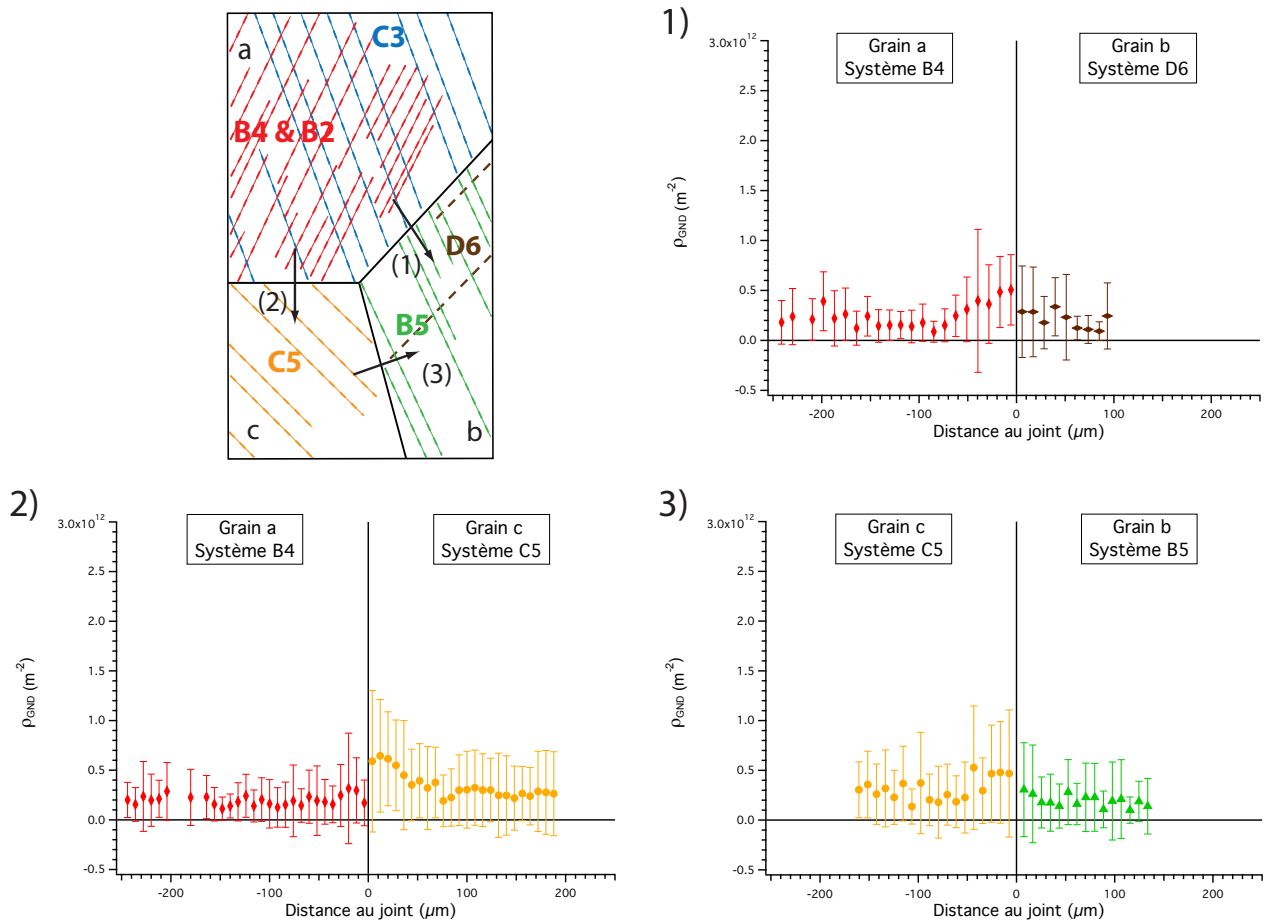


FIGURE II.25 – Évolution de la densité de dislocations moyenne, mesurée à partir de l'étalement des pics dans la direction théorique d'étalement pour chaque système activé, avec la distance au joint. Les barres d'erreurs correspondent à l'écart-type sur les valeurs moyennées.

du polycristal se caractérise donc par la formation de gradients de concentration de GND, qui prennent leur source aux joints et qui s'étendent sur des distances relativement importantes. Ces gradients sont visibles même à faible déformation, comme c'est le cas dans cette expérience ($\varepsilon < 0.2\%$). Cependant cette concentration de GND étendue est (en moyenne) de faible intensité : elle ne dépasse en effet pas $5 \cdot 10^{11} \text{ m}^{-2}$, valeur très faible en comparaison de la densité de dislocations forêts sur ces systèmes présentée table II.5.

Détermination par le biais d'une analyse du tenseur de dislocations

Les densités de GND stockées lors de la déformation plastique ont été mesurées par le biais d'une analyse basée sur la mesure locale du tenseur de dislocations, selon la méthode décrite en II.3.6. En préalable à cette analyse, il a été vérifié que les densités obtenues dépendaient peu du type de calcul du gradient (premier ou second voisin). Pour cette analyse, nous avons choisi d'utiliser la méthode de calcul schématisée figure II.19.

Les densités mesurées sur chacune des configurations coins ou vis existante, obtenues grâce à cette analyse, sont présentées en annexe E). Les densités obtenues avec le critère en énergie (équation II.36) sont également présentées dans cette annexe, pour comparaison. Les densités totales (c'est-à-dire la somme des densités de signe positif et des densités de signe négatif) mesurées sur chacun des systèmes activés sont présentées figure II.26.

Ces résultats indiquent un stockage de GND relativement important dans le grain *a*, alors

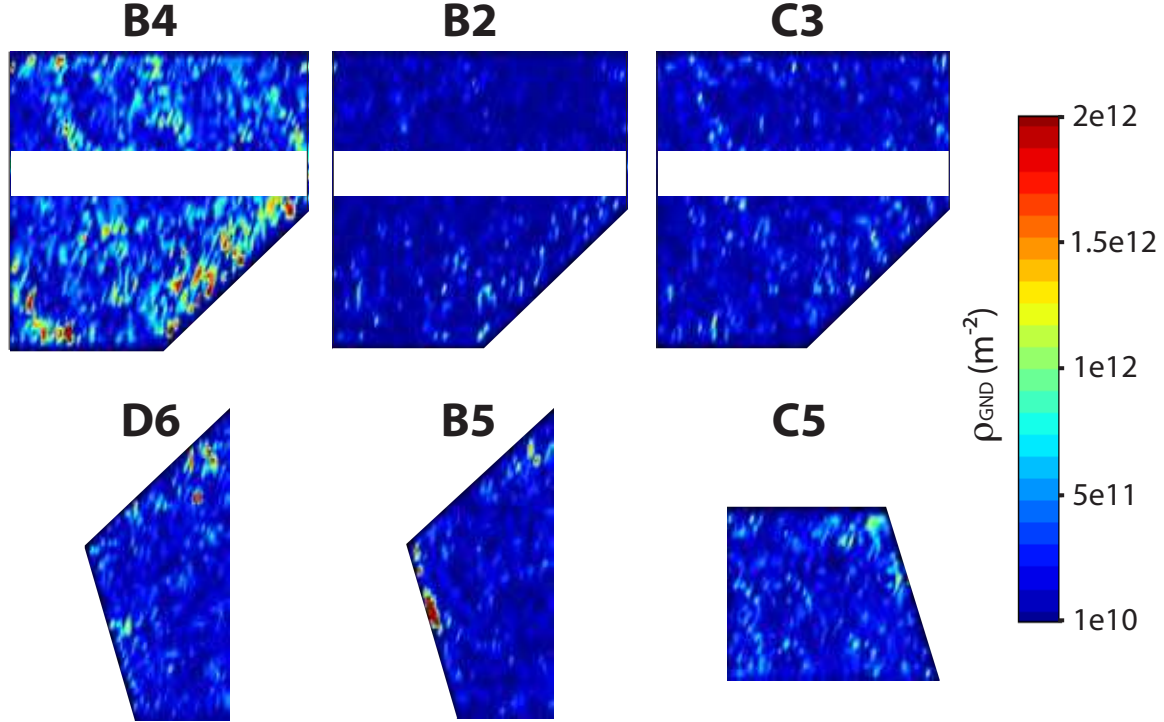


FIGURE II.26 – Stockage de GND associé à la déformation plastique de l'échantillon sur les 6 systèmes de glissement activés de l'échantillon.

que ce stockage est beaucoup plus localisé dans les grains *b* et *c*. Ces deux grains présentent ainsi un comportement similaire, avec un stockage essentiellement concentré en certains points des joints de grains.

Le grain *c* est le seul à s'être déformé en glissement simple. Il se caractérise par un stockage de GND compris entre $5 \cdot 10^{11}$ et $1 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-2}$, soit un stockage de faible intensité comparé aux deux autres grains. Bien que l'on observe la présence de GND dans le cœur du grain, le maximum de concentration apparaît au niveau du joint de grains *b - c*, surtout au niveau du point triple. La technique ne permet malheureusement pas de mesurer le stockage de GND au voisinage immédiat du joint, car les points de mesure les plus proches du joint *b - c* en sont éloignés d'environ $6 \mu\text{m}$. On peut donc raisonnablement faire l'hypothèse que le stockage mesuré à cet endroit n'est que la trace d'un stockage beaucoup plus important au voisinage proche du joint.

Le grain *b* s'est déformé en glissement double sous l'action combinée des systèmes D6 et B5. La déformation du système D6 s'est accompagnée d'un stockage de GND de l'ordre de $2 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-2}$ dans la partie supérieure du grain, dans une zone située relativement près du joint *a - b*. La déformation de ce système se caractérise également par la présence d'une seconde zone de stockage, d'intensité plus faible (de l'ordre de $1.5 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-2}$), observée près de la partie inférieure du joint *b - c*, et par l'absence de réel stockage au cœur du grain. Le stockage de GND appartenant au système B5 obéit à une logique similaire : on relève ainsi un fort stockage ($\sim 2 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-2}$) proche de la partie supérieure du joint *b - c*, un stockage plus faible près du joint *a - b* (~ 1 à $1.5 \cdot 10^{11} \text{ m}^{-2}$), et un stockage très faible dans le cœur du grain. Là encore, la résolution spatiale des mesures ne nous permet pas d'avoir accès à la concentration de GND aux abords immédiats des joints. Comme dans le cas du grain *c*, il est donc fort probable que les stockages de GND mesurés près des joints ne soient que la signature de concentration beaucoup plus importantes au voisinage immédiat de ces joints.

La déformation du grain a est la plus complexe. Ainsi que nous l'avons vu, l'analyse des systèmes de glissement activés n'a pas permis de déterminer si le système B2 était actif. De manière cohérente à ce qui a été fait lors de l'analyse basée sur la mesure de l'élargissement des pics de diffraction, nous présentons donc conjointement les résultats des systèmes B4, B2 et C3. L'essentiel du stockage mesuré sur ce grain est dû à l'activité du système B4. Ce stockage, de l'ordre de 1.5 à $2 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-2}$, est maximal au voisinage des joints de grains. On trouve également un fort stockage de GND de ce système le long des bandes de glissement liées à l'activité du système C3. En comparaison, le stockage de GND du système B2 est quasi-nul sur le grain, et l'on ne trouve qu'un faible stockage de GND du système C3, de l'ordre de 0.5 à $1 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-2}$, à l'emplacement des bandes de glissement liées à l'activité de ce système.

Ces mesures révèlent donc la présence d'un stockage de GND de B4 au niveau des bandes de glissement de C3. Une bande de glissement est une localisation de la déformation plastique, qui contient une grande densité de lignes et de débris de dislocations de type SSD. Ces obstacles n'apparaissent d'ailleurs que très faiblement sur la cartographie de C3 présentée figure II.26. Il semble donc qu'ils soient bien composés essentiellement de SSD. Lorsque les dislocations de B4 arrivent sur ces bandes, elles interagissent donc localement avec une forte densité de dislocations de forêt. Cette densité d'obstacle pouvant être importante, l'obstacle ainsi créé peut être très fort. La résistance opposée peut ainsi être suffisamment élevée pour que les dislocations de B4 ne parviennent pas à traverser les bandes de glissement de C3, malgré la contrainte appliquée. On accumule alors une densité de GND de B4 au niveau de ces bandes. L'analyse décomposée du stockage des GND coins positives et négatives du système B4, dont les résultats sont présentées figure II.27, renforce cette conclusion.

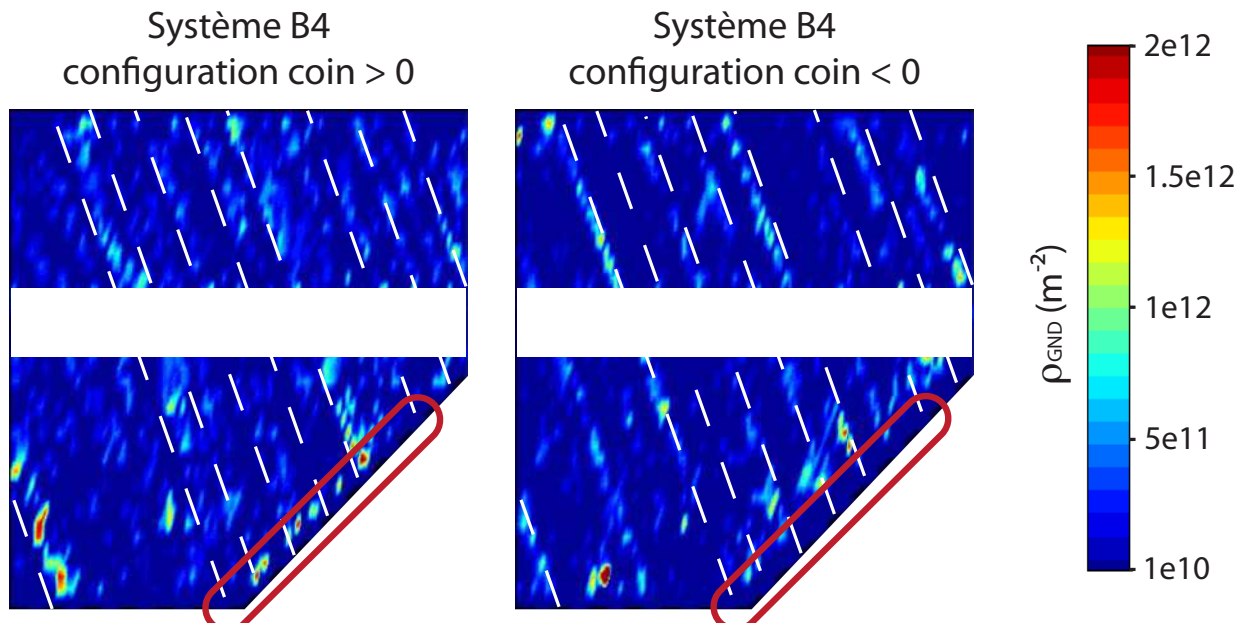


FIGURE II.27 – Différenciation des GND coins du système B4 en densités positives et négatives. Les emplacements exacts des bandes de glissement associées à la déformation du système C3 ont été rajoutés en traits pointillés blancs. Il apparaît clairement que le stockage de GND B4 sur les obstacles situés le long des bandes de glissement de C3 est polarisé.

Cette figure montre en effet que les GND coins positives du système B4 ont été détectées à la droite des bandes de glissement associées à la déformation du système C3, tandis que les GND coins négatives de B4 ont été détectées à la gauche de ces bandes. Cela signifie que les GND coins positives de B4 se sont stockées à droite des obstacles qui suivent les traces de C3, et que les GND négatives de B4 se sont stockées à la gauche de ces obstacles. Ces GND

ont donc été générées par des sources de dislocations du système B4 qui sont situées entre ces obstacles composés d'interactions entre dislocations de B4 et débris de dislocations de C3. À chaque génération d'une boucle de dislocation, la partie positive de la boucle s'est alors déplacée vers la droite tandis que la partie négative s'est déplacée vers la gauche, ce qui aboutit à la microstructure de GND mise en évidence par la figure II.27.

Ce phénomène est illustré à partir du cas simplifié de dislocations coins situées près d'un obstacle (figure II.28 : (a) cas d'un joint de grains, (b) cas de bandes de glissement). Sous l'action d'une contrainte appliquée, les sources de dislocations du cristal vont émettre des boucles de dislocations, composées de lignes de caractère coin signées négativement dans une direction, et de lignes de caractère coin signées positivement dans la direction opposée. Le sens de propagation de ces deux types de lignes de dislocations sera alors déterminé par le signe de la contrainte appliquée. Lorsque la boucle s'étend, les lignes de dislocations négatives et positives vont donc se déplacer dans des directions opposées. Les unes vont alors venir s'empiler sur un obstacle, tandis que les autres vont soit se stocker sur l'obstacle opposé (cas (b)), soit s'échapper par la création de marches à la surface de l'échantillon (cas (a)), ou se propager à l'intérieur du cristal.

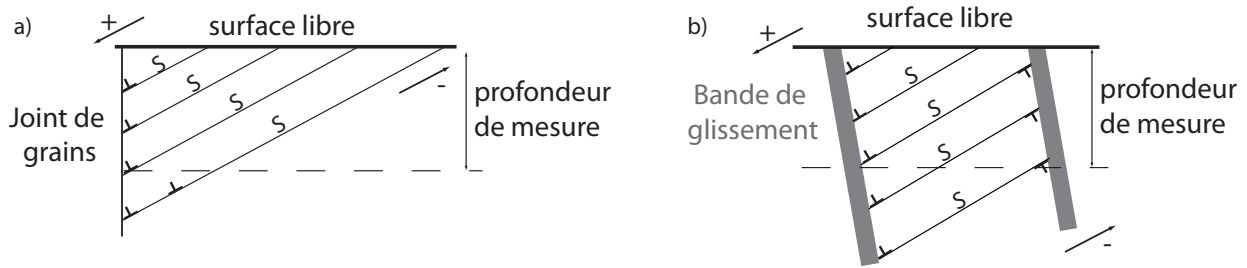


FIGURE II.28 – Mécanisme de polarisation des densités des dislocations stockées sur des obstacles : (a) stockage sur un joint de grains, (b) stockage entre deux bandes de glissement, qui contiennent des débris de dislocations SSD.

D'une manière générale, ce mécanisme est à l'origine du phénomène de stockage de GND sur toute interface ou mur de dislocations. La figure II.27 révèle ainsi que le stockage des GND de B4 le long du joint $a - b$ obéit certainement au même processus, puisque seules des GND coins positives ont été identifiées le long de ce joint en densité significative (cf la zone entourée en rouge sur la figure). La déformation plastique d'un tricristal à joints droits va donc se caractériser par une très forte polarisation de dislocations générées par des sources situées dans le cristal et stockées sur les joints. Ce phénomène apparaît clairement dans le grain a , qui est le grain présentant le plus fort stockage de GND. Il est probable que nous aurions pu mettre en exergue ce phénomène dans les autres grains avec une meilleure résolution spatiale, pour peu que l'inclinaison des plans de glissement associés aux GND stockées permette cette observation.

Comparaison des résultats des deux analyses

Les deux analyses sont basées sur des méthodes totalement décorréelées. Ces deux méthodes donnent des résultats très similaires dans le cas des grains b et c . Dans le cas du grain b , elles montrent en effet toutes deux un stockage de GND du système D6 le long du joint $a - b$, et un stockage de GND du système B5 le long du joint $b - c$. Pour le grain c , elles montrent toutes les deux un stockage de GND C5 localisé au voisinage du point triple. Ces deux analyses montrent que l'importance de ce stockage est de l'ordre de $1 \text{ à } 2 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-2}$. La seule différence notable réside dans les mesures plus bruitées données par l'analyse basée sur la mesure de l'étalement des pics de diffraction. Cette différence résulte de l'emploi d'une procédure de lissage appliquée aux résultats de l'analyse du tenseur de dislocations, une fois la procédure de minimisation effectuée. Une telle procédure n'a pas été développée dans le cas de l'analyse des résultats basés

sur la mesure de l'étalement des pics, ce qui explique que ces résultats soient plus bruités. Les deux analyses sont donc très cohérentes pour ces deux grains, et montrent un stockage de GND essentiellement concentré aux joints de grains.

Le cas du grain *a* est différent. Les deux analyses montrent un stockage globalement identique de GND du système B4, avec des densités mesurées de l'ordre de $1 \text{ à } 2 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-2}$. L'analyse du tenseur de dislocations montre un stockage de la même ampleur sur ce système. Les résultats des deux analyses diffèrent par contre totalement dans le cas du stockage de GND des systèmes B2 et C3. L'analyse de l'étalement des pics de diffraction montre en effet un stockage très important de ces GND, tandis que l'analyse du tenseur de dislocations montre des densités très faibles sur ces systèmes.

Ces différences importantes s'expliquent certainement par la non adaptation de la méthode d'analyse basée sur la mesure de l'étalement des pics, telle que nous l'avons mise en œuvre pour des pics de diffraction, aussi étalés que les nôtres à l'état initial. Ce fort étalement initial rend en effet très difficile la détection du centre des pics de diffraction. La mesure de l'évolution de l'étalement dans une direction donnée, basée sur la soustraction de l'étalement correspondant à l'état initial à l'étalement correspondant à l'état déformé, peut alors être aisément biaisée. L'erreur ainsi induite est illustrée figure II.29. Le centre du pic de diffraction est identifié comme le centre de la gaussienne qui approxime le mieux l'étalement du pic. Cependant, une légère erreur de positionnement de ce centre peut mener à une forte erreur sur l'importance relative de la contribution des différents systèmes de glissement à cet étalement du pic.

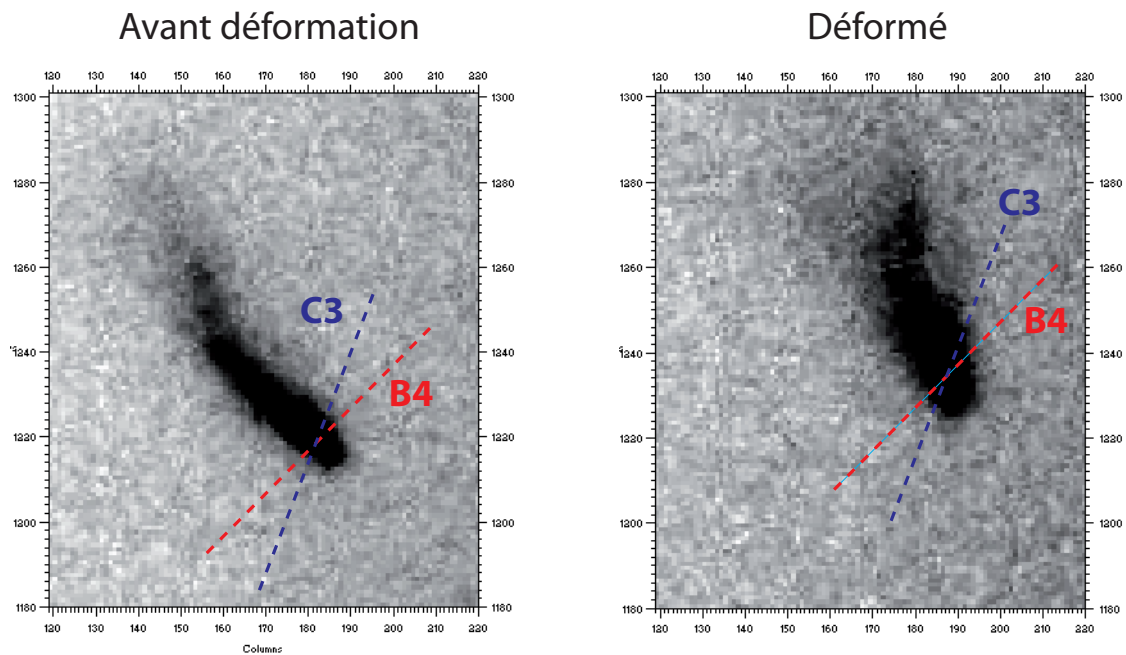


FIGURE II.29 – Illustration de la difficulté inhérente à la mesure de l'étalement d'un pic de diffraction suivant une direction donnée. La direction bleue correspond à la direction d'étalement induite par des GND du système C3. La direction rouge correspond à la direction induite par des GND de B4. Les deux directions se croisent exactement à l'endroit où le centre du pic a été identifié. L'analyse du tenseur de dislocations montre que l'étalement du pic est provoqué par des GND du système B4. Cependant, une identification imparfaite du centre du pic de diffraction aux deux étapes de mesure mène à la mesure d'un étalement plus important dans la direction correspondant aux GND de C3 que dans celle correspondant aux GND de B4.

Il est donc vraisemblable que les importantes concentrations de GND sur les systèmes B2 et C3 mesurées par l'analyse de l'étalement des pics ne soient que des artefacts induits par ces erreurs de mesure. Il semble ainsi qu'il faille attacher davantage de crédit aux résultats de l'analyse du tenseur de dislocations, qui reposent sur des mesures locales d'orientation cristalline

utilisant un grand nombre de pics de diffraction (donc qui sont moins sensibles aux erreurs de positionnement du centre de chaque pic). Cette analyse du tenseur de dislocations montre un stockage presque exclusivement constitué de GND de B4 dans le grain a .

Dans les faits, une analyse propre par le biais de la mesure de la morphologie des pics de diffraction nécessite de partir de pics très peu déformés à l'état initial, ce qui n'est pas le cas dans notre expérience. Nous avons de plus analysé l'étalement résultant d'un glissement multiple comme la superposition des étalements induits par chacun des systèmes actifs dans des conditions de glissement simple (la formule II.22 est en effet adaptée à un étalement issu d'un glissement simple). Au regard des résultats, il apparaît que cette méthode n'est pas la plus adaptée. Une alternative à cette méthode peut être trouvée dans la littérature, sous la forme d'une analyse de l'étalement issu d'un glissement multiple sous une forme tensorielle (Ice and Barabash (2007); Ohashi et al. (2009)). Cette méthode n'a pu être mise en œuvre au cours de cette thèse par manque de temps.

Les résultats de l'analyse morphologique des pics demeurent cependant très instructifs, car ils permettent de déterminer qualitativement les zones de fort stockage de GND (le fait que la mesure quantitative soit biaisée n'empêche en effet pas de distinguer les zones d'étalement important des zones d'étalement plus faible). Ces résultats sont donc très importants car ils confirment le phénomène de stockage de GND aux joints et le long des bandes de glissement associées à la déformation du système C3. Ils donnent de plus des ordres de grandeur de concentrations de GND cohérents avec l'analyse du tenseur de dislocations. Ils apportent donc une confirmation globale très importante aux résultats obtenus par l'analyse du tenseur de dislocations.

II.5.4 Évolution de la déformation élastique locale sous l'effet de la compression

Les résultats de déformations locales présentés dans cette section sont caractéristiques de la déformation du tricristal. La part déviatorique du tenseur local des déformations élastiques a en effet été calculée par le logiciel *Xmas* en chaque point de mesure, à l'état initial et à l'état déformé. La part déviatorique du tenseur local des déformations élastiques induites par la compression a alors été calculée par le biais de la relation :

$$(\varepsilon_{ij}^D)_{compression} = (\varepsilon_{ij}^D)_{initial} - (\varepsilon_{ij}^D)_{deforme} \quad (II.53)$$

Les évolutions des six composantes du tenseur ainsi obtenu sont présentées figure II.30.

On trouve une déformation globalement négative selon l'axe macroscopique \vec{X} , et globalement positive selon les axes \vec{Y} et \vec{Z} , ce qui est en bonne cohérence avec une compression selon l'axe \vec{X} . Cette figure révèle surtout la présence de valeurs élevées sur les composantes XY et XZ du tenseur local des déformations, aux points situés près du joint $a - b$ côté grain a .

Ces fortes valeurs de la déformation locale peuvent avoir différentes causes : présence de GND (confirmée par la figure II.26), incompatibilités de déformation d'origine élastique (due à l'anisotropie du cuivre CFC) ou plastique (due à l'orientation relative des systèmes de glissement actifs de part et d'autre du joint). Une simulation par Éléments Finis reproduisant la géométrie expérimentale et utilisant un modèle purement élastique a été réalisée. Cette simulation révèle l'absence de fortes incompatibilités de déformation d'origine élastique à cet endroit, de sorte qu'il semble que ces fortes déformations résultent principalement de phénomènes locaux d'origine plastique. Notons également qu'une seconde zone de forte déformation, de plus faible étendue, est également observée près du joint $a - c$ dans le grain a .

Nous avons vu que le phénomène d'incompatibilité se traduisait par la présence de contraintes de compatibilité qui assurent la continuité du réseau cristallin (cf section I.4.5). La nécessité de relaxer toutes ces contraintes explique peut-être l'activation du système C3 près du joint $a - b$, à travers l'activation de sources de dislocations de ce système sous l'effet de ce fort champ de contraintes. L'extrémité des bandes de glissement liées à l'activité du système C3

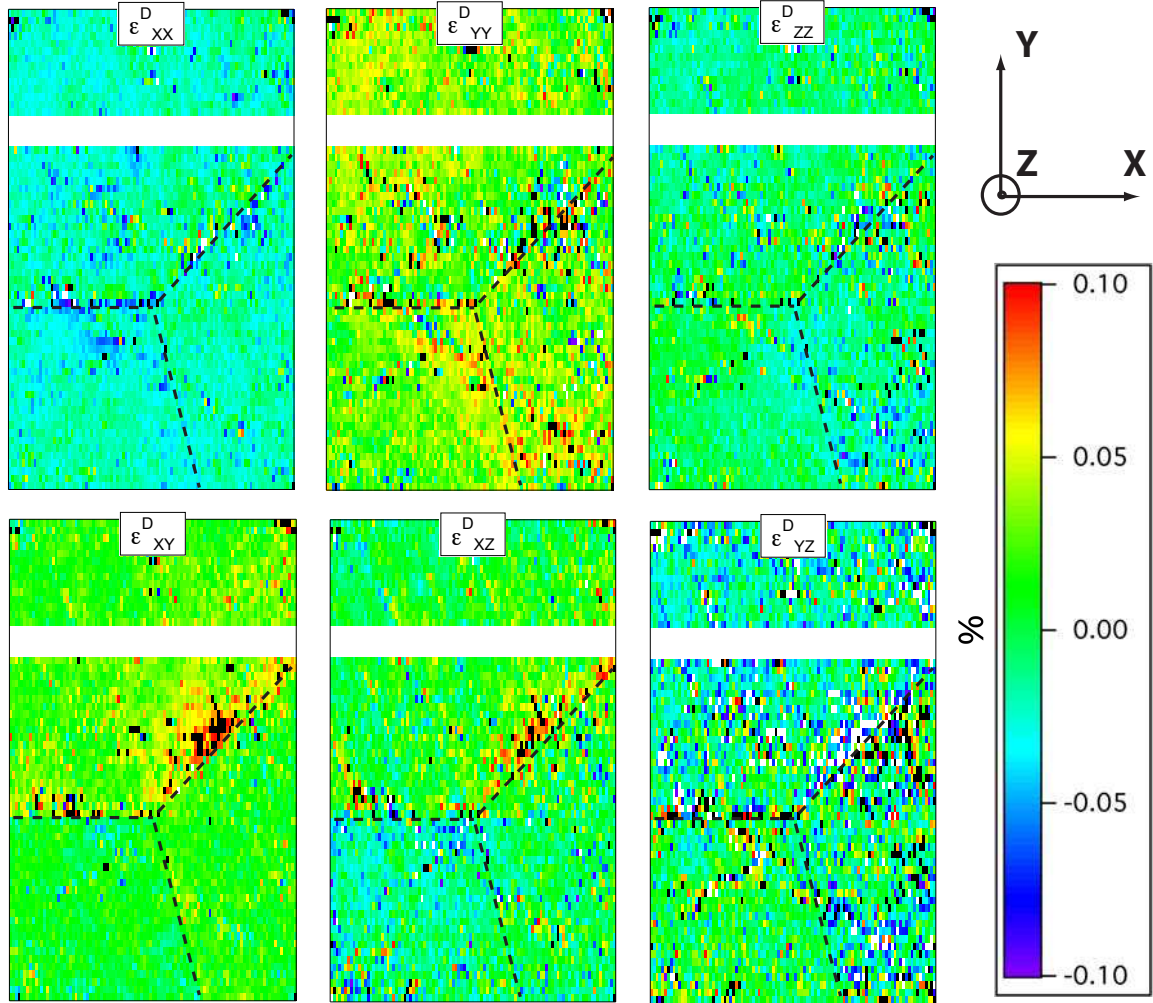


FIGURE II.30 – Évolution des six composantes du tenseur déviatorique des déformations élastiques locales induites par la déformation de l'échantillon.

est en effet située dans la zone de fortes déformations située près du joint $a - b$, de sorte qu'il est légitime de se demander si ce système ne s'est pas activé afin de relaxer les champs de contraintes importants existant vraisemblablement à cet endroit. Le fait que le système C3 possède le plus faible facteur de Schmid parmi les systèmes activés de l'échantillon renforce cette hypothèse, puisque l'activation de ce système était la moins favorable parmi celle des trois systèmes considérés dans le grain a .

II.5.5 Importance et portée des champs de contraintes aux joints dans le polycristal déformé

À partir de la mesure locale du tenseur des déformations élastiques, la part déviatorique du tenseur des contraintes a été calculée par le biais de la relation II.43, à l'état initial et à l'état déformé. Le tenseur déviatorique des contraintes locales induites par la compression a alors pu être calculé :

$$(\sigma_{ij}^D)_{compression} = (\sigma_{ij}^D)_{initial} - (\sigma_{ij}^D)_{deforme} \quad (\text{II.54})$$

L'évolution des six composantes de ce tenseur local est donnée en annexe (annexe F). Les cartographies obtenues sont très bruitées. Comme nous l'avons expliqué en II.3.7 et II.5.1, ceci résulte vraisemblablement de la propagation des erreurs de mesure du tenseur des déformations

élastiques à travers l'application de la relation II.43. On voit néanmoins réapparaître une zone de fortes contraintes près du joint $a - b$, côté grain a (sur la composante XZ notamment).

Ce tenseur local a été projeté, par le biais de la relation II.46, sur chacun des systèmes de glissement activés lors de la déformation de l'échantillon. Outre le fait qu'elle permet d'établir un lien entre densité de dislocations et contrainte sur un système donné, l'étude de cette projection est plus pertinente que celle du tenseur local des contraintes puisque l'équation II.44 nous fournit la valeur exacte de la contrainte résolue, alors que nous ne connaissons que la partie déviatorique du tenseur des contraintes. La figure II.31 présente ainsi l'évolution des contraintes locales, associées à la déformation plastique de l'échantillon et résolues sur chacun des systèmes de glissement activés.

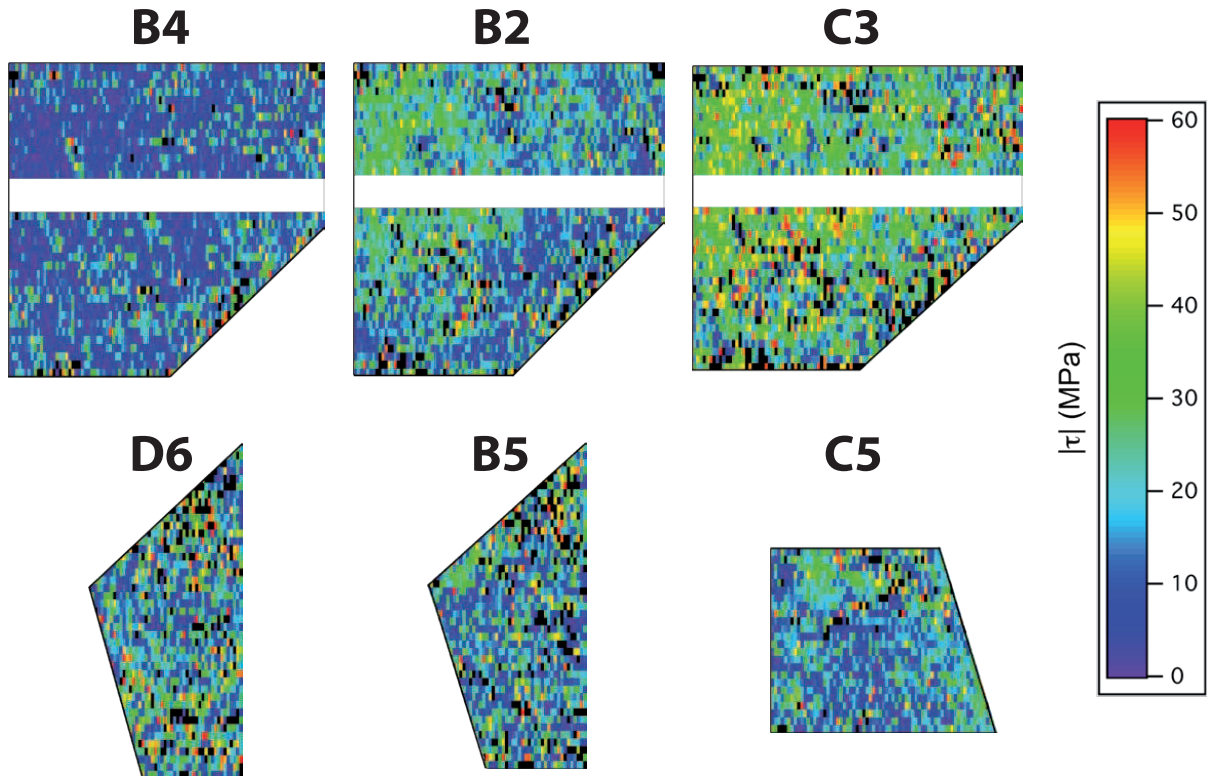


FIGURE II.31 – Évolution des contraintes locales induites par la déformation plastique et résolues sur chacun des systèmes de glissement activés. Les points noirs correspondent à des points de valeur supérieure à la borne maximale de l'échelle de mesure. Les points blancs correspondent à des points de valeur inférieure à la borne minimale de l'échelle de mesure, ou à des points non mesurés.

Là encore, ces cartographies présentent un bruit important. Elles mettent cependant en évidence un certain nombre de phénomènes inhérents à la déformation plastique de l'échantillon, que nous allons nous attacher à décrire dans les prochains paragraphes. Bien que l'imprécision sur les mesures de déformation observée en II.5.1 ne nous permettent pas de connaître quantitativement l'ampleur de ces phénomènes, il semble donc que l'analyse du différentiel de contrainte entre les deux étapes de mesure nous permettent bien d'observer ces phénomènes d'un point de vue qualitatif.

Indépendamment de l'erreur liée aux incertitudes de mesure, l'augmentation de contrainte observée sur ces cartographies peut avoir trois origines physiques. Tout d'abord, il est évident qu'une part de la contrainte mesurée n'est rien d'autre que la contrainte appliquée. Il est ensuite possible que l'augmentation de contrainte mesurée résulte de contraintes de compatibilité nécessaires pour accommoder une incompatibilité de déformation d'origine élastique, notamment

près des joints. Enfin, il est possible que l'augmentation de contrainte mesurée en un point résulte du stockage de dislocations en ce point. Comme les champs de contraintes des SSD s'annulent à très courte portée, ce dernier type d'augmentation de contrainte résulte principalement des GND.

Les simulations de la déformation plastique près des joints de grains réalisées par Dynamique des Dislocations ont naturellement fait ressortir une similarité du champ de contraintes générées par les dislocations stockées au voisinage du joint avec celui d'un empilement unidimensionnel de dislocations coins (voir chapitre III). Nous allons donc ici nous attacher à montrer que les contraintes que nous obtenons expérimentalement sont compatibles avec le modèle de l'empilement, présenté en I.4.4.

Analyse du grain *a*

Dans ce grain, la contrainte résolue sur le système B4 se caractérise par un fond continu égal à une dizaine de MPa. Ce fond continu est de relativement faible ampleur comparé à d'autres zones du grain, très bien définies, qui présentent une valeur de contrainte résolue de l'ordre de 30 à 40 MPa. La figure II.32 révèle que ces zones de contrainte plus forte correspondent aux zones de stockage de GND du système B4. L'analyse de ce système semble donc indiquer l'existence de champs de contrainte associés au stockage de GND.

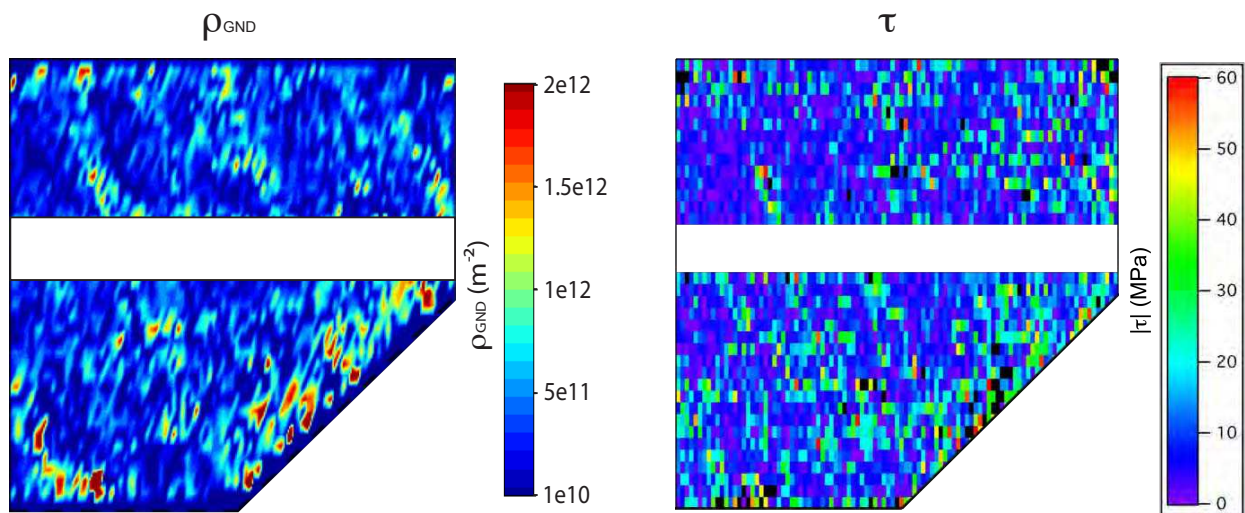


FIGURE II.32 – Comparaison entre stockage de GND et augmentation de la contrainte résolue sur le système B4.

On peut faire l'analogie des évolutions de contrainte relevées sur ce système avec le champ de contrainte généré par un empilement unidimensionnel de dislocations coins. Nous avons vu en I.4.4 que ce modèle se caractérisait par une compensation des contraintes de cisaillement générées par les dislocations situées dans l'empilement. Suivant ce modèle, la part due aux GND du système B4 dans la contrainte résolue mesurée est donc nulle, puisque ces GND sont empilées et que la résultante des composantes de cisaillement (qui sont les seules à intervenir dans l'expression de la contrainte résolue) compense exactement la contrainte appliquée. La seule exception où cette compensation ne s'exerce pas est la tête d'empilement, à l'emplacement de l'obstacle qui provoque le stockage des GND.

Une fois la contrainte résolue sur le système d'origine des GND, il est donc qualitativement logique que l'on retrouve une valeur de contrainte relativement faible et constante dans les zones ne contenant pas d'obstacle au mouvement des GND : ces zones contiennent des GND empilées, avec une fréquence d'empilement qui augmente lorsque l'on s'approche de l'obstacle à l'origine de

l'empilement (on peut en effet voir sur la figure II.26 que la densité de GND B4 dans ces zones de faible stockage n'est pas nulle). À l'inverse, on mesure une contrainte importante à l'emplacement des obstacles (joints de grains $a - b$ et $a - c$, et murs de dislocations du système C3), qui est la signature de la forte contrainte générée en tête d'empilement. Dans le cas de l'empilement idéal, cette contrainte est exactement localisée sur l'obstacle à l'origine de l'empilement, de sorte qu'il serait peu probable que l'on puisse mesurer ce maximum de contrainte avec la résolution spatiale dont nous disposons ici. Le fait que l'on puisse mesurer – au moins en partie – ce maximum de contrainte peut avoir deux significations. D'une part cela peut signifier que ce maximum n'est pas aussi localisé que dans le cas de l'empilement idéal (ce qui peut aisément se comprendre, si l'on considère que le stockage réel est composé d'un empilement tridimensionnel et complexe de lignes de dislocations). D'autre part, une partie de ce maximum correspond vraisemblablement au champ de contrainte généré par les dislocations stockées de l'autre côté de l'obstacle. Dans les faits, il est vraisemblable que ces zones de contraintes maximales s'expliquent par la conjugaison de ces deux phénomènes.

La contrainte résolue sur les systèmes B2 et C3 est supérieure à celle résolue sur le système B4, alors que nous n'avons pas mesuré de stockage de GND sur ces deux systèmes. Bien qu'une part de la contrainte que nous y mesurons résulte vraisemblablement du champ de contrainte généré par les GND de B4 (la contrainte sur ces systèmes est plus forte car la déformation plastique y est moindre), il est également probable que ces fortes contraintes contiennent une part d'artefact liée aux erreurs de détermination du centre des pics de diffraction. Nous avons en effet vu en II.5.3 que l'analyse de l'étalement des pics de diffraction était très bruitée sur ces deux systèmes, vraisemblablement à cause d'une localisation imprécise du centre des pics. Suivant le même raisonnement, ces erreurs de localisation induisent probablement une erreur sur les mesures de déformation sur ces systèmes, puisque ces mesures sont basées sur le déplacement relatif des centres des pics de diffraction.

Analyse des grains b et c

Dans ces deux grains, le voisinage des joints est systématiquement associé à la présence de fortes contraintes. On peut supposer qu'une partie de ces contraintes est générée par les GND stockées au voisinage très immédiat des joints, selon un mécanisme similaire à celui envisagé pour les GND du système B4 dans le grain a . Il est également possible que ces contraintes élevées résultent de la présence de contraintes de compatibilité, rendues nécessaires par la présence d'incompatibilités de déformation, bien que ces éventuelles incompatibilités n'apparaissent pas clairement sur la figure II.30. Il est difficile de tirer une analyse plus fine des évolutions de contrainte sur ces grains, car elles sont très bruitées, du fait de l'imprécision sur les mesures de la déformation élastique locale aux deux étapes de mesure. Ces deux grains présentent en effet un étalement de pics très important à l'état initial, comparativement au grain a (cf figure II.20). Il est donc logique que ce soient ces grains qui présentent les résultats de contrainte les plus bruités.

En résumé, l'analyse des contraintes locales induites par la compression de l'échantillon amène à des résultats vraisemblablement surestimés d'un point de vue quantitatif, mais qui décrivent qualitativement bien les phénomènes mis en jeu. Ces résultats montrent que la contrainte résolue sur le système B4 dans le grain a est compatible avec la contrainte dans un empilement unidimensionnel de dislocations coins, avec un maximum de contrainte au niveau de l'obstacle à l'origine du stockage, et une contrainte quasi-constante lorsque l'on s'écarte de cet obstacle. L'analyse des autres systèmes de glissement, dont la déformation n'a pas été associée à un fort stockage de GND, ne révèle pas ce type de phénomène. Sur ces systèmes, la présence de contraintes de compatibilité au niveau des joints est suspectée.

II.5.6 Conclusions sur les analyses locales

L'analyse de l'état initial n'a pas montré d'influence des joints de grains sur les concentrations de GND et de contraintes dans les grains. Ces analyses révèlent que l'échantillon était déjà dans un état d'érouissage relativement avancé avant compression. Cet érouissage est confirmé par l'étalement des pics de diffraction à l'état initial.

Malgré cet état initial imparfait, les analyses des évolutions liées à la déformation plastique de l'échantillon se sont révélées riches d'enseignements. D'une manière générale, les analyses montrent que la déformation plastique du polycristal s'accompagne d'un stockage de GND au voisinage des joints de grain. Ce stockage fait vraisemblablement intervenir une très forte densité de GND au voisinage très immédiat du joint, qui est peut-être à l'origine d'une partie des forts champs de contrainte mesurés aux points de mesure les plus rapprochés des joints. Les champs de contrainte mesurés près des joints sont cependant trop importants pour résulter de l'influence des GND seules. Il semble donc qu'une partie de ces contraintes résulte d'incompatibilités de déformation.

Il est utile de relever certains phénomènes particuliers, que nous réutiliserons dans l'analyse des simulations par Éléments Finis. Les analyses expérimentales montrent en particulier que la déformation du tricristal s'est accompagnée d'une zone de fortes déformations élastiques près du joint $a - b$ côté grain a . On trouve également un fort stockage de GND à cet endroit. Il semble donc évident qu'une partie plus ou moins importante de ces déformations résulte de contraintes générées par les GND. Dans le grain b , l'analyse montre également un stockage de GND du système D6 contre ce joint. Ce stockage de GND du grain b pourrait être à l'origine de la génération d'un champ de contrainte dans le grain a , induisant ainsi une part de la déformation élastique mesurée. Enfin, une part de ces déformations pourraient simplement provenir d'incompatibilités relatives au différentiel de déformation des grains a et b .

Dans le grain a , la position des bandes de glissement associées à la déformation du système C3 (l'extrémité de ces bandes se trouve systématiquement dans cette zone de fortes déformations) nous amène à soulever l'hypothèse d'une activation de C3 rendue nécessaire par la relaxation de ces incompatibilités.

En dehors de ce voisinage immédiat, la densité de GND stockées (de l'ordre de 0.5 à $1 \cdot 10^{12}$) est peu importante comparée à la densité totale de dislocations dans l'échantillon (de l'ordre de 5 à $8 \cdot 10^{12}$), mesurée par le biais de l'équation de la forêt appliquée à la contrainte appliquée. La mesure de son évolution, présentée figure II.24 sur les systèmes correctement mesurés par l'analyse morphologique des pics (i.e. ceux présentant des densités corroborées par l'analyse du tenseur de dislocations), montre que cette densité décroît doucement lorsque l'on s'écarte du joint.

Le champ de contrainte généré par les GND stockées sur le système B4 (grain a) est qualitativement compatible avec celui généré par un empilement unidimensionnel de dislocations coins, analogie qui se justifiera au chapitre III au vu des résultats des simulations par Dynamique des Dislocations. La contrainte résolue sur le système d'origine des GND est faible (inférieure à 10 MPa) dans toute la zone d'empilement des dislocations, et l'on en mesure une valeur élevée (de l'ordre de 40 MPa) en tête d'empilement seulement.

L'analyse du grain a montre également un stockage de GND du système B4 contre les bandes de glissement du système C3. Les dislocations contenues dans ces murs se comportent alors comme des joints de grains induisant un faible niveau de contrainte, et capables d'induire un stockage de GND. À faible contrainte appliquée, un stockage important de dislocations dans des bandes de localisation du glissement plastique d'un système représente donc une barrière importante au glissement des autres systèmes.

Résumé

Les mesures ont été réalisées sur un tricristal de cuivre déformé à 0.2% en compression. Ces mesures montrent que la déformation s'accompagne d'un stockage de GND sur les obstacles au mouvement des dislocations, tels que les joints de grains ou des concentrations de dislocations localisées dans les bandes de glissement. Ce stockage est vraisemblablement très important à l'emplacement même de l'obstacle. En dehors de cette zone très localisée, la densité de GND stockée est peu importante par rapport à la densité de dislocations totale. Cette densité de GND décroît doucement avec la distance au joint. Dans le cas du système présentant le stockage le plus important, ces GND sont à l'origine d'un champ de contrainte qui est qualitativement similaire à celui généré par un empilement de dislocations.

Chapitre III

Étude numérique par Dynamique des Dislocations

Introduction

Ce chapitre traite des simulations de Dynamique des Dislocations (que nous abrègerons par le sigle DD) réalisées dans le but de déterminer les paramètres d'un modèle de stockage de GND sous l'effet des joints de grains. La DD fait intervenir des lignes de dislocations vues comme des dislocations de Volterra se déplaçant dans un continuum élastique. Le réseau atomique en soi n'existe pas, mais son influence est prise en compte à travers des règles locales régissant les propriétés de cœur des dislocations (friction de réseau, barrière d'énergie associée au passage d'une rangée atomique, conditions d'activation du glissement dévié,...).

La première section de ce chapitre est dédiée à la présentation des conditions de simulation. La seconde partie a pour but de présenter les résultats d'une première série de simulations, dans laquelle un seul côté du joint de grains se déforme plastiquement. Cette première série de simulations vise à obtenir les évolutions de densités de dislocations et de contraintes générées par la déformation plastique près des joints à partir de configurations modèles. Les sections trois et quatre sont dédiées à la mise en place d'équations continues qui décrivent la physique mise en œuvre. Enfin, la dernière partie est consacrée à l'étude des résultats d'une seconde série de simulations, plus complexes car prenant en compte les incompatibilités de déformation plastique existant de chaque côté du joint, dans le but de vérifier que les résultats obtenus avec ces configurations plus complexes n'invalident pas le modèle mis en place.

III.1 Conditions de simulation

III.1.1 Description des volumes simulés

Les simulations de DD présentées dans ce chapitre ont toutes été réalisées avec la même géométrie de volume simulé, présentée figure III.1. Un joint de grains, défini comme une barrière infranchissable pour les dislocations, a d'abord été introduit le long de l'une des faces du volume. Ce dernier a ensuite été construit de manière à être allongé dans la direction normale au joint, afin de pouvoir étudier l'évolution des microstructures de dislocations en fonction de la distance au joint. Ce volume a été construit de manière à être beaucoup plus court dans les deux autres directions, afin de limiter le coût informatique des simulations. Pour finir, des conditions aux limites périodiques ont été imposées sur les faces du volume : les dislocations qui sortent du volume simulé par l'intermédiaire de l'une de ses faces (à l'exception de la face porteuse du joint de grains) sont remplacées par des dislocations qui leur sont rigoureusement identiques, et qui entrent par la face opposée. Le lecteur cherchant de plus amples détails sur le fonctionnement de ces conditions aux limites périodiques les trouvera dans le mémoire de thèse de Madec (2001).

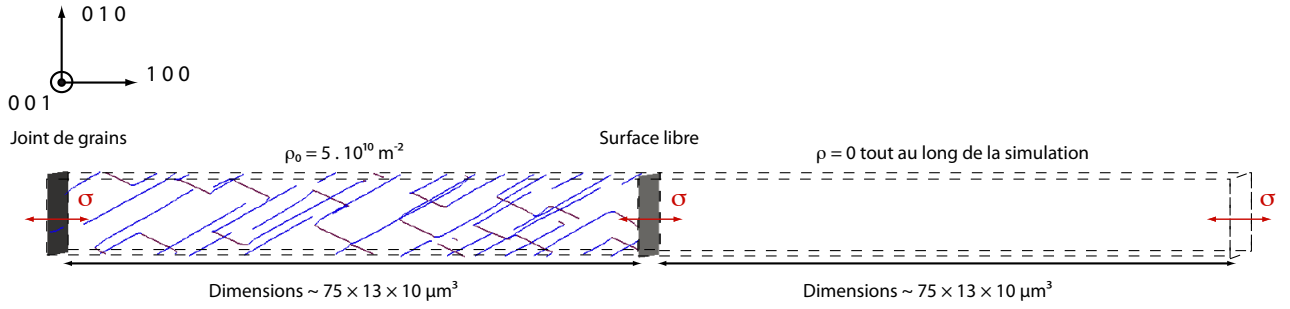


FIGURE III.1 – Schéma des configurations simulées. Le joint de grains est une barrière infranchissable pour les dislocations, et les dislocations qui traversent la surface libre sont éliminées de la simulation. La définition du joint est réaliste d'un point de vue physique, dans le sens où il assure la continuité des champs de contrainte dans une hypothèse d'élasticité isotrope. Des conditions aux limites périodiques, qui s'appliquent à la fois au mouvement des dislocations et aux champs de contrainte, sont imposées sur les faces du volume simulé.

L'utilisation de conditions aux limites périodiques amène une difficulté quant à l'introduction du joint de grains. En effet, les dislocations sortant du volume par la face opposée au joint sont supposées rentrer dans le volume par le biais de la face contenant le joint, ce qui est incompatible avec la présence de ce dernier. Afin de s'affranchir de ce problème, une surface libre a été introduite de manière à découper le volume simulé en deux parties égales. La partie adjacente au joint contient l'ensemble des dislocations du volume, tandis que la seconde partie est gardée vide lors de la simulation : les dislocations traversant la surface libre disparaissent et ne sont pas remplacées. Il n'y a ainsi plus de flux de dislocations à travers la face contenant le joint. On considère de plus que le champ élastique généré par l'ensemble des dislocations est négligeable à une distance égale à la demi-longueur de la boîte de simulation suivant la direction normale au joint. On évite ainsi la formation d'interactions artificielles entre les dislocations stockées au joint et les dislocations situées près de la surface libre.

Toutes les simulations présentées dans ce chapitre ont été réalisées à vitesse de déformation imposée. La déformation est imposée selon un axe prédéfini, et la contrainte associée à cette déformation est calculée à partir de la loi de Hooke (on est en élasticité isotrope). La contrainte calculée est alors appliquée de manière homogène à toutes les dislocations du volume. C'est la combinaison de cette contrainte appliquée et du champ de contrainte interne généré par les dislocations environnantes qui définit la force de Peach et Koehler appliquée à chaque dislocation. Pour finir, précisons que toutes nos simulations ont été réalisées en imposant une vitesse de déformation de 10 s^{-1} , et à partir d'une densité initiale de $5 \cdot 10^{10} \text{ m}^{-2}$. La densité finale au moment du traitement des résultats est de l'ordre de $2.5 \cdot 10^{11} \text{ m}^{-2}$. La vitesse moyenne \bar{v} des dislocations mobiles peut être calculée par le biais de la relation d'Orowan :

$$\dot{\epsilon} = \rho_m b \bar{v} \quad (\text{III.1})$$

avec $\dot{\epsilon}$ la vitesse de déformation imposée, b la norme du vecteur de Burgers des dislocations, et ρ_m la densité de dislocations mobiles (inférieure à 10% de la densité totale).

En considérant que la densité de dislocations mobile représente le dixième de la densité totale au moment du traitement des résultats, on trouve qu'une vitesse moyenne de 1.57 m.s^{-1} est imposée aux dislocations mobiles. L'ordre de grandeur de cette vitesse moyenne est cohérent avec l'hypothèse de travail qui suppose que nos simulations sont réalisées dans des conditions d'insensibilité à la vitesse de déformation des CFC (on est dans le plateau d'insensibilité à la vitesse de déformation, équivalent au plateau athermique sur la courbe contrainte d'écoulement / température). Cette vitesse moyenne est donc suffisamment faible pour affirmer que nos simulations sont insensibles à la vitesse de déformation choisie, et sont proches de conditions expérimentales usuelles.

Du point de vue des incompatibilités, le problème est mécaniquement bien posé. Les simulations ont en effet été réalisées en élasticité isotrope, de sorte qu'il n'existe pas d'incompatibilités d'origine élastique (que nous appellerons simplement incompatibilités élastiques dans la suite). Les incompatibilités d'origine plastique (que nous appellerons simplement incompatibilités plastiques) sont quant à elles automatiquement prises en compte par la transmission des champs de contrainte associés aux dislocations situées de part et d'autre du joint.

III.1.2 Simulations de bicristaux élastique - plastique reproduisant les configurations expérimentales

Une première série de simulations a été effectuée en considérant la déformation d'un grain contenant des dislocations, juxtaposé à un grain vide de dislocations. Le système simulé est ainsi l'équivalent d'un bicristal constitué d'un grain plastique (le grain dont on simule la déformation et qui contient les dislocations) et d'un grain purement élastique (grain virtuel accolé à l'autre face du joint).

Dans le but de réaliser une étude statistique de la déformation plastique près d'un joint, la géométrie de volume simulé présentée en figure III.1 a été reproduite pour différentes orientations cristallines. Le réseau atomique n'existant pas en DD, c'est l'orientation relative des systèmes de glissement par rapport au joint de grains (dont la normale est toujours orientée suivant la direction (100) dans le repère macroscopique attaché au volume simulé (voir figure III.1)) qui est différente dans chaque simulation. La déformation imposée aux dislocations est à chaque fois équivalente à une compression.

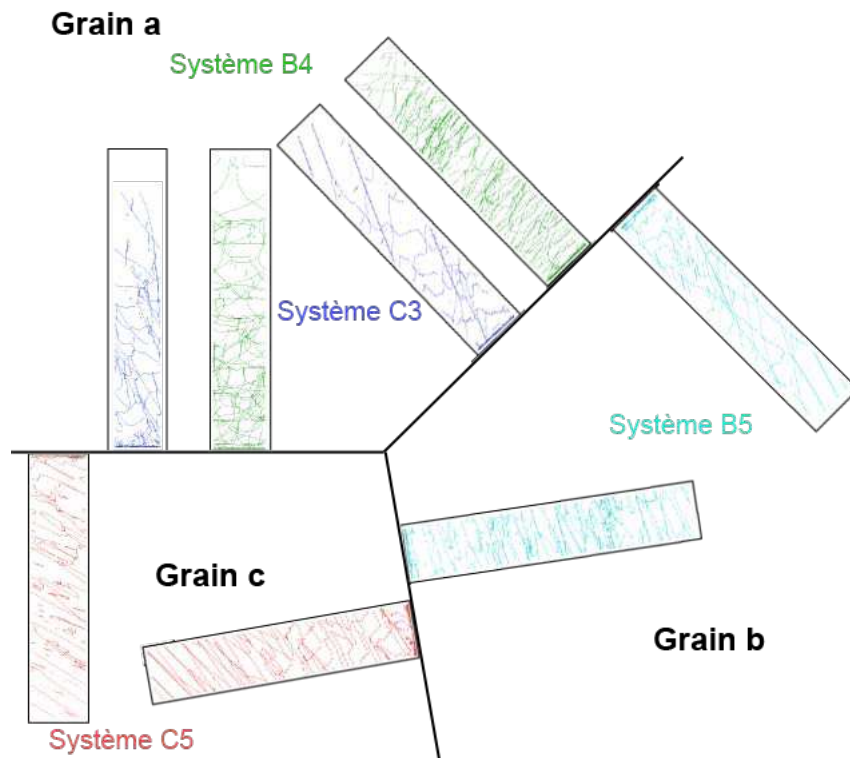


FIGURE III.2 – Schéma illustrant la reproduction des configurations d'orientation joint de grains - systèmes de glissement activés sur le tricristal de cuivre étudié expérimentalement. Chacune de ces simulations simule la déformation d'un bicristal élastique - plastique d'orientation cristalline particulière.

Nous avons utilisé ce type de simulation pour étudier la déformation de deux configurations modèles différentes, puis de la majorité des configurations d'orientation joint de grains - systèmes de glissement activés observées expérimentalement dans le tricristal (représentées figure III.2).

À cause de l'important temps de calcul nécessaire à ces simulations (environ quatre semaines de calcul en utilisant six processeurs), les configurations des systèmes B2 (grain a) et D6 (grain b) n'ont pas été reproduites.

Toutes ces simulations ont été réalisées en glissement simple. Nous partons à chaque fois de boucles dipolaires (c'est-à-dire prismatiques) de dislocations. Ces boucles sont constituées de deux segments de dislocations du système primaire, appartenant à deux plans de glissement différents, et reliés à leurs extrémités grâce à deux segments situés sur le système dévié. À l'état initial, les segments du système primaire sont quatre fois plus long que les segments du système dévié. Ce ratio va croître de manière importante durant la déformation, car la sollicitation favorise la propagation et l'expansion des dislocations du système primaire. Dans toutes nos simulations, la densité forêt sur le système dévié devient ainsi très vite négligeable comparée à la densité sur le système primaire.

La déformation près du joint est simulée par la déformation d'un grain accolé à une phase élastique. Ce type de simulation ne fait donc pas intervenir d'incompatibilités de déformation plastiques à l'intérieur du grain contenant les dislocations. Ces incompatibilités ont été prises en compte dans un second temps, par le biais d'une nouvelle série de simulations modélisant la déformation plastique conjointe de deux grains contigus (voir III.1.3).

Dans les faits, nos premières simulations ne reproduisent donc pas totalement la complexité des processus réels de déformation plastique au joint. Ces simulations demeurent néanmoins très instructives, car elles permettent d'étudier de manière statistique le comportement d'ensembles de dislocations au voisinage d'un joint de grains, sous l'effet d'une contrainte appliquée. Elles nous permettront ainsi de dégager une tendance générale, dans le but d'élaborer des lois de comportement régissant la déformation plastique due aux dislocations stockées près d'un joint de grains.

III.1.3 Simulations de bicristaux plastique - plastique reproduisant les configurations expérimentales

Dans un second temps, des simulations faisant intervenir la déformation plastique conjointe de deux grains séparés par un joint ont été réalisées.

Pour des raisons techniques liées à la construction du volume simulé, il est difficile d'appliquer deux matrices de rotation différentes à un même volume. Cette difficulté a été surmontée par la mise en place de deux volumes simulés disjoints (donc deux simulations), ayant exactement les mêmes dimensions et se communiquant à chaque incrément de calcul le champ de contrainte généré par leurs dislocations. Cet échange est effectué par le biais d'une interface de communication MPI. Ce type de simulation, dont la structure globale est présentée figure III.3, est une première qui n'avait encore jamais été réalisée.

La mise en place de ce type de simulation a demandé un important travail de programmation. Dans les faits, l'échange des champs de contraintes entre les deux volumes s'y fait de deux manières différentes, qui dépendent de la position des dislocations considérées par rapport au joint de grains. Dans la zone des premiers microns contigus au joint, les interactions entre dislocations situées de part et d'autre de l'interface sont calculées à tous les pas de simulation. Les interactions entre les autres dislocations du volume sont à longue portée et sont calculées avec une période de l'ordre de la dizaine de pas de calcul. Ce calcul des interactions à longue portée est basé sur une hypothèse de champ moyen qui permet d'alléger la procédure. Une description complète de la méthode utilisée pour l'échange de ces contraintes à longue portée est donnée en annexe (annexe G).

De manière similaire à ce qui a été fait en III.1.2, ces simulations plastique - plastique ont été utilisées pour reproduire quatre des différentes configurations d'orientation systèmes de glissement / joint de grains du tricristal expérimental (cf figure III.4). Ce type de simulation prend en compte les champs de contraintes générés par les dislocations situées de l'autre côté du joint, et simule donc bien les incompatibilités de déformation plastiques dues au différentiel de glissement

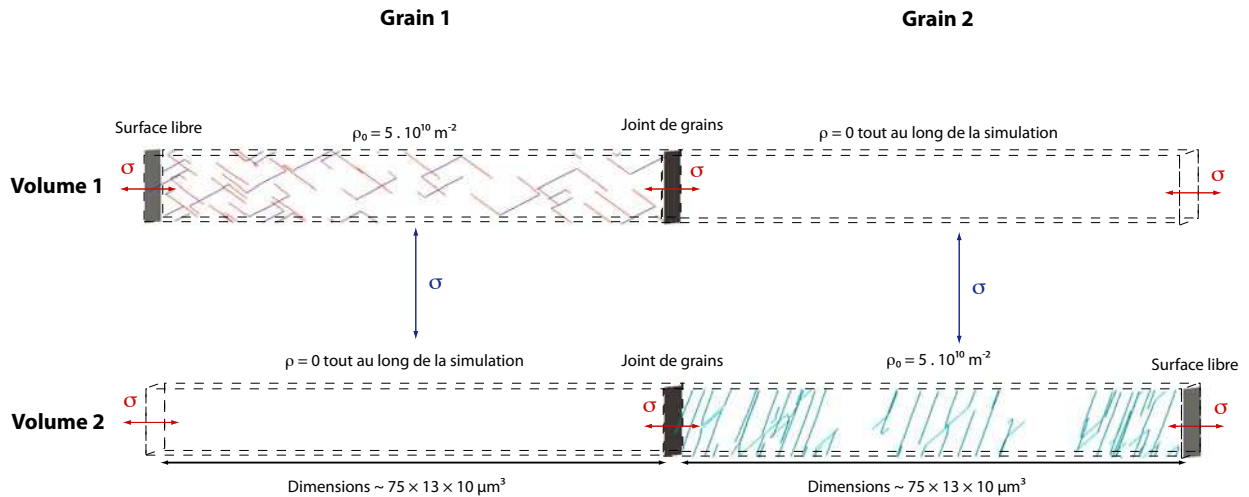


FIGURE III.3 – Schéma des configurations simulées dans les cas des simulations biphasées. Les déformations des deux grains sont simulées dans deux volume séparés. Ces deux volumes s'échangent périodiquement les champs de contraintes générés par leurs dislocations. Dans chaque volume, les champs de contraintes générés par l'autre grain sont ainsi pris en compte lors du calcul de la force de Peach et Koehler appliquée aux dislocations.

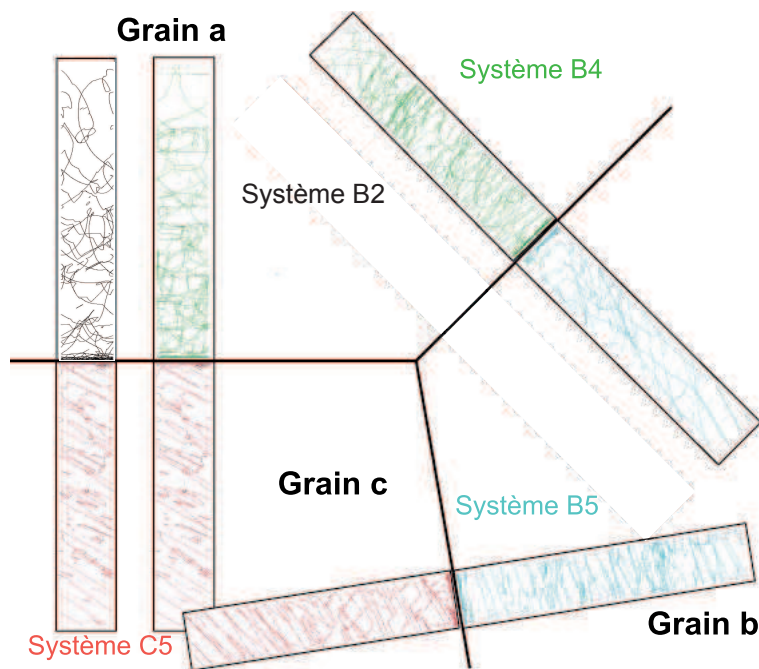


FIGURE III.4 – Schéma illustrant la reproduction des configurations d'orientation joint de grains - systèmes de glissement activés sur le tricristal expérimental, par le biais de simulation de DD plastique - plastique.

dans les deux grains. Les incompatibilités associées à un changement de la structure du joint par incorporation de dislocations sont par contre négligées. Ce dernier type d'incompatibilités est en effet négligeable pour les faibles gammes de température et de déformation auxquelles nous travaillons.

III.1.4 Méthodologie de traitement des résultats

Toutes les simulations ont été analysées après une déformation en cisaillement moyenne sur le système primaire de l'ordre de 0.25%. Ce cisaillement moyen correspond au cisaillement dans le volume simulé, calculé comme si la déformation était homogène dans tout ce volume. Dans la suite, nous appellerons cisaillement global ce cisaillement moyen, afin de ne pas le confondre avec l'évolution moyenne du cisaillement obtenue à partir des différentes configurations.

Au pas de calcul N , correspondant à une déformation prédéfinie, on a relevé l'évolution du cisaillement plastique $\gamma(x)$, de la densité de dislocations $\rho(x)$, et de la contrainte interne résolue $\tau_{int}(x)$ (x représente la distance normale au joint). La méthodologie utilisée pour obtenir ces quantités est illustrée figure III.5.

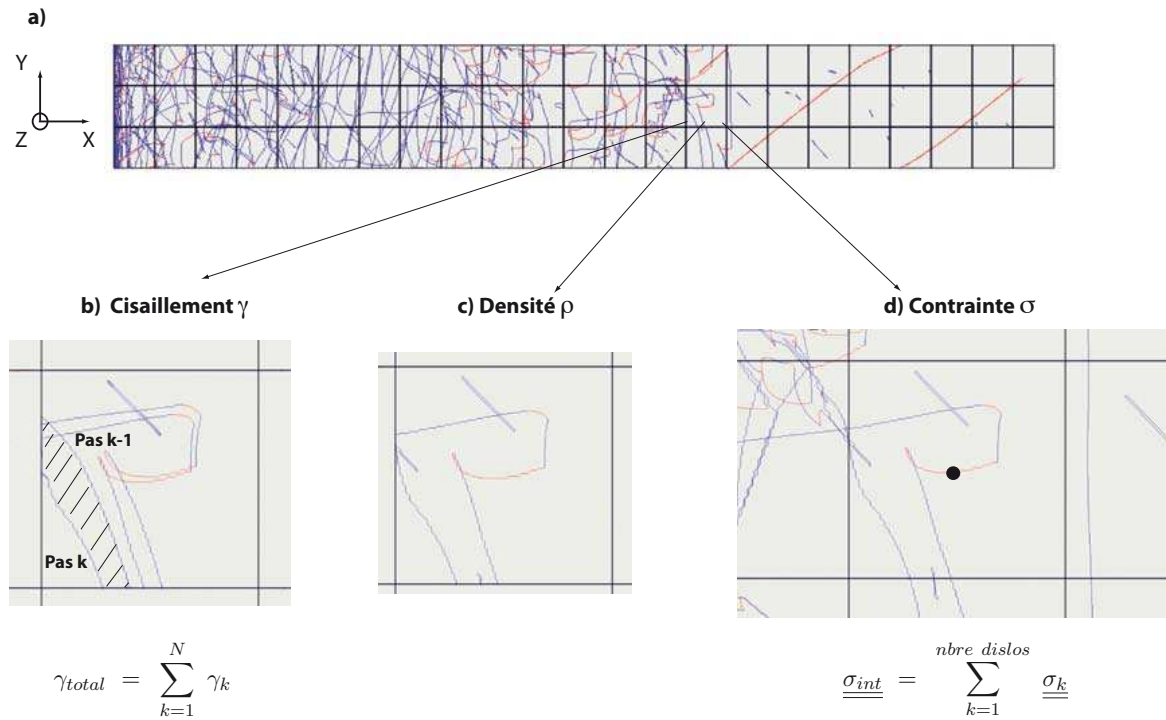


FIGURE III.5 – Schéma du post-traitement effectué sur les simulations de DD. Au pas de calcul N , on découpe le volume simulé en sous-domaines (a). Dans chacun de ces sous-domaines, on peut alors calculer : (b) le cisaillement total γ_{total} au pas N , (c) la densité de dislocations ρ , et (d) la contrainte interne au centre du sous-domaine, résolue sur le système de glissement étudié (τ_{int}).

Dans un premier temps, le volume simulé a été découpé en sous-domaines parallélépipédiques. Puis les trois quantités γ , ρ et τ_{int} ont été calculées dans chacun de ces sous-domaines :

- Le cisaillement instantané γ_k induit au pas de calcul k correspond à l'aire balayée par les dislocations du sous-domaine entre les pas $k - 1$ et k . Le cisaillement total dans le sous-domaine correspond alors à la somme des cisaillements instantanés (positifs ou négatifs) sur l'ensemble des pas de calcul effectués :

$$\gamma_{total} = \sum_{k=1}^N \gamma_k$$

- La densité de dislocations ρ correspond à la longueur de lignes de dislocations comprise dans le sous-domaine, divisée par le volume de ce sous-domaine.

- Le tenseur des contraintes internes a été calculé, au centre du sous-domaine, en prenant en compte les champs de contraintes générés par l’ensemble des dislocations du volume simulé :

$$\underline{\underline{\sigma}}_{int} = \sum_{k=1}^{nbre\ dislos} \underline{\underline{\sigma}}_k$$

Puis la contrainte résolue sur le système de glissement étudié (notons le s) a été calculée par le biais du tenseur de Schmid (équation I.15) :

$$\tau_{int}^s = s_{ij}^s (\sigma_{int})_{ij}$$

Pour finir, ces trois grandeurs ont été moyennées dans les directions \vec{Y} et \vec{Z} , définies figure III.5, afin d’obtenir leur évolution avec la distance au joint.

III.2 Résultats des simulations élastique - plastique en glissement simple

Cette section est dédiée à la présentation des résultats des simulations élastique - plastique, c’est-à-dire réalisées à partir de la déformation d’un grain accolé à un joint, telles que décrites en III.1.2.

III.2.1 Évolution de la densité totale avec la distance au joint

La déformation plastique des bicristaux se traduit d’abord par un élargissement des boucles de dislocations présentes à l’état initial. À mesure que ces boucles s’élargissent, une partie des lignes de dislocations vient se stocker sur le joint de grains, tandis que les boucles de dislocations de signe opposé tendent à sortir du volume simulé par l’intermédiaire de la surface libre. De nouvelles sources de dislocations sont régulièrement créées par le biais de réactions de contact entre les dislocations du système primaire et la faible proportion de dislocations présentes sur le système dévié.

Ces mécanismes conduisent à la formation d’empilements tridimensionnels complexes de dislocations, qui sont caractéristiques de la déformation plastique près d’un joint de grains. À mesure que la déformation augmente, une quantité toujours plus importante de dislocations vient se stocker dans ces empilements. La figure III.6 présente un exemple de ce phénomène, obtenu à partir de l’une de nos simulations élastique - plastique.

Les évolutions des densités de dislocations $\rho(x)$ des différentes simulations sont présentées figure III.7. Toutes ces évolutions ont été tracées à un pas de simulation correspondant à un cisaillement global de 0.28%.

La figure III.7 montre que le stockage de dislocations dans la zone la plus proche du joint diffère fortement suivant les simulations. L’importance du stockage dépend donc de l’orientation du système de glissement par rapport au joint de grains. En effet, ce stockage dépend en premier lieu de la densité de plans interceptant le joint, qui dépend elle-même de l’orientation relative des plans de glissement par rapport à ce joint (voir figure III.8 pour une illustration dans un cas bidimensionnel). À cette cause purement géométrique s’ajoute le fait que la forme du champ de contraintes associé aux dislocations stockées au joint est différente dans chaque simulation. La forme du champ de contrainte dépend en effet de l’orientation des plans de glissement et du caractère des dislocations stockées. Une dislocation arrivant au voisinage du joint ne voit donc pas le même champ de contrainte suivant la simulation considérée, d’où une dispersion du stockage au voisinage immédiat du joint. Cette différence de comportement est illustrée sur la figure III.9, qui présente une vue normale de la microstructure de dislocations empilées directement sur le plan du joint, pour deux simulations présentant des comportements opposés en terme de densité stockée au joint.



FIGURE III.6 – Allure de la microstructure de dislocations obtenue après une déformation en cisaillement de 0.28% (simulation « B4 modèle EF »). Les dislocations sont à l'équilibre dans des empilements tridimensionnels complexes qui prennent leur source sur le joint. (a) Vue selon l'axe \bar{Z} . (b) Vue selon l'axe \bar{Y}

Précisons en outre que les valeurs mesurées au voisinage immédiat du joint ne correspondent pas à la vraie densité stockée contre ce dernier. Un affinage de la taille des sous-domaines utilisés pour le calcul de la densité montre que le vrai stockage de dislocations dans cette zone a une épaisseur maximale d'une vingtaine de nanomètres. Les points les plus proches du joint dans la figure III.7 ont été calculés en comptant la longueur de lignes de dislocation dans une tranche d'épaisseur un micron, jouxtant le plan du joint et parallèle à ce dernier. Les densités au niveau du joint y sont fortement sous-évaluées, comme le montre la figure III.10 qui présente une densité plus réaliste de l'ordre de 10^{14} m^{-2} . La valeur exacte de la densité stockée au voisinage très immédiat du joint n'a du reste pas d'importance dans notre étude. En effet, les dislocations stockées dans les tout premiers microns près du joint ont un comportement qui dépend de la nature discrète des dislocations (et notamment du champ de contrainte associé à chacune des dislocations environnantes). Il n'est donc pas possible de simuler ce comportement par le biais d'un modèle continu.

La figure III.7 montre que la dépendance de la densité stockée à l'orientation relative système de glissement / joint de grains disparaît pour une distance au joint supérieure à $5 \mu\text{m}$. Ce comportement est une conséquence du stockage des dislocations sous la forme d'empilements tridimensionnels. Près du joint, les dislocations d'un même plan de glissement sont très proches les unes des autres (les empilements sont très resserrés). Plus l'on s'écarte du joint, plus l'espacement entre dislocations d'un même plan augmente (et moins les empilements sont resserrés). Passée une certaine distance au joint, les dislocations sont ainsi suffisamment éloignées les unes des autres pour que l'on puisse considérer leur répartition comme quasi-homogène (voir le schéma explicatif de la figure III.11). La dépendance à la cristallographie observée près du joint ne s'applique donc plus lorsque l'on s'éloigne de ce dernier, pour peu que les sous-domaines utilisés soient suffisamment grands pour contenir un nombre suffisamment important de dislocations, même loin du joint. La densité de dislocations $\rho(x)$ suit alors une évolution continue qui est globalement similaire dans toutes les simulations.

Passés les cinq premiers microns, cette similarité des évolutions nous permet d'approcher le comportement de l'ensemble des simulations par le biais d'une courbe maîtresse. L'évolution moyenne de la densité de dislocations avec la distance au joint a ainsi été calculée à partir des courbes de la figure III.7. Cette évolution moyenne est présentée figure III.12. Le point le plus proche du joint de grains représente une moyenne sur des densités stockées très diverses et n'est pas significatif. À l'inverse, les autres points, situés à plus de $5 \mu\text{m}$ du joint, décrivent bien l'évolution moyenne du stockage de dislocations au joint de grains en glissement simple, à la

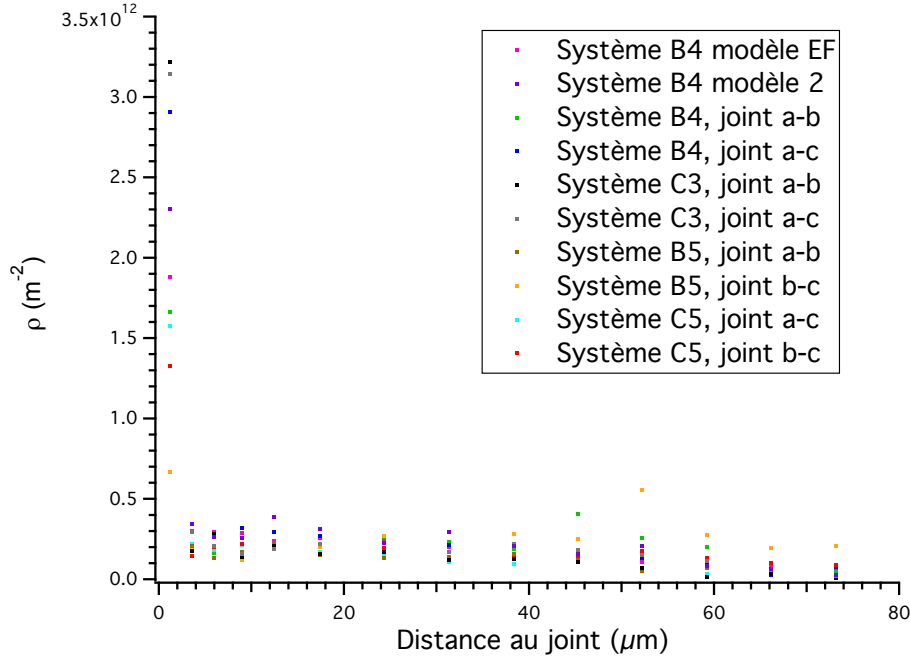


FIGURE III.7 – Évolutions de la densité de dislocations avec la distance au joint de grains, pour les différentes configurations étudiées. Les deux simulations modèles correspondent aux simulations lancées pour valider la géométrie du volume simulé (cf III.1.2). Les autres reproduisent les configurations d'orientation système de glissement / joint de grains du tricristal expérimental. Ces différentes évolutions correspondent toutes à un cisaillement global de 0.28% dans le volume simulé.

déformation considérée.

III.2.2 Évolution du cisaillement plastique avec la distance au joint

Les évolutions du cisaillement $\gamma(x)$ correspondant à chacune des simulations sont présentées figure III.13. Ces évolutions ont toutes été tracées à un pas de simulation correspondant à un cisaillement global de 0.28% dans le volume simulé.

De manière globale, les évolutions présentées figure III.13 diffèrent aux extrémités de l'intervalle d'étude et se croisent toutes en un point situé au centre de cet intervalle. Ce comportement est relié aux évolutions de densités de dislocations mesurées en III.2.1. Le cisaillement plastique sur le système activé constitue en effet une signature du passage des dislocations aux pas de simulations précédents. Nous avons vu que la densité de dislocations stockées directement sur le joint était fortement dépendante de la simulation étudiée. Par conséquent, le nombre de dislocations ayant balayé l'aire située près du joint de grains diffère suivant la simulation. Ainsi s'explique la disparité des évolutions du cisaillement sur les quinze premiers microns à partir du joint.

Toutes ces évolutions ont été tracées à un pas de simulation correspondant à un cisaillement global de 0.28% dans le volume simulé. L'aire comprise sous chacune des courbes dessinées par les évolutions de la figure III.13 doit donc être égale à l'aire comprise sous la droite d'équation $\gamma = 0.28$. Ceci explique que les évolutions se croisent au centre du domaine d'étude, la disparité des évolutions près du joint de grains devant nécessairement être compensée par une disparité « antisymétrique » à l'autre bout de l'intervalle d'étude.

Cette disparité des évolutions à l'extrémité opposée au joint s'explique par la présence de la surface libre, qui permet aux dislocations de s'échapper du volume simulé sans être remplacées. Suivant l'orientation des plans de glissement, un nombre plus ou moins important de dislocations est ainsi retiré de la simulation (plus l'angle θ défini en figure III.8 est faible, plus les dislocations

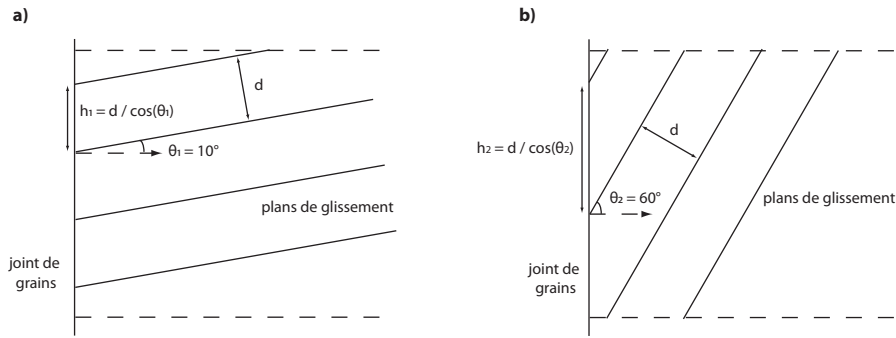


FIGURE III.8 – Influence de l’orientation des plans de glissement sur le nombre de ces plans qui interceptent une aire donnée du joint de grains. (a) Les plans sont tournés de $\theta_1 = 10^\circ$ par rapport à la normale au joint. L’espace entre les points d’intersection plans / joint est égal à $h_1 = d / \cos(\theta_1)$ (avec d l’espace entre deux plans de glissement), et 4 plans interceptent le joint de grains dans l’intervalle considéré. (b) Les plans sont tournés de $\theta_2 = 60^\circ$ par rapport à la normale au joint. L’espace entre les points d’intersection plans / joint est alors égal à $h_2 = d / \cos(\theta_2) > h_1$, et seulement deux plans interceptent le joint de grains dans l’intervalle considéré. Si l’on fait l’approximation d’empilements de dislocations équivalents sur tous les plans de glissement, la densité de dislocations stockée sur le plan du joint sera alors supérieure d’un facteur 2 dans le cas (a).

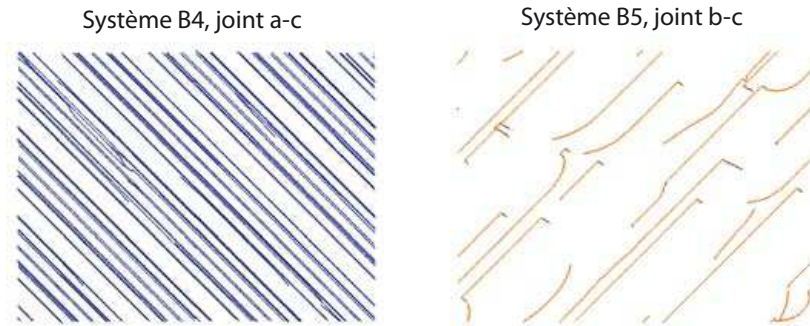


FIGURE III.9 – Vue normale du stockage de dislocations au joint de grains pour deux simulations présentant des comportements opposés sur la figure III.7, après une déformation équivalente. Le nombre de lignes de dislocations stockées est bien plus important dans le cas de la simulation « B4, joint *a-c* ».

atteignent rapidement la surface libre), ce qui se traduit par la création d’une zone de déplétion plus ou moins marquée. Une simulation comportant une forte déplétion en dislocations près de la surface libre présentera ainsi un cisaillement moins important dans cette zone, ce qui explique la disparité des évolutions de cisaillement à l’extrémité du volume simulé.

De manière similaire à ce qui a été fait en III.2.1, il est tout à fait possible d’exprimer l’évolution moyenne du cisaillement par l’intermédiaire d’une courbe maîtresse, calculée à partir des évolutions de la figure III.13. Cette courbe moyenne est présentée en figure III.14. Si l’on exclut les vingt derniers microns, qui constituent une zone d’artefact liée à la présence de la surface libre, l’évolution qu’elle décrit est parfaitement valable dans la zone située à plus de 15 μm du joint de grains.

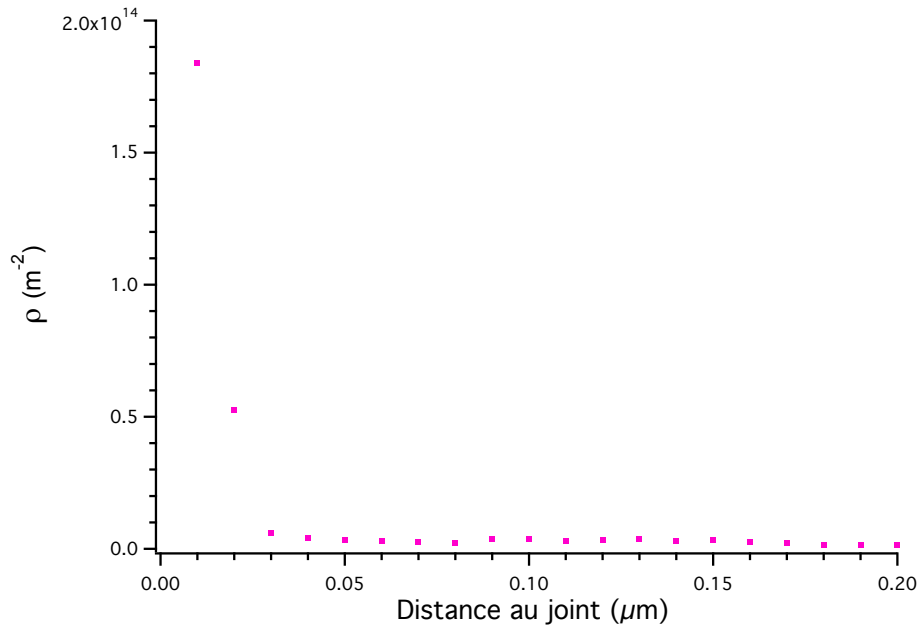


FIGURE III.10 – Évolution de la densité de dislocations de la simulation « B4 modèle EF » avec la distance au joint, réalisée avec un pas de 10 nm. Le stockage au joint est concentré sur les 20 premiers nanomètres. Il s’agit donc exclusivement de dislocations stockées au voisinage immédiat du joint.

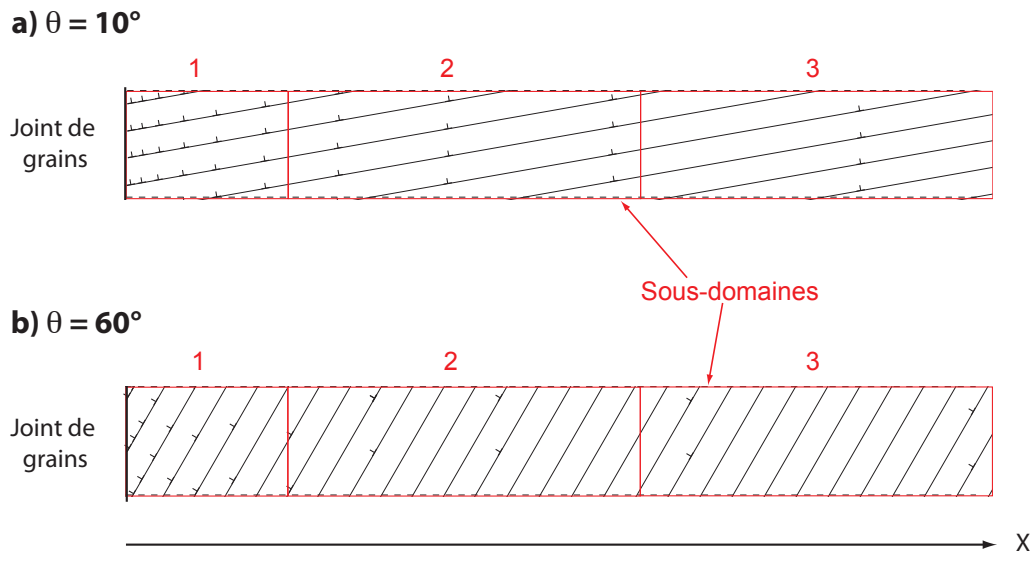


FIGURE III.11 – Illustration de l’indépendance du calcul de la densité ρ à l’angle θ loin du joint. Les simulations (a) et (b) contiennent la même densité de dislocations dans le sous-domaine numéro trois, alors qu’elles correspondent à des simulations d’angles θ différents. Les sous-domaines près du joint sont plus court selon l’axe \vec{x} , ce qui correspond à ce qui a été fait lors du post-traitement de nos simulations de DD (cf figure III.7 : les points près du joint sont calculés avec un pas plus resserré, car ils correspondent à des sous-domaines de plus petite taille. Le but de ce resserré est de capturer au mieux l’évolution rapide de $\rho(x)$ près du joint.)

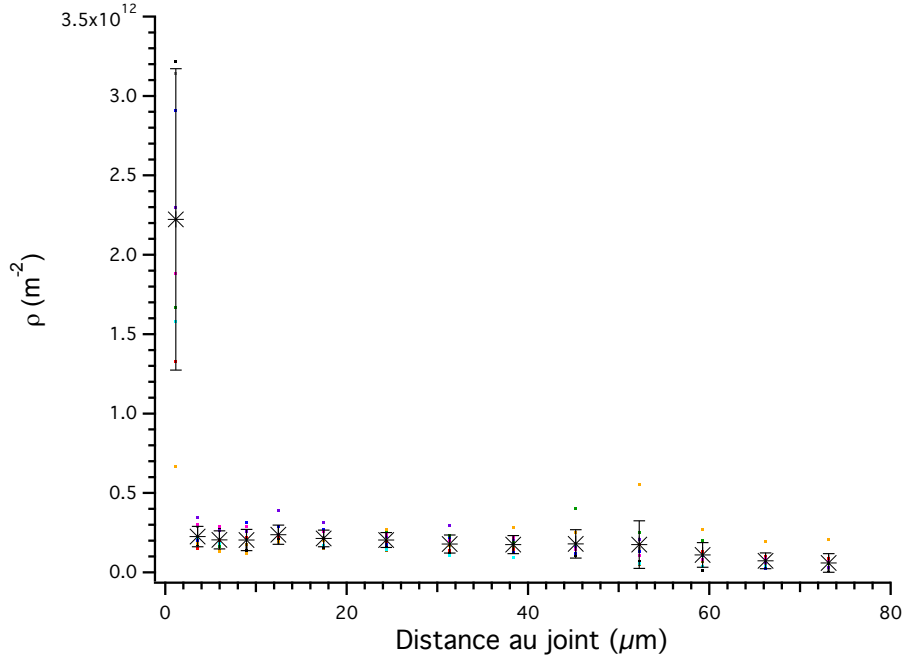


FIGURE III.12 – Évolution moyenne du stockage de dislocations avec la distance au joint de grains, calculée à partir des évolutions de la figure III.7 qui sont représentées sous forme de nuages de points en arrière-plan de la courbe moyenne. Les barres d’erreur correspondent aux écarts-types sur les valeurs moyennées.

III.2.3 Évolution de la densité de GND avec la distance au joint. Comparaison à la densité totale

La densité de GND est liée au gradient spatial du cisaillement par le biais de l’équation fondamentale (Ashby (1970)) :

$$\rho_{GND} = \frac{\partial \gamma}{b \partial x} \quad (\text{III.2})$$

avec x la direction du vecteur de Burgers des GND.

Il est donc possible, en faisant l’approximation d’une population de GND exclusivement composée de dislocations de vecteurs de Burgers normaux au joint, de déduire la densité de GND associée au gradient spatial du cisaillement moyen $\gamma(x)$ mesuré en III.2.2. Ceci revient à calculer la densité moyenne de GND stockées au joint lors d’une déformation en glissement simple, à un cisaillement global de 0.28% sur le système activé. La densité au point de mesure k peut ainsi être obtenue par le biais de l’équation :

$$\rho_{GND}^k = \frac{\Delta \gamma(x)}{b \Delta x} = \frac{\gamma^{k+1} - \gamma^{k-1}}{b (x^{k+1} - x^{k-1})} \quad (\text{III.3})$$

avec γ^{k+1} et γ^{k-1} les cisaillements moyens aux points de mesure $k + 1$ et $k - 1$, et x^{k+1} et x^{k-1} la distance normale au joint aux points de mesure $k + 1$ et $k - 1$.

L’évolution de la densité de GND ainsi obtenue est présentée en rouge figure III.15. Cette évolution est superposée avec l’évolution moyenne de la densité totale de dislocations, déjà présentée figure III.12 (en noir).

Exception faite des points situés contre le joint de grains, qui ne correspondent pas à la vraie densité à cet endroit (cf III.2.1), les deux profils se superposent parfaitement. Il y a donc correspondance entre la densité de GND et la densité totale de dislocations dans le volume simulé, c’est-à-dire que les dislocations stockées au joint en glissement simple sont toutes des GND de même signe, quel que soit le volume de référence choisi pour le calcul de ces densités.

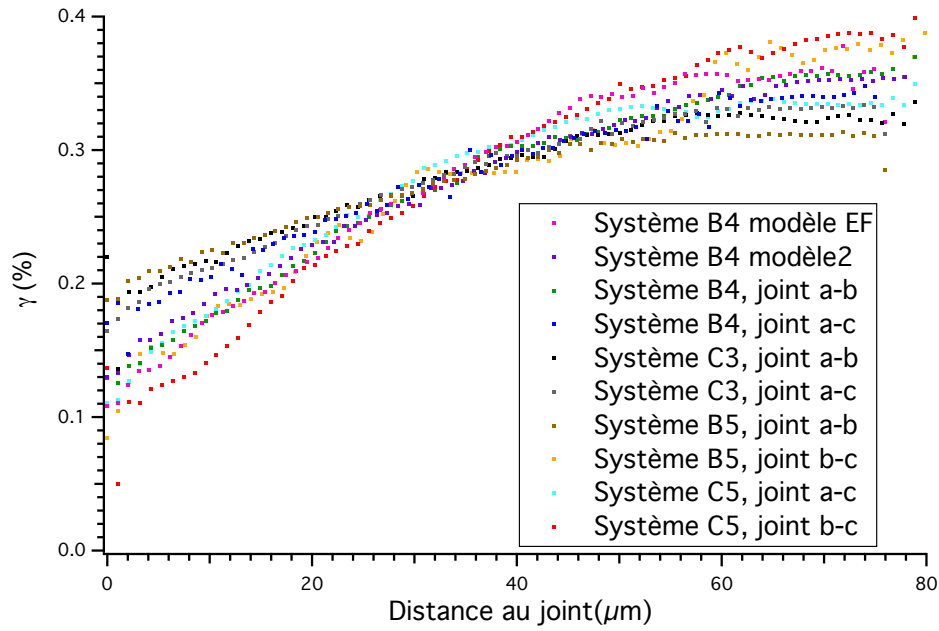


FIGURE III.13 – Évolutions du cisaillement avec la distance au joint de grains, pour les différentes configurations étudiées. Les deux simulations modèles correspondent aux simulations lancées pour valider la géométrie du volume simulé (cf III.1.2). Les autres reproduisent les configurations d'orientation système de glissement / joint de grains du tricristal expérimental. Ces différentes évolutions correspondent toutes à un cisaillement moyen de 0.28% dans le volume simulé.

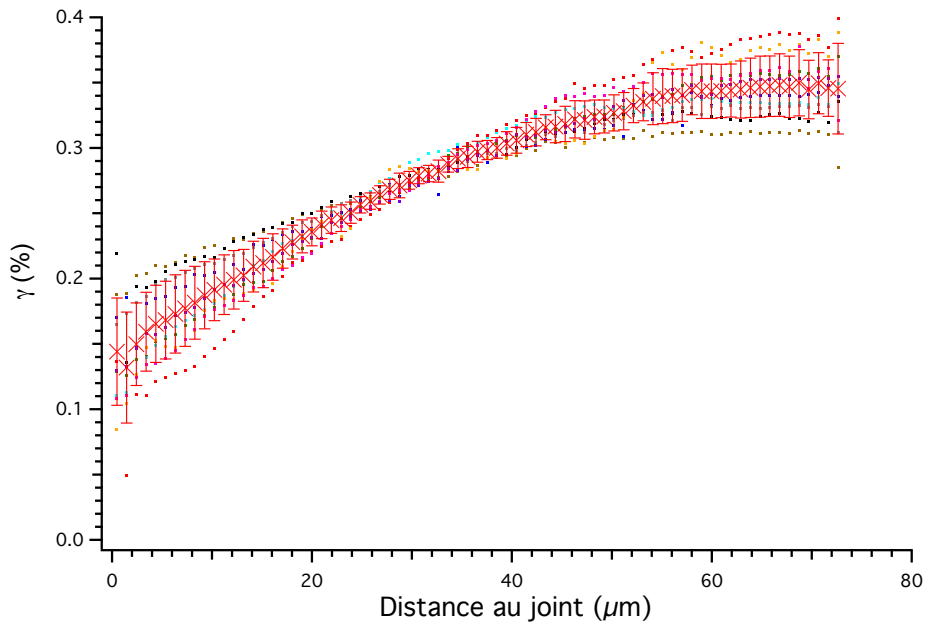


FIGURE III.14 – Évolution moyenne du cisaillement sur le système activé avec la distance au joint de grains, calculée à partir des évolutions de la figure III.13 qui sont représentées sous forme de nuages de points en arrière-plan de la courbe moyenne. Les barres d'erreur correspondent aux écarts-types sur les valeurs moyennées.

Ce résultat se comprend assez bien si l'on étudie le déroulement de la simulation. Ces simulations partent en effet d'une microstructure de dislocations initiale constituée de boucles de dislocations. Au cours de la déformation en glissement simple, le sens de déplacement des lignes de dislocations dépend de leur signe (c'est-à-dire du signe de leur ligne vis à vis de la direction du

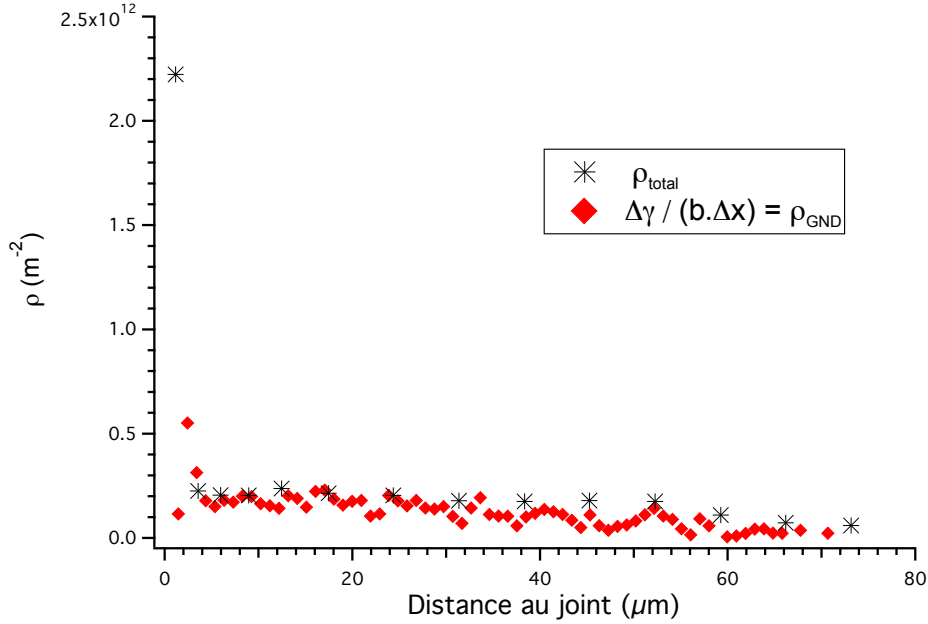


FIGURE III.15 – En rouge : évolution de la densité de GND avec la distance au joint, obtenue à partir de l'équation III.3 appliquée à l'évolution moyenne du cisaillement présentée en figure III.14. En noir : évolution moyenne de la densité totale de dislocations, déjà présentée en figure III.12. Les deux courbes se superposent parfaitement.

vecteur de Burgers). Toutes les dislocations d'un signe se dirigent ainsi vers le joint. À l'opposé, toutes les dislocations du signe opposé se dirigent vers la surface libre, puis sortent du volume simulé. Après déformation, toutes les dislocations stockées dans le volume simulé sont donc de même signe, c'est-à-dire que ce sont toutes des GND.

Soulignons que ce résultat important s'applique au cas général de la déformation en glissement simple d'un polycristal : toutes les dislocations stockées au voisinage d'un joint donné seront de même signe. Elle seront donc géométriquement nécessaires dans un volume de référence correspondant au voisinage étendu du joint, qui sera délimité par le libre parcours moyen des dislocations de signe opposé glissant vers le cœur du cristal. Conformément à la réalité, ce libre parcours moyen est extrêmement grand dans le cas de nos simulations de DD réalisées en glissement simple. Ce phénomène a d'ailleurs été observé expérimentalement par Montagnat et al. (2003) lors de la déformation en torsion de monocristaux de glace (la glace se déforme essentiellement en glissement simple car elle ne contient qu'un seul type de système de glissement).

La figure III.16 permet une observation plus détaillée de l'évolution de la densité de GND, à l'aide d'un tracé à main levée qui schématise cette évolution (lignes pointillées bleues). Ce tracé fait apparaître trois zones de comportements distincts : une première zone de fort stockage de dislocations directement sur le plan du joint de grains ; une seconde zone où la densité de GND reste constante lorsque l'on s'écarte du joint, conséquence d'un ralentissement de l'empilement des dislocations sous l'effet des fortes contraintes générées par les dislocations stockées dans la première zone ; une troisième zone enfin, dans laquelle la densité de GND décroît doucement lorsque l'on s'écarte du joint. Cette dernière zone correspond à un effet à longue portée du joint de grains sur le stockage de GND, et est cohérente avec les observations expérimentales (cf II.5.3).

III.2.4 Évolution de la contrainte résolue avec la distance au joint

Les évolutions des contraintes résolues $\tau(x)$ des différentes simulations sont présentées figure III.17. Là encore, ces évolutions ont toutes été tracées à un pas de simulation correspondant à

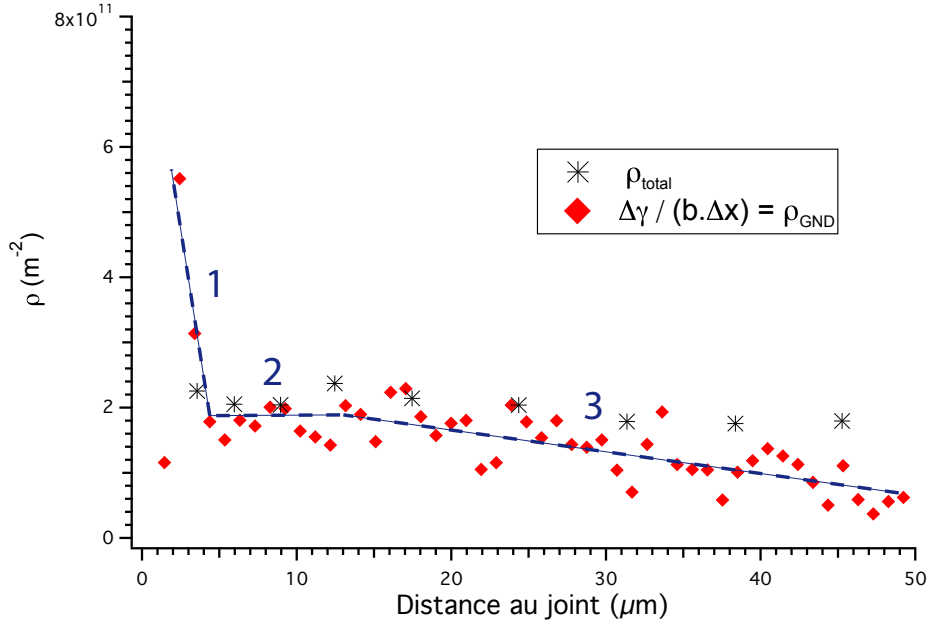


FIGURE III.16 – L'évolution de la densité de dislocations moyenne peut se décomposer en trois zones : (1) fort stockage de dislocations directement sur le plan du joint ; (2) zone de densité constante : la densité demeure constante lorsque l'on approche du joint car l'empilement des dislocations est ralenti par le fort champ de contrainte généré par les dislocations de la zone 1 ; (3) zone de décroissance de la densité de dislocations lorsque l'on s'écarte du joint.

un cisaillement global de 0.28% dans le volume simulé.

Contrairement aux évolutions des densités de dislocations et des cisaillements, la valeur de la contrainte résolue dépend clairement de l'orientation relative plan de glissement / joint de grains. Le tracé d'une courbe maîtresse représentative de l'évolution moyenne de $\tau(x)$ n'est donc pas possible en l'état. Comme nous le verrons en III.3.4, la mise en place d'une description de cette évolution va passer par la prise en compte de l'orientation cristallographique.

La figure III.17 présente des évolutions de contraintes résolues en forme de paliers de valeurs constantes, quelle que soit la simulation étudiée. Ce type de profil de contraintes, homogène et constant avec la distance au joint, est similaire au profil généré par un empilement de dislocations coins situées sur un plan normal au joint de grains (Hirth and Lothe (1982)). La contrainte dans l'empilement est alors égale et opposée à la contrainte appliquée, ce qui est également le cas dans nos simulations. Le tableau III.1 répertorie en effet la valeur de la contrainte appliquée dans chacune des simulations, à la déformation considérée. Cette contrainte est à chaque fois légèrement supérieure à la valeur du plateau de contrainte interne mesurée. Cette légère différence est due au fait que la contrainte interne est mesurée en des points de référence qui ne correspondent pas à des positions de dislocations. Or τ_{int} est égale et opposée à τ_{app} à l'emplacement des dislocations seulement. Le champ de contrainte interne étant nécessairement faiblement hétérogène, il est très probable que la valeur de τ_{int} aux points de mesure soit inférieure à celle vue par les dislocations. Ceci explique que l'on mesure une contrainte τ_{int} légèrement inférieure à τ_{app} .

De l'autre côté du joint, l'incompatibilité plastique se traduit par la présence d'un fort pic de contrainte au niveau même du joint, illustré figure III.18. La contrainte générée dans le grain contigu est systématiquement de signe opposé à la contrainte mesurée dans le grain contenant les dislocations. Là encore, ce comportement est similaire à celui d'un empilement unidimensionnel de dislocations coins. La contrainte résolue générée par l'ensemble des dislocations y est en effet égale et opposée à la contrainte appliquée dans toute la zone de l'empilement, excepté en tête d'empilement où l'on mesure une forte contrainte, du signe de la contrainte appliquée (cf I.4.4).

Les évolutions de contraintes résolues de nos simulations présentent donc de vraies similarités

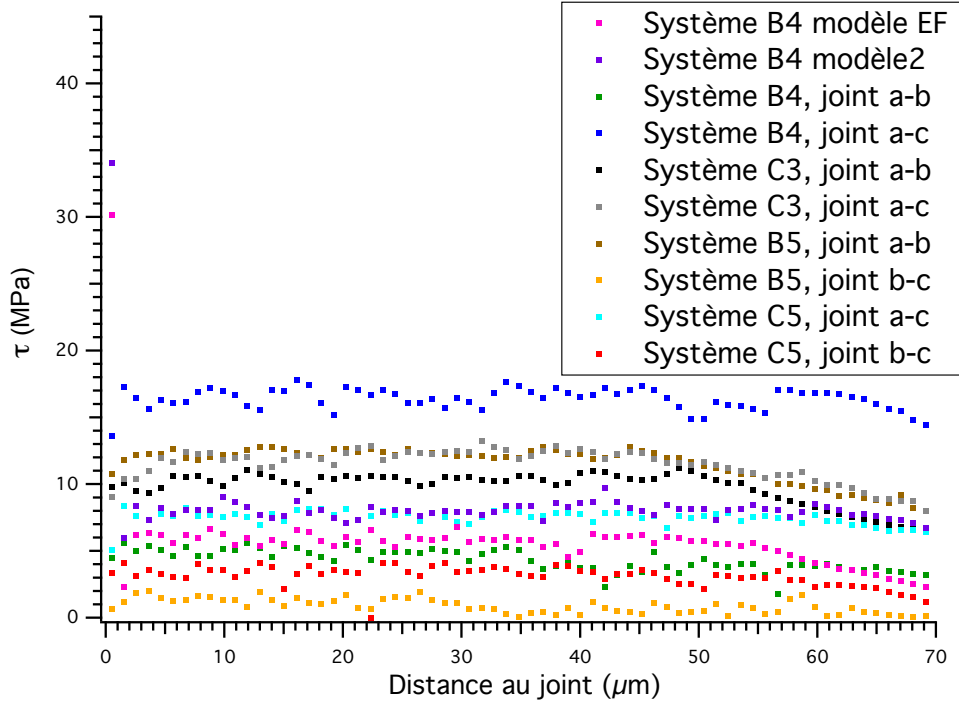


FIGURE III.17 – Évolutions de la contrainte résolue avec la distance au joint de grains, pour les différentes configurations étudiées. Ces différentes évolutions correspondent toutes à un cisaillement global de 0.28% dans le volume simulé.

avec un empilement unidimensionnel de dislocations coins. Nous allons par conséquent tenter de décrire les différentes évolutions obtenues en DD par le biais d'équations continues associées à l'empilement théorique (section III.3), dans le but d'introduire ensuite ces équations dans un modèle macroscopique continu.

En résumé de cette section, nous retiendrons plusieurs points importants. Tout d'abord, les évolutions de $\rho(x)$, de $\rho_{GND}(x)$ et de $\gamma(x)$ ne dépendent pas de l'orientation cristallographique loin du joint. Il est donc possible de décrire l'évolution de ces trois grandeurs par le biais de courbes maîtresses. Lors de la déformation en glissement simple du voisinage d'un joint de grains, et en l'absence de dislocations de forêt, toutes les dislocations stockées au joint sont

Simulation	τ_{app} (MPa)
Système B4 modèle EF	6.9
Système B4 modèle2	9.4
Système B4, joint <i>a-b</i>	6.6
Système B4, joint <i>a-c</i>	18.3
Système C3, joint <i>a-b</i>	11.3
Système C3, joint <i>a-c</i>	13.1
Système B5, joint <i>a-b</i>	13.6
Système B5, joint <i>b-c</i>	3.1
Système C5, joint <i>a-c</i>	8.6
Système C5, joint <i>b-c</i>	4.6

TABLE III.1 – Contraintes appliquées au moment du traitement des résultats, pour les différentes simulations.

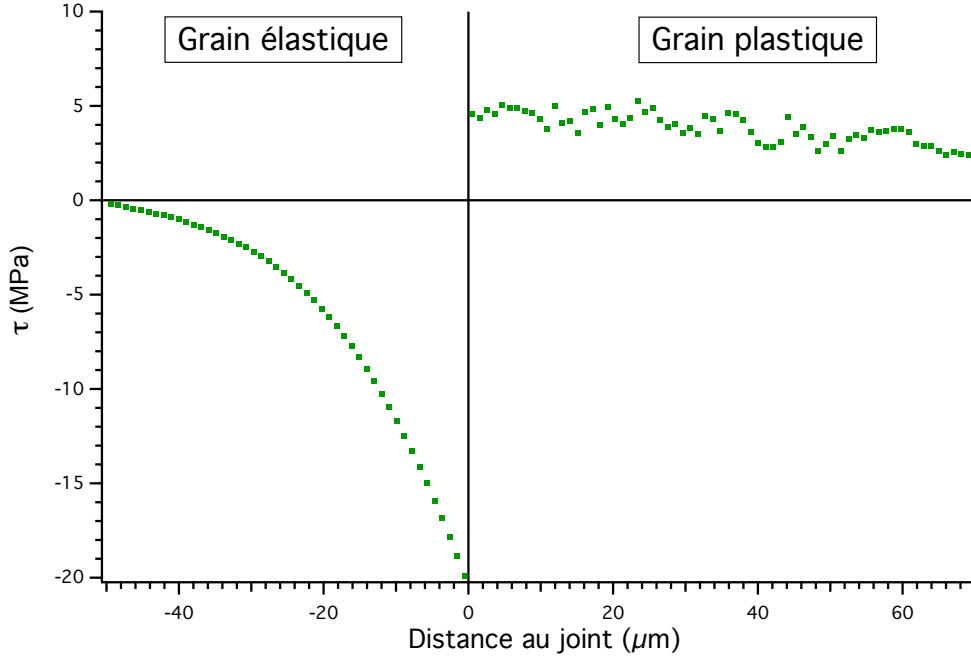


FIGURE III.18 – Évolution de la contrainte résolue de part et d’autre du joint dans la simulation « B4, $a - b \gg$ ». Le grain élastique ne contient pas de dislocations. Le comportement observé dans ce grain (forte contrainte au joint, de signe opposé à la contrainte dans le joint plastique) se retrouve dans toutes les simulations.

des GND. Contrairement aux cas du cisaillement et des densités de dislocations, l’évolution de $\tau_{int}(x)$ dépend fortement de l’orientation cristallographique. $\tau_{int}(x)$ présente un comportement en plateau, similaire à l’évolution de la contrainte dans un empilement unidimensionnel de dislocations coins.

III.3 Description par le biais d’équations continues

Les simulations de DD réalisées au cours de cette thèse visent à fournir des lois décrivant le comportement des dislocations dans le polycristal, dans le but d’intégrer ces lois de comportement à des modèles continus dédiés aux échelles supérieures. Pour ce faire, il est nécessaire de traduire les différentes évolutions mesurées en III.2 par le biais d’équations continues.

La précédente section a montré que les microstructures obtenues en DD présentaient des évolutions de contrainte compatibles avec celle d’un empilement unidimensionnel de dislocations coins. Par conséquent, nous dédions la présente section à l’étude des champs mécaniques associés à cet empilement unidimensionnel, dans le but de comparer l’évolution de ces champs avec les évolutions obtenues en DD. Notre objectif est de montrer que nos microstructures tridimensionnelles de dislocations ont un comportement suffisamment proche de celui de l’empilement pour que ce dernier puisse servir de base à la construction d’équations continues décrivant le stockage de GND près d’un joint de grains.

III.3.1 Description de la configuration théorique utilisée

L’empilement théorique sur lequel nous nous basons est un classique de la plasticité, et sa description peut être trouvée dans tous les livres de référence (voir par exemple Hirth and Lothe (1982)). Dans cette configuration, représentée figure III.19, le stockage de dislocations résulte de l’empilement de dislocations coins contre le joint de grains. Ces dislocations, générées par une source située à une distance L , glissent dans un plan normal au joint, sous l’effet d’une contrainte

appliquée homogène. Le sens de déplacement des dislocations étant déterminé par leur signe, toutes les dislocations empilées sont de même signe.

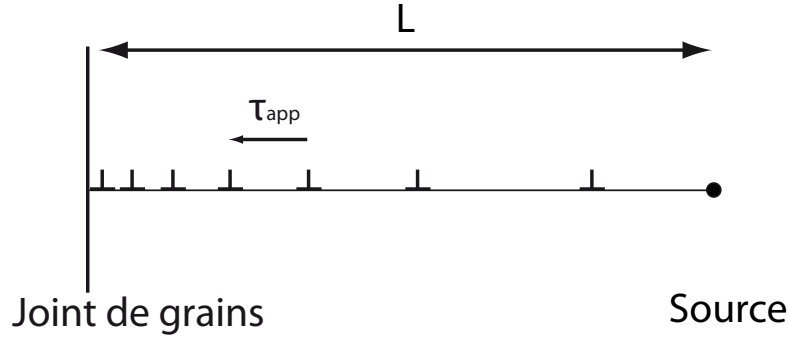


FIGURE III.19 – Empilement unidimensionnel de dislocations coins glissant dans un plan normal au joint. Chaque dislocation de l'empilement est à l'équilibre sous l'effet d'une contrainte interne τ_{int} , générée par les dislocations environnantes, qui est égale et opposée à la contrainte appliquée τ_{app} .

Si l'on excepte la dislocation de tête, ces dislocations sont toutes à l'équilibre : elles subissent toutes une contrainte interne τ_{int} , générée par l'ensemble des dislocations environnantes, qui est égale et opposée à la contrainte appliquée τ_{app} . L'arrivée d'une nouvelle dislocation est associée à un resserrement des dislocations déjà présentes, et nécessite une augmentation de la contrainte appliquée.

Dans le cas d'une contrainte appliquée homogène, la contrainte interne est donc homogène partout dans l'empilement, sauf en un point situé en tête d'empilement (au niveau du joint). En ce point la contrainte générée par l'ensemble des dislocations de l'empilement n'est en effet pas compensée (puisque l'empilement de dislocations s'interrompt au niveau du joint), et la contrainte interne atteint une valeur élevée, égale à $N \cdot \tau_{app}$ (avec N le nombre de dislocations dans l'empilement).

III.3.2 Évolution de la densité de dislocations

L'expression de la distribution de dislocations dans un empilement de longueur L , tel que représenté sur le schéma (a) de la figure III.20, est de la forme (Hirth and Lothe (1982); Friedman and Chrzan (1998)) :

$$n(X) = \frac{2(1-\nu)\tau}{\mu b} \sqrt{\frac{(L/2)+X}{(L/2)-X}} \quad (\text{III.4})$$

avec X variant entre $-L/2$ et $L/2$, de manière à ce que la densité de dislocations soit nulle en $X = -L/2$. L'empilement ainsi décrit correspond donc à l'empilement de dislocations coins contre un joint situé en $X = L/2$, ces dislocations étant générées par une source située en $X = -L/2$.

En excluant la discontinuité en $X = L/2$, et en considérant que le chargement est homogène, on peut calculer le nombre total de dislocations de l'empilement à une contrainte τ donnée (Hirth and Lothe (1982)) :

$$N = \int_{-L/2}^{L/2} n(X) dX = \frac{\pi(1-\nu)L\tau}{\mu b} \quad (\text{III.5})$$

L'équation III.4 peut ainsi se réexprimer sous la forme :

$$n(X) = \frac{2N}{\pi L} \sqrt{\frac{(L/2)+X}{(L/2)-X}} \quad (\text{III.6})$$

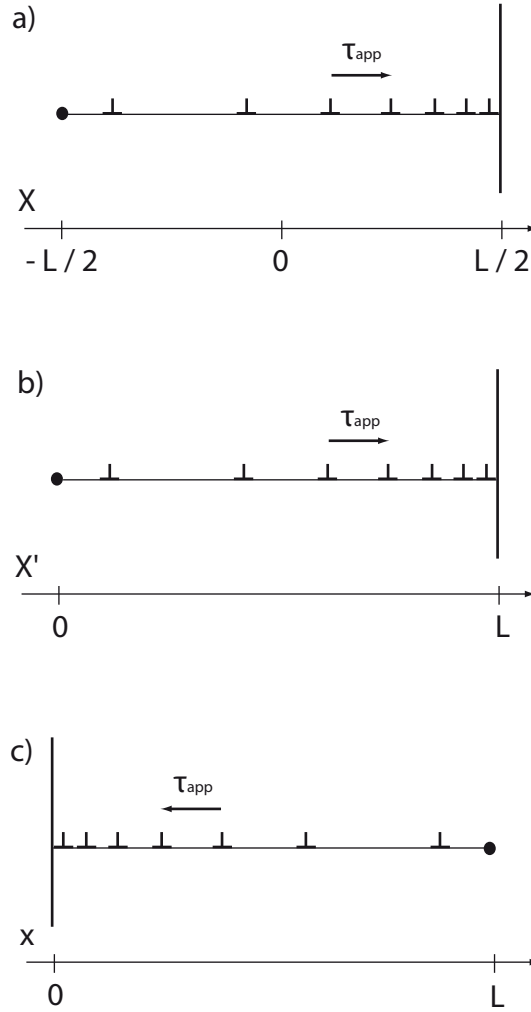


FIGURE III.20 – (a) Description de l’empilement de dislocations dont la distribution est donnée par la formule III.4. (b) Description correspondant à la formule III.6. (c) Description correspondant à la formule III.8

Le changement de variable $X' = X + L/2$ permet de se ramener à une solution correspondant au schéma (b) de la figure III.20 :

$$n(X') = \frac{2 N}{\pi L} \sqrt{\frac{X'}{L - X'}} \quad (\text{III.7})$$

avec X' variant entre 0 et L .

Le changement de variable $x = L - X'$ permet enfin d’aboutir à l’expression de la distribution représentée sur le schéma (c) de la figure III.20 :

$$n(x) = \frac{2 N}{\pi L} \sqrt{\frac{L - x}{x}} \quad (\text{III.8})$$

avec x la distance au joint représentée figure III.19. Cette expression décrit l’empilement de dislocations coins contre un joint de grains situé en $x = 0$, et générées par une source située en $x = L$.

La comparaison aux évolutions de densités de dislocations présentées en III.2.3 nécessite de ne considérer qu’une partie de l’empilement ainsi décrit. Les évolutions de la figure III.15 présentent en effet une densité non nulle en $x = 75 \mu\text{m}$ (longueur du volume simulé), de sorte que

les microstructures décrites par ces évolutions ne peuvent pas être analogues avec un empilement de $75 \mu\text{m}$ de long. Il est donc nécessaire de considérer que la source de dislocations à l'origine de l'empilement est située à l'extérieur du volume simulé.

Nous allons considérer une source de dislocations placée à deux fois la longueur du volume simulé, c'est-à-dire à une distance L du joint telle que :

$$L = 2l \quad (\text{III.9})$$

où $l = 75 \mu\text{m}$ est la longueur du volume simulé en DD.

L'introduction de la longueur l dans l'équation III.8 mène à l'expression :

$$n(x) = \frac{N}{\pi l} \sqrt{\frac{2l-x}{x}} \quad (\text{III.10})$$

soit dans une tranche de hauteur h :

$$\rho(x) = \frac{N}{\pi l h} \sqrt{\frac{2l-x}{x}} \quad (\text{III.11})$$

ou encore :

$$\rho(x) = \frac{\rho_h}{\pi} \sqrt{\frac{2l-x}{x}} \quad (\text{III.12})$$

avec ρ_h la densité de dislocations obtenue en considérant une répartition homogène des dislocations dans l'empilement.

L'évolution de densité de dislocations définie par l'équation III.12 est représentée par la courbe bleue sur la figure III.21. Cette évolution a été obtenue à partir d'une densité homogène ρ_h égale à $2.24 \cdot 10^{11} \text{ m}^{-2}$, qui correspond à la moyenne des densités mesurées dans les différentes simulations de DD après une déformation γ de 0.28%. Elle se superpose très convenablement aux évolutions de densité totale et de densité de GND obtenues en DD, pour une distance au joint supérieure à une dizaine de microns. Si l'on excepte cette zone contiguë au joint, la densité moyenne dans les microstructures de dislocations complexes obtenues en DD est donc correctement décrite par la densité dans un empilement unidimensionnel de dislocations coins, notamment dans la zone correspondant à la zone 3 de la figure III.16.

Nous venons de souligner que l'équation issue de l'empilement ne permet pas de retrouver la densité réellement stockée sur les dix microns les plus proches du joint. Comme expliqué en III.2.1, le stockage de dislocations dans cette région est contrôlé par des phénomènes discrets. Le modèle continu que nous proposons ici n'y est donc pas justifié. Cependant, la distance entre dislocations étant proportionnelle à $\rho^{-1/2}$, il est fort probable que ce modèle soit capable de rendre compte du comportement de dislocations stockées à des distances beaucoup plus courtes lorsque la densité de dislocation moyenne sera plus importante. Le modèle que nous sommes en train de mettre en place devrait donc garder sa pertinence à plus forte déformation, ou pour de plus faibles tailles de grains, c'est-à-dire lorsque la partie homogène de la densité de dislocations sera plus importante que dans nos simulations.

III.3.3 Évolution du cisaillement avec la distance au joint

Le cisaillement $\gamma(x)$ est lié à la densité de GND par le biais de l'équation III.2 :

$$\rho_{GND}(x) = \frac{\partial \gamma}{b \partial x}$$

avec x la direction du vecteur de Burgers des dislocations.

Dans l'empilement représenté figure III.19, toutes les dislocations sont des GND de vecteur de Burgers normal au plan du joint. L'évolution du cisaillement $\gamma(x)$ associé à l'empilement de ces dislocations peut donc être calculée par intégration de l'équation :

$$d\gamma = b \rho(x) dx \quad (\text{III.13})$$

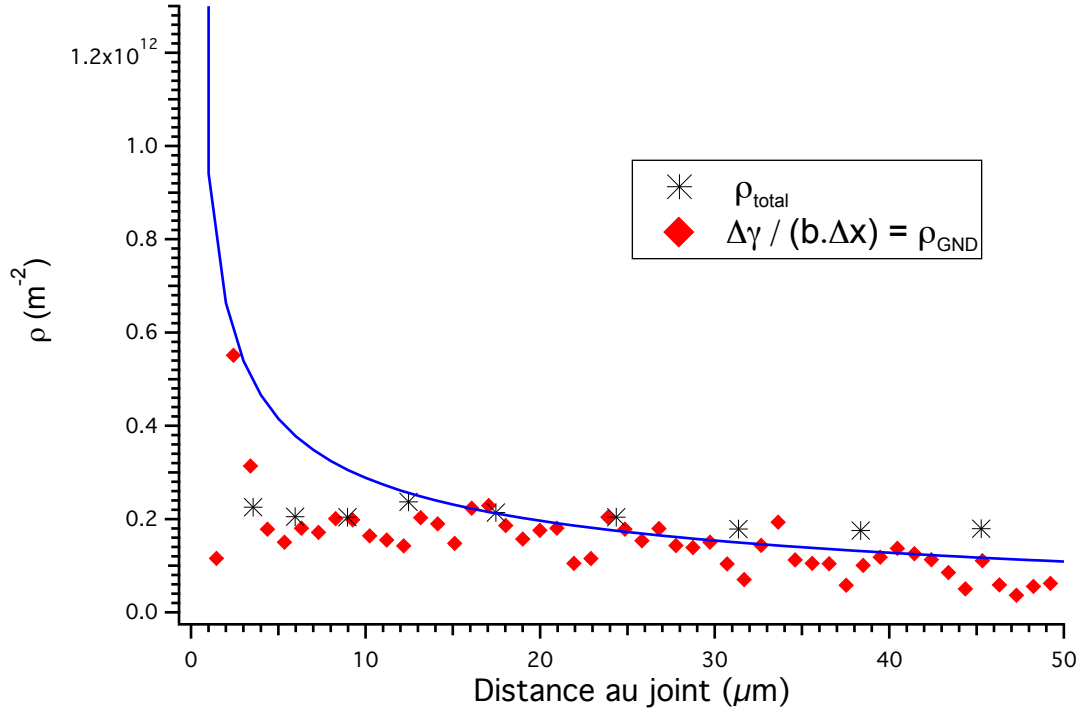


FIGURE III.21 – En bleu : évolution de la densité de dislocations dans un empilement de longueur $2 l$ (avec l la longueur du volume simulé en Dynamique des Dislocations); Cette évolution se superpose correctement à l'évolution moyenne de la densité de GND obtenue à partir des résultats des simulations de DD, abstraction faite des $10 \mu\text{m}$ les plus proches du joint.

La figure III.22 présente le profil de cisaillement obtenu par intégration de l'équation III.13 (courbe bleue). Là encore, ce profil se superpose très convenablement à l'évolution moyenne du cisaillement que l'on obtient dans un cas de glissement simple, abstraction faite des dix microns les plus proches du joint.

La différence de comportement près du joint peut aisément s'expliquer. Dans le cas de l'empilement unidimensionnel représenté figure III.19, il n'y a en effet qu'une seule dislocation stockée directement sur le plan du joint. L'aire cumulée balayée par les dislocations (c'est-à-dire le cisaillement plastique) dans une tranche d'épaisseur infinitésimale située contre le joint est donc quasi-nulle, ce qui explique que la courbe bleue tombe à 0 à cet endroit. À l'inverse, le profil moyen obtenu en DD correspond à un stockage de dislocations complexe et tridimensionnel. Le nombre de dislocations stockées directement sur le plan du joint y est important (il est potentiellement égal au nombre de plans de glissement aboutissant au joint et contenant au moins une dislocation). L'aire cumulée balayée par ces dislocations dans la tranche infinitésimale préalablement considérée n'est donc plus négligeable, ce qui explique que le profil discontinu représenté en rouge ne prenne pas la valeur 0 au niveau du joint.

III.3.4 Évolution de la contrainte résolue avec la distance au joint

Contrainte dans l'empilement

Les simulations de DD montrent que la contrainte résolue suit une évolution en plateau lorsque l'on fait varier la distance au joint. La valeur de ce plateau dépend de l'orientation des plans de glissement par rapport au joint de grains (figure III.17). Il est possible d'exprimer cette dépendance à l'orientation à partir des expressions relatives à la configuration théorique de l'empilement unidimensionnel de dislocations coins. En effet, dans cette configuration théorique, la contrainte interne τ_{int} qui s'applique sur chaque dislocation (contrainte générée par l'ensemble

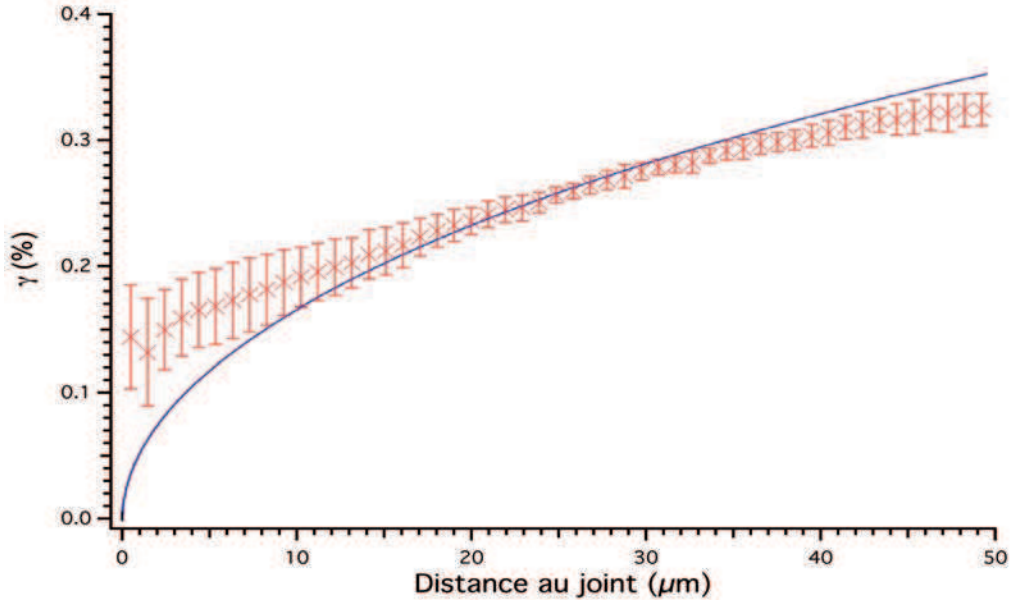


FIGURE III.22 – Évolution du cisaillement γ associé à l'empilement unidimensionnel (courbe bleue). Le profil correspond bien au profil obtenu en Dynamique des Dislocations (en rouge), abstraction faite des 10 μm situés près du joint de grains.

des dislocations environnantes) est égale et opposée à τ_{app} . De plus, nous avons vu que le nombre de dislocations dans l'empilement N était lié à la contrainte appliquée τ_{app} par le biais de l'expression III.5 :

$$N = \frac{\pi (1 - \nu) L \tau_{app}}{\mu b}$$

avec L la longueur totale de l'empilement.

Indépendamment de son signe (qui n'est que conventionnel), la valeur de la contrainte interne qui s'applique sur chaque dislocation est donc liée au nombre de dislocations dans l'empilement, par le biais de l'expression :

$$\tau_{int} = \frac{\mu b}{\pi (1 - \nu)} \frac{N}{L} \quad (\text{III.14})$$

Les microstructures de dislocations obtenues en DD sont composées de dislocations empilées en trois dimensions. Pour faire le lien entre ces microstructures et l'empilement unidimensionnel, il est nécessaire de considérer virtuellement plusieurs empilements, distants de d (cf figure III.23)

On peut alors définir une densité de dislocations globale et homogène dans chaque empilement unidimensionnel :

$$\rho_h = \frac{N}{d L} \quad (\text{III.15})$$

avec d la distance entre plans de glissement (cf figure III.23).

Il est possible de réécrire l'expression III.14 de manière à lier la contrainte interne à la densité ρ_h :

$$\tau_{int} = \frac{\mu b}{\pi (1 - \nu)} \rho_h d \quad (\text{III.16})$$

Rappelons que l'évolution de la densité de dislocations dans l'empilement est donnée par l'expression III.12 :

$$\rho(x) = \frac{\rho_h}{\pi} \sqrt{\frac{2l-x}{x}}$$

avec $l = L / 2$

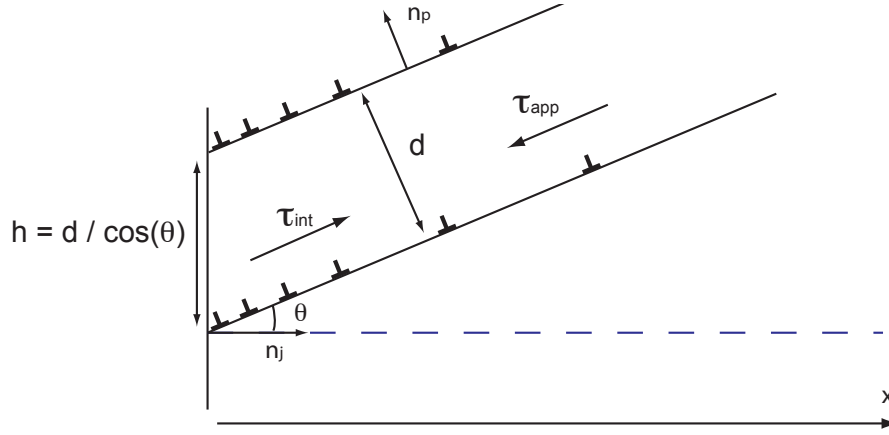


FIGURE III.23 – Définition des paramètres θ , d et h , utilisés dans l'expression de la contrainte $\tau_{int}(x)$ générée par les dislocations de l'empilement.

On obtient, en combinant les équations III.12 et III.16 :

$$\tau_{int}(x) = \frac{\mu b}{1 - \nu} \rho(x) d \sqrt{\frac{x}{2l - x}} \quad (\text{III.17})$$

Les empilements interceptent le joint de grains avec un intervalle h , lié à la distance entre empilements d par la relation $h = d/\cos(\theta)$ (cf figures III.8 et III.23). On peut ainsi réécrire l'expression III.17 sous la forme :

$$\tau_{int}(x) = \frac{\mu b}{1 - \nu} \rho(x) h \cos(\theta) \sqrt{\frac{x}{2l - x}} \quad (\text{III.18})$$

avec θ l'angle donné par la relation :

$$\cos(\theta) = \sqrt{1 - (\vec{n}_j \cdot \vec{n}_p)^2} \quad (\text{III.19})$$

où \vec{n}_j et \vec{n}_p sont respectivement les normales au joint de grains et au plan de glissement des dislocations.

La distance h correspond à la distance entre dislocations stockées sur le plan du joint de grains. Pour des raisons de dimensionnalité, cette distance peut être définie comme étant proportionnelle à la distance caractéristique entre dislocations dans une distribution homogène de dislocations :

$$h = \beta \sqrt{\rho_h} \quad (\text{III.20})$$

où β est une constante adimensionnelle.

L'introduction des expressions III.20 puis III.12 dans l'équation III.18 nous permet d'exprimer τ_{int} sous la forme :

$$\tau_{int}(x) = \frac{\mu b}{1 - \nu} \beta \cos(\theta) \rho(x) \frac{1}{\sqrt{\pi \rho(x) \frac{x}{2l - x}}} \sqrt{\frac{x}{2l - x}} \quad (\text{III.21})$$

soit :

$$\tau_{int}(x) = \beta \frac{\mu b}{1 - \nu} \cos \theta \sqrt{\rho(x)} \sqrt{\frac{x}{2l - x}} \quad (\text{III.22})$$

de sorte qu'il est possible d'exprimer la contrainte τ_{int} en fonction de la distance normale au joint :

$$\tau_{int}(x) = \beta_1 \cos(\theta) \mu b \sqrt{\rho(x)} \left(\frac{2l - x}{x} \right)^{-\frac{1}{4}} \quad (\text{III.23})$$

avec $\beta_1 = \beta / (1 - \nu)$.

La faiblesse de l'expression III.23 est qu'elle fait intervenir une longueur l caractéristique du phénomène étudié (égale à la demi-longueur de l'empilement). On notera cependant que cette longueur intervient dans cette expression sous la forme d'une racine quatrième. Son poids est donc faible devant l'influence de la densité. Afin de s'affranchir de cette longueur, réécrivons l'expression III.23 sous la forme :

$$\tau_{int}(x) = \beta_1 \cos(\theta) \mu b \sqrt{\rho(x)} \left(\frac{2l}{x} - 1 \right)^{-\frac{1}{4}} \quad (\text{III.24})$$

L'empilement de dislocations prend sa source au cœur du cristal, et les phénomènes que nous étudions ici correspondent à des zones situées relativement près du joint de grains. On peut donc faire l'approximation que $2l \gg x$ sans que cela n'invalide notre modèle. On peut alors poser que $2l/x \gg 1$ et que $x/(2l) \sim x$, ce qui nous amène à l'expression :

$$\tau_{int}(x) = \beta_2 \cos(\theta) \mu b \sqrt{\rho(x) \sqrt{x}} \quad (\text{III.25})$$

où β_2 est une constante s'exprimant cette fois en $\text{m}^{-(1/4)}$.

L'expression III.25 ne fait plus intervenir de longueur l , mais elle fait toujours intervenir la distance normale au joint x . Bien que justifiée physiquement, l'utilisation de cette expression peut poser des problèmes lors de modélisations continues, car elle traduit mathématiquement la nature non locale de la contrainte vue par les dislocations dans un empilement. C'est pourquoi nous avons défini une troisième expression, moins justifiée physiquement mais qui décrit bien l'évolution de la contrainte loin du joint lorsque la densité de dislocations varie lentement. Cette expression pourra être appliquée dans le cas où l'on voudrait ajuster les résultats de DD à une loi de comportement locale. Cette expression est la suivante :

$$\tau_{int}(x) = \beta_3 \cos(\theta) \mu b \sqrt[8]{\rho(x)} \quad (\text{III.26})$$

avec β_3 une constante adimensionnelle. L'utilisation de la racine huitième de la densité s'appuie sur des tests empiriques, qui ont montré que cette racine permettait de retrouver de manière satisfaisante les profils obtenus par le biais des expressions III.23 et III.25.

Remarque : en utilisant l'expression de $\rho(x)$ donnée en III.12, il est possible de simplifier l'équation III.23 sous la forme :

$$\tau_{int} = \beta_1 \cos(\theta) \mu b \sqrt{\frac{\rho_h}{\pi}}$$

On obtient ainsi une expression indépendante de la distance au joint. Cette expression ne peut cependant pas convenir à notre étude, car elle fait explicitement intervenir la densité de dislocations moyenne dans l'empilement ρ_h . Cette densité, bien connue dans le cas de nos simulations de DD, ne peut être explicitement introduite dans un modèle macroscopique continu où elle ne pourrait être déterminée lors du calcul.

Les constantes β_1 , β_2 et β_3 ont été identifiées pour chacune des simulations de DD, en considérant que la contrainte τ_{int} était égale en valeur absolue à la contrainte appliquée τ_{app} à l'emplacement de chaque dislocation (ce qui a bien été vérifié numériquement, cf figure III.17 et tableau III.1). Les équations III.23, III.25 et III.26 peuvent ainsi se réécrire de manière à obtenir

des expressions de β_1 , β_2 et β_3 qui varient (très faiblement pour x compris entre 0 et 100 μm) avec x :

$$\beta_1(x) = \frac{\tau_{app}}{\cos(\theta) \mu b \sqrt{\rho(x)} \sqrt{\frac{x}{2l-x}}} \quad (\text{III.27})$$

$$\beta_2(x) = \frac{\tau_{app}}{\cos(\theta) \mu b \sqrt{\rho(x)} \sqrt{x}} \quad (\text{III.28})$$

$$\beta_3(x) = \frac{\tau_{app}}{\cos(\theta) \mu b \sqrt[8]{\rho(x)}} \quad (\text{III.29})$$

Dans ces expressions, la densité de dislocations de l'empilement $\rho(x)$ est fournie par l'équation III.12.

La table III.2 donne, en plus de l'angle θ associé à chaque simulation, les valeurs moyennes de β_1 , β_2 et β_3 , mesurées dans un intervalle compris entre 10 et 50 μm pris normalement au joint. Les incertitudes accolées à ces valeurs moyennes représentent les variations maximales des trois grandeurs sur cet intervalle.

Simulation	θ	β_1	β_2 ($\text{m}^{-1/4}$)	β_3
B4 modèle EF	43°	3.249 +/- 0.005	31.0 +/- 1.5	35 000 +/- 2 000
B4 modèle2	35°	3.682 +/- 0.005	35.5 +/- 1.5	42 000 +/- 3 000
B4 <i>a-b</i>	54°	3.409 +/- 0.005	35.5 +/- 1.5	39 000 +/- 2 000
B4 <i>a-c</i>	15°	6.323 +/- 0.009	61.0 +/- 3.0	70 000 +/- 4 000
C3 <i>a-b</i>	25°	4.494 +/- 0.006	43.5 +/- 2.0	47 000 +/- 3 000
C3 <i>a-c</i>	21°	4.552 +/- 0.006	44.0 +/- 2.0	51 000 +/- 3 000
B5 <i>a-b</i>	22°	5.098 +/- 0.006	49.0 +/- 1.5	55 000 +/- 3 000
B5 <i>b-c</i>	74°	3.643 +/- 0.005	35.0 +/- 1.5	41 000 +/- 3 000
C5 <i>a-c</i>	35°	3.793 +/- 0.005	36.5 +/- 1.5	40 000 +/- 2 000
C5 <i>b-c</i>	54°	2.931 +/- 0.004	28.5 +/- 1.5	30 000 +/- 2 000

TABLE III.2 – Valeurs des coefficients β_1 , β_2 et β_3 identifiés dans chacune des simulations réalisées en DD.

Les valeurs mesurées se divisent en trois catégories : la simulation « B4 *a-c* » donne une valeur systématiquement très élevée ; un groupe de trois simulations donne des valeurs intermédiaires (« C3 *a-b* », « C3 *a-c* » et « B5 *a-b* ») ; enfin, les six dernières simulations donnent des valeurs modérées.

La simulation « B4 *a-c* » constitue un cas très particulier pour deux raisons. En premier lieu, les dislocations déposées au joint y sont exclusivement de caractère vis (le vecteur de Burgers du système B4 est compris dans le plan du joint *a-c*). Il est donc logique que cette simulation soit la simulation la moins bien approchée par les expressions III.23, III.25 et III.26, qui sont relatives à un empilement unidimensionnel de dislocations coins. La seconde raison tient à la faible valeur de son angle θ , qui différencie clairement cette simulation des autres. Nous verrons plus loin que cette faible valeur d'angle θ est probablement génératrice d'un artefact sur la valeur de la contrainte appliquée. Du fait de ces spécificités, cette simulation n'a donc pas été prise en compte lors du calcul des constantes β_1 , β_2 et β_3 .

Les valeurs des trois coefficients à introduire dans les équations III.23, III.25 et III.26 ont été calculées comme les moyennes des coefficients identifiés dans les neuf simulations restantes. Après arrondis, ces coefficients sont égaux à :

$$\beta_1 = 3.87 \text{ (adimensionnel)}$$

$$\beta_2 = 37 \text{ m}^{-1/4}$$

$$\beta_3 = 42\,000 \text{ (adimensionnel)}$$

Les évolutions globales des contraintes obtenues avec ces trois paramètres sont présentées figure III.24, pour des valeurs d'angle θ comprises entre 0 et 90°. Ces évolutions ont été calculées à partir des expressions III.23, III.25 et III.26, en fixant la distance normale au joint à 50 μm , et en considérant une densité de dislocations dans l'empilement de 10^{11} m^{-2} (ce qui est cohérent avec une distance de 50 μm d'après la figure III.16).

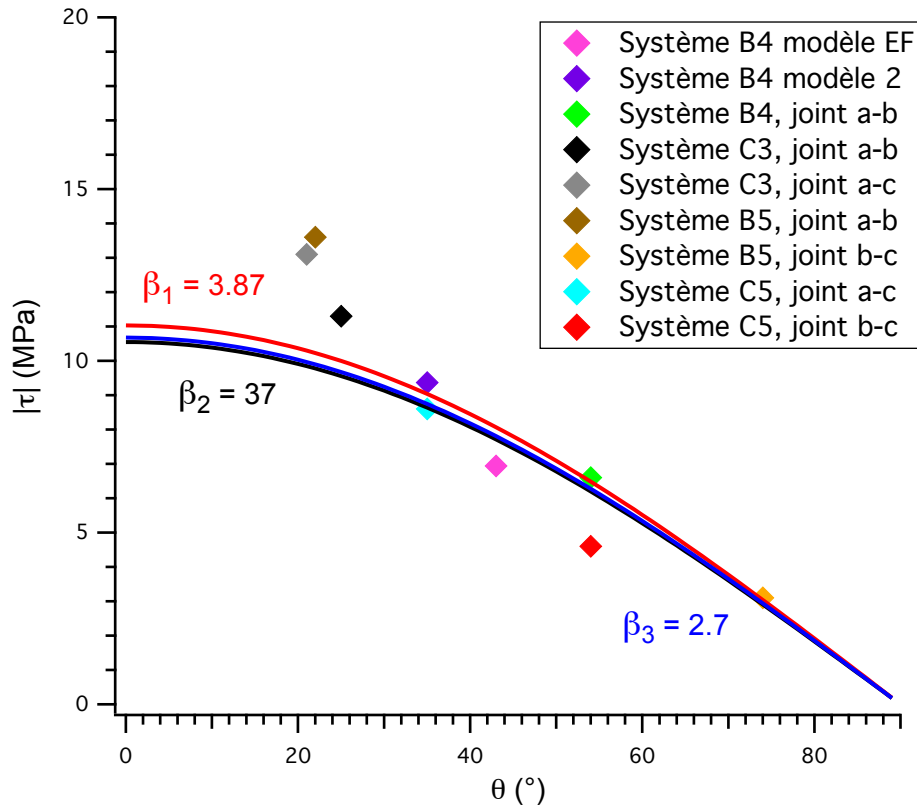


FIGURE III.24 – Évolutions de la contrainte dans l'empilement en fonction de θ , calculées à partir des expressions III.23 (en trait plein rouge, $\beta_1 = 3.87$), III.25 (en trait plein noir, $\beta_2 = 37 \text{ m}^{-1/4}$), et III.26 (en trait plein bleu, $\beta_3 = 2.7$), à une distance au joint de 50 μm et pour une densité de GND égale à 10^{11} m^{-2} .

Ces évolutions sont en très bon accord avec les six simulations présentant les angles θ les plus élevés. Elles le sont moins avec les trois simulations présentant une faible valeur de θ . De manière générale, la contrainte appliquée dans ces simulations ne semble pas réellement suivre une évolution en $\cos(\theta)$.

Ce comportement trouve justement son origine dans cette faible valeur de θ . Un angle θ faible signifie que le plan de glissement des dislocations est proche de la perpendiculaire au joint de grains, ce qui signifie également que ce plan est proche de la perpendiculaire à la surface libre. Par conséquent, les dislocations de ces simulations peuvent atteindre la surface libre après un parcours plus faible (c'est-à-dire après une déformation plus faible) que les dislocations des simulations réalisées avec un angle θ plus fort. À la déformation considérée, qui correspond à quelques centaines de milliers de pas de calcul, ces trois simulations d'angle θ faible souffrent ainsi d'un déficit de dislocations mobiles, dû à la présence de la surface libre. C'est un effet totalement artificiel qui est induit par les conditions de simulation. Or abaisser le nombre de dislocations mobiles implique d'élever la contrainte appliquée pour produire la déformation plastique imposée. Dans les faits, ces simulations où l'angle θ est faible ne correspondent plus à des simulations en glissement simple, car le libre parcours moyen des dislocations y est (artificiellement) raccourci.

En conclusion, les hautes valeurs de contrainte appliquée dans ces trois simulations proviennent en grande partie d'artefacts liés à une réduction du libre parcours moyen des dislocations induite par la présence de la surface libre. L'écart qu'elles présentent à la solution continue ne remet donc pas en cause cette solution.

L'importance de ces artefacts sur la valeur de la contrainte étant difficile à quantifier, ces trois simulations ont tout de même été prises en compte lors de l'identification des constantes β_1 , β_2 et β_3 (à l'inverse de la simulation « B4 a-b » que nous évoquons plus haut), de manière à disposer d'une meilleure statistique pour le calcul de ces coefficients.

La figure III.25 présente l'évolution des contraintes calculées à partir des constantes β_1 , β_2 et β_3 lorsque l'on fait varier la distance au joint, dans le cas de la simulation « B4 modèle 2 ».

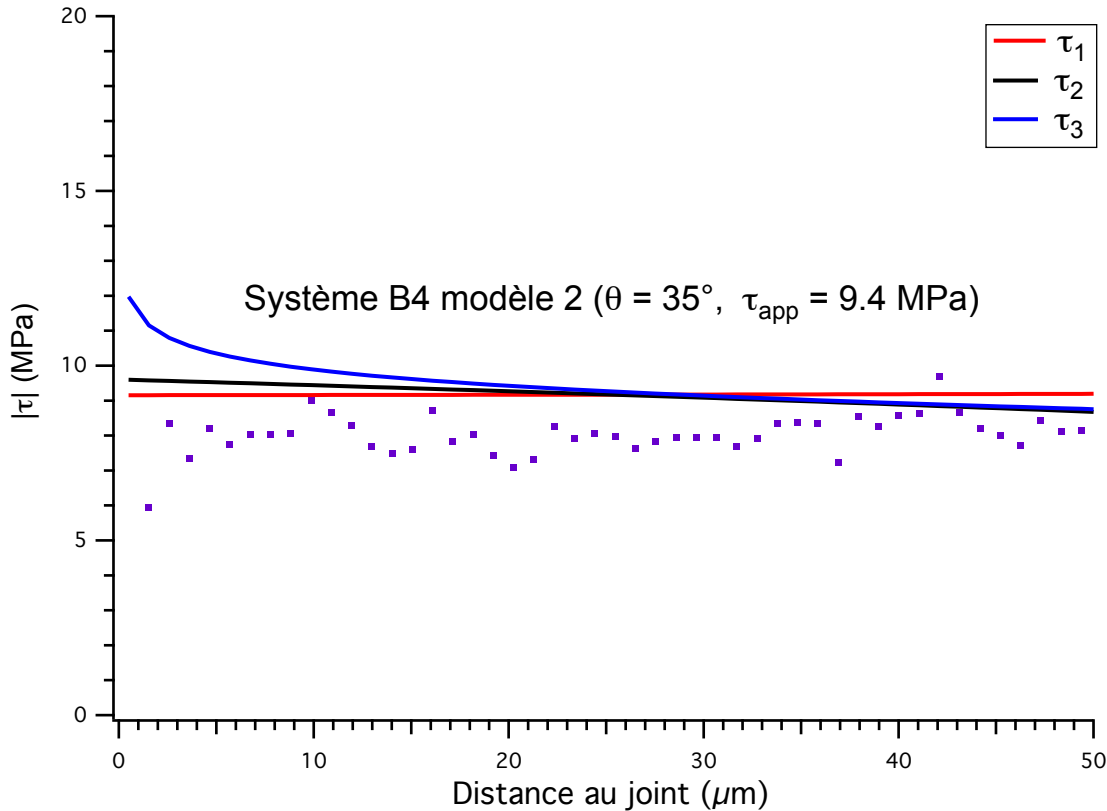


FIGURE III.25 – Évolutions de la contrainte dans l'empilement pour la simulation « B4 modèle 2 » en fonction de la distance au joint, calculées à partir des expressions III.23 (en trait plein rouge, $\beta_1 = 3.87$), III.25 (en trait plein noir, $\beta_2 = 37 \text{ m}^{-1/4}$), et III.26 (en trait plein bleu, $\beta_3 = 2.7$) à partir d'une évolution de la densité de GND donnée par l'équation III.12, et comparaison avec l'évolution de contrainte interne dans la simulation. Pour rappel : la contrainte interne mesurée ne correspond pas à la vraie contrainte interne subie par les dislocations, car le champ de contrainte interne est faiblement hétérogène dans l'empilement. La contrainte interne est mesurée en des points de référence où elle est plus faible qu'à l'emplacement des dislocations. Or la contrainte interne est égale et opposée à la contrainte appliquée à l'emplacement des dislocations exclusivement. La contrainte interne mesurée est donc légèrement inférieure à la contrainte appliquée, ce qui explique que les trois expressions de contrainte représentées, qui ont été calculées à partir de τ_{app} , présentent des valeurs légèrement supérieures à l'évolution de contrainte interne mesurée.

Cette figure montre que les résultats obtenus par les trois expressions approximent convenablement les profils en plateau et les valeurs de τ_{app} mesurées en DD. L'expression III.26, qui ne contient pas de terme de distance au joint, donne des résultats satisfaisants au delà d'une dizaine de microns.

Contrainte en tête d'empilement

En utilisant les conventions de notation définies sur le schéma (a) de la figure III.20, la contrainte résolue en tête d'empilement est donnée par l'expression (Hirth and Lothe (1982)) :

$$\tau \cong \tau_{app} \left(\sqrt{\frac{x + L/2}{x - L/2}} - 1 \right) \quad (\text{III.30})$$

avec x la distance normale au joint et L la longueur de l'empilement.

Représentée avec la définition d'axe définie sur le schéma (c) de la figure III.20, cette expression devient :

$$\tau \cong \tau_{app} \left(\sqrt{\frac{L - x}{-x}} - 1 \right) = \tau_{app} \left(\sqrt{\frac{2l - x}{-x}} - 1 \right) \quad (\text{III.31})$$

où $l = L/2$ est la longueur de la boîte de simulation. La distance normale au joint x est définie négativement dans cette expression.

L'évolution de contrainte décrite par cette équation est représentée en trait plein rouge sur la figure III.26. L'allure globale de la courbe obtenue est bien similaire à l'évolution de la contrainte résolue de la simulation « B4 a - b », dont la valeur aux points de mesure est représentée en vert.

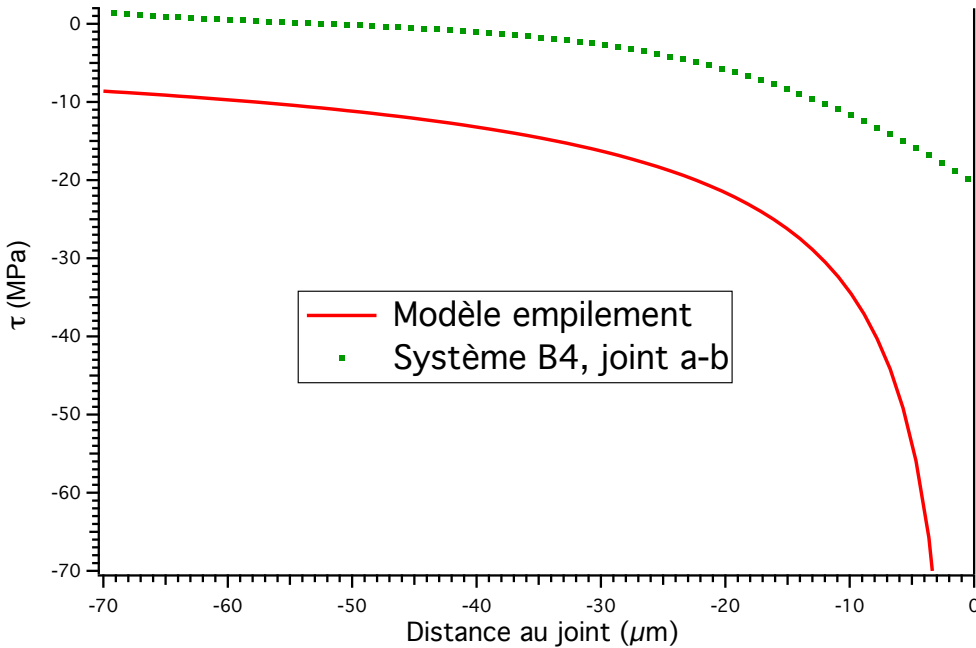


FIGURE III.26 – Contrainte dans le grain voisin, générée par des microstructures de dislocations stockées contre le joint. En rouge : contrainte générée par un empilement théorique unidimensionnel de dislocations coins. En vert : contrainte générée par la microstructure tridimensionnelle de la simulation « B4 a - b ».

Les deux évolutions ne sont cependant pas équivalentes d'un point de vue quantitatif. Cette différence quantitative peut aisément s'expliquer.

En effet, l'empilement unidimensionnel ne fait intervenir qu'un unique plan de glissement, sur lequel toutes les dislocations sont stockées. La contrainte résolue en tête d'empilement résulte donc de l'addition des contraintes résolues générées par un ensemble de N dislocations stockées sur un même plan, et est égale à $N \cdot \tau_{app}$.

À l'inverse, le stockage tridimensionnel de dislocations que l'on obtient en DD correspond à la répartition des N dislocations le long de plusieurs plans de glissement. Chaque plan contient donc moins de dislocations que le plan de l'empilement unidimensionnel, et la contrainte générée

par les dislocations empilées sur ce plan est moins importante. La contrainte observée correspond à la somme des contraintes générées par chacun de ces empilements, et cette somme est inférieure à $N \cdot \tau_{app}$, du fait de l'écrantage partiel entre les différents empilements.

De l'autre côté du joint, le champ de contrainte généré par les dislocations stockées est donc similaire à celui généré par l'empilement unidimensionnel, à un facteur multiplicatif près. Ce facteur multiplicatif représente la répartition statistique des dislocations stockées sur les différents plans de glissement du volume simulé.

Cette section nous a permis de mettre en évidence plusieurs résultats importants. Les évolutions continues de $\rho_{GND}(x)$ et de $\gamma(x)$, obtenues à partir de l'empilement théorique, approchent très convenablement les évolutions obtenues en DD, exception faite de la zone des dix microns les plus proches du joint. Afin de décrire l'évolution de la contrainte dans les microstructures tridimensionnelles de dislocations stockées contre un joint, trois expressions de $\tau_{int}(x)$ issues de l'empilement théorique ont été proposées. Ces expressions prennent en compte l'orientation cristalline et approchent très convenablement les évolutions de $\tau_{int}(x)$ mesurées en DD. L'empilement théorique fournit donc des équations continues qui décrivent correctement les champs mécaniques associés aux microstructures réelles de dislocations stockées au joint.

III.4 Détermination des paramètres d'un modèle continu

Dans la section précédente, nous avons vu qu'il existait une analogie entre les microstructures de dislocations obtenues en DD et un empilement unidimensionnel de dislocations coins. Nous allons donc utiliser les évolutions continues obtenues en utilisant cet empilement théorique pour mettre en place les équations qui nous permettront de rendre compte de l'influence des joints de grains dans un modèle de plasticité cristalline. Ces équations seront formalisées dans un modèle macroscopique dans un second temps (section IV.2).

III.4.1 Taux de stockage

À faible déformation, la déformation plastique près d'un joint de grains se caractérise par le stockage des dislocations sur ce joint. La construction d'un modèle continu dédié au polycristal nécessite donc de prendre en compte ce stockage au joint.

Depuis les travaux de Kocks (voir par exemple Kocks and Mecking (2003)), de nombreux modèles continus dédiés à la plasticité utilisent une loi d'évolution de la densité de dislocations basée sur le calcul du taux de stockage $d\rho / d\gamma$. Les travaux de Kocks ont montré que ce taux de stockage pouvait s'exprimer à partir d'une grandeur statistique, sur laquelle nous reviendrons en IV.1, appelée libre parcours moyen des dislocations et notée L_i . Ce libre parcours moyen correspond à la distance moyenne parcourue par une dislocation avant d'être stoppée, du fait des interactions avec les dislocations de la forêt.

Le taux de stockage est lié au libre parcours moyen par le biais de la relation :

$$\frac{d\rho}{d\gamma} = \frac{1}{b} \frac{K}{L_i} \quad (\text{III.32})$$

avec b le vecteur de Burgers des dislocations et K un coefficient sur lequel nous reviendrons en IV.1.3. Cette relation est associée au stockage de dislocations sous l'effet du mécanisme de la forêt, qui est à l'origine de l'écroutissage isotrope.

À la suite des travaux d'Embury (1971), plusieurs modèles dédiés à la plasticité des polycristaux à grains micrométriques ont adapté cette équation en ajoutant un terme de stockage aux joints de grains au terme isotrope (voir par exemple Sinclair et al. (2006)) :

$$\frac{d\rho}{d\gamma} = \frac{1}{b} \left(\frac{K}{L_i} + \frac{k_{stock}}{d} \right) \quad (\text{III.33})$$

avec d la taille de grains et k_{stock} un coefficient adimensionnel quantifiant le stockage au joint.

D'après ces auteurs, le paramètre gouvernant le stockage aux joints dans un polycristal à grains usuels est donc la taille de grains. Dans le cas de polycristaux à grains millimétriques, la taille des grains est bien supérieure à la longueur des empilements tridimensionnels formés par les dislocations stockées aux joints. Il est évident que le paramètre clé qui gouverne le taux de stockage aux joints dans de tels polycristaux n'est plus la taille de grains, mais la distance aux joints.

Partant de ce raisonnement, nous nous proposons d'exprimer le taux de stockage du polycristal sous la forme :

$$\frac{d\rho}{d\gamma} = \frac{1}{b} \left(\frac{K}{L_i} + \frac{k_{stock}}{x} \right) \quad (\text{III.34})$$

avec x la distance normale au joint de grains. Nous suivons en cela la méthode utilisée par S. Lefebvre lors de ses travaux de thèse (Lefebvre (2006); Lefebvre et al. (2005, 2007)). Cette équation signifie simplement que le libre parcours moyen des dislocations se dirigeant vers un joint ne peut pas être plus grand que la distance au joint x .

Nos simulations de Dynamique des Dislocations ont montré que lors d'une déformation en glissement simple, la quasi-totalité des dislocations stockées au joint était composée de GND (indépendamment du volume de référence utilisé pour définir ces GND). Il est légitime de penser que dans le cas d'une déformation en glissement multiple, le stockage au joint sera composé d'un stockage de GND des différents systèmes actifs, auquel viendra s'ajouter le stockage de SSD dû aux interactions de forêt entre les GND de ces systèmes. Le stockage des SSD sous l'effet du mécanisme de la forêt est déjà pris en compte dans le formalisme utilisé, par le biais de l'équation III.32. Ce stockage additionnel de SSD sera donc naturellement calculé.

Par conséquent, nous allons chercher à exprimer le taux de stockage au joint des dislocations du système i sous la forme :

$$\frac{d\rho_{GND}^i}{d\gamma^i} = \frac{k_{stock}}{b x} \quad (\text{III.35})$$

Nous avons vu que le comportement des empilements tridimensionnels et complexes de dislocations obtenus en DD était similaire au comportement obtenu à partir d'un empilement unidimensionnel de dislocations coins. Nous allons donc utiliser les évolutions continues issues de cet empilement modèle pour déterminer le paramètre k_{stock} , plutôt que les comportements discontinus et fluctuants issus de l'analyse des différentes simulations effectuées en DD.

Le taux de stockage des GND au joint peut être décomposé sous la forme :

$$\frac{d\rho_{GND}^i}{d\gamma^i} = \frac{d\rho_{GND}^i}{dx} \cdot \frac{dx}{d\gamma^i} = \frac{d\rho_{GND}^i}{dx} / (b \rho_{GND}^i(x)) \quad (\text{III.36})$$

ce qui nous permet d'obtenir l'évolution de k_{stock} avec x :

$$k_{stock}(x) = x \rho_{GND}^i(x) \frac{d\rho_{GND}^i}{dx} \quad (\text{III.37})$$

On obtient une valeur de k_{stock} évoluant entre 0.5 et 0.75 pour x variant de 0 à 50 μm . Comme nous désirons quantifier au mieux le stockage de GND près du joint (là où la densité de dislocations est maximale), nous allons fixer la valeur de k_{stock} à 0.5, qui est la valeur obtenue pour une distance au joint nulle.

III.4.2 Évaluation du backstress

Les arrangements de GND stockées contre le joint ayant un comportement similaire au comportement observé à partir de l'empilement unidimensionnel, nous allons considérer que le backstress généré par ces dislocations sera égal à la contrainte générée par cet empilement unidimensionnel. Nous avons donné trois expressions de la contrainte dans l'empilement (cf III.3.4).

Nous faisons ici le choix d'utiliser l'expression III.25, car cette expression ne fait pas intervenir de longueur caractéristique l (au contraire de l'expression III.23), et qu'elle est beaucoup plus justifiée physiquement que l'expression III.26 (qui est une version éloignée de l'expression originale basée sur l'empilement unidimensionnel). Le backstress sur le système i sera donc donné par l'expression :

$$X^i = \beta \cos(\theta) \mu b \sqrt{\rho_{GND}(x) \sqrt{x}} \quad (\text{III.38})$$

avec $\beta = \beta_2 = 37 \text{ m}^{-1/4}$.

Il a été vérifié en DD que les empilements de dislocations ne génèrent pas de contraintes constructives et variant à longue distance (c'est-à-dire de même signe et variant à longue distance sur une zone spatiale significative) sur les autres systèmes. Il peut cependant arriver que la contrainte résolue résultant du backstress sur i devienne localement plus forte sur les autres systèmes. Il ne s'agit pas à proprement parler de backstress mais de phénomènes très ponctuels et difficiles à modéliser, que l'on va donc négliger dans notre modèle.

III.4.3 Modification de la contrainte critique

Nos simulations de DD ont mis en évidence un phénomène qui, à notre connaissance, n'a encore jamais été pris en compte dans les simulations de plasticité cristalline faisant intervenir des densités de GND.

Dans ces simulations, les calculs sont généralement basés sur le fait que la mise en mouvement d'une population de dislocations ne pourra se faire que si la contrainte appliquée est localement supérieure à une contrainte critique. Cette dernière est définie par l'équation de Taylor, qui trouve son origine dans le mécanisme de la forêt (cf équation I.52).

Dans un calcul de plasticité cristalline, cette relation est généralement réécrite sous la forme d'une somme des densités de dislocations de tous les systèmes de glissement. Dans cette somme, l'influence de chaque système est pondérée par un coefficient d'interaction, qui matérialise la force des interactions de forêt créées par les dislocations des différents systèmes. Nous approfondirons plus avant ce développement de la relation de Taylor en IV.1.

Dans nos simulations de DD, réalisées en glissement simple et en l'absence de réelle forêt sur les autres systèmes, la contrainte critique relative au durcissement de la forêt est principalement contrôlée par la densité de dislocations du système primaire. La force des interactions de forêt entre les dislocations de ce système est représentée par un coefficient d'auto-interaction, noté a_{self} , qui intervient dans l'équation de Taylor :

$$\tau_c \approx \mu b \sqrt{a_{self} \rho_p} \quad (\text{III.39})$$

où ρ_p représente la densité de dislocations du système primaire. On peut décomposer cette densité en densités de GND et de SSD :

$$\tau_c \approx \mu b \sqrt{a_{self} (\rho_{GND} + \rho_{SSD})} \quad (\text{III.40})$$

Au cours de nos simulations de DD, nous nous sommes rendu compte que la formule III.40 n'était pas justifiée.

Si les GND d'un système contribuent bien au durcissement de la forêt sur les autres systèmes, elles n'ont pas de raison d'intervenir dans le calcul de la contrainte critique associée aux auto-interactions. Une population de GND est en effet composée de dislocations toutes de même signe, et qui, sous l'effet d'une contrainte appliquée donnée, se déplacent toutes dans la même direction. Le mouvement d'un ensemble de dislocations uniquement composé de GND ne peut donc pas être empêché par les interactions caractéristiques du mécanisme de la forêt. La contribution des GND à la partie auto-interaction du durcissement plastique ne se fait donc que par l'intermédiaire du mécanisme de backstress, ainsi qu'illustré figure III.27. Ces GND ne doivent donc pas intervenir dans le terme d'auto-interaction de la formule de Taylor.

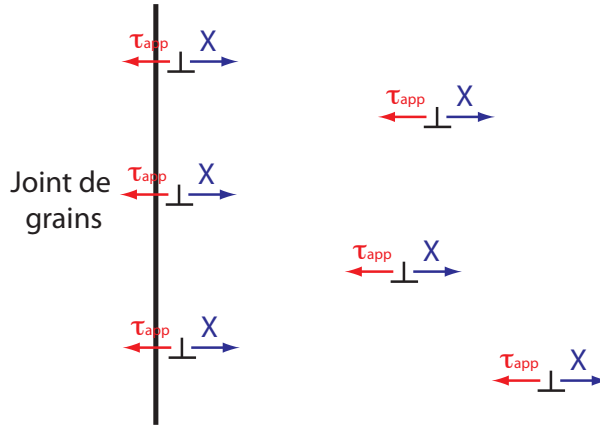


FIGURE III.27 – Illustration du durcissement plastique qu’induit une population exclusivement composée de GND sur son propre système de glissement. Dans le cas représenté ici, le durcissement est uniquement induit par le backstress X créé par les empilements de GND. Il n’y a pas de durcissement par le biais d’interactions de forêt, puisque les GND se déplacent toutes dans le même sens. Si l’on retire le joint par la pensée, le backstress X disparaît (il n’y a plus d’obstacle pour concentrer les GND), et rien n’empêche plus le mouvement des dislocations. Si l’on considère que les GND représentées sont les seules dislocations présentes dans le cristal, il n’y a alors plus aucun durcissement plastique. De cette observation, nous déduisons que le seul durcissement induit par des GND sur leur propre système de glissement est lié au backstress. Ces GND ne doivent donc pas être comptabilisées dans le terme d’auto-interaction de l’équation de Taylor.

Nous reviendrons en IV.2.1 sur ce point important. Ce résultat nécessite en effet une modification de l’équation de Taylor qui, à notre connaissance, est tout à fait originale.

De cette section, nous retiendrons plusieurs points importants. Des lois de comportement continues décrivant le stockage de GND aux joints de grains ont été mises en place à partir des équations relatives à l’empilement théorique. Un taux de stockage des GND au joint a été introduit. Il dépend de la distance normale au joint et du paramètre k_{stock} . Le backstress généré par les dislocations empilées est égal à la contrainte dans l’empilement théorique. La prise en compte de ce terme de backstress nécessite de retirer la part due aux GND dans le terme d’auto-interaction de l’expression de la contrainte critique d’écoulement plastique.

III.5 Résultats des simulations plastique - plastique en glissement simple

Nous allons maintenant nous intéresser à l’analyse des résultats des simulations plastique - plastique. Cette analyse a pour but de vérifier que les lois de comportement mises en place à partir des simulations élastique - plastique restent valables dans le cas plus « réaliste » de simulations prenant en compte les incompatibilités de déformation plastiques. Ces simulations sont lourdes d’un point de vue numérique, et il n’a pas été possible d’atteindre un cisaillement global de 0.28%, faute de temps, comme cela avait été fait dans le cas des simulations élastique - plastique. Les résultats des simulations ont donc été analysés à un pas de simulation correspondant à un cisaillement global de 0.25% sur le système qui s’est le plus déformé (qui est dans chaque simulation le système de plus fort facteur de Schmid).

III.5.1 Évolution du cisaillement avec la distance au joint

Dans les quatre simulations, l’évolution du cisaillement plastique $\gamma(x)$ sur le système actif a été calculée de part et d’autre du joint. Les évolutions correspondantes sont présentées figure

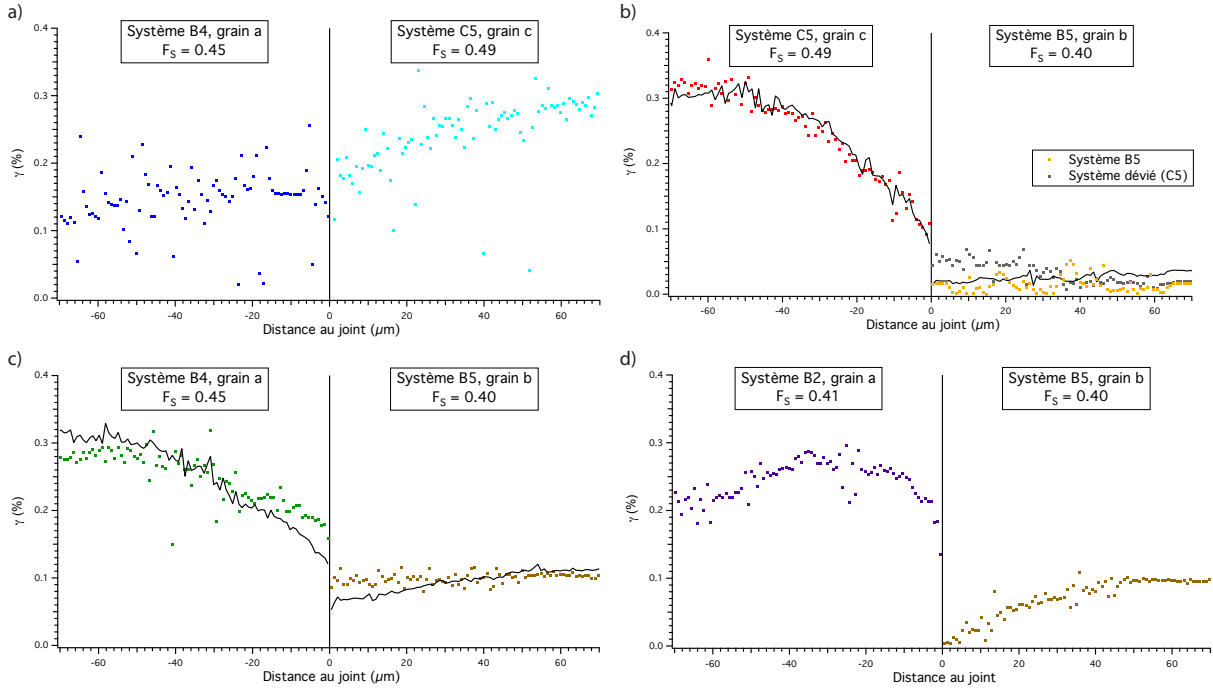


FIGURE III.28 – Évolutions du cisaillement plastique avec la distance au joint de grains, pour les simulations « B4 - C5, joint $a - c$ » (a); « C5 - B5, joint $b - c$ » (b); « B4 - B5 joint $a - b$ » (c); et « B2 - B5, joint $a - b$ » (d). Sur les graphiques (b) et (c), l'évolution du cisaillement obtenue avec la simulation élastique - plastique étudiée à cisaillement global équivalent a été ajoutée en trait plein noir.

Dans chaque simulation, le cisaillement le plus faible se retrouve dans le grain contenant le système de plus faible facteur de Schmid. La déformation plastique a donc été moins importante sur ce système, en bon accord avec la théorie.

De manière générale, la tendance observée avec les simulations élastique - plastique est bien retrouvée, avec une évolution globalement décroissante à l'approche du joint (exception faite du système B4 dans le graphique (a), qui présente une évolution trop bruitée pour que l'on puisse en tirer une interprétation claire).

Deux simulations présentent notamment une évolution très proche de l'allure observée en simulation élastique - plastique : il s'agit des simulations représentées sur les graphiques (b) et (c). Les évolutions obtenues avec les simulations élastique - plastique des quatre configurations correspondant à ces simulations, mesurées à des cisaillements globaux équivalents, ont été ajoutées en noir pour comparaison. Remarquons que ces deux simulations sont celles qui présentent le plus fort écart de facteur de Schmid entre les systèmes actifs des deux grains.

Les évolutions de $\gamma(x)$ sont donc globalement similaires à celles observées en simulations élastique - plastique. Rappelons que le cisaillement est une signature du stockage de GND. L'analyse montre donc que ce stockage suit une tendance similaire à ce que nous avons observé en élastique - plastique : un fort stockage de GND directement sur le plan du joint, qui se prolonge par un empilement tridimensionnel de GND dans le volume, avec un espacement entre GND empilées qui croît lorsque l'on s'écarte du joint. Les incompatibilités de déformation plastiques impactent par contre le gradient spatial du cisaillement (la pente du cisaillement diffère de la pente mesurée avec les simulations élastique - plastique), ce qui signifie que la prise en compte de ces incompatibilités a un impact sur l'espacement entre GND dans les empilements.

Dans la simulation présentée sur le graphique (b), le voisinage du joint côté grain b se

caractérisé par un cisaillement plus important sur le système dévié (C5) que sur le système primaire (B5). La déformation du grain b s'est donc traduite par l'activation du système dévié à cet endroit. L'analyse visuelle de la microstructure obtenue après déformation confirme la prépondérance des dislocations du système C5 près du joint (image III.29).

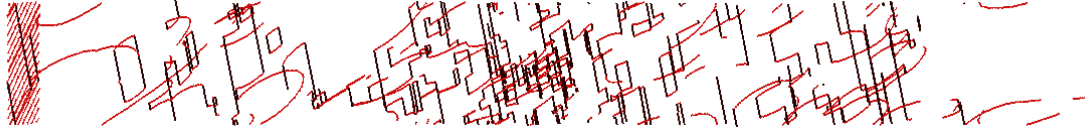


FIGURE III.29 – Microstructure de dislocations obtenue dans le grain b pour la simulation « C5 - B5, joint $b-c$ ». Les dislocations en noir sont les dislocations du système primaire (B5), celles en rouge sont les dislocations du système dévié (C5). Le glissement dévié a été activé au niveau du joint, afin de relaxer les contraintes résultant des incompatibilités de déformation.

III.5.2 Évolution de la contrainte résolue avec la distance au joint

Les évolutions de $\tau_{int}(x)$ mesurées dans les quatre simulations sont présentées figure III.30. Trois courbes sont présentées sur chaque graphique. La première courbe présente l'évolution de la contrainte créée par les dislocations du grain de gauche, résolue de part et d'autre du joint sur le système actif. De manière similaire, la seconde courbe présente l'évolution de la contrainte créée par les dislocations du grain de droite, et résolue de part et d'autre du joint sur le système actif. Enfin, la troisième courbe présente l'effet combiné des deux populations de dislocations, en terme de contrainte résolue sur le système qui est actif de chaque côté du joint.

Ces courbes montrent que la prise en compte des incompatibilités de déformation plastiques (c'est-à-dire le champ de contrainte induit par les dislocations déposées de l'autre côté du joint) a modifié la forme du champ de contrainte généré par les dislocations. Ce champ de contrainte n'est plus constant dans le grain, mais évolue de manière à compenser la contrainte due aux incompatibilités. Sur chaque graphique (à l'exception du système B5 sur le graphique (b), qui constitue un cas particulier du fait de l'activation du glissement dévié), la résultante des deux champs de contrainte (celui généré par les dislocations stockées et celui dû aux incompatibilités de déformation) prend en effet une valeur constante. Le tableau III.3 montre que cette valeur est à chaque fois légèrement inférieure à la contrainte appliquée résolue sur le système étudié.

Simulation	Système	Grain	τ_{app} (MPa)
B4 - C5, joint $a - c$	B4	a	2.84
	C5	c	2.98
C5 - B5, joint $b - c$	C5	c	3.06
	B5	b	2.86
	C5 (B5 dévié)	b	0.08
B4 - B5, joint $a - b$	B4	a	5.37
	B5	b	5.16
B2 - B5, joint $a - b$	B2	a	4.73
	B5	b	4.63

TABLE III.3 – Valeur de la contrainte appliquée résolue sur les systèmes actifs de part et d'autre du joint, pour chaque simulation. Pour la simulation « C5 - B5, joint $b - c$ », la valeur de τ_{app} sur le système C5, activé par glissement dévié dans le grain b , est également donnée.

Rappelons que la contrainte présentée figure III.30 n'est pas la contrainte réellement vue par les dislocations, mais la contrainte en des points de référence. Il est ainsi très probable que la

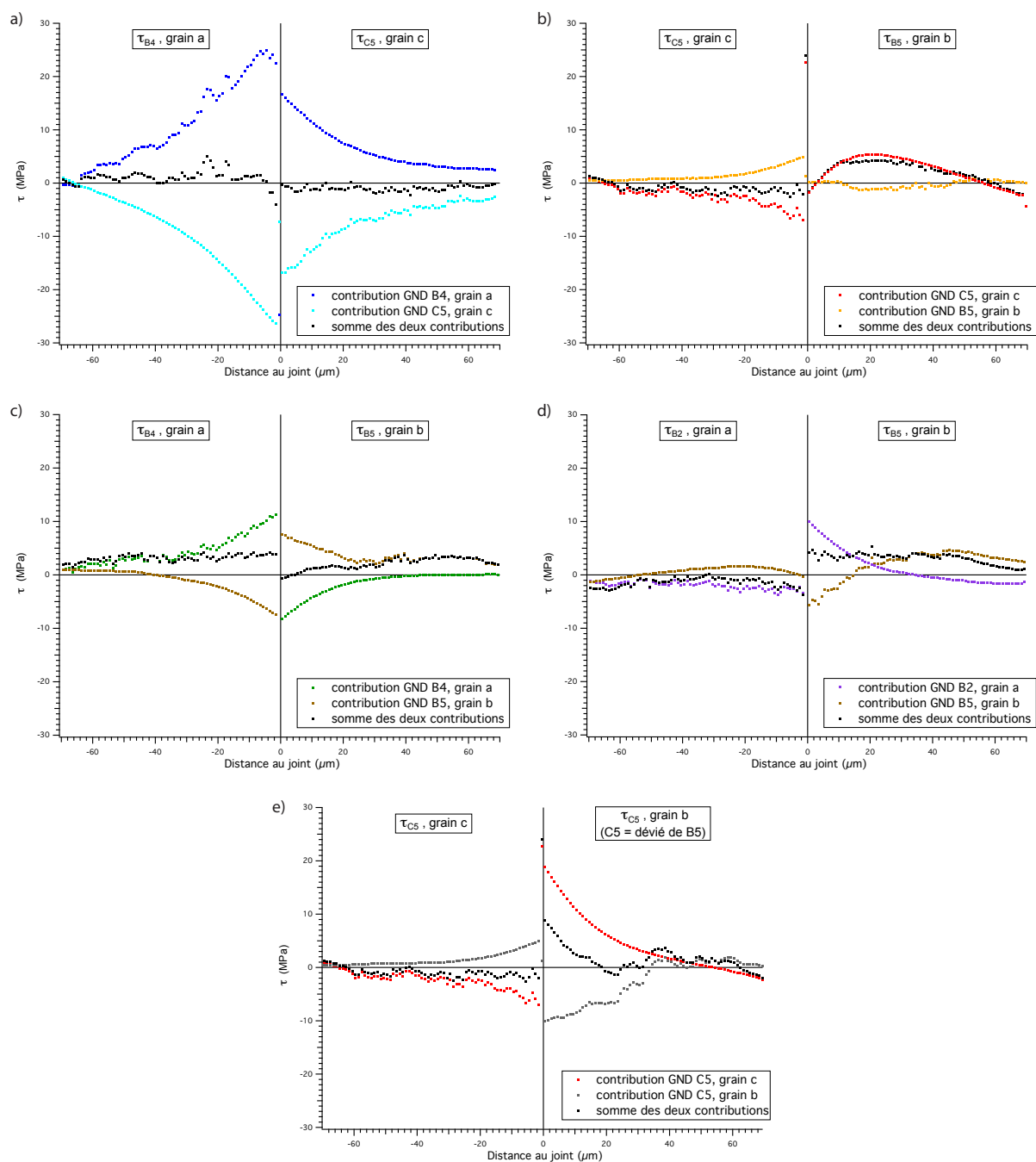


FIGURE III.30 – Évolutions de la contrainte résolue sur le système actif de part et d'autre du joint de grains, pour les simulations « B4 - C5, joint *a - c* » (a); « C5 - B5, joint *b - c* » (b); « B4 - B5 joint *a - b* » (c); « B2 - B5, joint *a - b* » (d); et « C5 - B5, joint *b - c* » (e). Les graphiques (b) et (e) correspondent à la même simulation, avec une contrainte résolue sur un système différent du grain *b* dans les deux cas. Chaque graphique contient trois courbes : une courbe présentant l'évolution de la contrainte générée par les dislocations du grain de gauche; une seconde courbe présentant l'évolution de la contrainte générée par les dislocations du grain de droite; et une troisième courbe construite en sommant point à point les deux premières évolutions.

contrainte résultante qui s'applique sur chaque dislocation soit strictement égale et opposée à la contrainte appliquée.

Dans chacune des simulations, il existe une corrélation claire entre les évolutions du cisaillement (figure III.28) et de la contrainte résolue (figure III.30).

Les résultats présentés sur les graphiques (a) et (c) se traduisent par une diminution de la pente de $\gamma(x)$, comparés aux résultats des simulations élastique - plastique correspondantes. La prise en compte des incompatibilités s'est donc traduite par une augmentation de la densité de GND stockées contre le joint. Or, dans ces deux simulations, la contrainte due aux incompatibilités est de signe opposé à la contrainte résultante (en noir sur les graphiques), qui est la contrainte qui s'oppose à la contrainte appliquée. Cela signifie que les incompatibilités sont génératrices d'une contrainte qui s'exerce dans le sens de la contrainte appliquée, et qui va réduire la distance entre GND dans les empilements tridimensionnels. Le stockage des GND est gouverné par l'addition de la contrainte appliquée, qui est homogène dans le grain, et de cette contrainte due aux incompatibilités, qui est hautement hétérogène. Le phénomène de resserrement des GND dans l'empilement, dû à la contrainte générée par les incompatibilités, est donc également hétérogène.

Dans ces deux simulations (graphiques (a) et (c)), l'ajout des incompatibilités induit ainsi un resserrement des GND dans la zone proche du joint, là où la contrainte qu'elles génèrent est élevée, ce qui explique que le cisaillement près du joint soit plus élevé que dans le cas de la simulation élastique - plastique. À l'inverse, les effets des incompatibilités se font très peu sentir loin du joint. Dans cette zone, les GND qui sont poussées vers le joint par la contrainte appliquée voient une contrainte résistive générée par l'ensemble des dislocations situées en amont de l'empilement. Ces dislocations étant plus nombreuses que dans le cas de la simulation élastique - plastique (car les GND près du joint sont plus resserrées), la contrainte résistive qu'elles génèrent est plus importante. Les GND sont donc plus espacées que dans les simulations élastique - plastique correspondantes. Loin du joint, cela se traduit par une valeur de cisaillement inférieure à la valeur obtenue par le biais des simulations élastique - plastique correspondantes. Les simulations des graphiques (a) et (c) se traduisent ainsi par un cisaillement plus élevé au joint et plus faible loin du joint, c'est-à-dire par une décroissance plus faible de l'évolution du cisaillement à l'approche du joint, comparées aux simulations élastique - plastique correspondantes.

Le phénomène inverse est observé dans la simulation dont les évolutions de cisaillement et de contrainte sont présentées sur les graphiques (d). Dans cette simulation, la contrainte due aux incompatibilités est opposée à la contrainte appliquée dans le grain b (car cette contrainte due aux incompatibilités est du signe de la contrainte résultante représentée en noir). Les incompatibilités imposent donc une contrainte qui s'oppose au stockage des dislocations sur le joint dans le grain b . On mesure ainsi un cisaillement quasi-nul sur le système B5 au niveau du joint (cf figure III.28, graphique (d)), très peu de GND ayant pu atteindre le joint.

Les graphiques (b) et (e) de la figure III.30 correspondent à la même simulation. Ils diffèrent seulement par le système sur lequel la contrainte est résolue dans le grain b . Dans le cas du graphique (b), le tenseur des contraintes est projeté sur le système B5, qui est le système primaire du grain. Dans le cas du graphique (e), c'est le système C5 (dévié de B5) qui est étudié. L'analyse des contraintes confirme l'activation du glissement dévié, puisque l'on y observe que les incompatibilités génèrent une contrainte très élevée sur le système C5, qui n'est pas compensée à la déformation considérée. Le glissement dévié s'est déclenché afin d'abaisser cette forte contrainte, les composantes vis des GND du systèmes B5 déposées sur le plan du joint en repartent sous la forme de GND vis du système C5. L'effet de cette activation du glissement dévié peut être observé sur le graphique (e). La contrainte générée par les GND de C5 (appartenant au grain) est en effet bien plus importante près du joint, et tend à compenser l'effet des incompatibilités. Nous venons de souligner que la contrainte due aux incompatibilités n'avait été compensée ni par les contraintes générées par les dislocations, ni par la contrainte appliquée (cf graphique (e) figure III.30 : la contrainte résultante est très supérieure à la valeur de la contrainte appliquée près du joint dans le grain b). À la déformation considérée, la déformation du système C5 n'a donc pas été suffisante pour compenser l'effet des incompatibilités. On est donc dans un état hors d'équilibre, contrairement à ce qui est observé dans les autres simulations.

En toute logique, le graphique (b) montre que la contrainte résolue générée par les GND du système B5 est presque nulle près du joint. Cette observation est cohérente avec la quasi-absence de dislocations de B5 près du joint relevée en figure III.29.

III.5.3 Bilan sur les simulations plastique - plastique

Les résultats des quatre simulations plastique - plastique montrent que la prise en compte des incompatibilités de déformation plastiques ne modifie pas fondamentalement la dynamique de stockage des dislocations. Le modèle mis en place à partir des simulations élastique - plastique reste donc valable.

Les incompatibilités ont néanmoins une réelle influence sur la distance entre dislocations dans les empilements. Suivant le signe de la contrainte résolue générée par ces incompatibilités, l'empilement des dislocations sur le plan du joint pourra être soit favorisé, soit freiné. C'est alors la résultante de cette contrainte de compatibilité hautement hétérogène et de la contrainte appliquée homogène qui va déterminer la distance entre GND dans les empilements. La prise en compte des incompatibilités mène ainsi à des GND empilées suivant un rythme qui varie fortement suivant la distance au joint considéré. Ces GND créent une contrainte de backstress hautement hétérogène qui a pour effet de compenser l'effet des incompatibilités, et de mener à une contrainte effective homogène, égale et opposée à la contrainte appliquée.

Ces incompatibilités peuvent conduire à l'activation du système secondaire, comme c'est le cas dans la simulation « C5 - B5, joint *b-c* », dans laquelle le système C5 est activé dans le grain *b*. Cette observation est à mettre en rapport avec l'activation du système C3 dans le grain *a* du tricristal expérimental, que nous avons attribuée aux incompatibilités associées à la déformation du voisinage du joint *a-b*.

Les Éléments Finis étant a priori capables de simuler les incompatibilités de déformation, ils devraient naturellement reproduire l'impact de ces dernières sur la pente de $\gamma(x)$, observé figure III.28. Notre modèle est basé sur un calcul de $\rho_{GND}(x)$ issu de l'évolution de $\gamma(x)$ (équation III.35), de sorte que l'effet des incompatibilités sur l'évolution de $\rho_{GND}(x)$ devrait également être naturellement reproduit. Enfin, le modèle fait appel à un calcul du backstress basé sur l'évolution de $\rho_{GND}(x)$ (équation III.38), ce qui signifie que la contrainte résultante qui s'applique sur les dislocations dans la figure III.30 devrait exactement correspondre au backstress calculé par les Éléments Finis.

Le modèle continu, que nous expliciterons en IV.2 à partir des résultats des simulations élastique - plastique, devrait donc automatiquement rendre compte de l'ensemble des effets des incompatibilités de déformation.

En résumé, cette section a principalement montré que la prise en compte des incompatibilités plastiques ne modifiait pas fondamentalement la dynamique de stockage des GND. Le stockage de GND se réorganise de manière à compenser la contrainte due à ces incompatibilités. Cette réorganisation se traduit par un resserrement (pour une contrainte de compatibilité attractive) ou un écartement (pour une contrainte répulsive) des empilements : la contrainte effective est constante dans les empilements. Grâce à cette réorganisation, les dislocations stockées retrouvent un état d'équilibre, qui se traduit par une contrainte effective constante dans les empilements. Cette recherche d'un état d'équilibre peut se traduire par l'activation de systèmes secondaires.

Résumé du chapitre

Des simulations de DD ont été réalisées dans le but d'étudier le comportement des dislocations au voisinage des joints de grains. Les microstructures de dislocations obtenues montrent un comportement analogue avec un empilement unidimensionnel de dislocations coins. Des équations continues décrivant le stockage des GND aux joints ont été obtenues à partir de ce type d'empilement. Ces équations font intervenir un taux de stockage des GND au joint, un terme de backstress, et une modification de l'expression de la contrainte critique. Elles devraient permettre de construire un modèle continu macroscopique dédié à la plasticité des polycristaux. Nos tests ont montré que ces équations restaient valables dans le cas de simulation prenant en compte les incompatibilités de déformation d'origine plastique.

Chapitre IV

Adaptation du modèle continu : introduction de l'influence des joints de grains sur la déformation plastique

Introduction

Ce dernier chapitre traite de l'objectif ultime de cette thèse : l'adaptation physiquement justifiée du modèle continu (Devincre, Hoc et Kubin (2008)) au cas du polycristal CFC. En guise d'introduction, la première section est consacrée à une présentation de ce modèle dans sa formulation originelle, c'est-à-dire adaptée à la modélisation de la déformation plastique du monocristal en sollicitation monotone. La deuxième section est quant à elle consacrée à la description des modifications introduites dans le but d'adapter le modèle au cas du polycristal. Enfin, la dernière partie a pour objet la validation du modèle modifié à travers l'étude de deux cas concrets.

IV.1 Le modèle originel : simulation de la plasticité du monocristal CFC en sollicitation monotone

Le modèle continu de plasticité utilisé dans cette étude est résolu avec un code de calcul de plasticité cristalline en densités de dislocations, implémenté par le biais d'une procédure UMAT dans le logiciel de simulation par Éléments Finis ABAQUS. Ce modèle est basé sur les travaux de Peirce et al. (1983), dans le sens où la déformation plastique y est intégrée sur les systèmes de glissement. Ses lois de comportement, décrites dans Hoc et al. (2001), sont celles mises en place par Teodosiu et al. (1993) à partir d'un formalisme à la Kocks-Mecking (voir par exemple Kocks and Mecking (2003)). Ces lois de comportement sont brièvement rappelées en IV.1.1.

À ce stade, ces lois sont encore partiellement phénoménologiques, car elles n'intègrent pas les propriétés élémentaires des dislocations. Leur utilisation nécessite donc l'ajustement de paramètres sur des résultats expérimentaux. La première grande étape d'amélioration de ce modèle, mise en œuvre dans les années précédant la réalisation de cette thèse, a consisté à mesurer ces paramètres à partir des résultats de simulations de Dynamique des Dislocations, réalisées à l'échelle des systèmes de glissement. Cette première étape d'amélioration du code est décrite dans les sous-sections IV.1.2 à IV.1.4.

IV.1.1 Équations de base

Le modèle initial s'appuie sur la résolution locale des trois ensembles d'équations différentielles IV.1, IV.2, et IV.3.

L'activation d'un système de glissement i est gouvernée par la loi de Schmid (cf I.2.3). Ce système ne pourra s'activer que si la contrainte résolue τ^i qui s'exerce sur lui vérifie la relation $|\tau^i| \geq \tau_c^i$, avec τ_c^i la contrainte critique d'activation de la déformation plastique sur ce système, à la déformation plastique considérée. La vitesse de déformation plastique sera alors déterminée par le biais d'une loi d'écoulement viscoplastique :

$$\begin{aligned}\dot{\gamma}^i &= \dot{\gamma}_o \left| \frac{\tau^i}{\tau_c^i} \right|^n \operatorname{sgn}(\tau^i) \quad \text{si } |\tau^i| \geq \tau_c^i \\ \dot{\gamma}^i &= 0 \quad \text{sinon}\end{aligned}\tag{IV.1}$$

avec $\dot{\gamma}_o$ la vitesse de déformation de référence, et n un paramètre qui décrit la sensibilité à la vitesse.

Le durcissement plastique dépend des mécanismes d'interactions entre systèmes de glissement. Il est exprimé sous la forme d'une matrice d'écrouissage h_{ij} entre les systèmes i et j , qui s'exprime sous la forme :

$$\dot{\tau}_c^i = \sum_j h_{ij} |\dot{\gamma}^j|\tag{IV.2}$$

L'évolution de la densité de dislocations sur le système i est quant à elle basée sur une loi faisant intervenir un terme de stockage et un terme d'annihilation :

$$\dot{\rho}^i = \frac{1}{b} \left(\frac{1}{L_i} - y \rho^i \right) |\dot{\gamma}^i|\tag{IV.3}$$

Dans cette équation, b est la norme du vecteur de Burgers, L_i est le libre parcours moyen des dislocations et y est une longueur caractéristique du processus d'annihilation des dislocations.

Pour finir, la contrainte critique résolue sur le système i est reliée à la densité de dislocations sur ce système par le biais de l'équation de la forêt, dont nous avons déjà parlé en II.3.6 :

$$\tau_c^i = \mu b \sqrt{\sum_j a_{ij} \rho^j}\tag{II.38}$$

Pour rappel, la matrice a_{ij} caractérise les interactions entre les dislocations des systèmes i et j .

L'expression de la matrice d'écrouissage h_{ij} , apparaissant dans l'équation IV.2, peut ainsi être obtenue après différenciation de l'équation II.38 :

$$h_{ij} = \frac{\mu}{2} a_{ij} \left(\sum_l a_{il} \rho^l \right)^{-\frac{1}{2}} \left[\frac{1}{K} \left(\sum_{l \neq j} \rho^l \right)^{\frac{1}{2}} - y \rho^j \right]\tag{IV.4}$$

avec K le coefficient de libre parcours moyen des dislocations (cf IV.1.3).

IV.1.2 Modification de l'équation de la contrainte critique

L'expression de la contrainte critique est reliée au mécanisme de la forêt par l'intermédiaire de l'équation II.38 :

$$\tau_c^i = \mu b \sqrt{\sum_j a_{ij} \rho^j}\tag{II.38}$$

Comme nous l'avons vu en I.5.2, l'écoulement plastique dans le monocristal CFC est principalement limité par le mécanisme de la forêt. Ainsi, le glissement des dislocations nécessite

que la force qui s'applique sur ces dernières dépasse la tension de ligne induite par l'ancrage des jonctions entre dislocations de différents systèmes de glissement. L'expression de la tension de ligne dérive de celle de l'énergie élastique associée à une dislocation, qui fait intervenir un terme logarithmique dépendant d'un rayon de coupure interne ($\approx b$) et d'un rayon de coupure externe ($\approx 1/\sqrt{\rho_f}$) Basinski and Basinski (1979). On retrouve donc ce terme logarithmique dans l'expression de la tension de ligne, ce qui était négligé dans la formulation originelle du modèle de la forêt. L'importance de ce terme a depuis été démontrée (Madec et al. (2002)), et il doit être pris en compte à travers les coefficients a_{ij} de l'équation II.38.

La valeur exacte de ces coefficients a été calculée par Devincré et al. (Devincré et al. (2006); Kubin et al. (2008)), à partir de simulations de Dynamique des Dislocations prenant en compte l'ensemble des effets locaux et non-locaux de la tension de ligne. Pour ce faire, le terme logarithmique résultant de l'expression de la tension de ligne a été pris en compte dans l'expression de la contrainte critique. Cette correction s'applique aux coefficients reliés aux interactions de jonctions (Hirth, Lomer, glissile), puisque ce sont ces interactions qui ancrent les dislocations mobiles et sont à l'origine de leur courbure. Elle s'applique également au coefficient de l'interaction colinéaire, qui est un cas particulier d'interaction de la forêt. Comme nous venons de le voir, ce terme logarithmique dépend de la densité ρ_f . Il a donc été nécessaire d'exprimer les coefficients a_{ij} à partir d'une référence calculée à une densité de dislocations de forêt de référence ρ_{ref} . Devincré et al. ont ainsi montré que la prise en compte du terme logarithmique amenait à réécrire l'expression II.38 sous la forme :

$$\tau_c^i = \mu b \frac{\ln(1/(b\sqrt{\bar{a}_{ref}} \rho_f))}{\ln(1/(b\sqrt{\bar{a}_{ref}} \rho_{ref}))} \sqrt{\sum_j a_{ij,ref} \rho^j} \quad (IV.5)$$

Dans cette équation, on voit réapparaître $\bar{a}_{ref} \approx \alpha = 0.35$ pour les matériaux CFC, avec α le terme intervenant dans l'expression originelle du modèle de la forêt (équation I.52). Les valeurs $a_{ij,ref}$, calculées pour chaque type d'interaction à la densité de référence $\rho_{ref} = 10^{12} \text{ m}^{-2}$, sont celles données table II.1. Cette relation revient à réécrire les coefficients a_{ij} intervenant dans l'équation II.38 sous la forme :

$$\sqrt{a_{ij}} = \frac{\ln(1/(b\sqrt{\bar{a}_{ref}} \rho_f))}{\ln(1/(b\sqrt{\bar{a}_{ref}} \rho_{ref}))} \sqrt{a_{ij,ref}} \quad (IV.6)$$

IV.1.3 Modification des paramètres de la loi de stockage - restauration

Des mesures par Dynamique des Dislocations ont également été utilisées pour faire évoluer l'expression de L_i , le libre parcours moyen des dislocations intervenant dans l'équation IV.3 :

$$\dot{\rho}^i = \frac{1}{b} \left(\frac{1}{L_i} - y \rho^i \right) |\dot{\gamma}^i|$$

Ce libre parcours moyen correspond à la distance moyenne parcourue par une dislocation mobile de longueur unité avant d'être stoppée par ses interactions avec d'autres dislocations. C'est donc une grandeur statistique, qui définit la probabilité P qu'une dislocation soit stoppée après avoir parcouru une distance dx (voir figure IV.1) :

$$P = \frac{dx}{L} \quad (IV.7)$$

La densité stockée lorsque la ligne de dislocation de la figure IV.1 a parcouru la longueur $dx = L$ est égale à $d\rho = l_y / V$, avec V un volume de référence pour le calcul de $d\rho$. Cette dislocation stockée a alors induit un cisaillement $d\gamma = bl_y L / V$. On peut ainsi exprimer la densité stockée en fonction du libre parcours moyen L :

$$\frac{d\rho}{d\gamma} = \frac{1}{bL} \quad (IV.8)$$

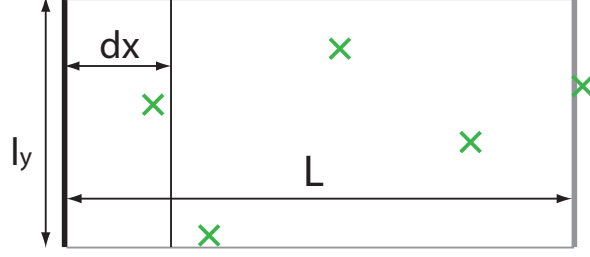


FIGURE IV.1 – Illustration du libre parcours moyen L

Le libre parcours moyen L_i des dislocations du système i est relié à la densité des dislocations jouant le rôle d'obstacles pour le système i , de sorte que ce libre parcours moyen décroît lorsque ρ augmente. $1 / L_i$ est donc proportionnel à $\sqrt{\rho}$, et on peut l'exprimer sous la forme :

$$\frac{1}{L_i} = \frac{\tau_c^i}{K_i \mu b} \quad (\text{IV.9})$$

avec K_i un coefficient adimensionnel dépendant des interactions sur le système de glissement i .

En raisonnant sur le couplage des expressions II.38 et IV.9, et grâce à l'étude par Dynamique des Dislocations des différents mécanismes de stockage, Devincere et al. (Devincere, Hoc et Kubin(2008),Kubin et al. (2008)) ont pu montrer que le terme de libre parcours moyen de l'équation IV.3 pouvait s'écrire comme la somme de trois différentes contributions :

$$\frac{1}{L_i} = \left[\frac{\sqrt{\sum_{j \in \text{jonct}(i)} a_{ij} \rho^j}}{K_{hkl}} + \frac{\sqrt{a'_0} \rho^i}{K_I} + \frac{\sum_{k \in \text{copla}(i)} \sqrt{a_{\text{copla}}} \rho^k}{K_{\text{copla}}} \right] \quad (\text{IV.10})$$

Le premier terme de cette expression décrit la contribution des trois interactions de jonction (jonctions de Hirth, de Lomer et glissile). Le coefficient K_{hkl} y apparaissant est un coefficient sans dimension qui dépend de l'orientation de l'axe de sollicitation par rapport au cristal, et donc du nombre de systèmes activés. Le deuxième terme est lié aux auto-interactions des dislocations du système i , et le dernier terme décrit l'influence des systèmes coplanaires.

Les mêmes auteurs ont également pu mesurer le terme d'annihilation y intervenant dans l'équation IV.3, à partir d'une étude des mécanismes de glissement dévié intervenant durant le stade III du durcissement plastique (Kubin et al. (2009)). Cette étude démontre notamment que ce coefficient y dépend sensiblement de l'orientation de l'axe de sollicitation.

IV.1.4 Paramètres du modèle dédié au monocristal, validation du modèle

La table IV.1 liste l'ensemble des paramètres du modèle dédié au monocristal et physiquement justifié (c'est-à-dire qu'aucun ajustement n'est réalisé pour identifier ces paramètres).

Une sélection de résultats obtenus avec ce modèle modifié est présentée en figure IV.2. Les évolutions présentées sur le graphique (b) reproduisent très fidèlement les évolutions expérimentales obtenues dans les mêmes conditions (graphique (d)).

Le modèle de déformation plastique du monocristal CFC en sollicitation monotone, qui constitue le point de départ des travaux décrits dans ce chapitre, parvient donc à reproduire rigoureusement les résultats expérimentaux sans nécessiter l'utilisation de paramètres ajustables.

Nomenclature	Définition	Valeur
Ψ, ϕ_1, ϕ_2	Angles d'Euler	dépendent du grain
C_{11}	Composante du tenseur d'élasticité	168,4 GPa
C_{12}	Composante du tenseur d'élasticité	121,4 GPa
C_{44}	Composante du tenseur d'élasticité	75,4 GPa
μ	Module de cisaillement (moyenne de Reuss)	42 GPa
b	Vecteur de Burgers	$2,57 \cdot 10^{-10}$ m
$\dot{\gamma}_0$	Vitesse de cisaillement de référence de la loi d'écoulement	10^{-3} s ⁻¹
n	Exposant de la loi d'écoulement	> 50
ρ_0	Densité de dislocations initiale par système	$5 \cdot 10^{10}$ m ⁻²
a_0	Coeff. d'auto-interaction	0,122
a_{1cop}	Coeff. d'interaction des systèmes coplanaires	0,122
a_{1ortho}	Coeff. d'interaction des systèmes formant des jonctions de Hirth, à la densité de référence de 10^{12} m ⁻²	0,07
a_{1col}	Coeff. d'interaction des systèmes formant des jonctions colinéaires, à la densité de référence de 10^{12} m ⁻²	0,625
a_2	Coeff. d'interaction des systèmes formant des jonctions glissiles, à la densité de référence de 10^{12} m ⁻²	0,137
a_3	Coeff. d'interaction des systèmes formant des jonctions de Lomer, à la densité de référence de 10^{12} m ⁻²	0,122
y	Coeff. de restauration dynamique	dépend de l'orientation (voir Kubin et al. (2009))
K_{hkl}	Coeff. de libre parcours moyen pour les interactions de jonctions	dépend de l'orientation (compris entre 5 et 10)
K_I	Coeff. de libre parcours moyen pour les auto-interactions	180
K_{copla}	Coeff. de libre parcours moyen pour les interactions coplanaires	180

TABLE IV.1 – Paramètres du modèle monocristallin en sollicitation monotone

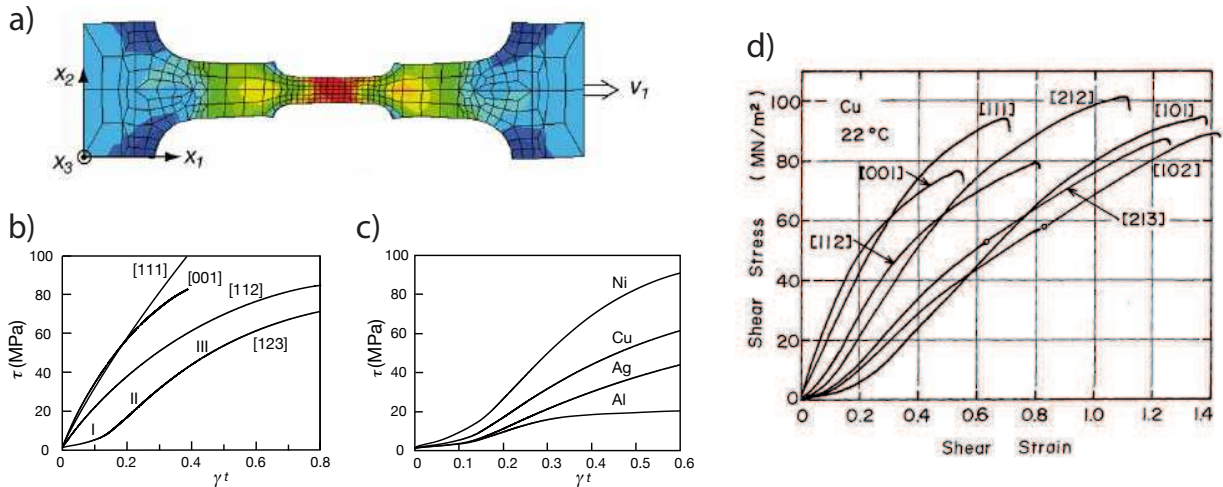


FIGURE IV.2 – (b) et (c) Résultats de simulation obtenus sur des monocristaux CFC en traction uniaxiale à température ambiante, ainsi qu'illustrée sur la figure (a). (b) Influence de l'orientation de l'axe de sollicitation sur la réponse mécanique. (c) Influence du matériau pour une sollicitation selon l'axe cristallographique [123] (tiré de Devincré, Hoc et Kubin (2008)). (d) Courbes $\tau - \gamma$ obtenues expérimentalement sur des monocristaux de Cu en traction, pour différentes orientations de l'axe de sollicitation, pour comparaison avec la figure (c) (tiré de Takeuchi (1975)).

IV.2 Adaptation au cas du polycristal

Comme nous venons de le voir, le modèle continu de la déformation du monocristal CFC qui constitue le point de départ de cette étude se singularise par l'emploi de coefficients physiquement justifiés, car calculés par le biais de simulations de Dynamique des Dislocations. Le but de notre étude va donc être d'adapter ce modèle au cas du polycristal, tout en gardant cet aspect

« physiquement justifié ».

Le modèle dédié au monocristal considère la densité totale de dislocations, sans faire de distinction entre SSD et GND. Nous avons vu au chapitre III que le stockage au joint faisait intervenir la densité de GND, de sorte qu'il semble incontournable de faire apparaître cette densité dans le modèle du polycristal. Le nouveau modèle doit donc être capable de calculer la densité de GND, et l'on déduira la densité de SSD à partir de la différence entre la densité totale et la densité de GND.

Les équations permettant le calcul de ces différentes densités seront données en IV.2.2.

IV.2.1 Modification de l'expression de la contrainte critique

Nous avons vu en III.4.3 que les GND ne devaient pas être considérées dans le terme d'auto-interaction de l'équation de Taylor. Un ensemble exclusivement composé de dislocations toutes de même signe et situées sur le même système de glissement ne nécessitant en effet qu'une contrainte infinitésimale pour glisser, ces dislocations doivent être retirées du terme d'auto-interaction. L'expression II.38 exprimant la contrainte critique résolue sur le système i devient alors :

$$\tau_c^i = \mu b \sqrt{a_0' (\rho_{tot}^i - \rho_{GND}^i) + \sum_{j \neq i} a_{ij} \rho_{tot}^j} \quad (IV.11)$$

Les expressions de ρ_{tot}^i et de ρ_{GND}^i intervenant dans l'équation peuvent être obtenues par intégration au pas de calcul précédent des équations IV.13 et IV.15, que nous expliciterons dans la prochaine section. Les coefficients a_{ij} sont fournis par l'équation IV.6.

IV.2.2 Adaptation de la loi de stockage

Prise en compte du stockage dû à la présence des joints

Nous avons vu que dans le cas d'une déformation plastique modérée, la présence des joints de grains se traduisait par un stockage additionnel de dislocations au niveau de ces joints (chapitres II et III). Adapter le modèle au cas du polycristal nécessite donc de modifier sa loi de stockage afin de rendre compte de ce stockage additionnel.

Dans le cas général d'un glissement multiple, le stockage de dislocations au joint est de deux natures. Il est d'une part composé d'empilements de GND, dont l'orientation dépend des différents systèmes actifs. Il est d'autre part composé de SSD qui résultent d'interactions de forêt entre les GND des différents systèmes. Ces interactions de la forêt étant correctement modélisées par le modèle d'origine, il nous suffit d'introduire un terme rendant compte du stockage des GND au joint pour que la déformation en glissement multiple soit correctement simulée.

Le stockage au joint des dislocations géométriquement nécessaires a pu être mesuré grâce aux simulations de Dynamique des Dislocations en glissement simple réalisées en III.2.3. Nous avons ainsi vu que ce stockage pouvait être considéré comme étant indépendant de l'orientation des plans de glissement par rapport au joint de grains, et nous l'avons exprimé sous la forme :

$$\frac{d\rho_{GND}^i}{d\gamma^i} = \frac{k_{stock}}{b x} \quad (IV.12)$$

avec x la distance normale au joint et $k_{stock} \approx 0.5$ (section III.4.1). De même que l'équation du libre parcours moyen (IV.10) intègre la contribution des différents mécanismes de stockage de la forêt, il convient d'ajouter cette contribution du joint au terme de stockage de l'équation IV.3 :

$$\dot{\rho}^i = \frac{1}{b} \left(\frac{1}{L_i} + \frac{k_{stock}}{x} - y \rho^i \right) |\dot{\gamma}^i| \quad (IV.13)$$

Remarquons que nous venons d'ajouter un terme non local à notre loi de stockage - restauration. Le surcoût de calcul numérique qu'introduit ce terme est cependant négligeable, car la

valeur de x est tabulée à partir de la position des joints en début de simulation. L'intégration en chaque point de Gauss se fera donc à partir d'une valeur de x connue et constante au cours du temps. Cette tabulation nécessite évidemment la connaissance de l'emplacement des joints de grains dans le maillage. La procédure UMAT a donc été modifiée pour introduire la tabulation de x depuis les équations de plans définissant la position des joints.

Modification de la loi de stockage de la forêt

La prise en considération des densités de GND dans notre modèle nécessite de revoir quelque peu l'expression du libre parcours moyen, défini par l'équation IV.10 :

$$\frac{1}{L_i} = \left[\frac{\sqrt{\sum_{j \in \text{jonct}(i)} a_{ij} \rho^j}}{K_{hkl}} + \frac{\sqrt{a'_0} \rho^i}{K_I} + \frac{\sum_{k \in \text{copla}(i)} \sqrt{a_{\text{copla}}} \rho^k}{K_{\text{copla}}} \right]$$

Nous avons en effet vu que le libre parcours moyen des dislocations du système i était relié à la contrainte critique τ_i^c par le biais de l'équation IV.9 :

$$\frac{1}{L_i} = \frac{\tau_c^i}{K_i \mu b}$$

L'expression du libre parcours moyen (IV.10) n'étant rien d'autre qu'un développement de l'expression IV.9 au cas des différentes contributions, la modification de la contrainte critique réalisée en IV.2.1 doit y être répercutée. Cette modification va se faire à travers le terme d'auto-interaction, et l'équation IV.10 devient :

$$\frac{1}{L_i} = \left[\frac{\sqrt{\sum_{j \in \text{jonct}(i)} a_{ij} \rho_{\text{tot}}^j}}{K_{hkl}} + \frac{\sqrt{a'_0} (\rho_{\text{tot}}^i - \rho_{GND}^i)}{K_I} + \frac{\sum_{k \in \text{copla}(i)} \sqrt{a_{\text{copla}}} \rho_{\text{tot}}^k}{K_{\text{copla}}} \right] \quad (\text{IV.14})$$

Dans ce calcul, ρ_{GND}^i représente la densité de dislocations géométriquement nécessaires du système i au point de Gauss, calculée par intégration de l'équation IV.15 au pas de temps précédent :

$$\dot{\rho}_{GND}^i = \frac{k_{\text{stock}}}{b x} |\dot{\gamma}^i| \quad (\text{IV.15})$$

On notera que l'évolution de la densité de GND obtenue par intégration de l'équation IV.15 est similaire à celle obtenue par le biais d'un calcul du gradient du cisaillement plastique (cf équation III.2). Cette similarité a été prouvée par A. Vattré lors de sa thèse de doctorat (Vattré (2009), figure 79)

Le paramètre ρ_{tot}^i représente quant à lui la densité de dislocations totale du système i au point de Gauss, et est calculé au pas de temps précédent par intégration de l'équation IV.13 :

$$\dot{\rho}^i = \frac{1}{b} \left(\frac{1}{L_i} + \frac{k_{\text{stock}}}{x} - y \rho^i \right) |\dot{\gamma}^i|$$

Justification quant à un éventuel effet d'échelle du maillage

Par l'intermédiaire de l'équation IV.15, nous venons d'introduire une densité de GND dans le code de calcul. Cette densité ne dépend que du paramètre k_{stock} , déterminé en DD, et de la distance normale au joint. La densité introduite est donc bien indépendante de la taille des éléments utilisés, de sorte que son utilisation n'amène pas de dépendance au maillage.

Il peut sembler paradoxal d'utiliser une densité de GND qui soit indépendante de la taille des éléments, puisque cette notion est reliée à la taille d'un volume élémentaire de référence. Ceci s'explique par le fait que la densité de GND introduite par le biais du paramètre k_{stock}

correspond à une évolution continue et douce avec la distance au joint de grains (courbe bleue de la figure III.21). Les densités de GND calculées resteront alors toujours sur ce profil, quel que soit le pas d'intégration (i.e. la taille de maillage) utilisé, et un changement de taille de maillage se traduira seulement par un déplacement de la densité de GND sur la courbe. Cette non-sensibilité au maillage est illustrée figure IV.3, qui présente les évolutions de la densité de GND obtenues avec deux tailles d'éléments différentes.

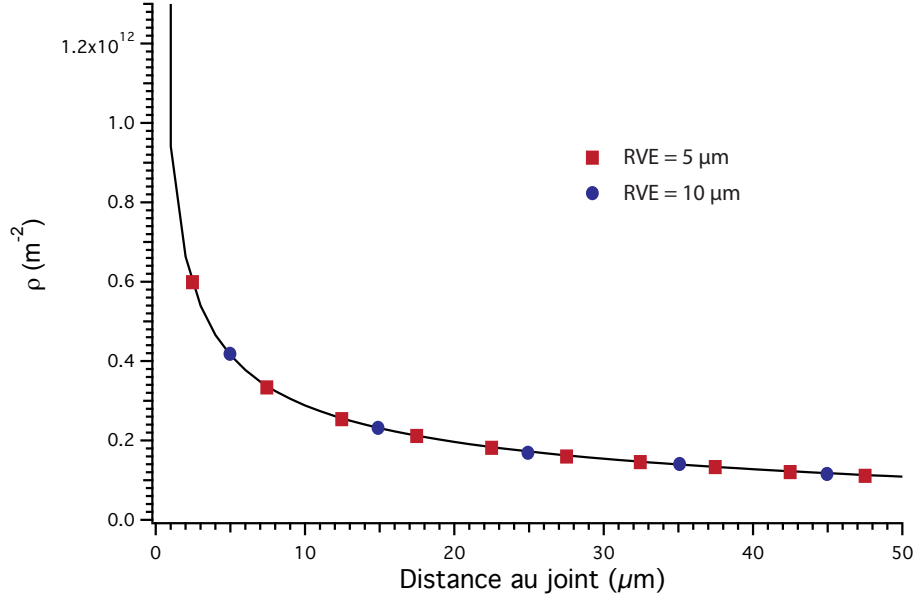


FIGURE IV.3 – Illustration de l'indépendance de la densité de GND calculée à la taille du volume élémentaire de référence (RVE) associé à sa définition. L'évolution de la densité de GND étant douce et continue, la densité obtenue est toujours sur la courbe, quelle que soit la taille du RVE.

Cette continuité de la description de la densité de GND ne tiendrait plus dans le cas d'une distribution discontinue ou « piquée ». Dans ce cas la résolution utilisée pour faire le calcul aurait une importance. Le paramètre déterminant est la longueur sur laquelle on fait la mesure de la densité de GND qui doit être inférieure à la demi-longueur des fluctuations spatiales, ce qui est bien le cas car notre description du stockage se fait sur une distance inférieure à la moitié de la taille de grain.

IV.2.3 Adaptation de la loi d'écoulement plastique

Les GND stockées au joint créent un champ de contrainte à longue portée qui va influencer l'écoulement plastique (cf chapitres II et III). Nous avons montré en III.4.2 que ce champ de contraintes génère une contrainte résolue sur i qui était équivalente à la contrainte générée par un empilement unidimensionnel de dislocations coins, situé sur un plan normal au joint. Nous avons aussi montré que cette contrainte pouvait s'exprimer sous la forme approchée :

$$X^i = \beta \cos(\theta) \mu b \sqrt{\rho_{GND}^i(x) \sqrt{x}} \quad (\text{IV.16})$$

avec $\beta = 37 \text{ m}^{-\frac{1}{4}}$, x la distance normale au joint en m, et ρ_{GND}^i la densité de GND sur le système i exprimée en m^{-2} , calculée par intégration de l'équation IV.15. L'angle θ est donné par l'équation III.19 :

$$\cos(\theta) = \sqrt{1 - (\vec{n}_j \cdot \vec{n}_p)^2}$$

avec \vec{n}_j^\rightarrow le vecteur unitaire normal au plan du joint de grains, et \vec{n}_p^\rightarrow le vecteur unitaire normal aux plans de glissement du système i .

Lors d'un chargement monotone, cette contrainte de backstress est par définition résistive et s'oppose au glissement des dislocations sur le système i . Son introduction dans le code va donc se faire au niveau de la loi d'écoulement, sous la forme d'une contrainte s'opposant à la contrainte effective responsable de cet écoulement :

$$\begin{aligned}\dot{\gamma}^i &= \dot{\gamma}_o \left| \frac{\tau^i - |X^i|}{\tau_c^i} \right|^n \text{sgn}(\tau^i - |X^i|) \quad \text{si } |\tau^i - |X^i|| > \tau_c^i \\ \dot{\gamma}^i &= 0 \quad \text{sinon}\end{aligned}\tag{IV.17}$$

la contrainte critique τ_c^i étant ici calculée par le biais de l'équation IV.11.

Pour finir, notons que l'ensemble des modifications introduites ne modifie en rien le comportement du modèle quant à la simulation de la déformation du monocristal, puisque toutes ces modifications sont reliées à la densité ρ_{GND} stockée au joint, qui reste nulle dans le cas de la simulation du monocristal. Soulignons également que toutes ces modifications ne contiennent aucun paramètre ajustable : les deux paramètres qu'elles contiennent sont physiquement justifiés, car mesurés à partir du comportement moyen de différentes microstructures de dislocations étudiées en DD. La valeur de ces deux paramètres est rappelée table IV.2.

Paramètre	Valeur
k_{stock}	0.5
β	37

TABLE IV.2 – Paramètres additionnels introduits dans le nouveau modèle

IV.3 Validation du modèle à partir de cas concrets étudiés par Éléments Finis

IV.3.1 Étude d'un bicristal élastique / plastique

Conditions de simulation

Dans le but de le comparer à l'une des simulations élastique - plastique réalisées en DD, un bicristal élastique - plastique a été maillé en Éléments Finis. Le grain élastique est associé à une très haute limite d'élasticité et ne peut donc pas se déformer plastiquement. Ce grain équivaut au grain élastique virtuel juxtaposé au grain plastique de nos simulations de DD. Le grain plastique maillé est une reproduction de la simulation de DD appelée « B4 modèle EF » (cf III.2), dans le sens où le même système de glissement y est activé avec le même facteur de Schmid. Les dimensions du grain plastique sont également similaires aux dimensions du volume simulé en DD.

À l'état initial, le grain plastique contenait une densité de dislocations homogène de $5 \cdot 10^{10} \text{ m}^{-2}$ sur chaque système de glissement.

Une déformation de 0.12% en traction a été imposée le long de la normale au joint de grains. La figure IV.4 présente le déplacement obtenu selon l'axe de sollicitation.

Évolution du cisaillement $\gamma(x)$ avec la distance au joint de grains

La figure IV.5 présente les évolutions du cisaillement $\gamma(x)$ sur le système B4 (graphique (a)). Y sont représentées les évolutions obtenues avec le modèle adapté au monocristal (courbe noire); le modèle prenant en compte le stockage de GND au joint (courbe bleue); le modèle

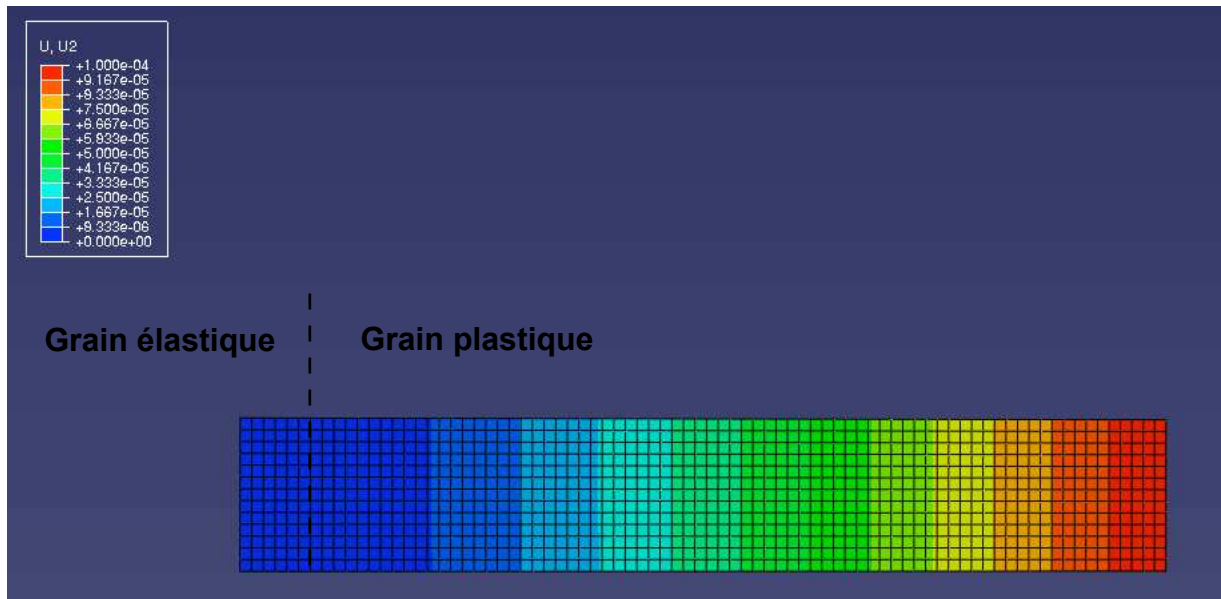


FIGURE IV.4 – Déplacement imposé le long de l’axe de sollicitation (axe normal au joint de grains).

prenant en compte le stockage au joint et le backstress associé aux empilements (courbe rouge) ; et enfin avec le modèle adapté au polycristal, qui prend en compte l’ensemble des modifications introduites en IV.2. Ces évolutions ont été relevées le long d’une ligne normale au joint, située au centre du bicristal.

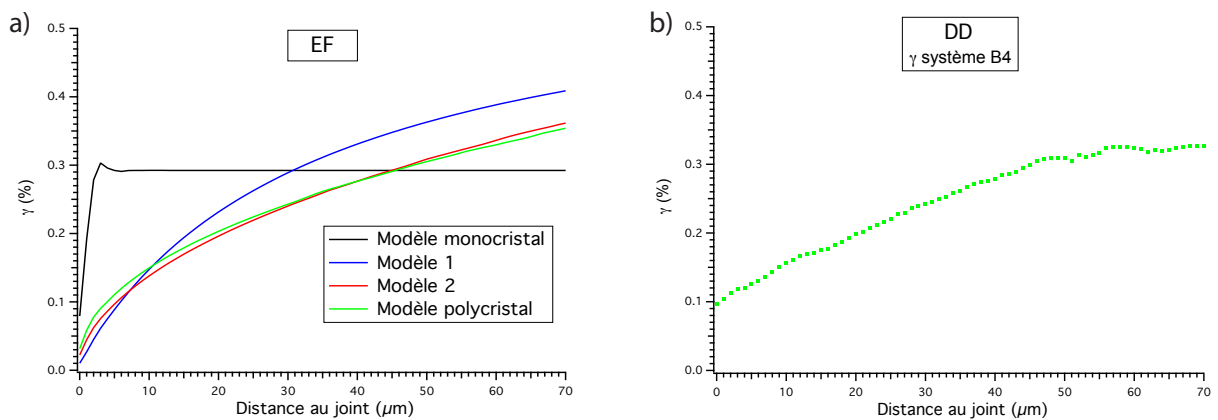


FIGURE IV.5 – (a) Évolutions du cisaillement $\gamma(x)$ sur le système B4 pour les différentes modifications apportées au modèle continu. En noir : modèle originel, adapté au monocristal. En bleu (modèle 1) : modèle monocristal + prise en compte du stockage de GND au joint dans la loi de stockage - restauration (équation IV.13). En rouge (modèle 2) : modèle 1 + prise en compte du backstress dans la loi d’écoulement plastique (équation IV.17). En vert : modèle adapté au polycristal = modèle 2 + retrait des auto-interactions dues aux GND dans le calcul de la contrainte critique (équation IV.11). (b) Évolution du cisaillement $\gamma(x)$ obtenu avec la simulation de Dynamique des Dislocations « B4 modèle EF », après un cisaillement global de 0.25% dans le volume simulé.

Le modèle adapté au monocristal présente un cisaillement constant pour une distance au joint supérieure à $5 \mu\text{m}$. Ce comportement s’explique par le fait que, dans ce modèle, le cisaillement induit à un pas de calcul donné est déterminé par l’écart entre la contrainte appliquée et la contrainte critique (par intégration de l’équation IV.1). On part ici d’une densité de dislocations homogène et égale à $5 \cdot 10^{10} \text{ m}^{-2}$ sur chaque système de glissement, de sorte que la contrainte critique est homogène à l’état initial. De plus on applique une contrainte critique homogène,

donc le cisaillement imposé sur le système B4 (la déformation se fait en glissement simple) est homogène au premier pas de simulation. Ce mécanisme se reproduit aux pas de simulations suivants : comme $\gamma_{B4}(x)$ a augmenté de manière homogène, $\rho_{B4}(x)$ augmente de manière homogène (par intégration de l'équation IV.3, il n'y a pas de restauration ici), et $\tau_c^{B4}(x)$ augmente également de manière homogène. On se retrouve donc à chaque pas de simulation avec un cisaillement $\gamma_{B4}(x)$ homogène dans le grain. Le cisaillement chute par contre à l'approche du joint, car le joint ne peut pas se déformer du fait des conditions aux limites qui lui sont imposées (joint de grains élastique - plastique).

L'introduction du terme de stockage au joint (modèle 1, courbe bleue) à travers l'équation IV.13 impose la formation d'un empilement continu de GND qui prend sa source sur le joint. Cette densité de GND additionnelle se superpose alors à la densité totale. La contrainte critique τ_c prend donc une évolution qui suit l'évolution de cette densité additionnelle (puisque la densité de SSD est constante au départ), avec un maximum au niveau du joint et une évolution décroissante lorsque l'on s'en écarte. L'évolution spatiale du cisaillement est alors déterminée par l'évolution de $\tau_c(x)$, avec un cisaillement qui croît lorsque $\tau_c(x)$ décroît. On obtient un profil de cisaillement caractéristique d'un empilement de dislocations (cf figure III.3.3).

L'introduction du terme de backstress résistif (modèle 2, courbe rouge) à travers l'équation IV.17 implique une augmentation de la contrainte appliquée τ pour induire un cisaillement : la déformation plastique ne commence que quand $\tau > \tau_c + |X|$. On assiste donc à un durcissement général du cristal. Ceci va notamment se traduire par l'augmentation des incompatibilités au voisinage du joint de grains : la zone située près du joint va voir une contrainte τ en augmentation (en valeur absolue) par rapport aux zones plus éloignées. À travers la relation IV.17, on va donc assister à une augmentation relative du cisaillement près du joint par rapport au cisaillement à moyenne distance du joint, ce qui explique que la pente de la courbe rouge (prenant en compte le backstress) soit moins importante que la pente de la courbe bleue (sans prise en compte du backstress). On se retrouve au final avec un cisaillement au voisinage immédiat du joint qui est augmenté par la prise en compte du backstress. Remarquons également que le cisaillement global a été diminué avec cette modification : l'aire sous la courbe rouge est inférieure à l'aire sous la courbe bleue. Là encore, cela s'explique à partir de la relation IV.17 : avec la prise en compte du backstress X , on a durci artificiellement le cristal. On a donc plus de déformation élastique avant le déclenchement du cisaillement. On assiste ainsi à une diminution relative de la déformation plastique (ici globalement égale à $F_s \cdot \gamma$, avec F_s le facteur de Schmid) dans l'expression de la déformation totale ε . Comme nos simulations par Éléments Finis ont toutes été traitées à $\varepsilon = 0.12\%$, l'introduction du backstress va se traduire par une diminution de la déformation plastique, c'est-à-dire par une diminution du cisaillement global dans le volume simulé.

Pour finir, le retrait des auto-interactions dues aux GND dans l'expression de τ_c (courbe verte), mise en place à travers l'équation IV.11, se traduit par une légère augmentation du cisaillement près du joint. En effet, comme les dislocations situées à cet endroit sont toutes des GND, la contrainte critique τ_c y devient très faible, ce qui favorise la déformation en cisaillement (équation IV.17). Loin du joint, la part des GND dans la densité totale de dislocations est peu importante. La valeur de τ_c est donc peu affectée par la modification apportée, ce qui explique que la valeur du cisaillement loin du joint ne soit pas modifiée.

Le graphique (b) de la figure IV.5 présente l'évolution du cisaillement $\gamma(x)$ dans la simulation de DD « B4 modèle EF », à un pas de simulation correspondant à une déformation γ de 0.25%, ce qui correspond globalement au cisaillement induit dans la simulation réalisée avec le modèle adapté au polycristal. L'évolution obtenue avec le modèle continu adapté au polycristal reproduit très bien l'évolution obtenue en DD.

Évolution de la densité de dislocations $\rho(x)$ avec la distance au joint de grains

La figure IV.6 présente les évolutions des densités de dislocations sur le système B4 avec la distance au joint ((a) : densité GND, (b) : densité totale).

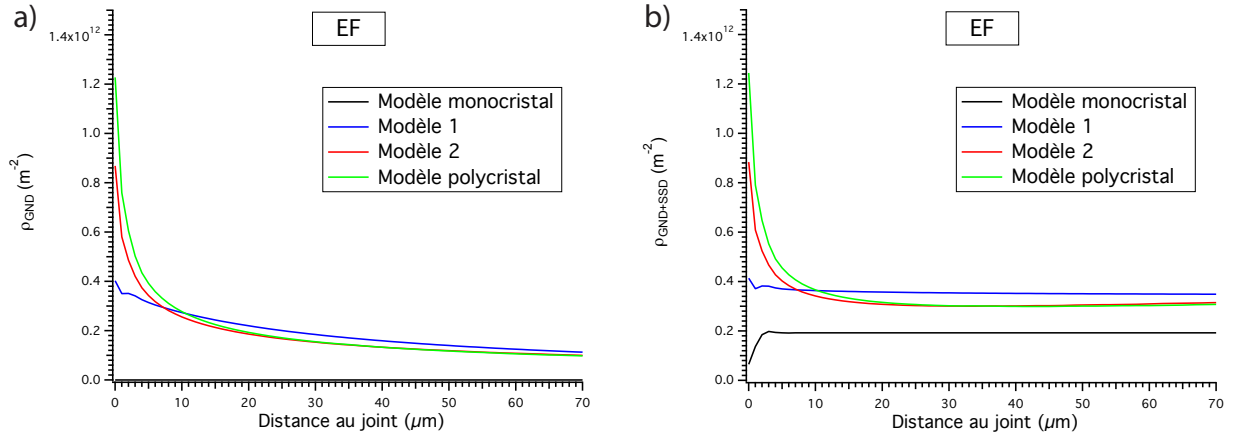


FIGURE IV.6 – Évolutions de la densité de GND (a) et de la densité totale de dislocations (b), obtenues avec les quatre modèles présentés dans la légende de la figure IV.5.

Les évolutions obtenues sont très cohérentes avec l'évolution du cisaillement $\gamma(x)$.

Le modèle du monocristal (courbe noire) présente une évolution constante loin du joint, composée uniquement de SSD. Comme dans le cas du cisaillement, cette évolution constante s'explique par l'application d'une contrainte homogène à une densité initiale de dislocations homogène, à travers une loi isotrope (équations II.38, IV.1, et IV.3). Près du joint, la densité de SSD chute. Ceci s'explique par le fait que la zone située près du joint ne se déforme pas plastiquement, ce qui impose l'absence de dislocations au joint.

L'introduction du terme de stockage au joint (modèle 1, courbe bleue) se traduit bien par un stockage de GND au voisinage du joint. Le stockage de dislocations est exclusivement composé de GND au voisinage immédiat du joint (ce qui est cohérent avec notre hypothèse de déformation en glissement simple (cf figure III.15)), car dans cette zone le terme de stockage de GND (en $1/x$) est très prépondérant devant le terme de stockage de la forêt. Lorsque l'on s'éloigne du joint, les deux contributions s'équilibrent, ce qui explique que la densité de dislocations dans le grain soit composée à la fois de SSD (générées par la multiplication des dislocations sous l'effet des interactions de la forêt) et de GND (qui composent l'empilement de dislocations au joint). On notera que la densité totale reste très homogène dans le grain.

L'introduction du terme de backstress résistif (modèle 2, courbe rouge) se traduit par un fort stockage de GND au joint. La figure IV.5 montre en effet que la prise en compte du backstress se traduit par une augmentation du cisaillement $\gamma(x)$ près du joint. Cette augmentation va de pair avec une augmentation de la densité de dislocations $\rho(x)$, déterminée par la relation IV.13 qui va favoriser la création de GND près du joint (le terme en $1/x$ devient très prépondérant lorsque l'on se trouve près du joint). Au voisinage du joint, l'augmentation de $\gamma(x)$ se traduit donc par une forte augmentation de $\rho_{GND}(x)$, en très bon accord avec la réalité. Dans le reste du cristal, la densité de dislocations est légèrement diminuée par l'introduction du terme de backstress, ce qui va de pair avec la baisse de déformation plastique identifiée lors de l'analyse des profils de $\gamma(x)$ (et qui est liée au fait que l'on travaille à même déformation totale). On notera que c'est l'action conjuguée du terme de stockage en $1/x$ et du terme de backstress qui permet d'obtenir une forte densité de GND au joint, et pas seulement l'introduction du terme de stockage comme l'on aurait pu s'y attendre.

Enfin, le retrait des auto-interactions dues aux GND dans l'expression de τ_c mène à une augmentation de la densité de GND stockée au joint : en toute cohérence avec le profil de $\gamma(x)$ relevé en figure IV.5, et suivant le raisonnement fait au paragraphe précédent, une augmentation du cisaillement près du joint va se traduire par une augmentation de la densité de GND seule. Les densités de dislocations loin du joint ne sont pas modifiées.

Les évolutions des densités de dislocations obtenues avec la simulation de DD « B4 modèle EF » à $\gamma = 0.25\%$ sont présentées figure IV.7.

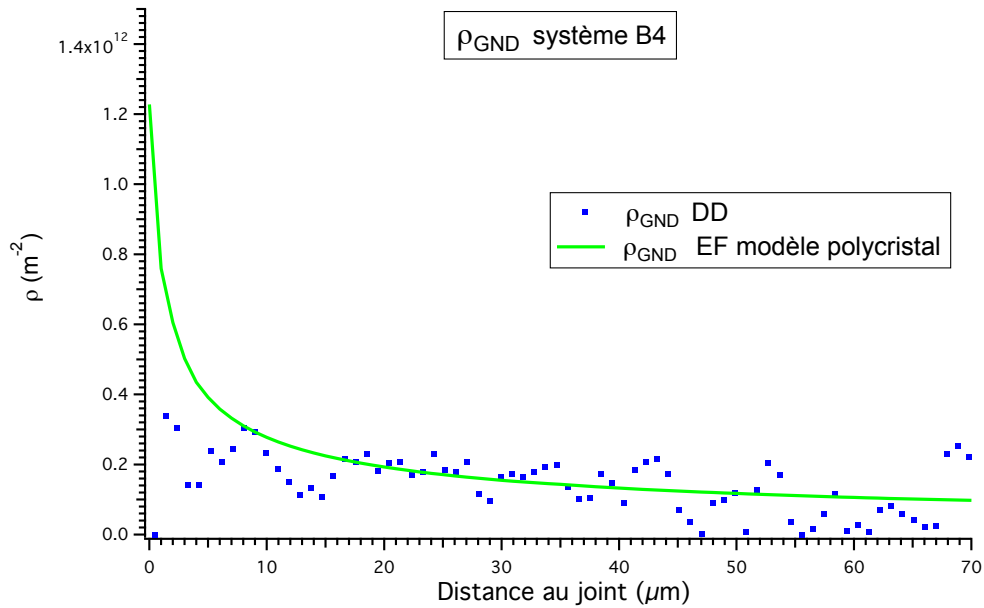


FIGURE IV.7 – Évolutions de la densité de GND obtenue avec la simulation de Dynamique des Dislocations « B4 modèle EF » à $\gamma = 0.25\%$ (carrés bleus) et avec le modèle adapté au polycristal (trait plein vert).

À la différence de la simulation par Éléments Finis, la simulation de DD ne contient pas de dislocations de forêt pour le système B4. La densité totale de dislocations ρ est donc inférieure à la densité totale mesurée en Éléments Finis, car la simulation par Éléments Finis fait intervenir une multiplication de SSD par l'intermédiaire d'interactions de forêt. La quantité pertinente pour la comparaison entre les deux simulations est la densité de GND. La comparaison des figures IV.6 et IV.7 montre que les densités de GND des deux simulations sont similaires passés les dix microns les plus proches du joint. Les modifications apportées au modèle macroscopique permettent donc bien de retrouver l'évolution obtenue en DD.

Évolution de la contrainte résolue $\tau(x)$ avec la distance au joint de grains

Le graphique (a) de la figure IV.8 présente l'évolution de la contrainte résolue $\tau(x)$ sur le système B4, pour les différentes modifications introduites dans le modèle continu.

Dans le modèle dédié au monocristal (courbe noire) et dans le modèle prenant en compte le stockage de GND au joint (courbe bleue), la valeur de la contrainte est uniquement déterminée par la contrainte critique τ_c (équation IV.1) : la déformation a lieu pour $\tau > \sim \tau_c$. On obtient donc une valeur de τ juste supérieure à τ_c dans ces deux cas. L'introduction du terme de stockage au joint provoque une légère augmentation de la densité de dislocations de B4 (figure IV.6), ce qui induit une légère augmentation de τ_c . Ceci explique que la contrainte soit légèrement plus élevée avec la prise en compte du stockage au joint (la courbe bleue correspond à une valeur de τ plus forte que la courbe noire, en valeur absolue).

La courbe rouge correspond à l'introduction du terme de backstress, à travers l'équation IV.17. Dans cette configuration, la valeur du facteur $\cos(\theta)$ qui intervient dans l'équation IV.16 est égale à 0.827, ce qui donne une contrainte de backstress proche de 9.4 MPa. Pour que la déformation ait lieu, il faut que la contrainte soit supérieure à $\tau_c - |X|$. On obtient donc une valeur de τ tout juste supérieure à cette valeur.

Enfin, la courbe verte correspond à la contrainte $\tau(x)$ mesurée dans le modèle adapté au polycristal, c'est-à-dire lorsque l'on ne prend pas en compte les auto-interactions des GND dans

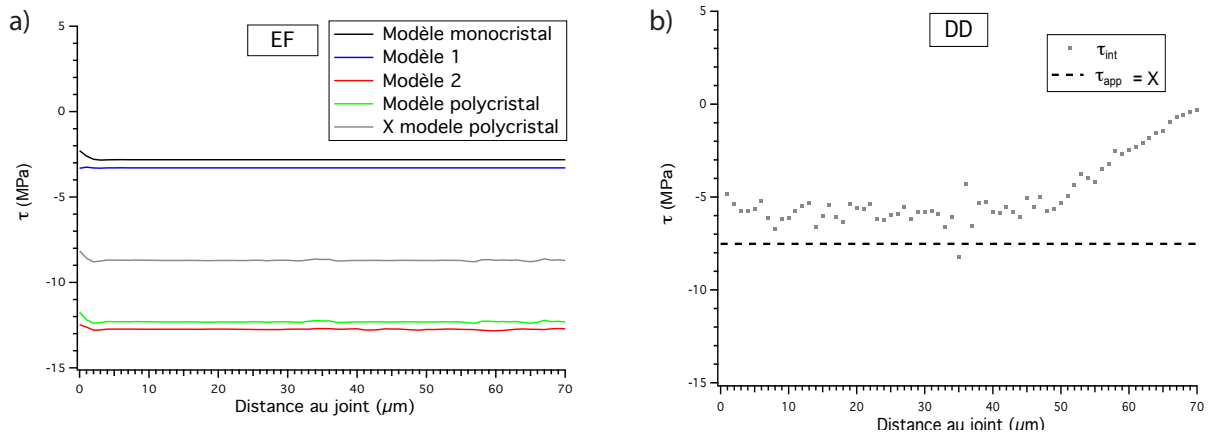


FIGURE IV.8 – (a) Évolutions de la contrainte résolue $\tau(x)$ sur le système B4, obtenues avec les quatre modèles présentés dans la légende de la figure IV.5. La courbe grise correspond au backstress X obtenu avec le modèle adapté au polycristal. (b) Évolutions de la contrainte interne $\tau_{int}(x)$ et valeur de la contrainte appliquée τ_{app} dans la simulation de Dynamique des Dislocations correspondante. Cette dernière contrainte est égale en valeur absolue au backstress X créé par les dislocations de la simulation.

l'expression de la contrainte critique : la valeur de τ_c est ainsi légèrement diminuée, ce qui explique que l'on obtienne une contrainte légèrement moins forte (en valeur absolue) avec cette modification. Le backstress X obtenu avec cette dernière modification est représenté en gris sur la figure. Ce backstress, qui est de l'ordre de 8.5 MPa, a été calculé en soustrayant uniformément la valeur de τ_c à l'évolution de contrainte mesurée avec le modèle adapté au polycristal.

Pour comparaison, le graphique (b) présente l'évolution de la contrainte interne mesurée dans la simulation de DD « B4 modèle EF », à $\gamma = 0.25\%$ (points gris). La valeur de la contrainte appliquée a été ajoutée en pointillés noirs. Nous avons vu que la contrainte de backstress générée par la microstructure de dislocations stockées était égale (en valeur absolue) à la contrainte appliquée (car les interactions de forêt sont quasi-inexistantes dans nos simulations de DD). Le backstress est ainsi égal à 7.5 MPa dans cette simulation.

Le modèle continu surestime donc le backstress de 13% dans cette simulation. Cet écart provient de la nature statistique du coefficient β utilisé dans la relation IV.16 : ce coefficient a été déterminé comme la moyenne de différentes configurations, et l'équation du backstress introduite dans le modèle continu n'est qu'une expression approchée du backstress généré par la microstructure de dislocations. La comparaison faite ici montre cependant que le modèle continu approche correctement le backstress généré par une microstructure de dislocations stockées près d'un joint et simulée en DD, à configurations simulées équivalentes.

En résumé, le modèle continu adapté au polycristal retrouve très convenablement les évolutions de cisaillement, de densités de dislocations et de contrainte obtenues lors de la simulation par Dynamique des Dislocations de la déformation d'un bicristal élastique - plastique. On vérifie ainsi la bonne adéquation de toutes les modifications introduites dans le modèle, par comparaison à une simulation de DD de référence.

IV.3.2 Reproduction de la déformation du tricristal expérimental

Conditions de simulation

La géométrie du tricristal de cuivre étudié expérimentalement a été reproduite en Éléments Finis, dans le but de comparer les résultats du modèle aux données expérimentales. Afin de reproduire au mieux les conditions expérimentales, un déplacement induisant une déformation

macroscopique de 0.2% a été imposé à l'échantillon selon l'axe macroscopique \vec{X} . Dans un tricristal, chaque grain est contigu à deux joints de grains. Se pose donc la question de la prise en compte de l'influence de tous les joints touchant un grain : est-il pertinent de ne considérer que l'influence du joint le plus proche, en utilisant seulement la distance normale à ce joint dans l'expression du stockage de GND au joint (équation IV.13) ? N'est-il pas plus indiqué de sommer les contributions de chaque joint dans cette expression, en sommant les termes en K_{stock}/x ?

La plasticité étant portée par l'expansion de boucles de dislocations, le stockage de GND sous l'effet des joints se fait selon plusieurs directions cristallographiques. Choisir la première solution revient à considérer qu'en un point donné, la densité stockée sous l'effet du joint le plus influent (qui est le joint le plus proche) est prépondérante par rapport à la densité stockée sous l'influence d'autres joints plus éloignés. On va alors négliger cette dernière. À l'inverse, dans la seconde solution on ne va négliger l'influence d'aucun joint de grains.

Cette interrogation s'applique également au calcul du backstress. Il est ainsi possible de ne considérer que l'influence du joint le plus proche, en ne considérant que la distance $\cos(\theta)\sqrt[4]{x}$ relative à ce joint dans l'expression IV.16. À l'inverse, il est également possible de prendre en compte les contributions de tous les joints contigus, à travers la somme des distances $\cos(\theta)\sqrt[4]{x}$ relatives à ces joints.

Pour répondre à cette question, les deux cas ont été testés avec la mise en place de deux simulations. Dans la première, seule l'influence du joint le plus proche a été prise en compte, dans la loi de stockage comme dans l'expression du backstress. Dans la seconde simulation, c'est la somme des contributions de chacun des deux joints contigus au grain qui contient le point de Gauss qui est utilisée dans les deux expressions.

Ces simulations nous ont donné accès aux évolutions des composantes des tenseurs de déformation et de contraintes, du cisaillement plastique, et des densités de dislocations sur chaque système. Par souci de concision, la plupart de ces résultats ne seront pas présentés ici, et nous ne commenterons que de manière globale les évolutions obtenues. L'analyse de certains résultats, qui présentent un intérêt particulier, sera néanmoins détaillée. Certaines cartographies de champs qui n'auront pas été présentées dans cette partie pourront être trouvées en annexe (annexe H).

Présentation des résultats

Les tests ont montré que pour la plupart des points de Gauss, la distance normale au joint le plus proche était pratiquement égale à la somme des distances normales aux joints adjacents au grain d'origine du point. Le fait de prendre en compte l'influence de tous les joints dans la loi de stockage revêt donc très peu d'importance dans notre cas.

À l'inverse, les distances $\sqrt[4]{x}\cos(\theta)$ et $\sum\sqrt[4]{x}\cos(\theta)$ sont assez différentes dans l'ensemble des grains (cette différence est illustrée figure IV.9 pour les plans $(\bar{1}11)$). Nos deux simulations (celle utilisant la distance normale au joint le plus proche et celle utilisant la somme des contributions des deux joints adjacents) présentent donc une réelle différence quantitative dans l'expression du backstress qu'elles utilisent.

Malgré cet écart quantitatif, les deux simulations présentent des résultats très semblables en termes de déformations, de densités de dislocations et de contraintes. Il apparaît donc que la question de la prise en compte de l'influence conjuguée de l'ensemble des joints sur le stockage de GND n'a qu'une faible importance dans le cas particulier de la simulation d'un tricristal faiblement déformé. Aucune des deux méthodes ne fait notamment apparaître de phénomènes particuliers (fortes densités de dislocations ou fortes contraintes) au nœud triple, en cohérence avec l'analyse expérimentale (cf figures II.26 et F.1).

Nous ne présenterons ici que des résultats liés au calcul réalisé avec la distance au joint le plus proche. Les résultats de la seconde simulation correspondant aux mêmes champs sont présentés dans l'annexe H).

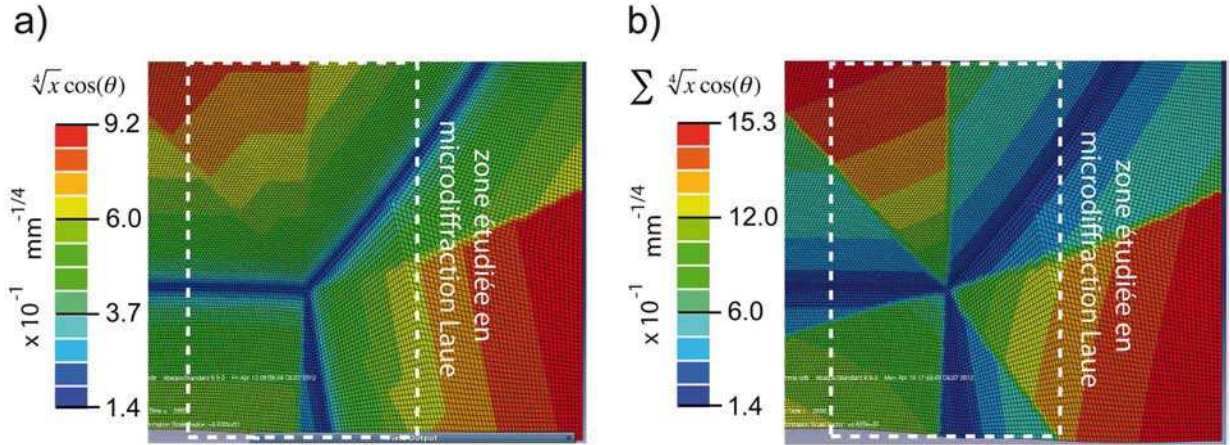


FIGURE IV.9 – (a) Distance $\sqrt[4]{x} \cos(\theta)$ entrée dans l’expression du backstress lors de la prise en compte du joint le plus proche exclusivement, pour les plans $(\bar{1}11)$. (b) Distance $\sum \sqrt[4]{x} \cos(\theta)$ entrée dans l’expression du backstress lors de la prise en compte de l’ensemble des joints adjacents au grain, pour les plans $(\bar{1}11)$.

Les systèmes activés en Éléments Finis correspondent bien aux systèmes activés expérimentalement. De plus, les zones d’activation de ces systèmes correspondent bien aux zones où l’on voit des bandes de glissement sur le tricristal expérimental : le système B4 est activé partout dans le grain a , excepté au voisinage immédiat du joint $a - b$ (figure IV.10), conformément à l’expérience (cf figure II.11) ; dans ce grain, le système C3 est faiblement activé au voisinage de $a - c$ et dans une zone située à quelques microns de $a - b$; dans le grain b , on retrouve le système D6 activé au voisinage du joint $a - c$, et le système B5 activé au voisinage de $b - c$ (expérimentalement, on voit des traces de glissement de B5 dans tout le grain et une trace de D6 le long de $a - b$, cf figure II.11) ; et le système C5 est activé dans le grain c , comme dans l’expérience.

Dans les grains a et b , les systèmes qui présentent les densités de dislocations les plus élevées sont les systèmes de plus hauts facteurs de Schmid (B4 pour le grain a , D6 pour le grain b). Dans la simulation comme dans l’expérience, le joint de grains $a - b$ impose une déformation particulière à son voisinage dans le grain a : le système C3 y est activé.

Dans les grains b et c , l’évolution de la densité GND présente également de fortes similarités avec les évolutions obtenues expérimentalement. Les résultats des simulations par Éléments Finis montrent en effet un fort stockage de GND C5 le long des joints $a - c$ et $b - c$ (grain c), un stockage de GND B5 le long du joint $b - c$ (grain b), et un stockage de GND D6 le long du joint $a - b$ (voir figure IV.11). Ces zones de stockage correspondent globalement aux zones où une concentration de GND a été mesurée sur ces systèmes lors de l’analyse expérimentale.

Pour ces trois systèmes, les densités de GND obtenues à une dizaine de microns des joints sont de l’ordre de 1 à $2.5 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-2}$, ce qui correspond exactement à l’ordre de grandeur des densités de GND mesurées expérimentalement à ces endroits (figure IV.11). La table IV.3 illustre cette similarité des résultats, à travers la présentation des densités de GND mesurées expérimentalement et obtenues en Éléments Finis. Le faible écart entre résultats expérimentaux et numériques s’explique par le fait que les mesures expérimentales n’ont pu être effectuées dans les zones situées au voisinage immédiat des joints (cf II.5.3), alors que le maximum de stockage obtenu en Éléments Finis est situé dans ces zones. Le modèle arrive donc à reproduire quantitativement le stockage de GND aux joints de grains mesuré expérimentalement.

La seule vraie différence entre résultats expérimentaux et résultats de simulation concerne le stockage de GND du système B4 dans le grain a . La cartographie (d) de la figure IV.11 présente le stockage obtenu en simulation. La seule concentration visible se situe près du joint $a - c$, alors que les résultats expérimentaux montrent un fort stockage de GND de B4 le long des deux joints du grain a , ainsi que le long des bandes de glissement associées à la déformation du système C3.

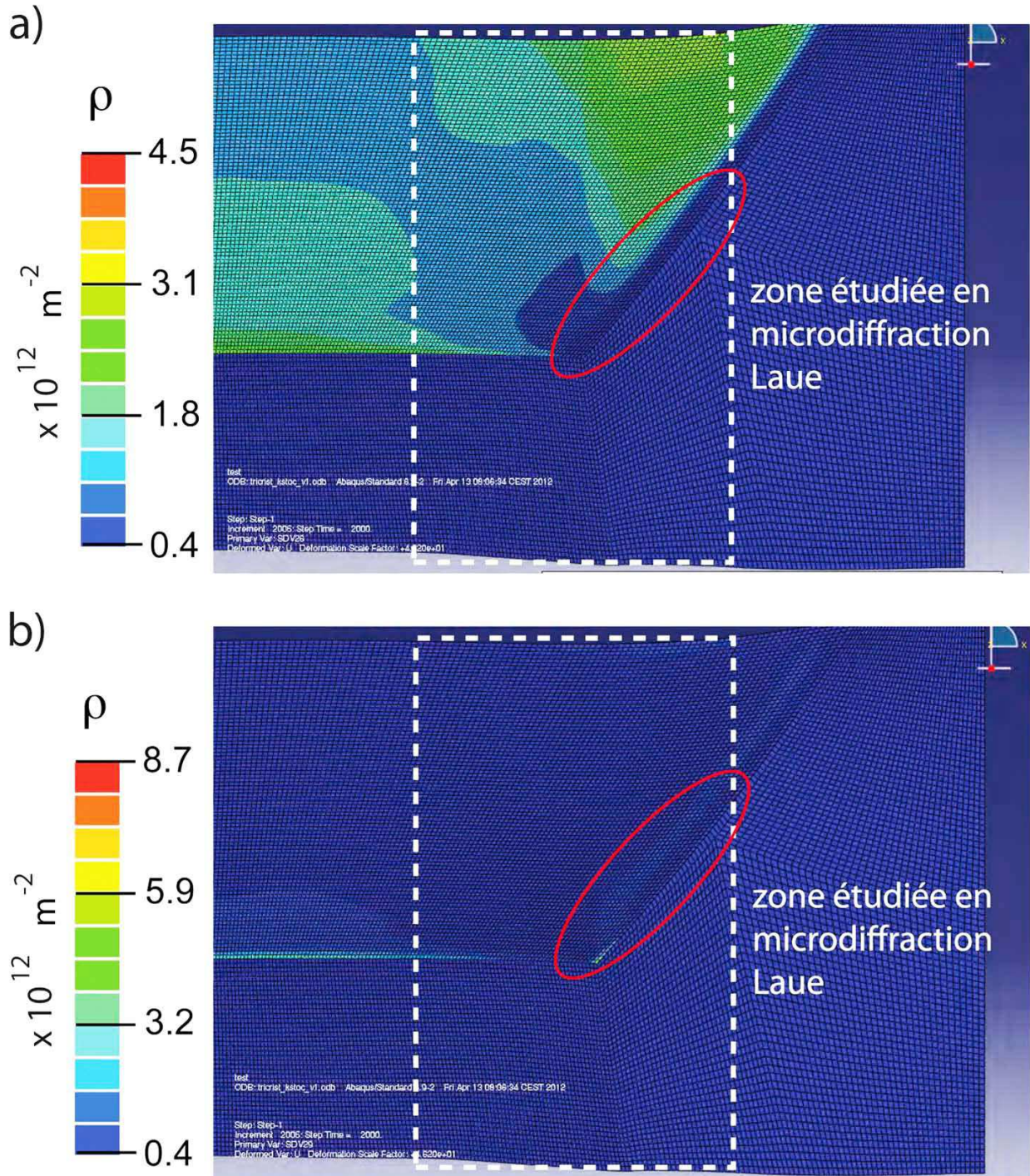


FIGURE IV.10 – Évolutions de la densité totale de dislocations ρ sur le système B4 (a) et sur le système C3 (b), obtenues avec le modèle adapté au polycristal. La zone correspondant à la zone étudiée expérimentalement est indiquée en pointillés blancs. Le système C3 est activé près du joint $a-b$, dans la zone cerclée de rouge. La densité de dislocations de C3 dans cette zone est de l'ordre de $2 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-2}$.

Cette différence s'explique par l'incapacité de notre modèle continu à rendre compte du caractère localisé de la déformation du système C3. Les Éléments Finis prédisent une densité de dislocations sur C3 uniformément répartie près du joint $a - b$. Dans la réalité, la déformation plastique sur C3 prend sa source en quelques points situés près de $a - b$ (ce que prédit correctement le modèle), puis cette déformation se propage sur une centaine de microns vers l'intérieur

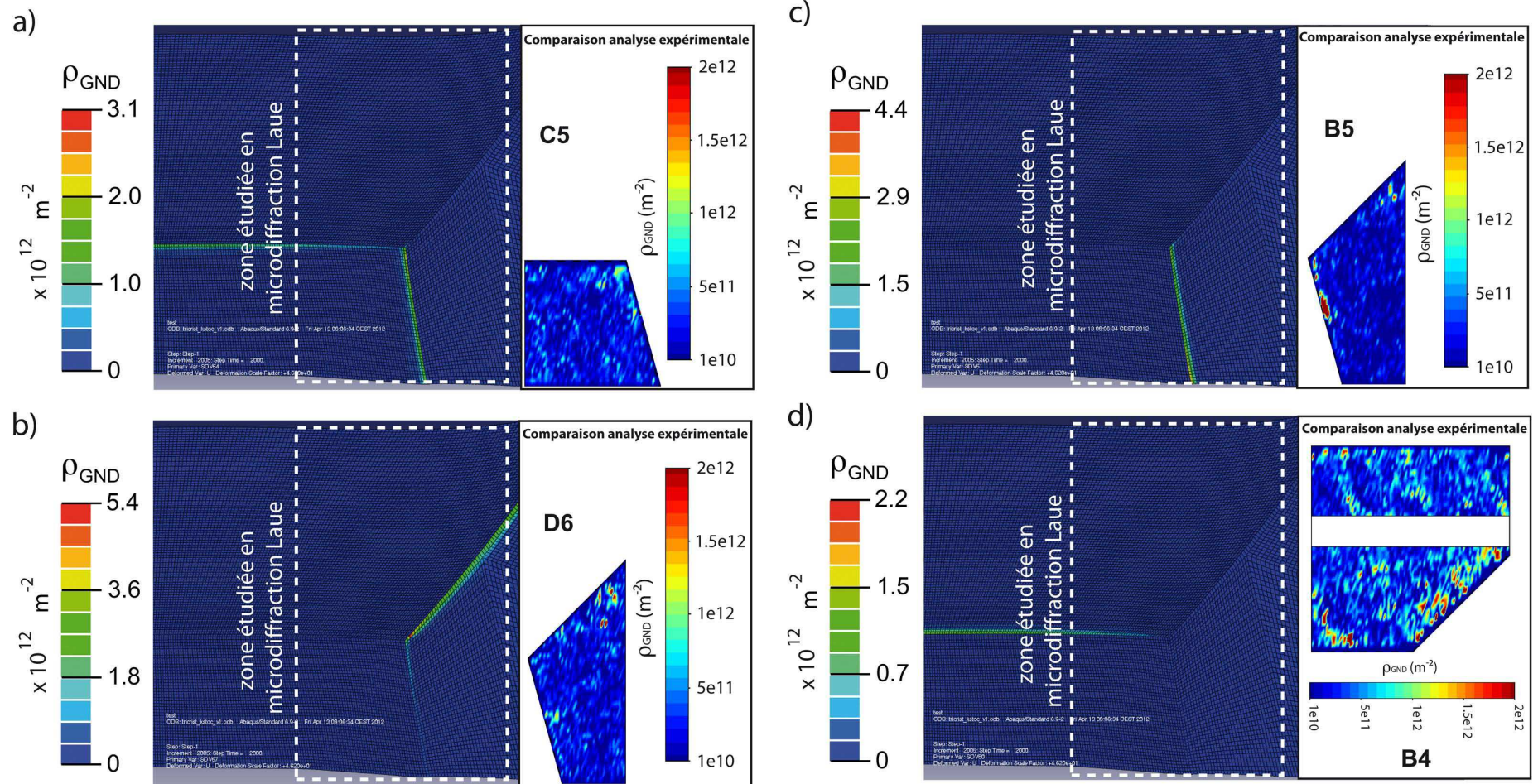


FIGURE IV.11 – Stockage de GND sur les systèmes C5 (a), D6 (b), B5 (c) et B4 (d), obtenu avec le modèle adapté au polycristal. Pour chaque système, une comparaison avec les résultats des mesures expérimentales est donnée à chaque fois, pour le grain dans lequel le système a été activé.

Système	Grain	Mesure expérimentale	Calcul Éléments Finis
D6	b	$\approx 2 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-2}$, surtout près de $a-b$	$\approx 3 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-2}$ près de $a-b$
B5	b	$\approx 2 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-2}$, surtout près de $b-c$	$\approx 2.5 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-2}$ près de $b-c$
C5	c	$\approx 1.2 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-2}$ près de $a-c$ et $b-c$	$\approx 2 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-2}$ près de $a-c$ et $b-c$

TABLE IV.3 – Comparaison des densités de GND mesurées expérimentalement (à partir du tenseur de dislocations) et obtenues numériquement, pour les systèmes D6, B5 et C5.

du grain, en suivant l'orientation des bandes de glissement de C3. La densité de dislocations du système C3 est alors concentrée le long de ces quelques bandes de glissement. Il est alors nécessaire de répartir cette densité, ce qui explique que les bandes de glissement de C3 observées expérimentalement se prolongent jusqu'à une centaine de microns à l'intérieur du grain a (voir figure II.11), ce que ne peut prédire notre modèle. Or le stockage de GND que l'on observe expérimentalement est lié aux interactions entre les systèmes B4 et C3 (cf partie II.5.3). Ce stockage expérimental de GND de B4 est donc lié à la localisation de la déformation plastique sur C3, et notre modèle continu ne peut en rendre compte dans sa formulation actuelle.

Les évolutions spatiales des tenseurs locaux des déformations et des contraintes obtenues en simulation ne peuvent être directement comparées avec les résultats expérimentaux, car nous n'avons mesuré que la part déviatorique de ce tenseur en microdiffraction Laue. De plus, les contraintes obtenues expérimentalement sont tellement bruitées qu'il est très difficile de les comparer quantitativement aux contraintes obtenues par simulations.

On peut néanmoins retrouver qualitativement plusieurs grandes tendances. Pour exemple, la figure IV.12 présente les évolutions spatiales de la composante XX des tenseurs locaux des déformations et des contraintes, obtenues en Éléments Finis (X étant l'axe de compression). Ces évolutions sont à mettre en rapport avec les évolutions de la composante XX des déformations élastiques et des contraintes expérimentales présentées sur la même figure.

La comparaison de ces deux figures montre des valeurs quantitatives différentes, mais une similarité des tendances observées. Les deux analyses montrent ainsi un fond continu de contrainte négative, avec un maximum (en valeur absolue) près du joint $a - c$. Dans les deux cas, on retrouve également que les joints $a - b$ et $b - c$ se caractérisent par une faible amplitude de la composante XX du tenseur des contraintes.

Toutes les composantes du tenseur local des contraintes ne possèdent cependant pas la même similarité avec les résultats expérimentaux, de sorte qu'il est impossible de dire que toutes les tendances observées expérimentalement se retrouvent dans la simulation. Cependant il semble plus raisonnable d'incriminer les résultats expérimentaux plutôt que ceux issus du modèle adapté au polycristal. Ainsi que nous l'avons fait remarquer au moment de leur analyse, les mesures de contraintes réalisées en microdiffraction Laue présentent de fortes erreurs liées à l'incertitude sur la position du centre des pics de diffraction, ce qui impacte fortement la mesure des déformations élastiques.

En résumé, le modèle présente des résultats très proches de ce qui a été expérimentalement observé en termes de cisaillement plastique et de densités de dislocations. Pour ces grandeurs, la seule différence notable (le stockage de GND sur le système B4) résulte d'une localisation de la déformation plastique sur C3, qui ne peut pas être simulée avec un modèle continu. Ce point est très intéressant, car il pose le problème de l'adaptation de notre modèle à de plus grandes déformations. Il est en effet légitime de se demander si de plus fortes déformations conduiront à l'apparition de fortes hétérogénéités de la déformation plastique, et donc de répartition de la densité de dislocations à l'intérieur des grains (loin des joints), ce que notre modèle peut difficilement modéliser dans son état actuel.

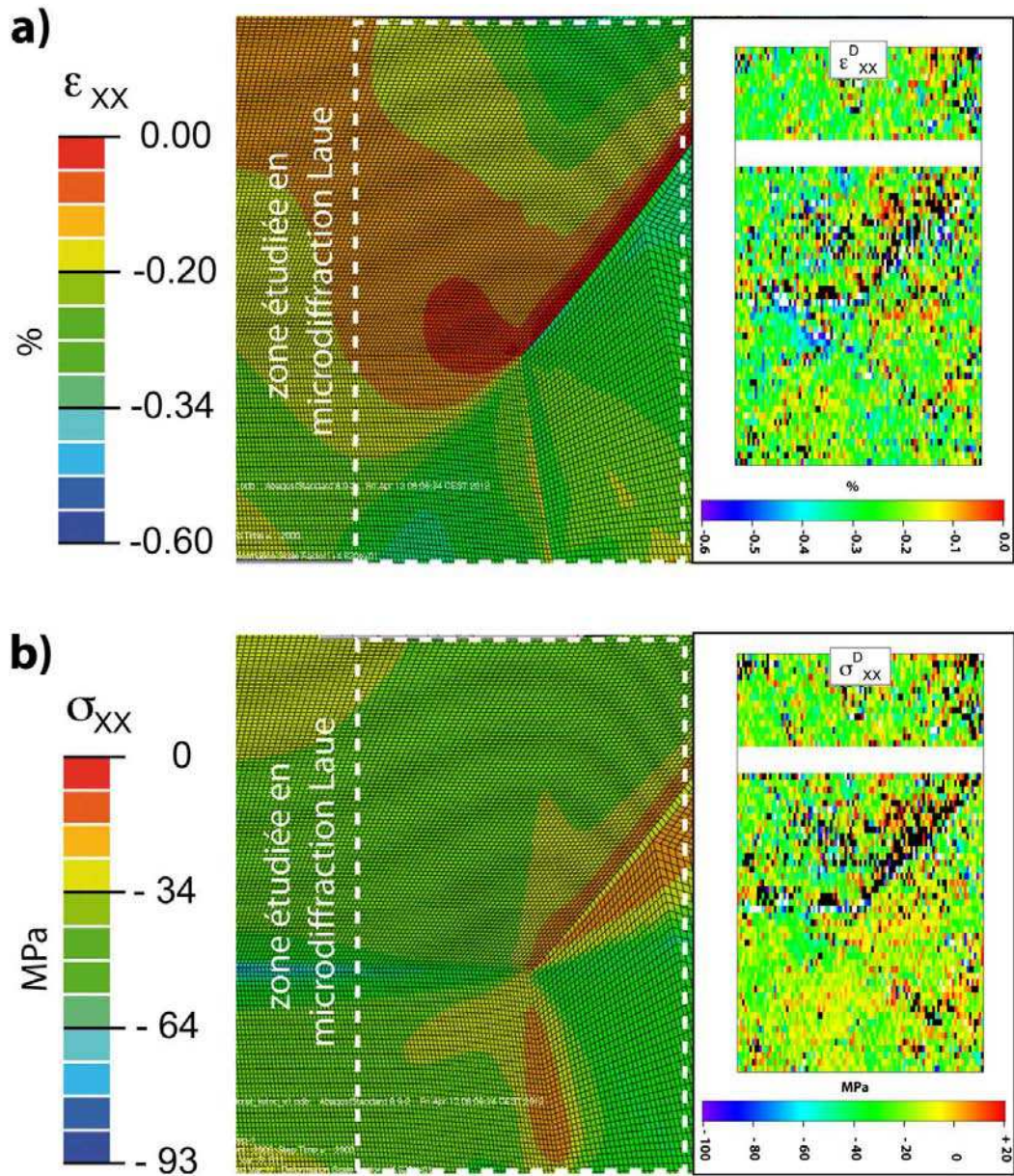


FIGURE IV.12 – (a) Évolution spatiale de la composante XX du tenseur local des déformations, obtenue avec le modèle adapté au polycristal. L'évolution spatiale de la composante XX du tenseur déviatorique local des déformations élastiques est donnée dans l'encadré ; (b) Évolution spatiale de la composante XX du tenseur local des contraintes, obtenue avec le modèle adapté au polycristal. L'évolution spatiale de la composante XX du tenseur déviatorique local des contraintes est donnée dans l'encadré.

Il nous semble au contraire qu'une augmentation de la déformation devrait conduire à une augmentation du nombre de systèmes impliqués dans la déformation, c'est-à-dire à un glissement de plus en plus multiple. Suivant ce raisonnement, la déformation devrait alors être plus homogène, ce qui se traduirait par un durcissement très isotrope induit par le durcissement près des joints. Notre modèle devrait a priori pouvoir rendre compte de ce durcissement très isotrope, et ainsi rendre correctement compte du comportement du polycristal à forte déformation.

Concernant les contraintes, certaines grandes tendances observées expérimentalement ont pu être retrouvées. On observe cependant des écarts quantitatifs entre les contraintes expérimentales et les contraintes obtenues par simulation. Il semble raisonnable d'attribuer ces écarts à une imprécision de la mesure expérimentale.

Résumé

Les lois de comportement régissant le stockage des GND aux joints de grains, qui avaient été identifiées par Dynamique des Dislocations, ont été intégrées au modèle macroscopique continu. Grâce à ces lois, qui ne contiennent aucun paramètre ajustable, ce nouveau modèle est désormais capable de simuler la déformation plastique de polycristaux en sollicitation monotone. Le modèle a été validé, dans le cas de faibles déformations, par comparaison à une simulation de Dynamique des Dislocations modélisant la déformation d'un bicristal élastique - plastique, puis par comparaison à l'étude expérimentale réalisée sur le tricristal de cuivre en compression.

Conclusion générale

Cette thèse avait pour objectif la construction d'un modèle continu adapté à la déformation plastique du polycristal CFC en sollicitation monotone, pour de faibles déformations imposées et à température ambiante. Une étude expérimentale de la déformation en compression d'un tricristal de cuivre a été réalisée, à travers la mise en œuvre de mesures de microdiffraction Laue aux différentes étapes de la compression. Ces mesures avaient pour but de fournir des données expérimentales à même de servir de validation aux simulations numériques. Les mécanismes élémentaires régissant le stockage des dislocations près d'un joint de grains ont été étudiés par le biais de simulations de Dynamique des Dislocations réalisées à l'échelle mésoscopique. Ces simulations nous ont permis de dégager des lois continues macroscopiques exprimant convenablement le stockage des dislocations au joint. Ces lois ont été intégrées dans un modèle macroscopique continu, jusqu'ici dédié au monocristal CFC, dans le but d'adapter ce modèle au cas du polycristal.

L'analyse expérimentale sur le tricristal a été effectuée à partir de deux cartographies de points de mesure de microdiffraction Laue, l'une réalisée avant déformation de l'échantillon, et l'autre réalisée après 0.2% de déformation macroscopique. La déformation s'est faite en glissement double dans deux des grains de l'échantillon et en glissement simple dans le troisième grain. L'analyse relative des deux étapes de mesure a permis de mettre en évidence les mécanismes à l'œuvre à l'échelle microscopique.

Cette analyse a nécessité le développement d'un nombre conséquent d'outils numériques qui, dans les années à venir, pourront servir au Laboratoire d'Etude des Microstructures, ainsi qu'aux autres utilisateurs de la technique de microdiffraction Laue.

Ces analyses montrent que, même pour la faible déformation imposée, la déformation plastique se traduit par l'apparition d'un gradient de désorientation élevé près des joints de grains. Ce gradient de désorientation est une signature du stockage de GND. Nous avons pu mesurer précisément les densités de ces GND stockées, notamment par le biais d'une analyse basée sur la minimisation d'équations obtenues à partir de la mesure locale du tenseur de dislocations. Pour ce faire, nous avons mis en place une contrainte de minimisation originale, basée sur la minimisation de la contrainte d'écoulement plastique. Ces mesures fournissent des résultats beaucoup plus précis que les calculs basés sur l'étalement des pics de diffraction. Elles montrent un fort stockage de GND au voisinage immédiat des joints, et une densité de GND globalement constante et de beaucoup plus faible ampleur à moyenne et longue distance des joints. Elles révèlent notamment l'existence d'une corrélation entre le signe des GND stockées et le lieu de stockage de ces GND. Ces mesures montrent également qu'à faible contrainte appliquée, des ensembles de dislocations stockées au niveau de bandes de glissement représentent une barrière forte au glissement des dislocations d'autres systèmes.

Les résultats de l'analyse des contraintes sont très bruités. Ils montrent cependant que la contrainte résolue sur le système présentant le plus fort stockage de GND présente un comportement similaire à la contrainte générée par un empilement unidimensionnel de dislocations coins. La présence de fortes contraintes aux joints, résultant probablement d'incompatibilités de

déformation, est mise en évidence.

Nous avons utilisé la Dynamique des Dislocations pour simuler la déformation plastique au voisinage d'un joint de grains. Ces simulations ont été réalisées à partir d'une hypothèse de glissement simple, en cohérence avec un travail à faible déformation, et avec une densité de dislocations de forêt quasi-nulle. Cette étude, basée sur l'observation statistique de la déformation de bicristaux élastique - plastique d'orientations différentes, nous a permis d'analyser précisément les mécanismes de stockage des dislocations qui sont à l'origine du durcissement plastique associé aux joints de grains.

Les analyses montrent que la déformation plastique près du joint mène à un stockage de dislocations sous la forme d'empilements tridimensionnels complexes. Ces dislocations sont exclusivement des GND, ce qui justifie les fortes rotations observées expérimentalement près des joints. Contrairement aux simulations, l'expérience a peu de chances d'être réalisée en glissement simple pur, et un stockage de la forêt additionnel se superpose à ce stockage de GND.

Les évolutions du cisaillement plastique et des densités de dislocations avec la distance normale au joint ne dépendent pas de l'orientation cristallographique, exception faite de la zone située à proximité immédiate du joint. Ces évolutions se caractérisent par une décroissance douce et continue de la densité de GND lorsque l'on s'éloigne du joint. Ces GND sont associées à un champ de contrainte qui reste quasi-constant dans les empilements. Contrairement aux évolutions du cisaillement et des densités de dislocations, la valeur du palier de contrainte obtenu dépend fortement de l'orientation cristallographique.

Nous avons montré qu'il existait une forte analogie entre les évolutions de ces champs mécaniques, mesurées en Dynamique des Dislocations, et les évolutions obtenues par l'analyse théorique d'un empilement unidimensionnel de dislocations coins. En conséquence, nous avons utilisé cette approximation théorique de l'empilement pour établir des équations continues décrivant le stockage de dislocations près d'un joint de grains, lors d'une déformation en glissement simple.

Ces équations sont adaptables dans tout modèle continu basé sur un formalisme proche de celui proposé par Kocks - Mecking (Kocks and Mecking (2003)). Elles impliquent trois additions majeures :

- un terme de stockage de GND au joint est introduit, proportionnel à l'inverse de la distance normale au joint et à un paramètre k_{stock} . On notera que ce terme peut aussi servir à paramétrer d'autres formulations proches telles que celles basées sur un calcul de gradient (cf Roters et al. (2010)).
- un terme de backstress dépendant de l'orientation cristalline est introduit. Ce terme dépend d'un paramètre β décrivant l'orientation des plans de glissement vis-à-vis de la normale au joint de grains.
- une modification est introduite dans l'expression de la contrainte d'écoulement : consécutivement à l'introduction du backstress, les GND ne sont plus prises en compte dans le calcul du terme d'auto-écrouissage intervenant dans l'expression de cette contrainte.

Nous insistons sur le fait que les deux paramètres liés à ces modifications (k_{stock} et β) ne sont pas des paramètres ajustables. Ils ont été calculés à partir d'une étude statistique portant sur diverses microstructures de dislocations simulées par Dynamique des Dislocations.

Nous avons proposé trois expressions de la contrainte de backstress associée à l'empilement de dislocations. Les deux premières font intervenir la distance normale au joint de grains, ce qui confère au modèle un caractère non-local traduisant l'influence du joint sur les mécanismes de plasticité. La troisième ne la fait pas intervenir. Bien que moins justifiée d'un point de vue physique, cette dernière expression décrit correctement les évolutions de contraintes mesurées en DD, et peut être employée pour utiliser les résultats de cette thèse dans une loi de comportement locale.

Des simulations de DD modélisant la déformation de bicristaux plastique - plastique ont été mises en œuvre. Ce type de simulation, faisant intervenir deux domaines plastiques traités en parallèle avec deux calculs de DD synchrones, est une première qui n'avait encore jamais été réalisée. Ces simulations confirment les tendances observées lors des simulations élastique - plastique, et confortent ainsi la pertinence des lois continues que nous avons proposées pour la modélisation du stockage de dislocations près d'un joint.

Nous avons introduit ces équations continues dans le modèle macroscopique mis en place par Devincere, Hoc et Kubin (2008) , jusqu'alors dédié au monocristal CFC en sollicitation monotone.

Parmi les modifications introduites, la prise en compte du stockage au joint sous la forme d'un terme additionnel intervenant dans la loi de stockage - restauration revient de facto à introduire une densité de GND dans le modèle. Nous avons été attentifs à ce que l'utilisation de cette densité, introduite à partir du paramètre k_{stock} et de l'inverse de la distance au joint, n'amène pas de sensibilité artificielle au maillage. Cela constitue, selon nous, un avantage comparé aux modèles à gradients, qui peuvent présenter une sensibilité au maillage.

Nous avons choisi d'utiliser une expression de backstress faisant intervenir la distance normale au joint de grains, qui est un terme non-local. Son utilisation n'amène cependant pas de difficulté numérique, car il s'agit d'un terme qui peut être tabulé au début de la simulation. La valeur de ce terme va donc dépendre de la position du point de Gauss par rapport au joint.

La dernière modification introduite concerne l'expression de la contrainte critique. Le backstress est en effet le seul type de durcissement qu'induisent des GND sur leur propre système de glissement. Dans un modèle tel que le nôtre, ces GND ne doivent donc pas être prises en compte dans l'expression du terme d'auto-écrouissage intervenant dans l'expression de la contrainte critique d'écoulement plastique. Par extension, cette modification se répercute sur l'expression du libre parcours moyen des dislocations, qui dépend de la valeur de la contrainte critique.

Soulignons que ces modifications n'impactent pas le comportement du modèle lors de la simulation de monocristaux, car elles sont toutes liées à la densité de GND. Or cette densité, définie par rapport à la distance normale au joint de grains, est nulle dans le cas du monocristal déformé en sollicitation monotone. Nous touchons là à l'une des limites de notre approche. En effet, dans notre modèle l'écrouissage cinématique associé à la densité de GND ne peut exister que si le matériau simulé contient un joint de grain. Sous sa forme actuelle, notre modèle ne peut notamment pas rendre compte d'un durcissement cinématique induit par des sollicitations cycliques dans un monocristal.

Le modèle modifié, implémenté dans un logiciel de simulation par Éléments Finis, a été utilisé pour étudier la déformation d'un bicristal élastique - plastique de référence, déjà étudié en Dynamique des Dislocations. Ces simulations présentent des résultats très conformes à ceux obtenus en DD, ce qui prouve que les modifications introduites ont permis de capturer les mécanismes observés au niveau mésoscopique.

Enfin, nous avons utilisé les Éléments Finis pour comparer les prédictions du modèle à des données expérimentales. La déformation du tricristal de cuivre, qui constitue le volet expérimental de cette thèse, a ainsi été reproduite en simulation. À travers cette simulation, deux expressions différentes décrivant l'influence des joints de grains ont été testées. La première fait uniquement appel à la distance au joint le plus proche, introduite en chaque point de Gauss par l'intermédiaire du terme en $1/x$ dans la loi de stockage - restauration, et du terme en $\sqrt[4]{x} \cos(\theta)$ intervenant dans l'expression du backstress. La seconde fait intervenir l'influence combinée de tous les joints contigus au grain d'origine du point de Gauss, à travers une somme des termes en $1/x$ et en $\sqrt[4]{x} \cos(\theta)$ relatifs à ces joints. Dans le cas du tricristal, les deux méthodes ne présentent pas de différence notable de résultats. Ce test mériterait d'être réédité lors de la simulation d'un polycristal contenant un nombre de grains plus élevé. Il n'est alors pas sûr que les deux méthodes soient équivalentes.

Les résultats de ces simulations s'avèrent très satisfaisants, puisque le modèle parvient à retrouver de manière remarquable les tendances relatives à la déformation plastique et au stockage de GND que nous avons observées expérimentalement à l'intérieur des grains du tricristal. Seules les évolutions de contrainte locale sont différentes, probablement du fait d'une mesure expérimentale imprécise. En cohérence avec l'expérience, les Éléments Finis ne prédisent pas de fortes concentrations de densités de dislocations ou de contraintes au voisinage immédiat du nœud triple.

En résumé, nous avons mis en place un modèle physiquement justifié dédié au polycristal CFC en sollicitation monotone. La force de ce modèle est qu'il ne fait intervenir aucun paramètre ajustable. Ce modèle a été validé par une comparaison à des résultats expérimentaux, qui s'avère très satisfaisante.

Perspectives

D'un point de vue général, les objectifs de la thèse ont été atteints. Le comportement d'un tricristal CFC, lors d'une petite déformation réalisée en sollicitation monotone, semble avoir été correctement reproduit, et le modèle numérique mis en place prédit convenablement les observations expérimentales.

Quelques points annexes n'ont cependant pu être étudiés, faute de temps. Nous n'avons ainsi pas pu utiliser les Éléments Finis pour reproduire la géométrie des simulations plastique-plastique étudiées en DD, ce qui aurait permis de vérifier que le modèle reproduisait correctement l'effet des incompatibilités au joint. L'analyse de ces simulations de DD, ainsi que les résultats de la simulation du tricristal par Éléments Finis, suggèrent cependant que cet effet est correctement reproduit.

Les caractérisations de contrainte réalisées lors de l'analyse expérimentale ont mené à des résultats très bruités, principalement parce que l'échantillon contenait déjà de fortes densités de dislocations à l'état initial. Cette observation suggère que le cuivre, matériau de très faible limite élastique, n'était peut-être pas le matériau le plus adapté pour servir de support à notre étude. Le nickel, beaucoup plus dur et également de géométrie CFC, aurait notamment pu être utilisé, à l'instar du choix fait dans plusieurs études relatives à des mesures de densités de GND ou de contraintes par microdiffraction Laue (Chao et al. (2009); Ohashi et al. (2009); Song et al. (2010)).

En toute logique, la suite très immédiate du travail réalisé consisterait à simuler la déformation de plusieurs polycristaux, chacun caractérisé par une taille de grains différente. L'objectif d'une telle simulation serait de vérifier que, sans aucun ajustement, notre modèle est capable de retrouver la loi de Hall-Petch, qui lie la contrainte d'écoulement à la taille de grains. Là encore, il nous semble probable que le modèle parvienne à rendre compte de cet effet, au moins à faible déformation, car l'effet Hall-Petch n'implique pas d'autre mécanisme que ceux que nous avons étudiés.

Une perspective à plus long terme sera de réussir à reproduire l'effet Bauschinger, caractéristique de l'écrouissage cinématique dans le polycristal. Nous touchons là aux limites du modèle que nous avons mis en place, qui en l'état ne devrait pas être capable de rendre compte de cet effet. En effet, le backstress que nous avons introduit reste toujours résistif : quelque soit le signe de la sollicitation, la valeur absolue de la contrainte de backstress est retranchée à la contrainte appliquée. Il faudra vraisemblablement apporter quelques adaptations au modèle pour rendre compte de l'effet Bauschinger. À l'heure actuelle, nous distinguons plusieurs pistes qui pourraient nous permettre de réaliser cette adaptation : décomposition des douze systèmes de glissement du CFC en vingt-quatre (douze positifs, douze négatifs), distinction du sens du cisaillement par la définition d'un γ positif et d'un γ négatif, ...

Dans son état final, le modèle macroscopique devrait pouvoir simuler la déformation du polycristal CFC à plus grande déformation. Nous sommes partis de l'hypothèse que les phénomènes qui deviendront prépondérants pour des gammes de sollicitation élevées resteront les phénomènes

que nous aurons identifiés à faible déformation et à température ambiante. Cette hypothèse devra être vérifiée. La comparaison modèle / expérience réalisée dans cette thèse a cependant fait apparaître une difficulté potentielle de la simulation des fortes déformations. Il est en effet possible qu'à forte déformation, les phénomènes résultant d'une localisation de la déformation plastique près des joints, tel celui apparu au voisinage du joint $a-b$ dans le tricristal expérimental, soient amplifiés. Le modèle continu que nous avons développé est encore loin de pouvoir anticiper une telle localisation, et la question d'une prise en compte de ces effets de localisation reste ouverte.

Bibliographie

- Arsenlis, A. and Parks, D. (1999). Crystallographic aspects of geometrically-necessary and statistically-stored dislocation density. *Acta Materialia*, 47(5) :1597–1611.
- Ashby, M. (1970). The deformation of plastically non-homogeneous materials. *Philosophical Magazine*, 21(170) :399–424.
- Barabash, O., Santella, M., Ice, G., and Tischler, J. (2009). Measuring depth-dependent dislocation densities and elastic strains in an indented ni-based superalloy. *JOM*, 62(12) :29–34.
- Barabash, R., Bei, H., Gao, Y., and Ice, G. (2010). Indentation-induced localized deformation and elastic strain partitioning in composites at submicron length scale. *Acta Materialia*, 58 :6784–6789.
- Barabash, R. and Ice, G. (2008). Microdiffraction analysis of hierarchical dislocation organization. *Encyclopedia of Materials : Science and Technology*.
- Barabash, R., Ice, G., Larson, B., and Yang, W. (2002). Application of white x-ray microbeams for the analysis of dislocation structures. *Review of scientific instruments*, 73(3) :1652–1654.
- Barabash, R., Ice, G., and Pang, J. (2005). Gradients of geometrically necessary dislocations from white beam microdiffraction. *Materials Science and Engineering A*, 400-401 :125–131. Dislocations 2004.
- Barabash, R., Ice, G., and Walker, F. (2003). Quantitative microdiffraction from deformed crystals with unpaired dislocations and dislocation walls. *Journal of applied physics*, 93(3) :1457–1464.
- Basinski, S. and Basinski, Z. (1979). *Dislocations in Solids*, volume 4, pages 261–362. North-Holland, Amsterdam.
- Bilby, B. (1955). Report on the conference on defects in crystalline solids. In *The Physical Society, London*.
- Bollmann, W. (1970). *Crystal defects and crystalline interfaces*. Springer-Verlag, Berlin.
- Bornert, M. (1996). *Morphologie microstructurale et comportement mécanique ; caractérisations expérimentales, approches par bornes et estimations autocohérentes généralisées*. PhD thesis, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées.
- Bornert, M., Brémand, F., Doumalin, P., Dupré, J.-C., Fazzini, M., Grédiac, M., Hild, F., Mistou, S., Molimard, J., Orteu, J.-J., Robert, L., Surrel, Y., Vacher, P., and Wattrisse, B. (2009). Assessment of digital image correlation measurement errors : Methodology and results. *Experimental Mechanics*, 49 :353–370.
- Britton, T., Liang, H., Dunne, F., and Wilkinson, A. (2010). The effect of crystal orientation on the indentation response of commercially pure titanium : experiments and simulations. *Proceedings of the Royal Society A*, 466(2115) :695–719.

- Bunge, H. (1983). *Texture Analysis in Materials Science*. Butterworth-Heinemann.
- Busing, W. and Levy, H. (1967). Angle calculations for 3- and 4- circle x-ray and neutron diffractometer. *Acta Crystallographica*, 22 :457–464.
- Chaboche, J. (2008). A review of some plasticity and viscoplasticity constitutive theories. *International Journal of Plasticity*, 24 :1642–1693.
- Chao, J., Mark, A., Fuller, M. S., McIntyre, N., Holt, R., Klassen, R., and Liu, W. (2009). Study of residual elastic- and plastic-deformation in uniaxial tensile strained nickel-based alloy 600 samples by polychromatic x-ray microdiffraction (pxm) and neutron diffraction methods. *Materials Science and Engineering*, A(524) :20–27.
- Christian, J. (1981). *The theory of transformations in metals and alloys*. Pergamon, Oxford.
- Chung, J. and Ice, G. (1999). Automated indexing for texture and strain measurement with broad-bandpass x-ray microbeams. *Journal of applied physics.*, 86(9) :5249–5255.
- Chung, J., Isa, S., Greene, V., Broadwater, O., Liu, W., and Ice, G. (2007). Multiple differential-aperture microscopy. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*, A(582) :212–214.
- Demir, E., Raabe, D., Zafarani, N., and Zaefferer, S. (2009). Investigation of the indentation size effect through the measurement of the geometrically necessary dislocations beneath small indents of different depths using ebsd tomography. *Acta Materialia*, 57(2) :559–569.
- Devincre, B., Hoc, T., and Kubin, L. (2008). Dislocation mean free paths and strain hardening of crystals. *Science*, 320 :1745–1748.
- Devincre, B., Kubin, L., and Hoc, T. (2006). Physical analyses of crystal plasticity by dd simulations. *Scripta Materialia*, 54 :741–743.
- Devincre, B., Madec, R., Monnet, G., Queyreau, S., Gatti, R., and Kubin, L. (2011). *Mechanics of Nano-Objects*, chapter Modeling crystal plasticity with dislocation dynamics simulations : The 'microMegas' code. Presses de l'Ecole des Mines de Paris.
- Dommelen, J. V., Brekelmans, W., and Baaijens, F. (2000). Computational visco-plasticity for kinematically constrained crystals. *Int. J. Numer. Meth. Engng*, 48 :1311–1330.
- Doumalin, P. (2000). *Microextensométrie Locale par Corrélation d'Images Numériques*. PhD thesis, Ecole Polytechnique.
- El-Dasher, B., Adams, B., and Rollett, A. (2003). Viewpoint : experimental recovery of geometrically necessary dislocation density in polycrystals. *Scripta Materialia*, 48 :141–145.
- Embury, J. (1971). *Strengthening Methods in Crystals*. R.B. Nicholson and A. Kelly.
- Feng, G., Budiman, A., Nix, W., Tamura, N., and Patel, J. (2008). Indentation size effects in single crystal copper as revealed by synchrotron x-ray microdiffraction. *Journal of Applied Physics*, 104(04350) :1–12.
- Field, D., Magid, K., Mastorakos, I., Florando, J., Lassila, D., and Jr, J. M. (2010). Mesoscale strain measurement in deformed crystals : A comparison of x-ray microdiffraction with electron backscatter diffraction. *Philosophical Magazine*, 90(11) :1451–1464.
- Forest, S. (2009). Mécanique des milieux continus, cours école des mines de paris.
- Franciosi, P., Berveiller, M., and Zaoui, A. (1979). Latent hardening in copper and aluminium single crystals. *Acta Metallurgica*, 28 :273–283.

- Frank, F. (1950). Symposium on the plastic deformation of crystalline solids. In *Office of Naval Research Pittsburgh, Pennsylvania*.
- Frick, C., Clark, B., Schneider, A., Maass, R., Petegem, S. V., and Swygenhoven, H. V. (2010). On the plasticity of small-scale nickel-titanium shape memory alloys. *Scripta Materialia*, 62 :492–495.
- Friedel, J. (1964). *Dislocations*. Pergamon Press.
- Friedman, L. and Chrzan, D. (1998). Continuum analysis of dislocation pile-ups : influence of sources. *Philosophical Magazine A*, 77(5) :1185–1204.
- Hauser, J. and Chalmers, B. (1961). The plastic deformation of bicrystals of f.c.c. metals. *Acta Metallurgica*, 9(9) :802–818.
- He, W., Ma, W., and Pantleon, W. (2008). Microstructure of individual grains in cold-rolled aluminium from orientation inhomogeneities resolved by electron backscattering diffraction. *Materials Science and Engineering A*, 494(1 - 2) :21–27.
- Hignette, O., Cloetens, P., Rostaing, G., Bernard, P., and Morawe, C. (2005). Efficient sub 100 nm focusing x-rays. *Review of scientific Instruments*, 75 :063709.
- Hirth, J. and Balluffi, R. (1973). On grain boundary dislocations and ledges. *Acta Metallurgica*, 21(7) :929–942.
- Hirth, J. and Lothe, J. (1982). *Theory of dislocations*, volume Second Edition. Krieger Publishing Company.
- Hoc, T., Rey, C., and Raphanel, J. L. (2001). Experimental and numerical analysis of localization during sequential test for an if-ti steel. *Acta Materialia*, 49(10) :1835–1846.
- Hofmann, F., Eve, S., Belnoue, J., Micha, J., and Korsunsky, A. (2011). Analysis of strain error sources in micro-beam laue diffraction. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, 660 :130–137.
- Hosford, W. (1993). *The Mechanics of Crystals and Textured Polycrystals*. Oxford Science Publications.
- Huang, E.-W., Barabash, R., Ice, G., Liu, W., Liu, Y.-L., Kai, J.-J., and Liaw, P. (2009). Cyclic-loading-induced accumulation of geometrically necessary dislocations near grain boundaries in an ni-based superalloy. *JOM*, 61(12) :53–58.
- Ice, G. (1987). Microdiffraction with synchrotron radiation. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*, B24/25 :397–399.
- Ice, G. and Barabash, R. (2007). White beam microdiffraction and dislocations gradients. *Dislocations in Solid*, pages 502–597.
- Ice, G. and Barabash, R. (2008). Polychromatic x-ray microdiffraction characterization of local crystallographic structure and defect distributions. *Encyclopedia of Materials : Science and Technology*.
- Ice, G. and Larson, B. (2002). 3d x-ray crystal microscope. *Advanced Engineering Materials*, 2(10) :643–646.
- Ice, G. and Larson, B. (2004). Three-dimensional x-ray structural microscopy using polychromatic microbeams. *MRS Bulletin*, pages 170–176.

- Ice, G. and Pang, J. (2009). Tutorial on x-ray microdiffraction. *Materials Characterization*, 60(11) :1191–1201.
- Ice, G., Pang, J., Larson, B., Budai, J., Tischler, J., Choi, J.-Y., Liu, W., Liu, C., Assoufid, L., Shu, D., and Khounsary, A. (2009). At the limit of polychromatic microdiffraction. *Materials Science and Engineering A*, 524 :3–9.
- Joo, H., Kim, J., Kim, K., Tamura, N., and Koo, Y. (2004). In situ synchrotron x-ray microdiffraction study of deformation behavior in polycrystalline coppers during uniaxial deformations. *Scripta Materialia*, 51(12) :1183–1186.
- Karamched, P. and Wilkinson, A. (2011). High resolution electron back-scatter diffraction analysis of thermally and mechanically induced strains near carbide inclusions in a superalloy. *Acta Materialia*, 59(1) :263–272.
- Kassner, M., Gentil, P., Levine, L., and Larson, B. (2009). Long-range internal stresses in monotonically and cyclically deformed metallic single crystals. *International Journal of Materials Research*, 100 :333–339.
- Kirchlechner, C., Keckes, J., Motz, C., Grosinger, W., Kapp, M., Michai, J., Ulrich, O., and Dehm, G. (2011a). Impact of instrumental constraints and imperfections on the dislocation structure in micron-sized cu compression pillars. *Acta Materialia*, 59 :5618–5626.
- Kirchlechner, C., Kiener, D., Motz, C., Labat, S., Vaxelaire, N., Perroud, O., Micha, J., Ulrich, O., Thomas, O., Dehm, G., and Keckes, J. (2011b). Dislocation storage in single slip-oriented cu micro-tensile samples : New insights via x-ray microdiffraction. *Philosophical Magazine*, 91 :1256–1264.
- Kocks, U., Tomé, C., and Wenk, H.-R. (1998). *Texture and Anisotropy*. Cambridge University Press.
- Kocks, U. F. and Mecking, H. (2003). Physics and phenomenology of strain hardening : the fcc case. *Progress in Materials Science*, 48(3) :171–273.
- Krivoglaz, M. (1969). *Theory of X-Ray and Thermal Neutron Scattering by Real Crystals*. Plenum Press, NY.
- Kröner, E. (1966). Dislocation field theory. In *Theory of Crystal Defects*, Summer school Hrazany 1964.
- Kubin, L., Devincre, B., and Hoc, T. (2008). Modelling dislocation storage rates and mean free paths in face-centered cubic crystals. *Acta Materialia*, 56 :6040–6049.
- Kubin, L., Hoc, T., and Devincre, B. (2009). Dynamic recovery and its orientation dependence in face-centered cubic crystals. *Acta Materialia*, 57 :2567–2575.
- Kysar, J., Saito, Y., Oztop, M., Lee, D., and Huh, W. (2010). Experimental lower bounds on geometrically necessary dislocation density. *International Journal of Plasticity*.
- Larson, B., Yang, W., Ice, G., Budai, J., and Tischler, J. (2002). Three-dimensional x-ray structural microscopy with submicrometre resolution. *Nature*, 415 :887–890.
- Lee, T., Robertson, I., and Birnbaum, H. (1990). Tem in situ deformation study of the interaction of lattice dislocations with grain boundaries in metals. *Philosophical Magazine*, 62(1) :131–153.
- Lefebvre, S. (2006). Etude expérimentale et simulation numérique du comportement mécanique de structures sub-micrométriques de cuivre : application aux interconnexions dans les circuits intégrés. Master’s thesis, Centrale Paris.

- Lefebvre, S., Devincre, B., and Hoc, T. (2005). Simulation of the hall-petch effect in ultra-fine grained copper. *Materials Science and Engineering A*, 400 - 401 :150–153.
- Lefebvre, S., Devincre, B., and Hoc, T. (2007). Yield stress strenghtening in ultrafine-grained metals : A two-dimensional simulation of dislocation dynamics. *Journal of Mechanics and Physics of Solids*, 55 :788–802.
- Levine, L., Larson, B., Yang, W., Kassner, M., Tischler, J., Delos-Reyes, M., Fields, R., and W.Liu (2006). X-ray microbeam measurements of individual dislocation cell elastic strains in deformed single-crystal copper. *Nature Materials*, 5 :619–622.
- Lim, H., Lee, M., Kim, J., Adams, B., and Wagoner, R. (2011). Simulation of polycrystal deformation with grain and grain boundary effects. *International Journal of Plasticity*, 27 :1328–1354.
- Liu, W., Ice, G., Tischler, J. Z., Khounsary, A., Liu, C., Assoufid, L., and Macrander, A. (2005). Short focal length kirkpatrick-baez mirrors for a hard x-ray nanoprobe. *Review of scientific instruments*, 76(113701) :1–6.
- Maass, R., Grolimund, D., Petegem, S. V., Willimann, M., Jensen, M., and Swygenhoven, H. V. (2006). Defect structure in micropillars using x-ray microdiffraction. *Applied Physics Letters*, 89(151905) :1–3.
- Maass, R., Petegem, S. V., Grolimund, D., and Swygenhoven, H. V. (2007). A strong micropillar containing a low angle grain boundary. *Applied Physics Letters*, 91(131909) :1–3.
- Maass, R., Petegem, S. V., Grolimund, D., Swygenhoven, H. V., Kiener, D., and Dehm, G. (2008a). Crystal rotation in cu single crystals micropillars : In situ laue and electron backscatter diffraction. *Applied Physics Letters*, 92(071905) :1–3.
- Maass, R., Petegem, S. V., Ma, D., Zimmermann, J., Grolimund, D., Roters, F., Swygenhoven, H. V., and Raabe, D. (2009). Smaller is stronger : The effect of strain hardening. *Acta Materialia*, 57 :5996–6005.
- Maass, R., Petegem, S. V., Zimmermann, J., Borca, C., and Swygenhoven, H. V. (2008b). On the initial microstructure of metallic micropillars. *Scripta Materialia*, 59 :471–474.
- MacDowell, A., Celestre, R., Tamura, N., Spolenak, R., Valek, B., Brown, W., Bravman, J., Padmore, H., Batterman, B., and Patel, J. (2001). Submicron x-ray diffraction. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*, A(467-468) :936–943.
- Madec, R. (2001). *Des intersections entre dislocations à la plasticité du monocristal cfc ; étude par dynamique des dislocations*. PhD thesis, Université d’Orsay.
- Madec, R., Devincre, B., and Kubin, L. (2002). From dislocation junctions to forest hardening. *Physical Review Letters*, 89(25) :1–4.
- Magid, K., Florando, J., Lassila, D., LeBlanc, M., Tamura, N., and Jr, J. M. (2009). Mapping mesoscale heterogeneity in the plastic deformation of a copper single crystal. *Philosophical Magazine*, 89(1) :77–107.
- Martinez-Hernandez, M., Kirchner, H., Korner, A., George, A., and Michel, J. (1987). Dislocations at grain boundaries in deformed silicon. *Philosophical Magazine*, 56(5).
- Montagnat, M., Duval, P., Bastie, P., and Hamelin, B. (2003). Strain gradients and geometrically necessary dislocations in deformed ice single crystals. *Scripta Materialia*, 49 :411–415.

- Moussodji, L. (2011). Measure of the dislocation densities stored at grain boundaries by plastic deformation. Master's thesis, Arts & Métiers ParisTech.
- Mughrabi, H. and Ungar, T. (2006). X-ray diffraction : Close up on crystal plasticity. *Nature Materials*, 5 :601–602.
- Nye, J. (1953). Some geometrical relations in dislocated crystals. *Acta Metallurgica*, 1(2) :153–162.
- Nyilas, R., Kobas, M., and Spolenak, R. (2009). Synchrotron x-ray microdiffraction reveals rotational plastic deformation mechanisms in polycrystalline thin films. *Acta Materialia*, 57(13) :3738–3753.
- Nyilas, R. D., Frank, S., and Spolenak, R. (2010). Revealing plastic deformation mechanisms in polycrystalline thin films with synchrotron xrd. *JOM*, 62(12) :44–51.
- Ohashi, T., Barabash, R., Pang, J., Ice, G., and Barabash, O. (2009). X-ray microdiffraction and strain gradient crystal plasticity studies of geometrically necessary dislocations near a ni bicrystal grain boundary. *International Journal of Plasticity*, 25 :920–941.
- Pang, J., Ice, G., and Liu, W. (2010). The role of crystal orientation and surface proximity in the self-similar behavior of deformed cu single crystals. *Materials Science and Engineering A*, 528 :28–31.
- Pantleon, W. (2008). Resolving the geometrically necessary dislocation content by conventional electron backscattering diffraction. *Scripta Materialia*, 58 :994–997.
- Peirce, D., Asaro, R., and Needleman, A. (1983). Material rate dependence and localized deformation in crystalline solids. *Acta Metallurgica*, 31(12) :1951–1976.
- Petit, J., Bornert, M., Hofmann, F., O. Robach, Micha, J., Ulrich, O., Bourlot, C. L., Faurie, D., Korsunsky, A., and Castelnau, O. (2012). Combining laue microdiffraction and digital image correlation for improved stress field measurements with micrometer spatial resolution. *Procedia IUTAM*.
- Phillips, M. A., Spolenak, R., Tamura, N., Brown, W. L., MacDowell, A. A., Celestre, R. S., Padmore, H. A., Batterman, B. W., Arzt, E., and Patel, J. R. (2004). X-ray microdiffraction : local stress distributions in polycrystalline and epitaxial thin films. *Microelectronic Engineering*, 75(1) :117–126. Proceedings of the Symposium on Characterization and Mechanical Reliability of Advanced Electronic Materials at Nanoscale, 2003 ASME Mechanics and Materials Conference.
- Poshadel, A., Dawson, P., and Johnson, G. (2012). Assessment of deviatoric lattice strain uncertainty for polychromatic x-ray microdiffraction experiments. *Journal of Synchrotron Radiation*, 19 :237–244.
- Priester, L. (2006). *Les Joints de Grains, de la Théorie à l'Ingénierie*. EDP Sciences.
- Rebonato, R., Ice, G., Habenschuss, A., and Bilello, J. (1989). High-resolution microdiffraction study of notch-tip deformation in mo single crystals using x-ray synchrotron radiation. *Philosophical Magazine*., 60(5) :571–583.
- Reid, C. (1973). *Deformation Geometry for Materials Scientists*. Pergamon Press.
- Robach, O. (2009). Mesures des déformations élastiques par microdiffraction laue : évaluation des incertitudes. In *Atelier Thématique "Microdiffraction en faisceau blanc"*, ESRF Grenoble (<http://www.im2np.fr/GDR-Mecano/grenoble2009/index.html>).

- Robach, O., Kirchlechner, C., Micha, J., Ulrich, O., Biquard, X., Geaymond, O., Castelnau, O., Bornert, M., Petit, J., Berveiller, S., Sicardy, O., Villanova, J., and Rieutord, F. (2012). *Strain and dislocation gradients from diffraction*, chapter 5 : Laue microdiffraction at ESRF. Imperial College Press and World Scientific Publishing.
- Robach, O., Micha, J.-S., Ulrich, O., and Gergaud, P. (2011). Full local elastic strain tensor from laue microdiffraction : simultaneous laue pattern and spot energy measurement. *Journal of Applied Crystallography*, 44 :688–696.
- Roters, F., Eisenlohr, P., Hantcherli, L., Tjahjanto, D., Bieler, T., and Raabe, D. (2010). Overview of constitutive laws, kinematics, homogenization and multiscale methods in crystal plasticity finite-element modeling : Theory, experiments, applications. *Acta Materialia*, 58 :1152–1211.
- Saada, G. (1960). Sur le durcissement dû à la recombinaison des dislocations. *Acta Metallurgica*, 8(12) :841–847.
- Schmid, E. and Boas, W. (1935). *Plasticity of Crystals*. Chapman and Hall, London.
- Sharf, I., Wolf, A., and Rubin, M. (2010). Arithmetic and geometric solutions for average rigid-body rotation. *Mechanism and Machine Theory*, 45 :1239–1251.
- Sinclair, C. W., Poole, W. J., and Bréchet, Y. (2006). A model for the grain size dependent work hardening of copper. *Scripta Materialia*, 55 :739–742.
- Song, X., Hofmann, F., and Korsunsky, A. (2010). Dislocation-based plasticity model and micro-beam laue diffraction analysis of polycrystalline ni foil : A forward prediction. *Philosophical Magazine*, 90(29 - 30) :3999–4011.
- Spolenak, R., Barr, D., Gross, M., Evans-Lutterodt, K., Brown, W., Tamura, N., Macdowell, A., Celestre, R., Padmore, H., Valek, B., Bravman, J., Flinn, P., Marieb, T., Keller, R., Batterman, B., and Patel, J. R. (2000). Microtexture and strain in electroplated copper interconnects. *Materials Research Society Symposia Proceedings.*, 621(D10.3) :1–7.
- Spolenak, R., Brown, W., Tamura, N., MacDowell, A., Celestre, R., Padmore, H., Valek, B., Bravman, J., Marieb, T., Fujimoto, H., Batterman, B., and Patel, J. (2003). Local plasticity of al thin films as revealed by x-ray microdiffraction. *Physical Review Letters*, 90(9) :096102–1–096102–4.
- Sun, S., Adams, B., and King, W. (2000). Observations of lattice curvature near the interface of a deformed aluminium bicrystal. *Philosophical Magazine A*, 80(1) :9–25.
- Sutton, A. and Balluffi, R. (1995). *Interfaces in Crystalline Materials*. Oxford Science Publications.
- Takeuchi, T. (1975). Work hardening of copper single crystals with multiple glide orientations. *Trans. Jpn. Inst. Met.*, 16(10) :624–640.
- Tamura, N. (2012). *Strain and dislocation gradients from diffraction*, chapter 4 : XMAS : a versatile tool for analyzing synchrotron x-ray microdiffraction data. Imperial College Press and World Scientific Publishing.
- Tamura, N., Celestre, R., Macdowell, A., and Padmore, H. (2002a). Submicron x-ray diffraction and its applications to problems in materials and environmental science. *Review of scientific instruments*, 73(3) :1369–1372.

- Tamura, N., McDowell, A., Celestre, R., Padmore, H., Valek, B., Bravman, J., Spolenak, R., Brown, W., Marieb, T., Fujimoto, H., Batterman, B., and Patel, J. (2002b). High spatial resolution grain orientation and strain mapping in thin films using polychromatic submicron x-ray diffraction. *Applied Physics Letters*, 80(19) :1–3.
- Tamura, N., McDowell, A., Spolenak, R., Valek, B., Bravman, J., Brown, W., Celestre, R., Padmore, H., Batterman, B., and Patel, J. (2003). Scanning x-ray microdiffraction with submicrometer white beam for strain/stress and orientation mapping in thin films. *Journal of Synchrotron Radiation*, 10 :137–143.
- Tamura, N., Valek, B. C., Spolenak, R., MacDowell, A. A., Celestre, R. S., Padmore, H. A., Brown, W. L., Marieb, T., Bravman, J., Batterman, B., and Patel, J. R. (2000). Grain orientation and strain measurements in sub-micron wide passivated individual aluminum test structures. *Materials Research Society Symposia Proceedings.*, 612(D.8.8) :1–6.
- Taylor, G. (1934). The mechanism of plastic deformation of crystals. *Proceedings of the Royal Society of London A*, 145(855) :362–387.
- Teodosiu, C., Raphanel, J., and Tabourot, L. (1993). Finite element simulation of the large elastoplastic deformation of multicrystals. In Teodosiu, C., Raphanel, J., and Sidoroff, F., editors, *Large Plastic Deformations*, pages 153–175, Rotterdam. A.A. Balkema.
- Ulrich, O., Biquard, X., Bleuet, P., Geaymond, O., Gergaud, P., Micha, J., Robach, O., and Rieutord, F. (2011). A new white beam x-ray microdiffraction setup on the bm32 beamline at the european synchrotron radiation facility. *Review of scientific instruments*, 82(033908) :1–6.
- Vattré, A. (2009). *Strength of single crystal superalloys : from dislocation mechanisms to continuum micromechanics*. PhD thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- Wang, L., Barabash, R., Yang, Y., Bieler, T., Crimp, M., Eisenlohr, P., Liu, W., and Ice, G. (2011). Experimental characterization and crystal plasticity modeling of heterogeneous deformation in polycrystalline alpha-ti. *Metall. Mater. Trans. A*, 42A :626–635.
- Warren, B. (1969). *X-ray diffraction*. Dover Publications.
- Wilkens, M. (1970). The determination of density and distribution of dislocations in deformed single crystals from broadened x-ray diffraction profiles. *Physica Status Solidi A*, 2(2) :359–370.
- Wilkens, M. (1979). X-ray diffraction line broadening of crystals containing small-angle boundaries. *J. Appl. Cryst.*, 12 :119–125.
- Yang, W., Larson, B., Pharr, G., Ice, G., Tischler, J., Budai, J., and Liu, W. (2003). X-ray microbeam investigation of deformation microstructure in microindented cu. *Materials Research Society Symposia Proceedings.*, 779 :207–212.
- Yang, W., Larson, B., Tischler, J., Ice, G., Budai, J., and Liu, W. (2004). Differential-aperture x-ray structural microscopy : a submicron-resolution three-dimensional probe of local microstructure and strain. *Micron*, 35 :431–439.
- Yang, Y., Wang, L., Zambaldi, C., Eisenlohr, P., Barabash, R., Liu, W., Stoudt, M., Crimp, M., and Bieler, T. (2011). Characterization and modeling of heterogeneous deformation in commercial purity titanium. *JOM*, 63(9) :66–73.
- Zimmermann, J., Petegem, S. V., Bei, H., Grolimund, D., George, E., and Swygenhoven, H. V. (2010). Effects of focused ion beam milling and pre-straining on the microstructure of directionally solidified molybdenum pillars : A laue diffraction analysis. *Scripta Materialia*, 62 :746–749.

Annexe A

Représentations mathématiques de la rotation

Il existe une multitude de représentations possibles pour les rotations. Nous allons ici nous intéresser aux trois représentations utilisées dans ce manuscrit :

- la matrice
- le vecteur rotation
- les angles d'Euler

Description sous forme matricielle

Une rotation peut être décrite par une matrice \mathbf{Q} orthogonale de déterminant 1, c'est-à-dire vérifiant :

$$\mathbf{Q} \cdot \mathbf{Q}^T = \mathbf{I} \quad (\text{A.1})$$

$$\det(\mathbf{Q}) = 1 \quad (\text{A.2})$$

avec \mathbf{I} la matrice identité.

L'angle θ_0 associé à la rotation \mathbf{Q} peut être obtenu par l'application de la relation :

$$\cos(\theta_0) = \frac{\text{Tr}(\mathbf{Q}) - 1}{2} \quad (\text{A.3})$$

Description sous forme du vecteur rotation

Une rotation peut être décrite par le vecteur rotation θ_i . Ce vecteur est orienté dans la direction de l'axe de la rotation qu'il décrit, et sa norme est égale à l'angle de la rotation exprimé en radians. Il se décompose donc en :

$$\theta_i = \theta_0 \cdot e_i \quad (\text{A.4})$$

avec θ_0 l'angle de la rotation en radians et e_i le vecteur unitaire porteur de l'axe de la rotation. Pour de faibles rotations (c'est-à-dire quand $\sin(\theta_0) \approx \theta_0$), le vecteur rotation θ_i peut se calculer à partir de la matrice \mathbf{Q} par la relation :

$$\theta_k = \frac{\theta_0}{\sin(\theta_0)} (-\epsilon_{ijk} \frac{Q_{ij}}{2}) \quad (\text{A.5})$$

Dans le cas d'une faible rotation (i.e. quand $\sin(\theta_0) \approx \theta_0$), cette relation devient :

$$\theta_k = -\epsilon_{ijk} \frac{Q_{ij}}{2} \quad (\text{A.6})$$

À l'inverse, la matrice \mathbf{Q} peut se calculer à partir des composantes de θ_i grâce à la relation :

$$\mathbf{Q} = \cos(\theta_0) \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} + (1 - \cos(\theta_0)) \begin{pmatrix} e_1^2 & e_1 e_2 & e_1 e_3 \\ e_1 e_2 & e_2^2 & e_2 e_3 \\ e_1 e_3 & e_2 e_3 & e_3^2 \end{pmatrix} + \sin(\theta_0) \begin{pmatrix} 0 & -e_3 & e_2 \\ e_3 & 0 & -e_1 \\ -e_2 & e_1 & 0 \end{pmatrix} \quad (\text{A.7})$$

Description par les angles d'Euler

En cristallographie, les angles d'Euler servent à décrire l'orientation du réseau cristallin dans un repère de référence. Ils constituent donc une description de la rotation transformant le repère de référence $(\vec{X}_1, \vec{X}_2, \vec{X}_3)$ en un repère coïncident avec le repère de définition du réseau cristallin $(\vec{X}'_1, \vec{X}'_2, \vec{X}'_3)$, ainsi qu'illustré figure A.1.

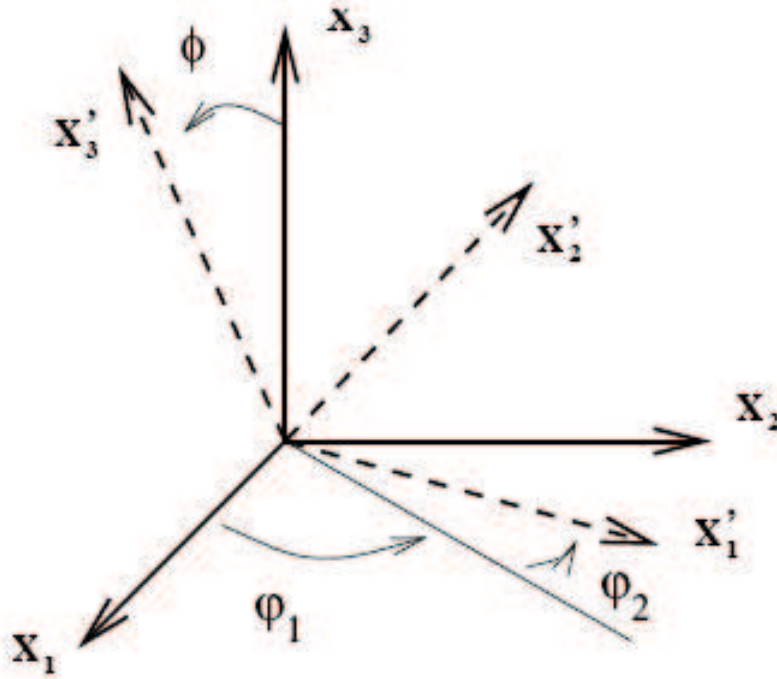


FIGURE A.1 – Définition des angles d'Euler en notation Bunge (Bunge (1983)). Image tirée de Forest (2009).

La matrice de rotation \mathbf{Q} , décrivant la rotation du repère de référence vers le repère du cristal (c'est-à-dire contenant en lignes les coordonnées $(\vec{X}'_1, \vec{X}'_2, \vec{X}'_3)$ des axes du cristal), est donnée par (Forest (2009); Kocks et al. (1998)) :

$$\mathbf{Q} = \begin{pmatrix} \cos(\phi_1) \cos(\phi_2) - \sin(\phi_1) \sin(\phi_2) \cos(\Phi) & \sin(\phi_1) \cos(\phi_2) + \cos(\phi_1) \sin(\phi_2) \cos(\Phi) & \sin(\phi_2) \sin(\Phi) \\ -\cos(\phi_1) \sin(\phi_2) - \sin(\phi_1) \cos(\phi_2) \cos(\Phi) & -\sin(\phi_1) \sin(\phi_2) + \cos(\phi_1) \cos(\phi_2) \cos(\Phi) & \cos(\phi_2) \sin(\Phi) \\ \sin(\phi_1) \sin(\Phi) & -\cos(\phi_1) \sin(\Phi) & \cos(\Phi) \end{pmatrix} \quad (\text{A.8})$$

Annexe B

Calcul du tenseur des déformations élastiques

B.1 Expression des paramètres cristallins

Soient \vec{a}_1, \vec{a}_2 et \vec{a}_3 les 3 vecteurs de base de la maille conventionnelle du cristal, et V le volume de cette maille.

On définit :

α_1 l'angle entre \vec{a}_2 et \vec{a}_3

α_2 l'angle entre \vec{a}_3 et \vec{a}_1

α_3 l'angle entre \vec{a}_1 et \vec{a}_2

Appelons \vec{b}_1, \vec{b}_2 et \vec{b}_3 les vecteurs du réseau réciproque liés à \vec{a}_1, \vec{a}_2 et \vec{a}_3 :

$$\vec{b}_1 = \frac{\vec{a}_2 \wedge \vec{a}_3}{V} \quad (\text{B.1})$$

$$\vec{b}_2 = \frac{\vec{a}_3 \wedge \vec{a}_1}{V} \quad (\text{B.2})$$

$$\vec{b}_3 = \frac{\vec{a}_1 \wedge \vec{a}_2}{V} \quad (\text{B.3})$$

$$(\text{B.4})$$

avec V le volume de la maille conventionnelle.

On définit :

β_1 l'angle entre \vec{b}_2 et \vec{b}_3

β_2 l'angle entre \vec{b}_3 et \vec{b}_1

β_3 l'angle entre \vec{b}_1 et \vec{b}_2

Afin de pouvoir effectuer le calcul dans une base orthonormée directe, on introduit le repère cartésien $(\vec{u}_1, \vec{u}_2, \vec{u}_3)$, représenté figure B.1 tel que :

\vec{a}_1 est suivant \vec{u}_1

\vec{a}_2 est dans le plan (\vec{u}_1, \vec{u}_2)

\vec{a}_3 est perpendiculaire au plan (\vec{u}_1, \vec{u}_2)

Un vecteur \vec{v}_R , défini dans le repère $(\vec{a}_1, \vec{a}_2, \vec{a}_3)$, peut alors être exprimé sous la forme d'un vecteur \vec{v}_C , défini dans le repère cartésien $(\vec{u}_1, \vec{u}_2, \vec{u}_3)$, par l'intermédiaire de la matrice \mathbf{A} telle que :

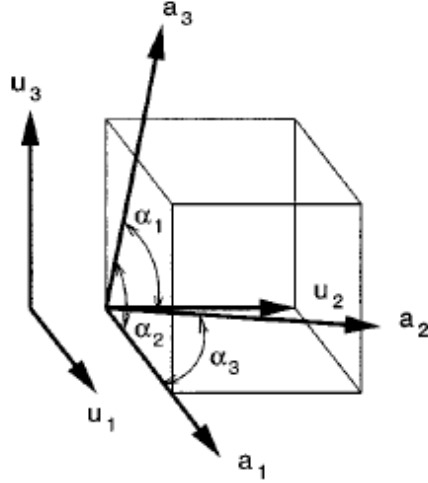


FIGURE B.1 – Repère cartésien attaché à la maille cristalline, d'après Chung and Ice (1999)

$$\vec{v}_C = \mathbf{A} \cdot \vec{v}_R \quad (\text{B.5})$$

avec Chung and Ice (1999) :

$$\mathbf{A} = \begin{pmatrix} a_1 & a_2 \cos \alpha_3 & a_3 \cos \alpha_2 \\ 0 & a_2 \sin \alpha_3 & -a_3 \sin \alpha_2 \cos \beta_1 \\ 0 & 0 & 1/b_3 \end{pmatrix} \quad (\text{B.6})$$

De manière similaire, on peut construire un repère cartésien $(\vec{v}_1, \vec{v}_2, \vec{v}_3)$ à partir de $(\vec{b}_1, \vec{b}_2, \vec{b}_3)$ tel que :

\vec{v}_1 est suivant \vec{b}_1

\vec{v}_2 est dans le plan (\vec{b}_1, \vec{b}_2)

\vec{v}_3 est perpendiculaire au plan (\vec{b}_1, \vec{b}_2)

Un vecteur \vec{v}_R , défini dans le repère $(\vec{b}_1, \vec{b}_2, \vec{b}_3)$, sera alors exprimé sous la forme d'un vecteur \vec{v}_C , défini dans le repère cartésien $(\vec{v}_1, \vec{v}_2, \vec{v}_3)$, par l'intermédiaire de la matrice \mathbf{B} telle que :

$$\vec{v}_C = \mathbf{B} \cdot \vec{v}_R \quad (\text{B.7})$$

avec Busing and Levy (1967); Chung and Ice (1999) :

$$\mathbf{B} = \begin{pmatrix} b_1 & b_2 \cos \beta_3 & b_3 \cos \beta_2 \\ 0 & b_2 \sin \beta_3 & -b_3 \sin \beta_2 \cos \alpha_1 \\ 0 & 0 & 1/a_3 \end{pmatrix} \quad (\text{B.8})$$

Soient \mathbf{A}_0 la matrice \mathbf{A} issue du réseau associé au cristal non déformé, et \mathbf{A}_d l'expression de cette matrice lorsque le cristal est déformé.

Soit \vec{v} un vecteur du réseau cristallin.

Dans le cas du cristal non déformé, l'expression de \vec{v} dans la base cartésienne $(\vec{u}_1, \vec{u}_2, \vec{u}_3)$ sera alors donnée par $\vec{v}_0 = \mathbf{A}_0 \cdot \vec{v}$.

De manière similaire, l'expression de \vec{v} dans $(\vec{u}_1, \vec{u}_2, \vec{u}_3)$ sera donnée par $\vec{v}_d = \mathbf{A}_d \cdot \vec{v}$ dans le cas du cristal déformé (le repère cartésien $(\vec{u}_1, \vec{u}_2, \vec{u}_3)$ restant bien entendu le même pour les 2 cristaux).

La matrice de transformation \mathbf{T} permettant d'exprimer la transformation des vecteurs du cristal entre l'état non déformé et l'état déformé vérifie donc la relation (i.e. telle que $\vec{v}_d = \mathbf{T} \cdot \vec{v}_0$) :

$$\mathbf{A}_d = \mathbf{T} \cdot \mathbf{A}_0 \quad (\text{B.9})$$

Nous avons défini la matrice \mathbf{A}_0 comme étant la matrice de $(\vec{u}_1, \vec{u}_2, \vec{u}_3)$ repère cartésien lié au cristal *déformé* dans (a_{10}, a_{20}, a_{30})

Il est donc facile de constater que dans le cas de la maille CFC non déformée :

$$\mathbf{A}_0 = \begin{pmatrix} a_{10} & 0 & 0 \\ 0 & a_{20} & 0 \\ 0 & 0 & a_{30} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} a_0 & 0 & 0 \\ 0 & a_0 & 0 \\ 0 & 0 & a_0 \end{pmatrix} \quad (\text{B.10})$$

On a donc :

$$\mathbf{T} = \mathbf{A}_d \cdot \mathbf{A}_0^{-1} = \begin{pmatrix} \frac{a_1}{a_0} & \frac{a_2 \cos \alpha_3}{a_0} & \frac{a_3 \cos \alpha_2}{a_0} \\ 0 & \frac{a_2 \sin \alpha_3}{a_0} & \frac{-a_3 \sin \alpha_2 \cos \beta_1}{a_0} \\ 0 & 0 & \frac{1}{a_0 b_3} \end{pmatrix} \quad (\text{B.11})$$

La matrice \mathbf{T} est associée à la transformation de la maille cristalline, et est à la fois composée d'une distorsion de la maille et d'une rotation de cette même maille. Le tenseur $\underline{\underline{T}}$ est donc relié au tenseur des déformations $\underline{\underline{\varepsilon}}$ par la relation :

$$\varepsilon_{ij} = \frac{T_{ij} + T_{ji}}{2} - I_{ij} \quad (\text{B.12})$$

avec $\underline{\underline{I}}$ le tenseur identité.

B.2 Détermination du tenseur déviatorique des déformations à partir de quatre réflexions

Quatre réflexions indépendantes trois par trois sont nécessaires et suffisantes à la détermination de la partie déviatorique du tenseur des déformations.

Soit $(\vec{i}, \vec{j}, \vec{k})$ le repère lié au laboratoire, tel que le faisceau incident frappe l'échantillon selon la direction $-\vec{j}$ en un point I (la normale à l'écran du détecteur est dans le plan (\vec{j}, \vec{k})) (figure B.2).

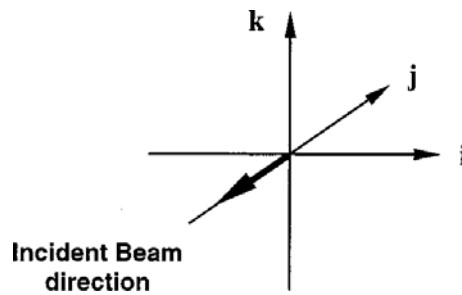


FIGURE B.2 – Repère attaché au laboratoire. Le faisceau incident est suivant la direction $-\vec{j}$ (d'après Chung and Ice (1999))

Soient 1, 2, 3 et 4 quatre pics indépendants que l'on a réussi à indexer. La calibration initiale nous a fourni l'orientation du vecteur incident par rapport à la caméra d'une part, la position relative de la caméra par rapport à l'échantillon d'autre part.

La première de ces deux informations nous permet de connaître les coordonnées (dans le repère $(\vec{i}, \vec{j}, \vec{k})$) du vecteur unitaire $u_{\vec{k}_0}$, vecteur directeur du vecteur d'onde incident \vec{k}_0 (qui est suivant $-\vec{j}$), tandis que la seconde nous permet, à partir de la position du point d'impact du faisceau

diffraqué sur la caméra, de déterminer les coordonnées de $\vec{u}_{\vec{k}_i}$, vecteur unitaire du vecteur diffracté \vec{k}_i relatif à la réflexion i .

Il est important de préciser que nous ne pouvons déterminer les longueurs des vecteurs d'onde \vec{k}_0 et \vec{k}_i en faisceau blanc car nous n'avons pas accès à la longueur d'onde de la réflexion. D'où l'intérêt de travailler avec les vecteurs directeurs.

Il est alors possible de déterminer les coordonnées du vecteur unitaire $\vec{u}_{\vec{q}_i}$, vecteur directeur du vecteur diffraction \vec{q}_i , dans le repère $(\vec{i}, \vec{j}, \vec{k})$:

$$\begin{aligned} \vec{u}_{\vec{q}_i} &= \frac{\vec{k}_i - \vec{k}_0}{\|\vec{k}_i - \vec{k}_0\|} \\ &= \frac{k_i \vec{u}_{\vec{k}_i} - k_0 \vec{u}_{\vec{k}_0}}{\|k_i \vec{u}_{\vec{k}_i} - k_0 \vec{u}_{\vec{k}_0}\|} \\ &= \frac{\vec{u}_{\vec{k}_i} - \vec{u}_{\vec{k}_0}}{\|\vec{u}_{\vec{k}_i} - \vec{u}_{\vec{k}_0}\|} \quad (\text{Rappel : } \|\vec{k}_i\| = \|\vec{k}_0\|) \end{aligned} \quad (\text{B.13})$$

Afin de déterminer les composantes de la matrice \mathbf{B} , nous allons chercher à réduire le nombre d'inconnues. Pour ceci, exprimons \vec{q}_1 et \vec{q}_2 en fonction de $\|\vec{q}_3\|$, et exprimons \vec{q}_4 en fonction de \vec{q}_1 , \vec{q}_2 et \vec{q}_3 .

$$\begin{cases} \vec{q}_1 = s_1 * s_3 * \vec{u}_{\vec{q}_1} \\ \vec{q}_2 = s_2 * s_3 * \vec{u}_{\vec{q}_2} \\ \vec{q}_3 = s_3 * \vec{u}_{\vec{q}_3} \\ \vec{q}_4 = c_1 * \vec{q}_1 + c_2 * \vec{q}_2 + c_3 * \vec{q}_3 \end{cases} \quad (\text{B.14})$$

On a ici $s_3 = \|\vec{q}_3\|$.

Soit \mathbf{C} la matrice des indices de Miller des pics 1, 2 et 3 :

$$\mathbf{C} = \begin{pmatrix} h_1 & k_1 & l_1 \\ k_2 & h_2 & l_2 \\ k_3 & h_3 & l_3 \end{pmatrix} \quad (\text{B.15})$$

\mathbf{C} est la matrice des coordonnées de $(\vec{q}_1, \vec{q}_2, \vec{q}_3)$ dans la base du réseau réciproque $(\vec{b}_1, \vec{b}_2, \vec{b}_3)$.

$$\begin{pmatrix} \vec{q}_1 \\ \vec{q}_2 \\ \vec{q}_3 \end{pmatrix} = \mathbf{C} \times \begin{pmatrix} \vec{b}_1 \\ \vec{b}_2 \\ \vec{b}_3 \end{pmatrix} \quad (\text{B.16})$$

Sous réserve que le déterminant de la matrice \mathbf{C} soit non nul, on peut donc écrire que :

$$\begin{pmatrix} \vec{b}_1 \\ \vec{b}_2 \\ \vec{b}_3 \end{pmatrix} = \mathbf{C}^{-1} \times \begin{pmatrix} \vec{q}_1 \\ \vec{q}_2 \\ \vec{q}_3 \end{pmatrix} \quad (\text{B.17})$$

Soit :

$$\begin{cases} \vec{b}_1 = C_{11}^{-1} \vec{q}_1 + C_{12}^{-1} \vec{q}_2 + C_{13}^{-1} \vec{q}_3 \\ \vec{b}_2 = C_{21}^{-1} \vec{q}_1 + C_{22}^{-1} \vec{q}_2 + C_{23}^{-1} \vec{q}_3 \\ \vec{b}_3 = C_{31}^{-1} \vec{q}_1 + C_{32}^{-1} \vec{q}_2 + C_{33}^{-1} \vec{q}_3 \end{cases} \quad (\text{B.18})$$

Or on a (d'après (B.14) et par définition des indices de Miller) :

$$\begin{cases} \vec{q}_4 = h_4 * \vec{b}_1 + k_4 * \vec{b}_2 + l_4 * \vec{b}_3 \\ \vec{q}_4 = c_1 * \vec{q}_1 + c_2 * \vec{q}_2 + c_3 * \vec{q}_3 \end{cases} \quad (\text{B.19})$$

Il est donc facile d'exprimer c_1, c_2 et c_3 :

$$\begin{cases} c_1 = h_4 * C_{11}^{-1} + k_4 * C_{21}^{-1} + l_4 * C_{31}^{-1} \\ c_2 = h_4 * C_{12}^{-1} + k_4 * C_{22}^{-1} + l_4 * C_{32}^{-1} \\ c_3 = h_4 * C_{13}^{-1} + k_4 * C_{23}^{-1} + l_4 * C_{33}^{-1} \end{cases} \quad (\text{B.20})$$

Nous avons précédemment déterminé les coordonnées des vecteurs u_{q_i} dans le repère $(\vec{i}, \vec{j}, \vec{k})$ lié au laboratoire. Nous pouvons donc aisément projeter ces vecteurs unitaires sur les axes de ce repère. Ce procédé appliqué à u_{q_4} va nous permettre de déterminer s_1 et s_2 , en utilisant le système d'équation (B.14) :

$$\begin{cases} \vec{j} \cdot u_{q_4} = \frac{(c_1 s_1 u_{q_1} + c_2 s_2 u_{q_2} + c_3 u_{q_3}) \cdot \vec{j}}{(c_1 s_1 u_{q_1} + c_2 s_2 u_{q_2} + c_3 u_{q_3}) \cdot \vec{k}} \\ \vec{k} \cdot u_{q_4} = \frac{(c_1 s_1 u_{q_1} + c_2 s_2 u_{q_2} + c_3 u_{q_3}) \cdot \vec{i}}{(c_1 s_1 u_{q_1} + c_2 s_2 u_{q_2} + c_3 u_{q_3}) \cdot \vec{k}} \end{cases} \quad (\text{B.21})$$

Les valeurs de $s_1 = \frac{\|\vec{q}_1\|}{\|\vec{q}_3\|}$ et $s_2 = \frac{\|\vec{q}_2\|}{\|\vec{q}_3\|}$ nous sont ainsi fournies par la résolution de ce système de deux équations à deux inconnues.

Il nous est désormais possible d'accéder à cinq des six paramètres du réseau réciproque. En effet, d'après les équations (B.14) et (B.17), on a :

$$\begin{pmatrix} \vec{b}_1 \\ \vec{b}_2 \\ \vec{b}_3 \end{pmatrix} = \mathbf{C}^{-1} \times \|\vec{q}_3\| \times \begin{pmatrix} s_1 u_{q_1} \\ s_2 u_{q_2} \\ u_{q_3} \end{pmatrix} \quad (\text{B.22})$$

si on appelle $(u_{b_1}, u_{b_2}, u_{b_3})$ les vecteurs unitaires directeurs de $(\vec{b}_1, \vec{b}_2, \vec{b}_3)$, on peut donc écrire :

$$\begin{cases} \frac{\|\vec{b}_1\|}{\|\vec{q}_3\|} u_{b_1} = C_{11}^{-1} s_1 u_{q_1} + C_{12}^{-1} s_2 u_{q_2} + C_{13}^{-1} u_{q_3} \\ \frac{\|\vec{b}_2\|}{\|\vec{q}_3\|} u_{b_2} = C_{21}^{-1} s_1 u_{q_1} + C_{22}^{-1} s_2 u_{q_2} + C_{23}^{-1} u_{q_3} \\ \frac{\|\vec{b}_3\|}{\|\vec{q}_3\|} u_{b_3} = C_{31}^{-1} s_1 u_{q_1} + C_{32}^{-1} s_2 u_{q_2} + C_{33}^{-1} u_{q_3} \end{cases} \quad (\text{B.23})$$

Du système d'équation (B.23), on peut tirer les valeurs des rapports $\frac{\|\vec{b}_1\|}{\|\vec{b}_3\|}$ et $\frac{\|\vec{b}_2\|}{\|\vec{b}_3\|}$. On peut également déterminer les trois angles entre les trois vecteurs $(\vec{b}_1, \vec{b}_2, \vec{b}_3)$ en calculant les produits scalaires $u_{b_1} \cdot u_{b_2}$, $u_{b_1} \cdot u_{b_3}$ et $u_{b_2} \cdot u_{b_3}$.

Il est alors possible de calculer la part déviatorique du tenseur des déformations. En effet une déformation purement déviatorique correspondant à une dilatation nulle, on peut écrire que le volume de la maille reste constant au cours de la déformation. Par conséquent le produit mixte $(\vec{b}_1, \vec{b}_2, \vec{b}_3)$ est lui-même égal au produit mixte issu de la maille non déformée. Le sixième paramètre du réseau réciproque peut donc être calculé à partir des cinq autres. Une matrice \mathbf{B} peut donc être calculée, ce qui nous permettra d'obtenir une matrice de transformation \mathbf{T} après avoir déduit la matrice \mathbf{A} de l'expression de \mathbf{B} , puis un tenseur de déformation (déviatorique) $\underline{\underline{\varepsilon}}^D$ correspondant.

B.3 Calcul du tenseur déviatorique à partir de l'ensemble des pics d'un cliché de Laue

La méthode explicitée ici est la méthode utilisée par le logiciel Xmas Tamura et al. (2003), qui a été utilisé lors de cette thèse pour l'analyse des données de diffraction.

Une fois les paramètres de l'expérience connus, le logiciel indexe les pics de Bragg en calculant les angles entre chaque doublet de vecteurs diffractions, puis en comparant ces angles avec les angles théoriquement observés pour des réflexions d'indices connus et une maille non déformée. Le logiciel va alors lancer une procédure de détermination des paramètres cristallins à partir des pics indexés appartenant au même grain. Soit S l'ensemble de ces pics. En conservant les notations de la partie 1, cinq des six paramètres cristallins $a_1, a_2, a_3, \alpha_1, \alpha_2$ et α_3 vont être approximés par la minimisation de la fonction :

$$\omega_0 = \frac{\sum_i w_i (\omega_i^{th} - \omega_i^{exp})^2}{\sum_i w_i} \quad (\text{B.24})$$

Cette fonction prend en compte l'ensemble des doublets i de pics issus de S . ω_i^{th} et ω_i^{exp} sont respectivement les angles théoriques et expérimentaux entre les deux vecteurs diffraction du doublet de pics considéré, et w_i est un facteur de poids utilisé dans la minimisation.

Une fois encore, l'analyse en faisceau blanc permet donc de déterminer les angles entre les vecteurs diffractions des doublets de pics, mais ne permet pas de déterminer la norme des vecteurs diffractions. C'est pourquoi la fonction (B.24) ne prend en compte que ces angles.

La valeur exacte des trois paramètres $\|\vec{a}_1\|$, $\|\vec{a}_2\|$ et $\|\vec{a}_3\|$ ne sera donc pas accessible par le biais de cette procédure de minimisation. Seules les valeurs relatives $\frac{\|\vec{a}_1\|}{\|\vec{a}_3\|}$ et $\frac{\|\vec{a}_2\|}{\|\vec{a}_3\|}$ nous seront fournies. La détermination du tenseur complet des déformations nécessitera alors la mesure de l'énergie d'un pic de diffraction.

Annexe C

Présentation des programmes écrits pour le post-traitement des données de microdiffraction Laue

Cette annexe est dédiée à la présentation des grandes lignes des principaux programmes `python` écrits pour le traitement de nos données de microdiffraction Laue, qui sont accessibles à l'url : <http://zig.onera.fr/svn/xrm>.

1) Le programme `analyse_etat_initial.py` a été utilisé pour analyser l'orientation de l'échantillon à l'état initial. Les grandes lignes de ce programme sont les suivantes :

- Calcul point à point de la matrice d'orientation locale, à partir des fichiers d'indexation fournis par le logiciel `Xmas`.
- Calcul de l'orientation moyenne de chaque grain (utilisé en II.4.1).
- Dans chaque grain, calcul de la désorientation locale par rapport à l'orientation moyenne du grain (utilisé pour la figure II.18 (cartographie de gauche)).

2) Le programme `analyse_compression.py` a été utilisé pour étudier la désorientation locale associée à la compression du tricristal :

- Calcul point à point des orientations locales initiales et finales à partir des fichiers d'indexation fournis par le logiciel `Xmas`.
- Calcul de la désorientation locale ω_t .
- Calcul de la désorientation de l'échantillon de référence de Ge (ω_{Ge}).
- Calcul de la désorientation ω obtenue en calculant localement $\omega_{Ge}^T \cdot \omega_t$ (utilisé pour la figure II.22 (cartographie de gauche)).
- Éventuellement : calcul puis retrait d'une désorientation de corps rigide, prise au choix comme la désorientation moyenne de chaque grain ou comme la désorientation moyenne de l'échantillon (non utilisé dans ce mémoire).

3) Le programme `calcul_kappa.py` a été utilisé pour calculer le tenseur local de courbure de réseau à l'état initial et pour calculer le gradient de désorientation local :

- Calcul point à point des orientations locales initiales et finales à partir des fichiers d'indexation fournis par le logiciel `Xmas`.
- Calcul du tenseur de courbure de réseau local pour l'une des deux étapes de mesure, puis moyenne des six composantes (appliqué à l'état initial figure II.18 (cartographie de droite)).
- Calcul du gradient de désorientation local associé à la compression, puis moyenne des six

composantes (utilisé pour les figures II.22 (cartographie de droite) et II.23).

4) Le programme `calcul_desorientation_grains.py` a été utilisé pour calculer la désorientation entre les trois grains du tricristal (utilisé table II.2) :

- Calcul de la rotation entre grains à partir des orientations moyennes à l'état initial.
- Calcul de toutes les rotations équivalentes dues aux symétries du cube.
- Calcul de la rotation correspondant à la rotation de plus faible angle dont l'axe est situé dans le triangle stéréographique standard.

5) Le programme `calcul_etalement_pics.py` a été utilisé pour calculer la direction théorique d'étalement des pics de diffractions due à la déformation plastique en glissement simple sur un système donné :

- Définition du système activé et de l'angle de la rotation.
- Lecture de la calibration, de l'orientation du cristal et des vecteurs diffractions associés aux pics de diffraction, depuis les fichiers d'analyse fournis par le logiciel `Xmas`.
- Calcul dans le réseau réciproque de la matrice de rotation correspondant au glissement.
- Calcul des vecteurs diffraction « tournés » sous l'action de cette matrice.
- Calcul de l'amplitude et de la direction de l'élongation des pics sur la caméra, sous l'action de cette rotation.

6) Le programme `calcul_densite_dislos.py` a été utilisé pour calculer les densités de GND à partir de l'analyse de la largeur des pics de diffraction dans la direction théorique d'étalement (utilisé pour les figures II.24, II.25, D.1 et D.2) :

- Définition des pics à traiter (8 pics) et du système selon lequel faire la mesure.
- Lecture de la calibration et de l'orientation du cristal, depuis les fichiers d'analyse fournis par le logiciel `Xmas`.
- Calcul des vecteurs diffractions des pics à partir de leur position sur la caméra.
- Ouverture de l'image M CCD et approximation gaussienne 2D sur le pic pour identifier son centre.
- Réalisation de 3 approximations gaussiennes 1D séparées chacune d'un pixel, passant par le centre du pic et dirigé selon la direction théorique d'étalement. Mesure de la largeur à mi-hauteur selon ces trois lignes.
- Mémorisation de la largeur à mi-hauteur du pic comme étant la plus petite des trois longueurs mesurées non nulle.
- Calcul de la densité de GND à partir de cette largeur à mi-hauteur, à partir de l'expression II.22.

Annexe D

Évolution du stockage de GND avec la distance au joint, calculée à partir de la mesure de l'étalement des pics de diffraction.

Les évolutions moyennes de la densité de GND stockées selon la distance normale aux joints, calculées à partir de l'analyse morphologique des pics de diffraction, sont présentées dans cette annexe (cf II.5.3).

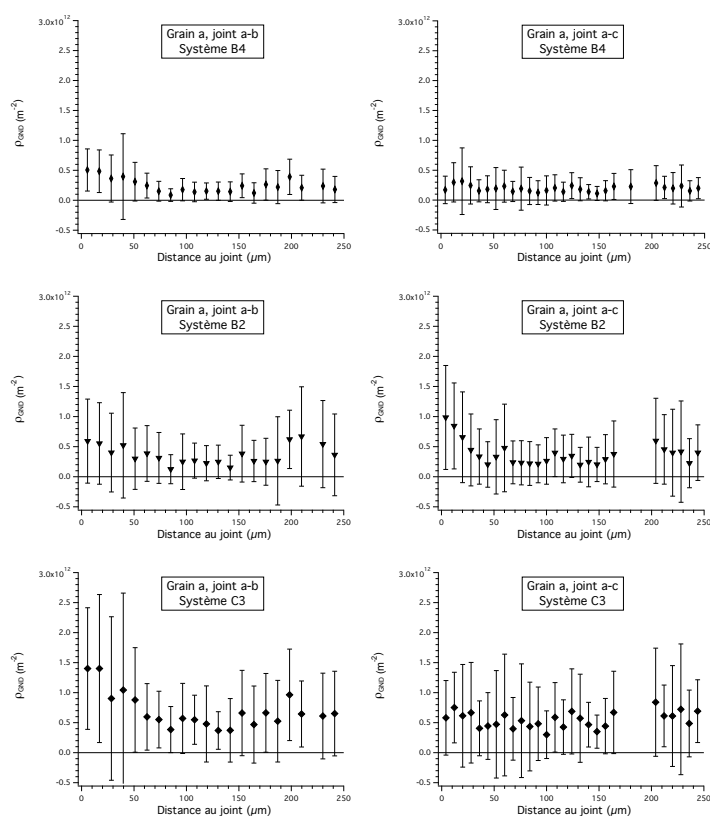


FIGURE D.1 – Évolution de la densité de GND stockée avec la distance normale au joint, pour chaque système activé du grain *a* (mesures basées sur l'analyse morphologique des pics de diffraction).

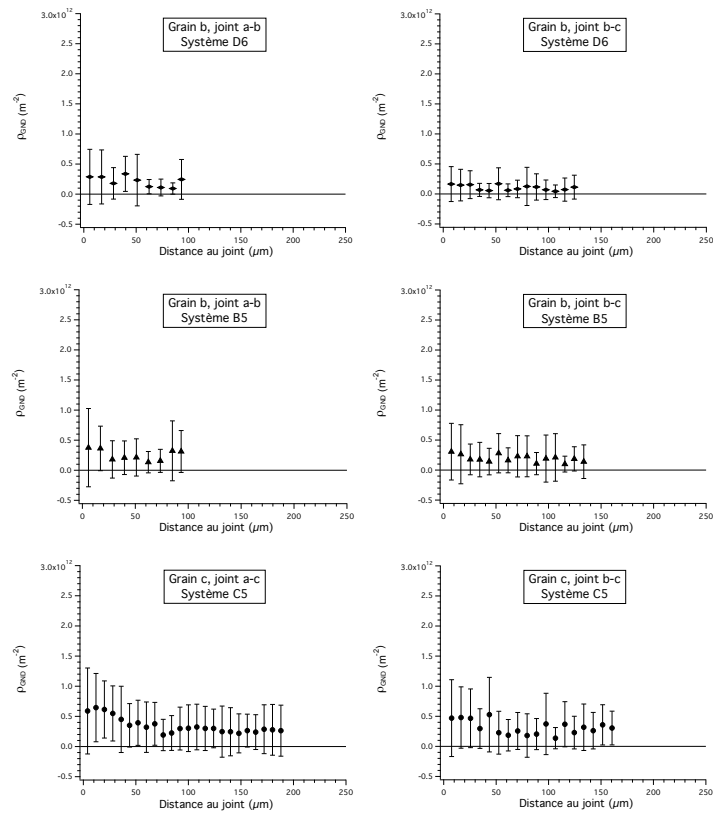


FIGURE D.2 – Évolution de la densité de GND stockée avec la distance normale au joint, pour chaque système activé des grains *b* et *c* (mesures basées sur l’analyse morphologique des pics de diffraction).

Annexe E

Résultats complets de la mesure des densités de GND stockées par la mesure du tenseur de dislocations.

Cette annexe présente les résultats complets de la mesure de la densité de GND stockée dans le tricristal à partir de l'analyse du tenseur de dislocations (cf II.5.3).

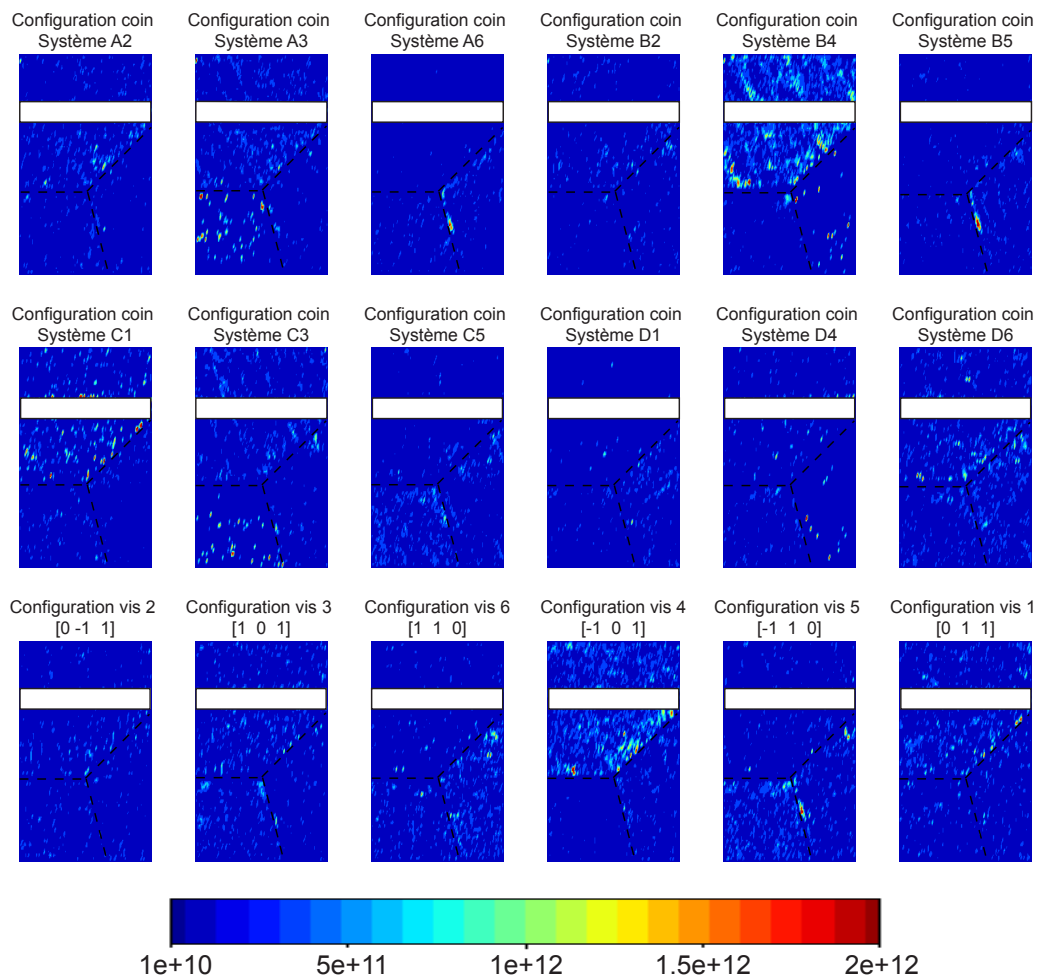


FIGURE E.1 – Densités de GND stockées mesurées sur chacune des configurations coins ou vis existantes, obtenues avec le critère sur τ_c (équation II.41).

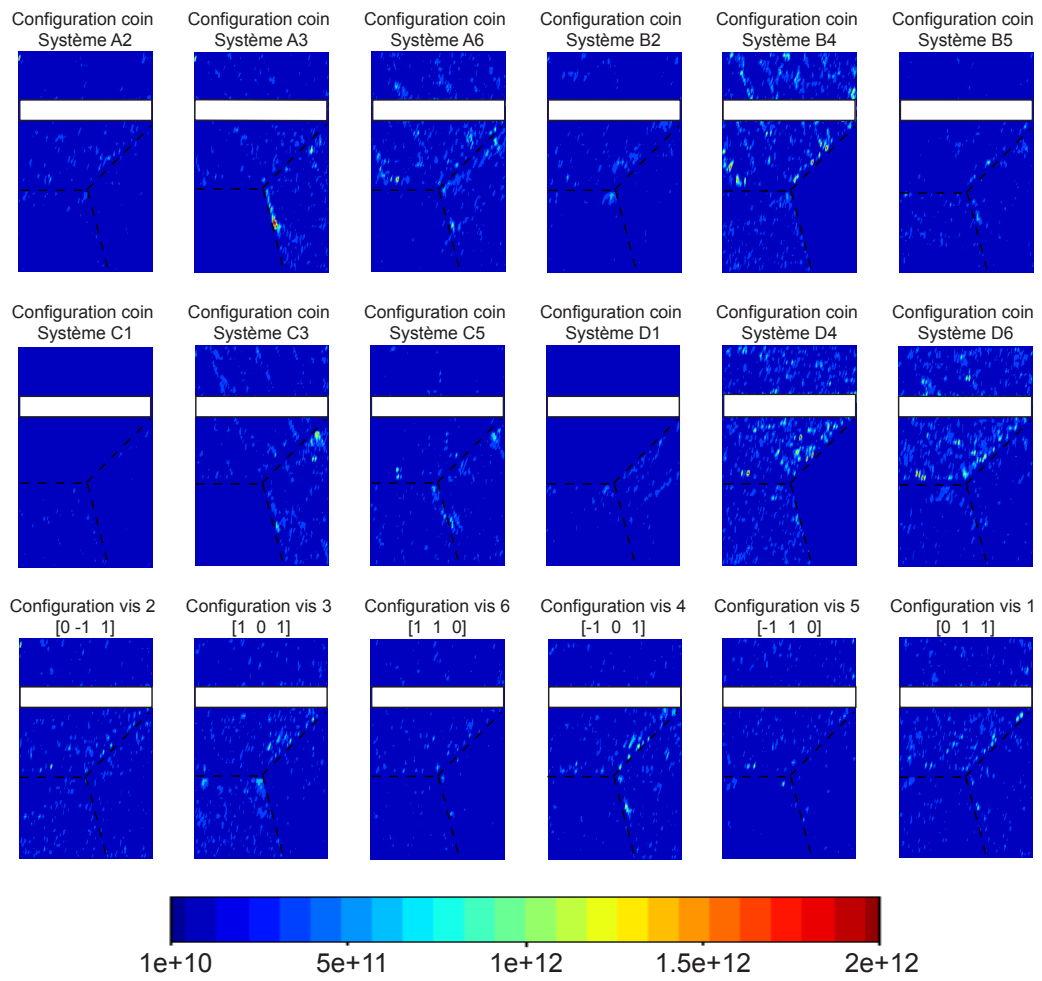


FIGURE E.2 – Densités de GND stockées mesurées sur chacune des configurations coins ou vis existantes, obtenues avec le critère en énergie (équation II.36).

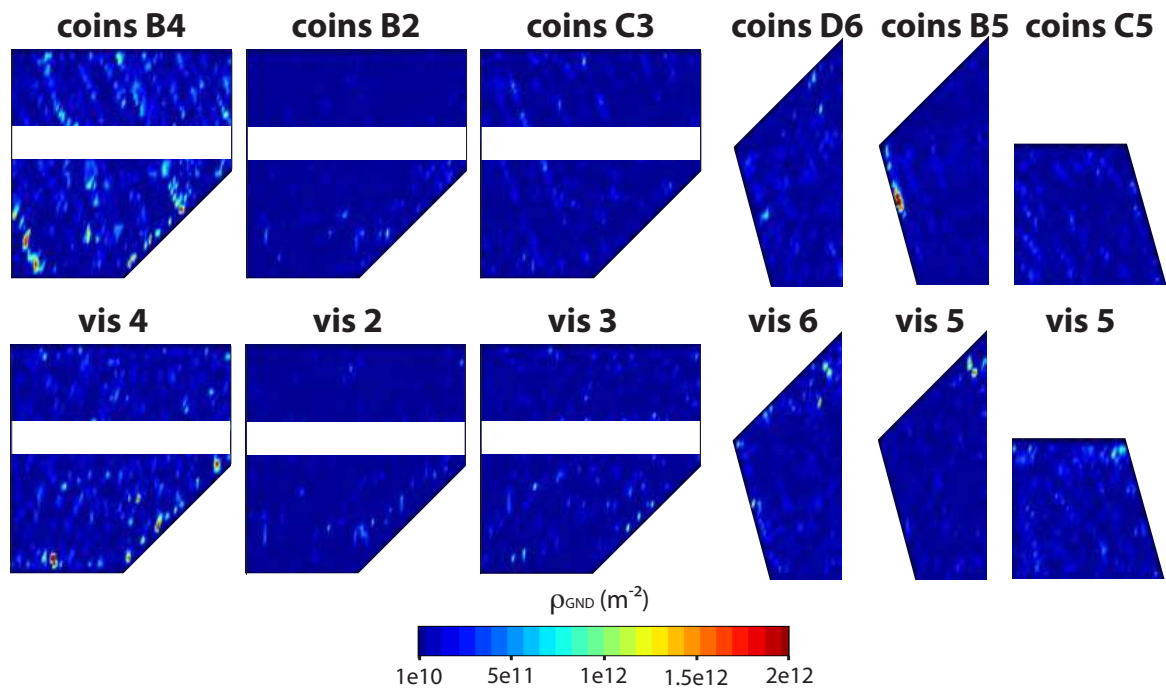


FIGURE E.3 – Stockage de GND positives sur chacun des systèmes de glissement activés de l'échantillon, obtenues avec le critère sur τ_c (équation II.41).

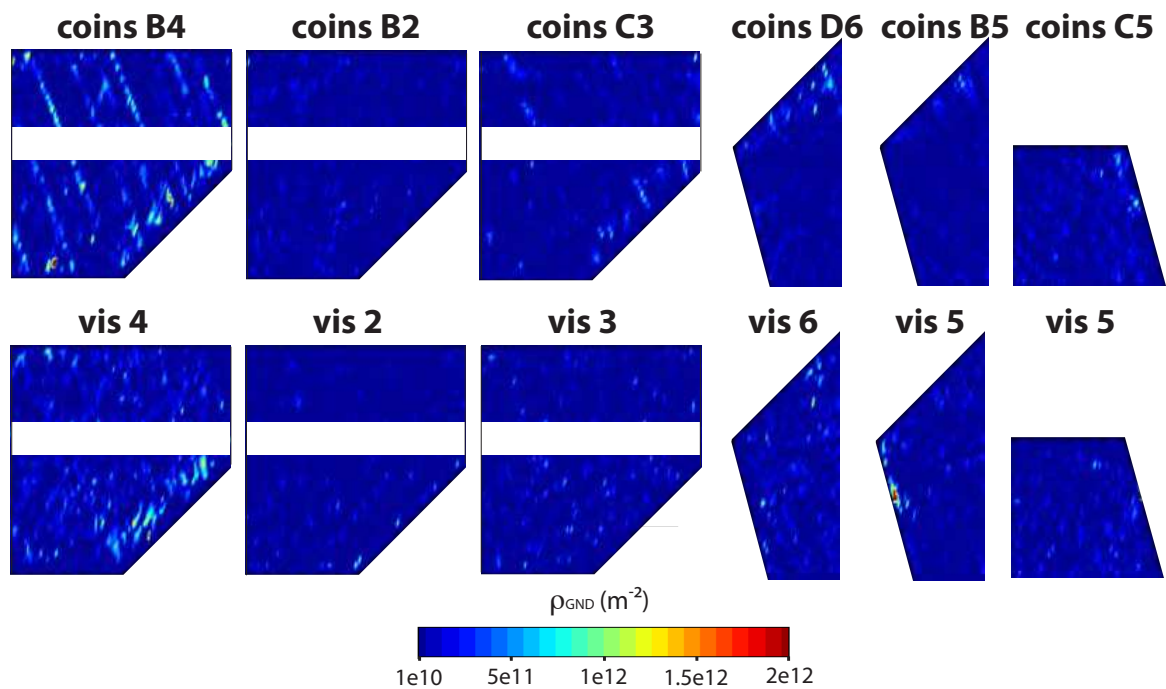


FIGURE E.4 – Stockage de GND négatives sur chacun des systèmes de glissement activés de l'échantillon, obtenues avec le critère sur τ_c (équation II.41).

Annexe F

Évolution des contraintes expérimentales sous l'effet de la compression.

L'évolution des six composantes du tenseur local des contraintes associées à la déformation expérimentale du tricristal est présentée dans cette annexe (cf II.5.5).

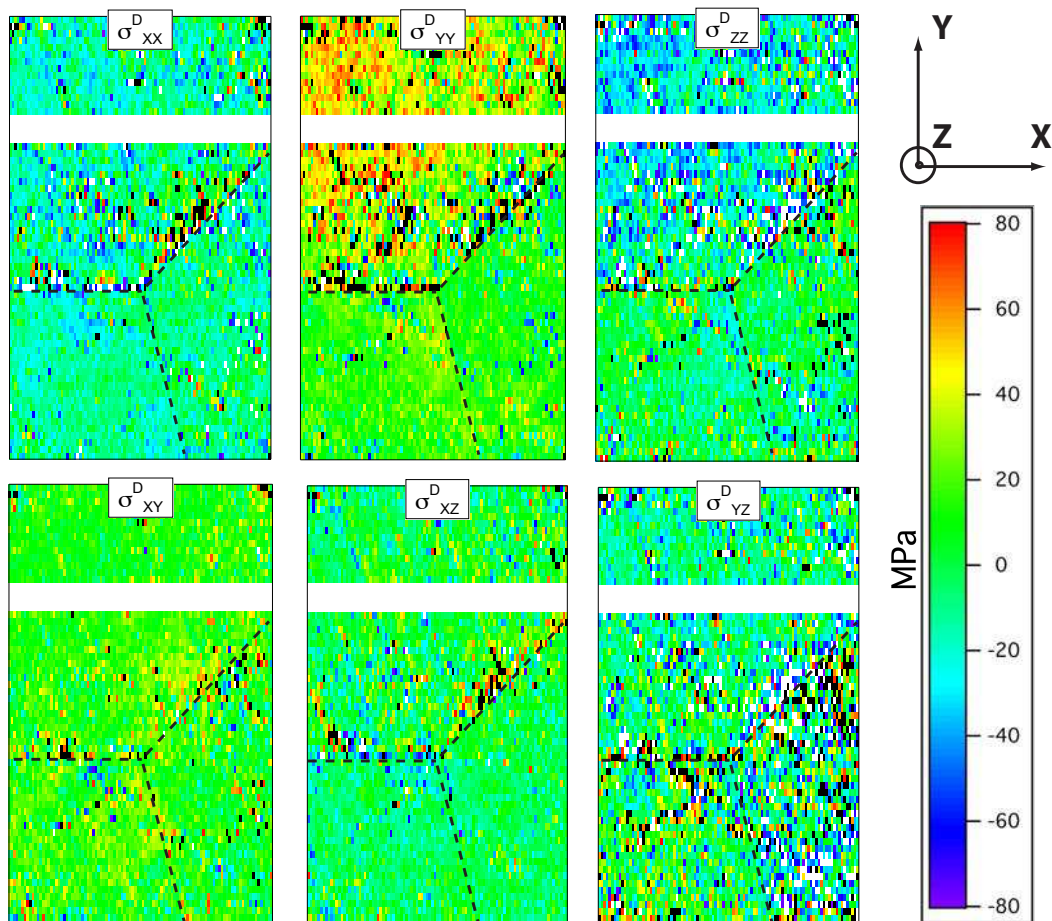


FIGURE F.1 – Évolution des six composantes du tenseur des contraintes locales, induite par la compression de l'échantillon.

Annexe G

Description de la procédure d'échange des contraintes mises en place pour la simulation de bicristaux plastique - plastique (logiciel microMegas).

Le code de Dynamique des Dislocations Micromega utilise un volume simulé décomposé en domaines (méthode multipôle) afin d'optimiser le calcul des contraintes à longue distance (cf figure G.1). Cette décomposition en domaines permet de distinguer les interactions à courte et moyenne portée des interactions à longue portée. Les interactions entre segments de dislocations situés dans le même domaine ou dans un domaine premier voisin sont calculées de manière classique, en calculant la force de Peach et Koehler au centre de chaque segment. À l'opposé, les interactions entre segments situés dans des domaines non voisins sont considérées comme étant à longue distance. Les contraintes à longue distance associées aux segments de dislocations varient lentement dans l'espace et dans le temps. On va donc pouvoir faire une approximation de champ moyen en venant calculer la valeur de ces interactions au centre des domaines et appliquer la contrainte obtenue à l'ensemble des segments de dislocations du domaine. De plus, ces interactions varient lentement dans le temps. Il n'est donc pas nécessaire de les calculer à tous les pas de simulation comme c'est le cas pour les interactions à courte et moyenne portée. Le lecteur désirant obtenir de plus amples informations sur le calcul des contraintes dans le code microMega les trouvera dans l'ouvrage de Devincere et al. (2011).

Cette décomposition du volume simulé en domaines a été utilisée pour le calcul des interactions entre les dislocations des deux volumes. Les interactions entre les dislocations d'un grain et les dislocations situées dans des domaines non premiers voisins du joint de l'autre grain sont en effet à longue distance. Comme les deux volumes simulés ont exactement les mêmes dimensions, les domaines qui les pavent se correspondent exactement. Les contraintes à longue portée vues par chaque domaine dans le bicristal simulé par l'interaction entre les deux volumes correspondent donc simplement à la somme des contraintes calculée au centre du domaine considéré dans chacun des deux volumes.

Le calcul des interactions entre les dislocations des deux volumes situées dans les domaines premiers voisins du joint s'avère en revanche plus complexe. Il s'agit ici de calculer, au centre d'un segment donné, l'exacte contribution de chacun des segments situés de l'autre côté du joint (c'est-à-dire dans l'autre volume simulé). Pour cela, il est nécessaire que le volume 1 fournisse au volume 2 la position des centres de chacun des segments du grain 1 situés dans les boîtes premières voisins du joint. La contrainte en ces positions générée par les dislocations du volume

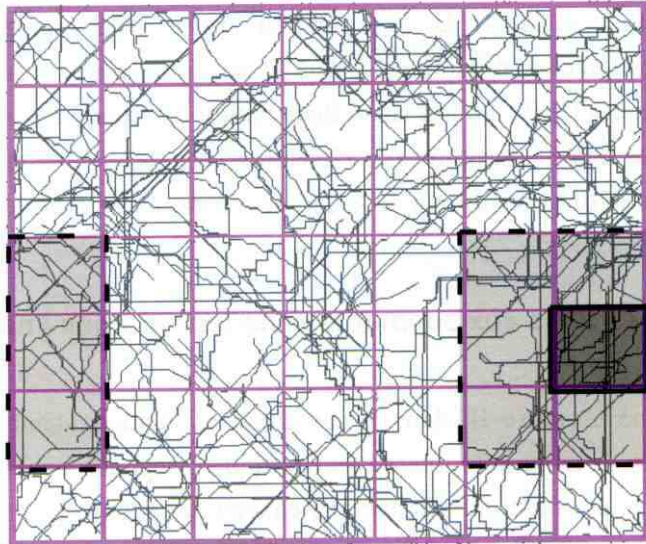


FIGURE G.1 – Pavage du volume simulé afin d’optimiser le calcul des interactions entre segments de dislocations. Les interactions entre un segment situé dans le domaine délimité par des traits pleins et un segment du même domaine ou d’un domaine premier voisin (zone délimitée en pointillés) sont calculées de manière classique (calcul de la force de Peach et Koehler au centre des segments). Les segments situés dans un domaine clair sont par contre considérés comme étant à longue distance. Le calcul de la contrainte générée par ces segments va alors être effectué au centre de la boîte délimitée en trait plein (d’après Madec (2001)).

2 situées dans les boîtes premières voisines du joint est alors calculée par le volume 2, puis ces contraintes sont retransmises au volume 1 pour être appliquées sur les segments de dislocations considérés. Parallèlement, l’opération inverse est effectuée sur les segments du volume 2 situés dans les boîtes du grain 2 premières voisines du joint (voir figure III.3 pour une illustration).

Annexe H

Résultats obtenus lors de la simulation de la déformation du tricristal par Éléments Finis. Utilisation du modèle adapté au polycristal

Les figures H.1 et H.2 correspondent aux champs présentés en figure IV.10 et IV.11, calculés en considérant l'influence combinée des deux joints contigus au grain contenant le point de Gauss concerné.

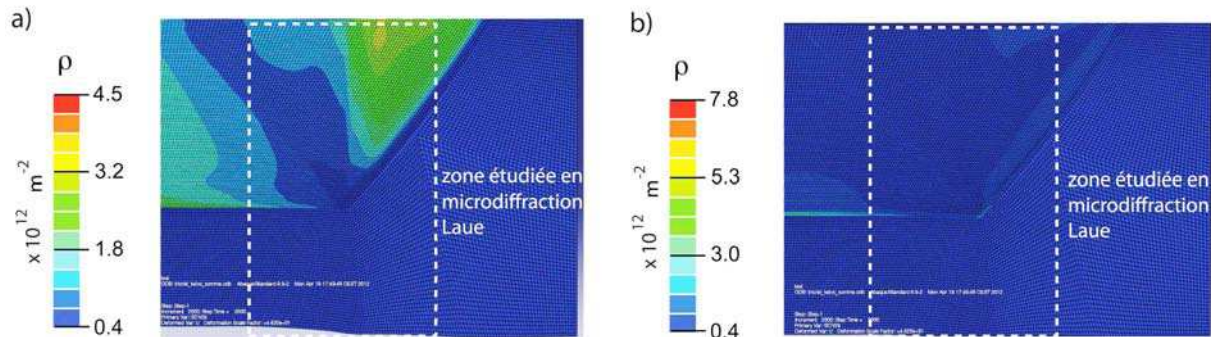


FIGURE H.1 – Évolutions de la densité totale de dislocations ρ sur le système B4 (a) et sur le système C3 (b), obtenues avec le modèle adapté au polycristal et calculées en prenant en compte l'influence de tous les joints contigus au grain considéré (à comparer avec la figure IV.10 dans laquelle seul le joint le plus influent est considéré). La zone correspondant à la zone étudiée expérimentalement est indiquée en pointillés blancs.

La figure H.3 présente les six composantes du tenseur local des contraintes obtenues lors de la modélisation de la compression du tricristal (modèle adapté au polycristal, prise en compte du joint le plus influent exclusivement).

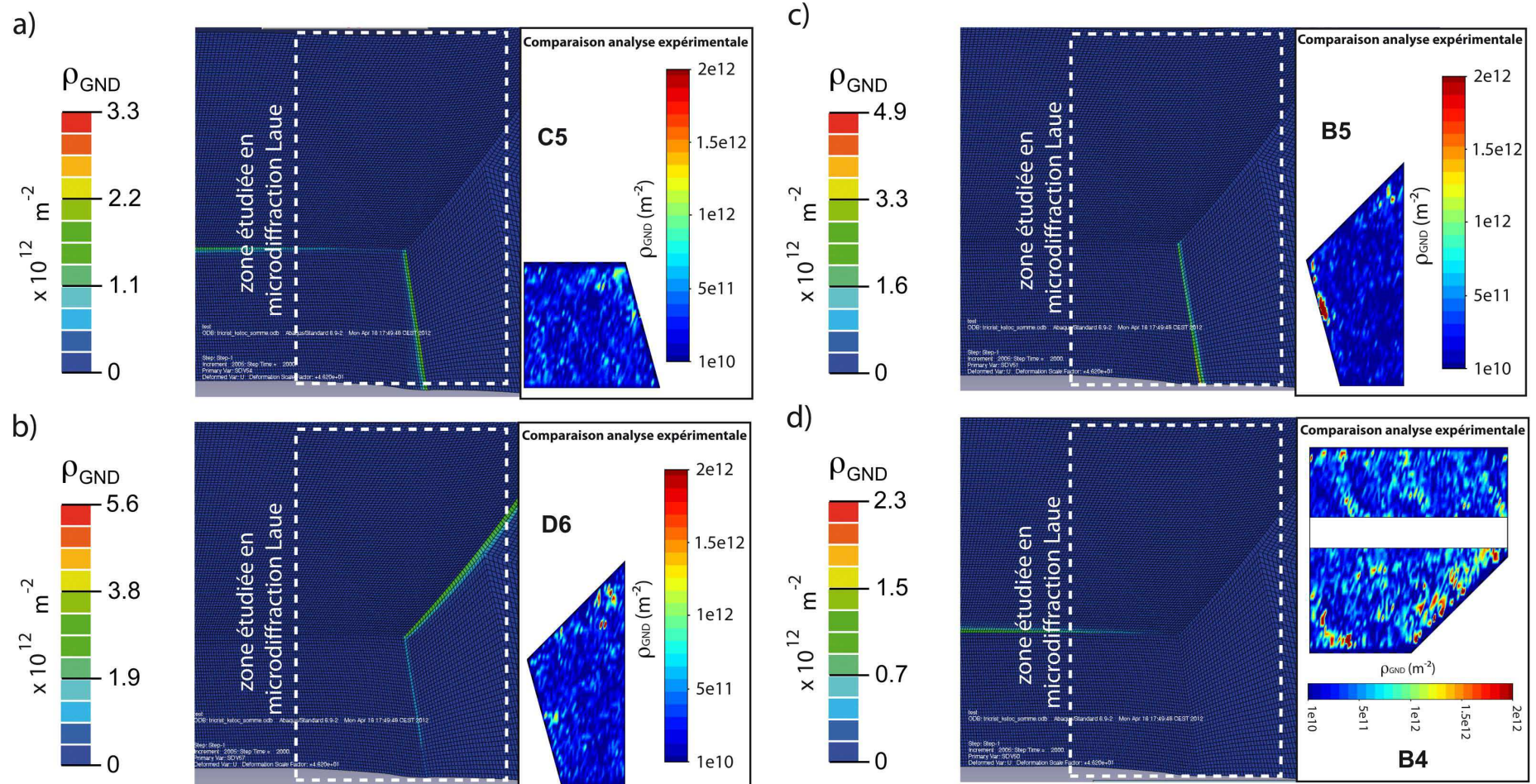


FIGURE H.2 – Stockage de GND sur les systèmes C5 (a), D6 (b), B5 (c) et B4 (d), obtenu avec le modèle adapté au polycristal et calculé en prenant en compte l'influence de tous les joints contigus au grain considéré (à comparer avec la figure IV.11 dans laquelle seul le joint le plus influent est considéré). Pour chaque système, une comparaison avec les résultats des mesures expérimentales est donnée à chaque fois, pour le grain dans lequel le système a été activé.

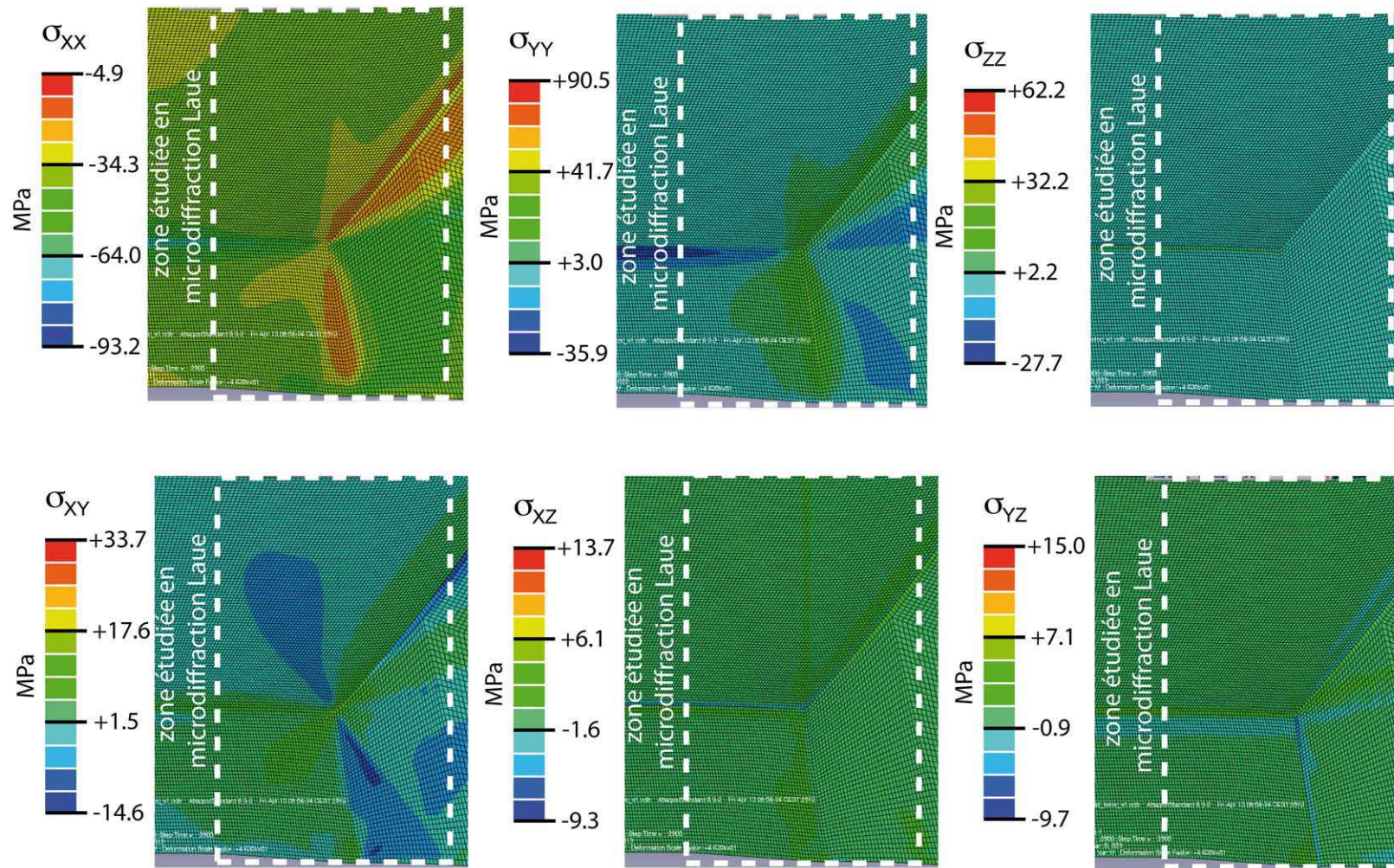


FIGURE H.3 – Évolution des six composantes du tenseur local des contraintes, obtenue lors de la modélisation de la compression du tricristal. Prise en compte du joint le plus influent exclusivement.

Interaction dislocations - joints de grains en déformation plastique monotone : étude expérimentale et modélisations numériques.

Modéliser la déformation plastique des polycristaux est un objectif majeur de la science des matériaux. Tous les modèles actuels comportent une partie phénoménologique nécessitant un ajustement de paramètres sur des résultats expérimentaux. Cette thèse vise à mettre en place un nouveau modèle, justifié physiquement, sans paramètre ajustable et adapté à la modélisation du polycristal CFC en sollicitation monotone.

Afin de mesurer les champs mécaniques à l'échelle du micromètre, des mesures de microdiffraction Laue ont été réalisées sur un tricristal de cuivre à une faible déformation plastique. Ces mesures nous renseignent sur les mécanismes plastiques intervenant très près des joints de grains et définissent des états de référence pour les simulations. On montre principalement que la déformation plastique s'accompagne d'un stockage de dislocations géométriquement nécessaires (GND) aux joints de grains, en relation avec l'apparition de contraintes internes à longue distance.

Des simulations de Dynamique des Dislocations dans des bicristaux ont été réalisées afin de caractériser les phénomènes physiques mis en œuvre. Ces simulations confirment que l'interaction dislocations - joints de grains s'accompagne d'un stockage de GND sous la forme de microstructures tridimensionnelles très inhomogènes. Les propriétés mécaniques induites par ce phénomène complexe peuvent être quantifiées par des lois continues élaborées à partir de l'approximation théorique d'un empilement unidimensionnel.

Les lois de comportement ainsi définies ont ensuite été incorporées dans une modélisation micromécanique de plasticité cristalline, jusqu'ici dédiée au monocristal CFC. Le modèle ainsi construit a maintenant la capacité de prédire les mesures réalisées sur le tricristal de cuivre. Nous avons ainsi mis en place un modèle physiquement justifié et adapté à la modélisation du polycristal CFC en sollicitation monotone.

Dislocation - grain boundary interaction in monotonic plastic deformation: experimental and numerical modelling studies.

The modeling of strain hardening in polycrystals is a difficult and still standing task. Current existing models are partly phenomenological, as they always consider constitutive parameters adjusted on the experiment. The aim of the present study is to design a physically based model for the basic problem of monotonic deformation in the FCC polycrystal.

Laue microdiffraction is used to measure the mechanical fields in the vicinity of grain boundaries in a copper tricrystal compress at 0.2%. These measurements aim to characterize the plastic phenomena involved and to provide experimental data as benchmark results for the simulations. Evidences of geometrically necessary dislocations (GND) storage close to the grain boundaries are given in relation with the apparition of long-range internal stresses.

Dislocations Dynamics simulations are used to study the plastic strain close to a grain boundary in Cu bicrystals. We show that close to the boundaries plastic strain is associated to the storage of heterogeneous GNDs in complex 3D microstructures. The mechanical properties associate to such microstructure can be described with continuous laws based on a theoretical approximation assuming a 1D pile-up.

The corresponding constitutive laws are then introduced in a crystal plasticity model initially devoted to FCC single crystal plasticity and solved with Finite Elements simulations. The new model we propose as now the capacity to reproduce or predict the experimental results we first obtained in the Cu tricrystal. In conclusion, a physically justified model is proposed to predict plastic deformation for the FCC polycrystal in monotonic deformation.