HAL
open science

Dynamique et complexité de la déformation plastique : étude par émission acoustique

Thiebaud Richeton

To cite this version:

Thiebaud Richeton. Dynamique et complexité de la déformation plastique : étude par émission acoustique. Mécanique [physics.med-ph]. Institut National Polytechnique de Grenoble - INPG, 2006. Français. NNT : . tel-00118329

HAL Id: tel-00118329

https://theses.hal.science/tel-00118329

Submitted on 4 Dec 2006

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

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

INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE GRENOBLE

N° attribué par la bibliothèque
|__|__|__|__|__|__|__|__|__|__|

THESE

pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'INP Grenoble

Spécialité : *Science et Génie des Matériaux*

préparée au Laboratoire de Glaciologie et Géophysique de l'Environnement

dans le cadre de **l'Ecole Doctorale** Matériaux et Génie des Procédés

présentée et soutenue publiquement

par

Thiebaud RICHETON

le 11 septembre 2006

Dynamique et complexité de la déformation plastique : étude par émission acoustique

_____

Directeurs de thèse :

Jérôme WEISS et François LOUCHET

_____

JURY

M. Jacques FRIEDEL , Président
M. Claude FRESSENGEAS , Rapporteur
M. Sergio CILIBERTO , Rapporteur
M. Frantisek CHMELIK , Examinateur
M. Jérôme WEISS , Directeur de thèse
M. François LOUCHET , Co-directeur de thèse

Remerciements

En premier lieu, je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance à mes deux directeurs de thèse, Jérôme Weiss et François Louchet, qui m'ont donné la possibilité de travailler sur un sujet novateur et réellement passionnant. J'ai pris énormément de plaisir à travailler à leurs côtés et je crois avoir beaucoup appris grâce à la justesse de leurs conseils et à la leur manière très complémentaire d'aborder une démarche scientifique. Par ailleurs, je les remercie sincèrement d'avoir œuvrer à rendre ce travail de thèse le plus profitable possible pour la suite de ma carrière.

Une part importante de cette thèse s'est effectuée au travers de collaborations avec des équipes de recherche étrangères. Un grand merci à Frantisek Chmelik et à Patrik Dobron, ainsi qu'à Carmen Miguel pour leur accueil chaleureux lors de mes séjours respectifs à Prague et à Barcelone.

Pour l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail, je tiens ensuite à exprimer ma gratitude aux différents membres du jury, en particulier aux deux rapporteurs de ce manuscrit, Claude Fressengeas et Sergio Ciliberto. Un très grand merci aussi à Jacques Friedel. Sa participation en qualité de président fut pour moi un grand honneur.

La réalisation d'un travail expérimental doit beaucoup à l'appui que peuvent apporter les techniciens et les ingénieurs d'un laboratoire. A cette occasion, j'adresse donc de très vifs remerciements à Jean-François Chemin, Alain Manouvrier, Eric Lefèvre et Jean-Philippe Balestrieri ainsi qu'aux autres personnes de l'atelier, pour la maintenance des chambres froides, la réalisation de dispositifs expérimentaux originaux et les dépannages en tout genre.

Enfin, je souhaite remercier toutes les personnes du LGGE ou d'ailleurs qui se sont intéressées de près ou de loin à mon travail. Leurs commentaires et suggestions m'ont sans conteste beaucoup aidé tout au long de ces trois années. Merci notamment à Paul Duval qui m'a fait partagé son expertise sur la glace, tant au niveau expérimental que théorique.

Résumé

L'émission acoustique est un moyen unique d'étude des avalanches de dislocations, à la fois en termes d'énergie, de temps et d'espace. L'émission acoustique mesurée lors d'essais de fluage sur des monocristaux de glace avait révélé une très forte intermittence du processus de déformation plastique, associée à des distributions en loi de puissance de la taille des avalanches. Cette thèse a permis de montrer que cette dynamique critique invariante d'échelle était perturbée dans les polycristaux de glace, où un effet de taille finie non trivial lié à la taille de grain a été mis en évidence. Cette thèse a aussi révélé que la criticalité observée dans les monocristaux de glace se retrouvait au cours de la déformation de monocristaux de Cd, de Zn et de Cu. La température, l'écrouissage par la forêt, le mâclage et le glissement multiple n'ont notamment pas affecté la valeur de l'exposant critique. Ces résultats suggèrent que la plasticité monocristalline pourrait ainsi être gouvernée par une dynamique universelle.

Abstract

Acoustic emission is a powerful tool for studying dislocations avalanches, in the same time in energy, time and space domains. Previous acoustic emission measurements performed during the creep of ice single crystals revealed a strong intermittency of plastic flow which was combined with power law distributions of avalanche sizes. The experiments carried out during this thesis showed a breakdown of the scale-free critical behaviour in ice polycristals which is due to a complex finite (grain)-size effect. Our experiments also revealed power law distributions of avalanche sizes and temporal correlations similar as those observed in ice for single crystals of Cd, Zn and Cu. In particular, temperature, forest hardening, twinning and symmetrical multiple slip did not affect the value of the critical exponent. These results hence suggest that plasticity in single crystals might be ruled by a universal dynamics.

Table des Matières

Résumé 5

Abstract 5

Table des Matières 7

Liste des Figures 11

Introduction 19

Chapitre I : Etude bibliographique 25

I.1. Déformation plastique des matériaux cristallins 27
I.1.1. Généralités 27
I.1.2. Dislocations et mécanismes associés 28
I.1.2.1. Définition 28
I.1.2.2. Création des dislocations 29
I.1.2.3. Interactions entre dislocations 30
I.1.2.4. Systèmes de glissement 32
I.1.2.5. Montée des dislocations 33
I.1.2.6. Barrières de Peierls 33
I.1.2.7. Mâclage 34
I.1.2.8. Hétérogénéités 35

I.2. Caractère hétérogène et intermittent de l'écoulement plastique 36
I.2.1. Problématique 36
I.2.2. Observations expérimentales 39
I.2.2.1. Analyse des surfaces 40
I.2.2.1.1. Lignes de glissement 40
I.2.2.1.2. Morphologies de surface 41
I.2.2.2. Structures de dislocations 43
I.2.2.3. Expériences d'émission acoustique 44
I.2.2.3.1. Principe 44
I.2.2.3.2. Analyse énergétique 45
I.2.2.3.3. Analyse temporelle 47
I.2.2.3.4. Analyse spatiale 49
I.2.2.4. Réponse électrique 51
I.2.2.5. Déformation d'échantillons de taille microscopique 52
I.2.2.6. Déformation plastique par nanoindentation 54
I.2.2.7. Mouvement de dislocations dans des cristaux colloïdaux 55
I.2.3. Modélisation 57
I.2.3.1. Dynamique des dislocations discrètes 58
I.2.3.1.1. Modèle de *Miguel* [2001a ; 2001b] 58
I.2.3.1.2. Modèle de *Zaiser* [2006] 60
I.2.3.2. Modèles phénoménologiques 62
I.2.3.3. Modèles de champ de phase 65

I.2.4. Conclusion 68

Chapitre II : Outils et méthodes ____ 71

II.1. La glace comme matériau modèle ____ 73
II.1.1. Caractéristiques générales 73
II.1.1.1. Structure cristallographique 73
II.1.1.2. Propriétés optiques 73
II.1.1.3. Désordre protonique 74
II.1.1.4. Anisotropie plastique 75
II.1.2. Intérêts spécifiques à l'étude de la déformation plastique par EA 76

II.2. Préparation des échantillons ____ 78
II.2.1. Fabrication des monocristaux de glace 78
II.2.2. Fabrication des polycristaux de glace 79
II.2.3. Fabrication des monocristaux métalliques 81

II.3. Système d'émission acoustique ____ 82
II.3.1. Chaîne d'acquisition 82
II.3.2. Individualisation des salves 83
II.3.3. Signification des durées acoustiques 86
II.3.4. Localisation 86

II.4. Essais mécaniques ____ 87

II.5. Modèle de source d'émission acoustique ____ 90
II.5.1. Origine de l'émission acoustique 90
II.5.2. Développement d'un modèle de source 90
II.5.2.1. Formalisme de *Rouby* 90
II.5.2.2. Hypothèse de décroissance exponentielle 92
II.5.2.3. Expression des paramètres acoustiques 93
II.5.2.3.1. Amplitude maximale 93
II.5.2.3.2. Durée 94
II.5.2.4. Arguments en faveur de l'hypothèse effectuée 95

Chapitre III : Influence de la température sur les avalanches de dislocations ____ 99

III.1. Objectifs ____ 101

III.2. Effet sur la dynamique collective ____ 102
III.2.1. Distributions des tailles des avalanches 102
III.2.2. Influence de la friction de réseau 103
III.2.3. Corrélations temporelles 104

III.3. Résistance visqueuse due aux phonons ____ 105

III.4. Conclusion ____ 107

Chapitre IV : Dynamique collective des dislocations dans les polycristaux ____ 111

IV.1. Introduction ____ 113
IV.1.1. Motivation ……....113
IV.1.2. Interactions dislocations - joints de grain ……..…… 113
IV.1.3. Problématique ……..….. 114
IV.1.4. Procédure expérimentale ……..……..114

IV.2. Observations expérimentales ____ 115
IV.2.1. Origine de l'émission acoustique ……...115
IV.2.2. Distribution des événements …….. 116

IV.3. Effet de taille des avalanches dans les grains ____ 118
IV.3.1. Amplitude de coupure ……118
IV.3.2. Evolution des durées ……..……119
IV.3.3. Bilan ……...120

IV.4. Caractère sur-critique de la plasticité polycristalline ____122
IV.4.1. Signification d'un changement d'exposant ……....122
IV.4.2. Simulations de Monte Carlo …….. 122
IV.4.2.1. *Simulation A* ……... 123
IV.4.2.2. *Simulation B* ……... 124
IV.4.2.3. *Simulation C* ……... 125
IV.4.3. Arguments expérimentaux ……127
IV.4.3.1. Cas d'une distribution bi-modale ……... 127
IV.4.3.2 Analyse des répliques ……129
IV.4.3.3. Localisation des avalanches ……... 131

IV.5. Influence de l'écrouissage ____ 132
IV.5.1. Au niveau macroscopique ……..132
IV.5.2. Au niveau microscopique …….. 134
IV.5.3. A la décharge ……. 135

IV.6. Conclusion ____ 139

Chapitre V : Caractère critique de la plasticité dans des monocristaux métalliques ____ 143

V.1. Introduction ____145

V.2. Métaux hexagonaux ____ 146
V.2.1. Courbes contrainte-déformation ……... 147
V.2.2. Activité acoustique ……149
V.2.3. Distributions des énergies acoustiques ……. 152
V.2.4. Mâclage et glissement ……...153
V.2.4.1. Formes d'onde associées ……..……. 153
V.2.4.2. Inter-déclenchement …….. 157

V.3. Métaux cubiques faces centrées 159
V.3.1. Déformation des échantillons 159
V.3.2. Mesures d'EA 161
V.3.2.1. Source 161
V.3.2.2. Analyse énergétique 162
V.3.2.3. Analyse temporelle 164
V.3.2.4. Raisons possibles d'une faible activité acoustique 165
V.3.2.4.1. Première hypothèse 165
V.3.2.4.2. Deuxième hypothèse 167

V.4. Conclusion 168

Chapitre VI : Influence du vieillissement sur la dynamique collective des dislocations 173

VI.1. Introduction 175

VI.2. Expériences sur des monocristaux de glace 177
VI.2.1. Principe 177
VI.2.2. Observations 177
VI.2.2.1. Réponse macroscopique 177
VI.2.2.2. Réponse acoustique 184
VI.2.2.2.1. *Essai A* 184
VI.2.2.2.2. *Essai B* 189
VI.2.3. Discussion 189

VI.3. Simulations numériques 191
VI.3.1. Paramètres du modèle 191
VI.3.2. Résultats 192
VI.3.2.1. Evolution de la vitesse de déformation 192
VI.3.2.2. Evolution des distributions des avalanches 196
VI.3.3. Discussion 198

VI.4. Conclusion et perspective 199

Conclusions et perspectives 203

Annexe A : Interactions glissement / mâclage 211

Bibliographie 219

Liste des Figures

I.1. Schéma d'une courbe de traction. 27

I.2. Propagation d'un pli le long d'un tapis. 28

I.3. Déplacement d'une dislocation coin dans un cristal. 29

I.4. Fonctionnement d'une source de Frank-Read. 30

I.5. Loi de Schmid. 33

I.6. Système de mâclage. 35

I.7. Manifestation de l'effet PLC. 37

I.8. Lignes de glissement. 40

I.9. Profils de surface. 42

I.10. Structure cellulaire de dislocations. 44

I.11. Distribution des énergies acoustiques associée à la déformation en fluage d'un monocristal de glace. 46

I.12. Intégrale de corrélation temporelle associée à la déformation en fluage d'un monocristal de glace. 48

I.13. Analyse des répliques associée à la déformation en fluage d'un monocristal de glace. 49

I.14. Carte 3D des avalanches de dislocations associée à la déformation en fluage d'un monocristal de glace. 50

I.15. Intégrale de corrélation spatiale associée à la déformation en fluage d'un monocristal de glace. 50

I.16. Courbes de déformation d'échantillons microscopiques. 53

I.17. Distribution de la taille des événements associée à la déformation d'échantillons microscopiques. 54

I.18. Analyses d'essais de nanoindentation. 56

I.19. Intermittence du mouvement des dislocations dans des cristaux colloïdaux. 57

I.20. Distributions des énergies d'après le modèle de *Miguel et al.* [2001b]. 60

I.21. Analyse des répliques d'après le modèle de *Miguel et al.* [2001b]. 61

I.22. Courbes de déformation d'après le modèle de *Zaiser* [2006]. 62

I.23. Distributions des tailles des avalanches d'après le modèle de *Zaiser* [2006]. 63

I.24. Courbes de déformation d'après le modèle de *Zaiser et Moretti* [2005]. 64

I.25. Distributions des tailles des avalanches en l'absence d'écrouissage d'après le modèle de *Zaiser et Moretti* [2005]. 65

I.26. Distributions des tailles des avalanches en présence d'écrouissage d'après le modèle de *Zaiser et Moretti* [2005]. 65

I.27. Structure des dislocations d'après le modèle de *Koslowski et al.* [2004]. 67

I.28. Activité acoustique d'après le modèle de *Koslowski et al.* [2004]. 67

I.29. Distribution des amplitudes d'après le modèle de *Koslowski et al.* [2004]. 68

II.1. Structure de la glace I_h. 73

II.2. Désordre des protons dans la glace. 75

II.3. Anisotropie plastique de la glace. 76

II.4. Fabrication d'un monocristal de glace. 79

II.5. Photographies de lames minces de polycristaux de glace. 81

II.6. Principe des expériences d'EA. 82

II.7. Forme d'une onde acoustique dans la glace. 84

II.8. Distribution des durées acoustiques. 87

II.9. Localisation des avalanches de dislocations. 88

II.10. Essai de fluage compression sur un polycristal de glace. 89

II.11. Essai de traction sur un monocristal de Cd. 89

II.12. Essai de traction sur un monocristal de Cu. 89

II.13. Schéma illustrant une source élémentaire d'EA. 91

II.14. Durées moyennes des avalanches associées à la déformation en fluage d'un monocristal de glace. 95

III.1. Distributions des amplitudes acoustiques pour différentes températures. 103

III.2. Analyse des répliques suivant la température. 105

III.3. Comparaison des durées acoustiques suivant la température. 107

IV.1. Mesure de l'activité acoustique pendant la déformation d'un polycristal de glace. 116

IV.2. Distributions des amplitudes acoustiques dans des polycristaux de glace. 117

IV.3. Estimation des amplitudes de coupure. 118

IV.4. Relation entre l'amplitude de coupure et la taille de grain. 119

IV.5. Evolution du rapport entre les durées enregistrées dans différents polycristaux et celles enregistrées dans un monocristal. 120

IV.6. Relation entre A_c/α et la taille de grain. 121

IV.7. Résultat de la *simulation A*. 123

IV.8. Résultat de la *simulation B*. 125

IV.9. Résultat de la *simulation C*. 127

IV.10. Distributions des amplitudes acoustiques dans le cas de distributions bi-modales de taille de grain. 128

IV.11. Résultat de la *simulation C* après introduction d'une distribution bi-modale de taille de grain. 129

IV.12. Analyse comparée des répliques dans les monos et polycristaux de glace. 130

IV.13. Intégrale de corrélation spatiale associée à la déformation en fluage d'un polycristal de glace. 132

IV.14. Evolution de la distance entre avalanches. 133

IV.15. Courbes de fluage de différents polycristaux de glace. 134

IV.16. Comparaison des durées acoustiques moyennes entre différents polycristaux. 135

IV.17. Evolution de la durée moyenne des avalanches de même amplitude au cours d'un essai sur un polycristal de glace. 136

IV.18. Comparaison des durées acoustiques à la charge et à la décharge d'un polycristal de glace. 137

IV.19. Distributions des amplitudes acoustiques à la décharge d'un polycristal de glace. 138

IV.20. Analyse des répliques à la décharge d'un polycristal de glace. 138

IV.21. Intégrale de corrélation spatiale associée à la décharge d'un polycristal de glace. 139

IV.22. Distributions des chutes de contrainte associées à l'effet PLC dans différents matériaux. 141

V.1. Courbes de déformation des échantillons de Cd. 148

V.2. Courbes de déformation des échantillons de Zn. 149

V.3. Signal acoustique correspondant à la déformation d'un monocristal de Zn. 150

V.4. Evolution de l'activité acoustique pendant la déformation d'un monocristal de Zn. 151

V.5. Distributions des énergies acoustiques associées à la déformation de différents monocristaux hexagonaux. 152

V.6. Comparaison entre le stade I et le stade III du point de vue des distributions des énergies acoustiques. 153

V.7. Types de formes d'onde acoustique enregistrées dans des métaux hexagonaux. 154

V.8. Evolution du paramètre $A_0/E^{1/2}$ au cours d'un essai de déformation. 156

V.9. Distributions des énergies acoustiques pour les populations de *type G* et de *type M*. 156

V.10. Analyse des répliques de *type G* à la suite d'événements de *type M*. 158

V.11. Analyse des répliques de *type M* à la suite d'événements de *type G*. 158

V.12. Courbe de déformation d'un monocristal de Cu (stade II). 160

V.13. Courbe de déformation d'un monocristal de Cu (stade III). 160

V.14. Forme d'onde acoustique enregistrée dans un monocristal de Cu. 161

V.15. Distributions des énergies acoustiques associées à la déformation de monocristaux de Cu (diagramme log-log). 163

V.16. Distributions des énergies acoustiques associées à la déformation de monocristaux de Cu (diagramme log-linéaire). 163

V.17. Intégrale de corrélation temporelle associée à la déformation d'un monocristal de Cu. 164

V.18. Illustration de la première hypothèse. 166

V.19. Illustration de la seconde hypothèse. 168

VI.1. Principe des essais *A* et *B*. 178

VI.2. Courbes de fluage des différentes phases de chargement de l'*essai A*. 178

VI.3. Courbes de fluage des différentes phases de chargement de l'*essai B*. 179

VI.4. Courbes de fluage de monocristaux de glace à -10°C. 180

VI.5. Juxtaposition des parties stationnaires des courbes de fluage des différentes phases de chargement de l'*essai B*. 181

VI.6. Zoom sur les 10 premières secondes des courbes de fluage de l'*essai A*. 182

VI.7. Zoom sur les 10 premières secondes des courbes de fluage de l'*essai B*. 182

VI.8. Courbes de décharge des différentes phases de chargement de l'*essai A*. 183

VI.9. Courbes de décharge des différentes phases de chargement de l'*essai B*. 183

VI.10. Distributions discrètes des amplitudes acoustiques pour les différentes phases de chargement de l'*essai A*. 185

VI.11. Distributions cumulées des amplitudes acoustiques pour les différentes phases de chargement de l'*essai A*. 185

VI.12. Distributions des amplitudes acoustiques lors des 10 premières secondes suivant la mise en charge. 187

VI.13. Intégrale de corrélation spatiale associée aux différentes phases de chargement de l'*essai A*. 188

VI.14. Distributions cumulées des amplitudes acoustiques pour les différentes phases de chargement de l'*essai B*. 189

VI.15. Evolution de la vitesse de déformation du système de dislocations. 193

VI.16. Relaxation de la vitesse de déformation du système (diagramme log-log). 195

VI.17. Distributions discrètes des énergies suivant la valeur de t_w. 197

VI.18. Distributions cumulées des énergies dans la partie transitoire. 197

VI.19. Distributions cumulées des énergies dans la partie stationnaire. 198

Introduction

Déformation plastique

La connaissance et la maîtrise de la déformation plastique sont depuis longtemps reconnues comme des enjeux majeurs en science des matériaux et en mécanique. Cette connaissance et cette maîtrise sont notamment fondamentales afin de pouvoir décrire le comportement au cours des opérations de mise en forme par déformation plastique (laminage, emboutissage, forgeage, tréfilage…), ou pour comprendre comment des pièces sollicitées mécaniquement vont évoluer avec le temps, ou encore pour prévoir l'énergie absorbée au cours d'un choc (dans le cas d'une tôle de voiture par exemple). Comprendre les mécanismes associés à la déformation plastique est ainsi de la première importance pour les secteurs industriels concernés par la fabrication et l'utilisation de produits à résistance mécanique élevée : sidérurgie, industrie automobile, aérospatiale, navale, nucléaire... Les exigences en termes de performances des matériaux sont toujours plus élevées et nécessitent une maîtrise accrue des phénomènes régissant la plasticité. Aboutir à une meilleure compréhension des liens qui unissent les propriétés microscopiques d'un matériau à son comportement à l'échelle macroscopique est de ce point de vue fondamental. Par ailleurs, les avancées récentes dans le domaine de la miniaturisation et des nanotechnologies rendent eux directement compte du besoin d'une description plus approfondie des mécanismes microscopiques à l'origine de la déformation plastique.

Dislocations

Au début du siècle dernier, pour expliquer le comportement mécanique des matériaux en plasticité, et notamment le fait que la valeur de la limite élastique observée expérimentalement dans la plupart des matériaux était bien inférieure à la limite élastique calculée théoriquement, le concept de dislocations a été introduit. Les dislocations sont des

défauts linéaires de la structure atomique des cristaux. Lorsqu'elles se déplacent, le cristal se déforme plastiquement. Quand les dislocations atteignent la surface, elles y laissent des marches, appelées lignes de glissement. Avant la guerre, la déformation plastique des cristaux a principalement été étudiée justement grâce à l'observation de ces lignes de glissement se développant en surface [*Taylor*, 1934]. Néanmoins, l'étude des dislocations s'est réellement développée sur le plan théorique et expérimental après la seconde guerre mondiale. Les premières observations directes de dislocations, par microscopie électronique en transmission, datent notamment de 1956 [*Hirsch et al.*, 1956].

L'influence des dislocations sur les propriétés des cristaux est considérable. Leur rôle sur le comportement mécanique est bien entendu primordial mais leur influence s'étend également à d'autres propriétés comme la résistivité électrique des semi-conducteurs. Depuis les années 60, le cadre théorique permettant de comprendre le comportement d'une dislocation individuelle est quasiment achevé [*Friedel*, 1964]. Les principales propriétés des dislocations sont connues, au moins de manière approximative. La plupart des configurations géométriques possibles ont été étudiées, et confirmées par les multiples observations expérimentales réalisées dans des matériaux de structures diverses. Cependant, la théorie s'est surtout attachée à décrire les propriétés d'une dislocation individuelle ou celles associées à différentes configurations de paires de dislocations. Expérimentalement, l'observation des dislocations s'effectue principalement *post mortem*, tandis que les observations *in situ* sont limitées au déplacement d'une ou de quelques dislocations. Ainsi, le comportement collectif et dynamique de plusieurs dislocations reste encore quelque chose de mal connu.

Approche micro-macro

A l'échelle macroscopique, la déformation plastique s'apparente le plus souvent à un écoulement régulier et homogène, comme semble l'indiquer l'allure très lisse des courbes contrainte-déformation de la plupart des matériaux cristallins ou encore tel qu'on peut l'observer (comme par exemple dans le cas du pliage d'un trombone). Par conséquent, la vision traditionnelle de la plasticité fut longtemps proche de celle d'un fluide visqueux. Dès lors, l'écoulement des dislocations dans le cristal était supposé lui aussi se faire de manière homogène. L'équation d'Orowan est une illustration de ce principe [*Orowan*, 1940]. Elle relie directement la vitesse de déformation macroscopique du matériau à des quantités moyennes

de la population des dislocations, densité et vitesse des dislocations mobiles. Dans le cadre d'une hypothèse d'un comportement homogène des dislocations, la connaissance des caractéristiques associées au comportement individuel d'une dislocation est donc suffisante. Le plus souvent, le comportement global d'un matériau était supposé pouvoir se retrouver à partir d'une opération de « moyennisation » sur les propriétés de ses dislocations. Or, comprendre comment l'échelle microscopique des défauts est reliée à l'échelle macroscopique du comportement du matériau (approche micro-macro) est fondamental en plasticité. Lors de l'élaboration d'un nouveau matériau, cette compréhension est à la base de la modélisation de ses performances. Jusqu'à présent, en raison de la vision traditionnelle de la plasticité, le passage micro-macro a été avant tout abordé à partir de procédures d'homogénéisation.

Toutefois, cette vision classique de la plasticité des matériaux cristallins est remise en cause depuis quelques années, en particulier grâce à des travaux expérimentaux menés au sein du Laboratoire de Glaciologie et Géophysique de l'Environnement (*LGGE*) de Grenoble. Ces travaux participent à la construction d'un nouveau paradigme en plasticité. Ils s'appuient sur une analyse originale de la dynamique collective des dislocations au cours de la déformation plastique par mesures d'émission acoustique [*Weiss et Grasso*, 1997]. A l'image de la sismologie permettant l'étude de la déformation de la croûte terrestre, l'émission acoustique est en effet un moyen unique d'étude *in situ* des mouvements collectifs de dislocations, à la fois en termes de temps, d'espace et d'énergie. Ce type d'analyse permet d'avoir accès à des données statistiques sur la dynamique collective des dislocations, là où jusqu'à présent on se contentait soit d'observer le déplacement de dislocations individuelles soit de procéder à des analyses statiques. Les travaux menés au *LGGE* indiquent que la dynamique collective des dislocations peut présenter un caractère intermittent, non-linéaire et proche d'un état critique. Des statistiques en loi de puissance des amplitudes des microséismes générés par les mouvements collectifs de dislocations (avalanches, ou instabilités plastiques) sont notamment systématiquement observées. Un tel comportement sans échelle caractéristique révèle une très forte hétérogénéité de la déformation plastique, à l'opposé de l'écoulement régulier et homogène envisagé auparavant. Les résultats indiquent notamment que l'ensemble des dislocations d'un monocristal de glace constitue un système complexe : le comportement collectif qui émerge de la population de dislocations ne se retrouve pas au niveau d'une dislocation individuelle. L'invariance d'échelle observée soulève aussi d'importantes questions quant à la validité des procédures d'homogénéisation utilisées jusqu'alors. En effet,

les observations réalisées indiquent que les fluctuations des propriétés microscopiques ne sont pas négligeables et qu'il n'y a donc pas de sens à définir une moyenne pour ces propriétés.

Objectifs

La présente thèse a pour objectif de poursuivre et d'étendre les travaux réalisés au *LGGE*. Les expériences menées jusqu'alors ont été exclusivement réalisées sur des monocristaux de glace. Le monocristal de glace est un matériau modèle particulièrement bien adapté pour ce type d'étude. Néanmoins, selon le contexte, il peut apparaître assez éloigné des matériaux de structure économiquement intéressants. Un des principaux objectifs de ce travail de thèse a donc été d'étendre le type d'étude réalisée, d'une part au cas des polycristaux, d'autre part au cas des métaux. Les travaux sur les métaux ont été réalisés dans le cadre d'une collaboration internationale (soutien financier du Ministère des Affaires Etrangères français et du Ministère de l'Education, de la Jeunesse et des Sports tchèque dans le cadre du programme de mobilité *Barrande* n° 2005-06-032-1) avec *F. Chmelik* et *P. Dobron* de l'*Université Charles* à Prague. D'une manière générale, l'étude entreprise est à caractère majoritairement expérimental. Néanmoins, une collaboration avec *M.-C. Miguel* de l'*Université de Barcelone* entamée il y a quelques années et prolongée au cours de cette thèse (soutien financier du Ministère des Affaires Etrangères français et du gouvernement espagnol dans le cadre du programme de mobilité *Picasso* n° 09604ZG), a également permis d'aborder la problématique en jeu sur un plan plus théorique, grâce à l'utilisation d'un modèle 2D de dynamique des dislocations discrètes.

Organisation du mémoire

Ce mémoire de thèse est divisé en 6 chapitres. Le premier chapitre est une étude bibliographique. La première partie de ce chapitre est un rappel très général sur les propriétés des dislocations et les mécanismes qui y sont associés. La deuxième partie vise à replacer les expériences d'émission acoustique pratiquées au *LGGE* dans le contexte général du changement de paradigme intervenant en plasticité. Depuis peu, se développent en effet

différentes études expérimentales et théoriques dont les objectifs sont de révéler le caractère intermittent et invariant d'échelle de la plasticité. Ces dernières années ont connu une forte progression de ce type d'étude, aidées en cela par l'amélioration des techniques expérimentales aux petites échelles et la capacité toujours croissante des codes de calcul. Le deuxième chapitre est consacré aux outils et aux méthodes qui ont été utilisés dans le cadre de notre étude. Il explique notamment le choix de la glace comme matériau modèle pour les analyses effectuées. Bien entendu, il présente également l'ensemble du dispositif expérimental qui a été utilisé. Enfin, ce chapitre détaille le modèle de source d'émission acoustique ayant servi à l'interprétation de nos données. Le troisième chapitre présente des résultats expérimentaux obtenus sur des monocristaux de glace et qui permettent de tester l'influence de la température sur les avalanches de dislocations. A partir d'expériences réalisées sur des polycristaux de glace, le quatrième chapitre traite de la dynamique collective des dislocations dans les polycristaux et notamment des interactions entre avalanches et joints de grain. Dans le cinquième chapitre, les résultats issus de matériaux autres que la glace sont présentés. Il s'agit de monocristaux métalliques (Cd, Zn et Cu). Enfin, le dernier chapitre est consacré au problème du vieillissement des matériaux, dans le cadre de son influence sur la dynamique collective des dislocations. Ce sujet est traité à la fois d'un point de vue expérimental, à partir d'expériences sur des monocristaux de glace et d'un point de vue théorique, à partir de simulations numériques issues d'un code 2D de dynamique des dislocations discrètes.

Chapitre I :

Etude bibliographique

I.1. Déformation plastique des matériaux cristallins

I.1.1. Généralités

Tout solide auquel est appliqué un effort mécanique se déforme. Différents essais de laboratoire (traction, compression, torsion…) permettent d'étudier les modes de déformation des matériaux d'un point de vue macroscopique et phénoménologique, et de déterminer leurs lois de comportement. Lors de tels essais, tant que le matériau est soumis à une contrainte inférieure à une valeur spécifique (appelée limite d'élasticité), il va se comporter de manière réversible : si l'on effectue une décharge (annulation de la contrainte appliquée), le matériau recouvre sa forme initiale. A l'inverse, si l'on contraint le matériau au-delà de sa limite d'élasticité, une déformation persiste après la décharge : c'est la déformation plastique (Fig. I.1). La déformation plastique est donc (essentiellement) irréversible. En général, elle est isochore : le volume de l'objet qui se déforme reste inchangé tout au long du processus de déformation plastique.

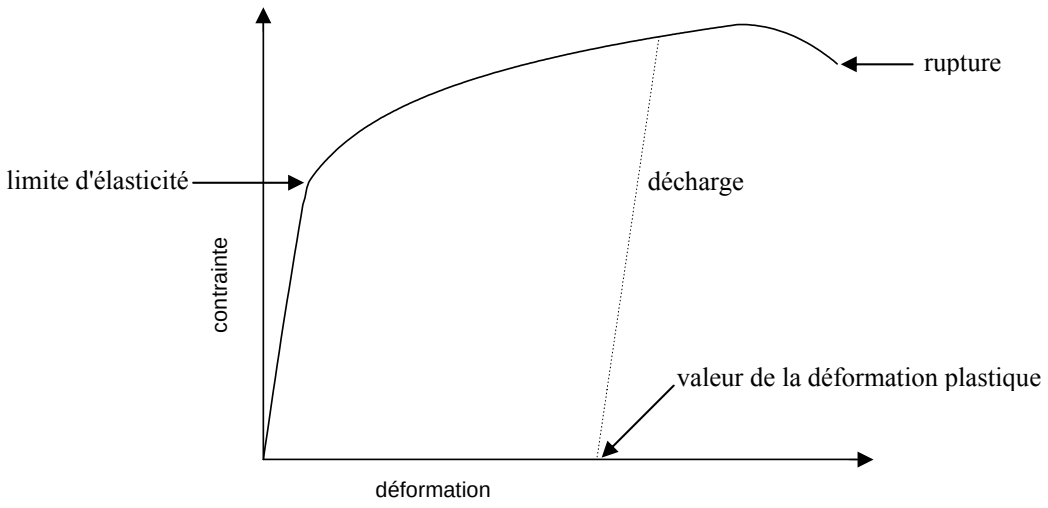

Figure I.1. Schéma d'une courbe de traction.

Dans le présent document, il sera uniquement question de la déformation plastique des matériaux cristallins, c'est à dire des solides au sein desquels les atomes sont empilés suivant des structures régulières. Ces matériaux s'opposent aux solides amorphes dont la structure atomique ne possède pas d'ordre à grande distance ainsi qu'aux polymères, qui possèdent

généralement à la fois des domaines cristallins (pliage symétrique et régulier des chaînes moléculaires) et amorphes.

I.1.2. Dislocations et mécanismes associés

I.1.2.1. Définition

La déformation plastique des corps cristallins peut se produire grâce aux mouvements de défauts topologiques à 1 dimension, les dislocations. Ces perturbations unidimensionnelles de l'arrangement des atomes permettent le glissement de plans cristallins : à l'image d'un tapis qu'on déplace par création puis propagation d'un pli (Fig. I.2), il est énergétiquement plus favorable pour un cristal de se déformer en créant puis en propageant des dislocations en son sein. Un tel déplacement n'implique en effet à chaque étape que peu de liaisons interatomiques et nécessite donc moins d'effort qu'un glissement instantané et rigide d'une moitié du cristal sur l'autre.

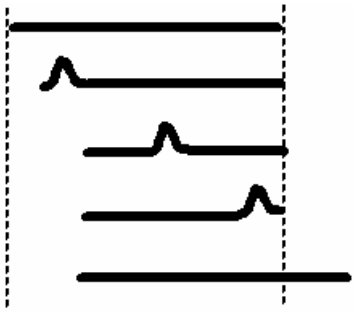

Figure I.2. La propagation d'un pli le long d'un tapis, analogue au mouvement d'une dislocation coin.

Les dislocations constituent en quelque sorte des vecteurs de la déformation plastique : lorsqu'elles se déplacent, le cristal se déforme par cisaillement. La déformation élémentaire propagée lors du déplacement d'une dislocation peut être représentée par un vecteur *b*. Ce vecteur *b* est appelé vecteur de Burgers. On dit que la dislocation est coin si le vecteur de Burgers est perpendiculaire à la ligne de dislocation, qu'elle est vis s'il est parallèle et qu'elle est mixte dans les autres cas. La figure I.3 schématise le déplacement d'une dislocation coin dans un cristal. Lorsque la dislocation traverse le cristal de part en part, la partie inférieure de

celui-ci glisse de la distance *b* par rapport à la partie supérieure. Ainsi, lorsqu'une dislocation traverse le cristal jusqu'à sa surface, elle y laisse une marche de hauteur *b*.

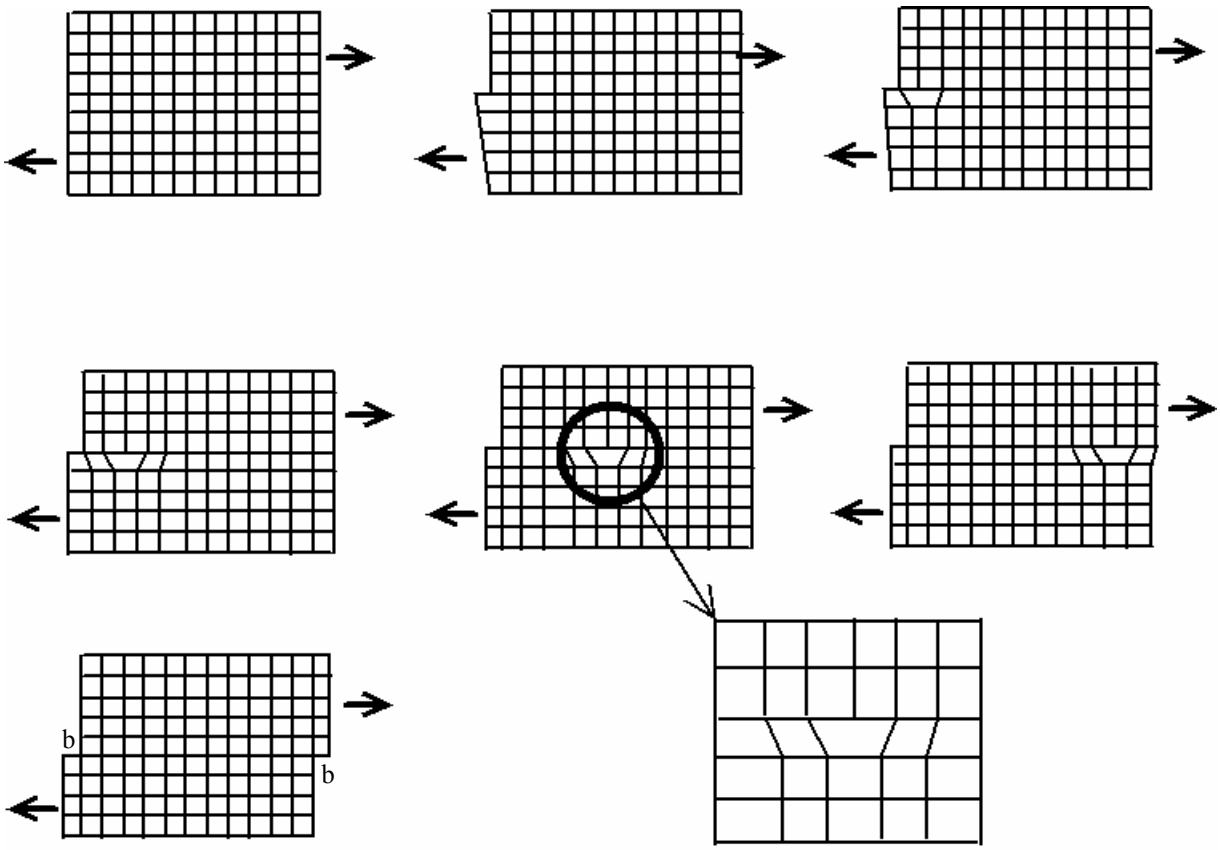

Figure I.3. Déplacement d'une dislocation coin dans un cristal.

La contrainte macroscopique nécessaire pour amorcer le mouvement général des dislocations est la limite d'élasticité. Cependant, le déplacement d'une dislocation dépend directement de la contrainte locale (résultat de la contrainte externe appliquée et des contraintes internes dues aux autres défauts du matériau) ainsi que de l'agitation thermique.

I.1.2.2. Création de dislocations

Le processus de croissance de tout cristal s'accompagne de la création de dislocations en son sein. Des dislocations peuvent aussi être crées sous certaines conditions de déformation. Des dislocations peuvent pénétrer un matériau lors de sa déformation à partir de

ses surfaces ou y être crées en volume par l'intermédiaire de divers mécanismes. Le plus connu des mécanismes de création en volume est la source de Frank-Read (Fig. I.4).

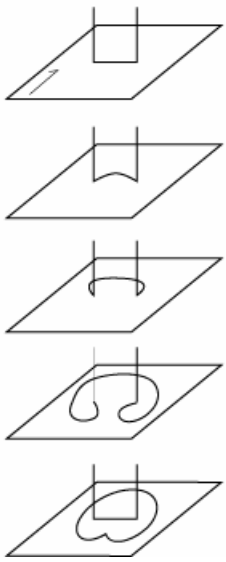

Figure I.4. Illustration du fonctionnement d'une source de Frank-Read. Initialement, un segment de dislocation est ancré par ses deux extrémités dans un plan cristallin (à cause d'impuretés ou de dislocations immobiles). Sous l'effet de la contrainte locale, la ligne de dislocation devient instable et commence à se courber. La ligne finit par se courber sur elle-même, produisant une boucle nouvelle de dislocation qui est libre de se propager, ainsi qu'un segment de dislocation qui reste ancré et qui peut initier à son tour la création de nouvelles boucles.

I.1.2.3. Interaction entre dislocations

Comme tout défaut topologique, la présence d'une dislocation dans le cristal est couplée à l'existence d'un champ de contraintes internes et de déformations. A une certaine distance (> 1.5 *b*) du cœur de la dislocation, les déformations du réseau cristallin sont suffisamment faibles pour appartenir au domaine élastique et les principes de l'élasticité linéaire permettent de calculer le tenseur des contraintes associé à la présence d'une dislocation. Dans un repère orthonormé (x1, x2, x3), si μ est le module de cisaillement, une ligne de dislocation vis disposée le long de l'axe x3 produit en un point *M* de coordonnées (x_1, x_2, x_3) un tenseur des contraintes dont les seules composantes non nulles sont égales à [*Volterra*, 1907] :

$$\sigma_{13} = \sigma_{31} = -\frac{\mu b}{2\pi}\frac{x_2}{x_1^2 + x_2^2} \qquad \textbf{(I.1)}$$

$$\sigma_{23} = \sigma_{32} = \frac{\mu b}{2\pi}\frac{x_1}{x_1^2 + x_2^2} \qquad \textbf{(I.2)}$$

Soit en coordonnées cylindriques (r, θ, z) : $\sigma_{\theta z} = \sigma_{z\theta} = \dfrac{\mu b}{2\pi r}$ **(I.3)**

Selon une configuration identique, si ν est le coefficient de Poisson, une ligne de dislocation coin produit un tenseur des contraintes dont les seules composantes non nulles sont égales à [*Nabarro*, 1952] :

$$\sigma_{11} = -\frac{\mu b}{2\pi(1-\nu)}\frac{\sin\theta(2+\cos\theta)}{r} \qquad \textbf{(I.4)}$$

$$\sigma_{22} = \frac{\mu b}{2\pi(1-\nu)}\frac{\sin\theta\cos 2\theta}{r} \qquad \textbf{(I.5)}$$

$$\sigma_{33} = \nu(\sigma_{11}+\sigma_{22}) \qquad \textbf{(I.6)}$$

$$\sigma_{12} = \sigma_{21} = \frac{\mu b}{2\pi(1-\nu)}\frac{\cos\theta\cos 2\theta}{r} \qquad \textbf{(I.7)}$$

où $r = (x_1^2+x_2^2)^{1/2}$, $\cos\theta = x_1/(x_1^2+x_2^2)^{1/2}$ et $\sin\theta = x_2/(x_1^2+x_2^2)^{1/2}$. Chaque dislocation exerce donc à la fois un certain champ de contraintes, tout en étant sensible aux champs de contraintes des autres dislocations. L'existence de ce champ de contrainte longue-distance, décroissant en $1/r$, est fondamentale du point de vue de la dynamique des dislocations. Il est responsable des interactions mutuelles qui ont lieu entre dislocations.

D'une manière générale, la force agissant sur une dislocation, dite force de Peach-Koehler, s'exprime, par unité de longueur de dislocation, sous la forme :

$$\vec{F} = \overline{\overline{\sigma}}\vec{b} \wedge \vec{dl} \qquad \textbf{(I.8)}$$

où $[\sigma]$ est le tenseur local des contraintes, b le vecteur de Burgers et dl un vecteur unitaire porté par la ligne de dislocation. La force d'interaction, exercée par une dislocation l_1 sur une dislocation l_2, s'écrit alors :

$$\vec{F_{12}} = \overline{\overline{\sigma_1}}\vec{b_2} \wedge \vec{dl_2} \qquad \textbf{(I.9)}$$

où $[\sigma_1]$ est le tenseur des contraintes exercées par la dislocation l_1 en tout point intérieur à la dislocation l_2, dl_2 un vecteur unitaire porté par la ligne de dislocation l_2 et b_2 son vecteur de Burgers. Selon les configurations, les interactions entre dislocations peuvent être alors attractives (l'annihilation de deux dislocations de signes opposés étant possible) ou répulsives. Naturellement, une dislocation subit également l'influence de ses auto-contraintes (comme par exemple au cours du fonctionnement d'une source de Frank-Read, Fig. I.4).

I.1.2.4. Systèmes de glissement

Toutes les dislocations dans un matériau ne sont pas mobiles. Des analyses microscopiques d'échantillons déformés montrent d'ailleurs que les glissements de dislocations se produisent généralement dans des plans bien déterminés de la maille cristalline. En fait, les plans de glissement se révèlent presque toujours être les plans de plus forte densité atomique, et les directions de glissement les directions cristallographiques les plus denses. Le tableau I.1 présente quelques-uns des principaux systèmes de glissement observés.

Structure cristalline	Plans de glissement	Directions de glissement
cubique faces centrées (c.f.c.)	{111}	<110>
cubique centré (c.c.)	{110}, {112}, {123}	<111>
hexagonal compact (h.c.)	{0001}	<11-20>

Tableau I.1. Principaux systèmes de glissement observés.

La figure I.5 schématise un échantillon monocristallin soumis à une force F en traction simple : seule la composante projetée sur un système de glissement activable peut induire une déformation plastique. D'après les notations de la figure I.5, la cission résolue σ sur un plan de glissement donné et dans la direction de glissement a pour expression :

$$\sigma = \frac{F}{S_0} \cos\lambda \cos\mu \qquad \textbf{(I.10)}$$

Le terme ($\cos\lambda \cos\mu$) est appelé facteur de Schmid pour le système de glissement considéré. Il permet de calculer la contrainte macroscopique nécessaire à l'activation d'un système de glissement en fonction de la direction de l'effort appliqué.

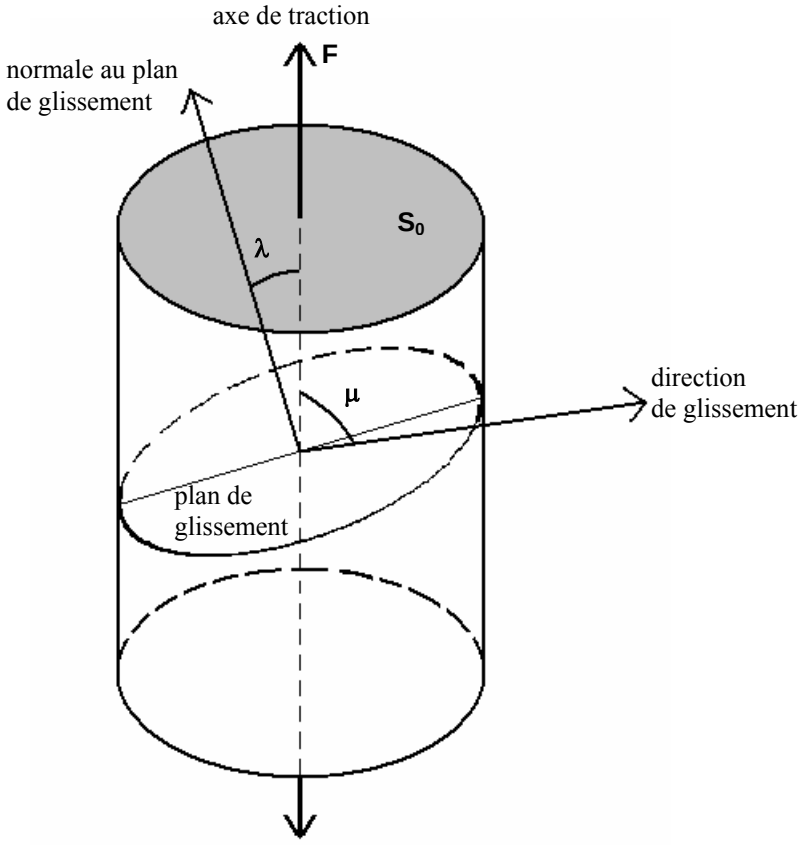

Figure I.5. Schéma illustrant la loi de Schmid.

I.1.2.5. Montée des dislocations

Outre le glissement d'une dislocation dans un plan défini, un autre type de mouvement peut être rencontré : la montée. La montée est l'opération qui consiste à déplacer une dislocation en dehors de son plan de glissement. La montée d'une dislocation s'effectue par déplacement de crans le long de sa ligne, par absorption ou émission de lacunes. De fait, la montée est un processus thermiquement activé. Elle est principalement active lors de sollicitations à chaud lorsque la diffusion est importante.

I.1.2.6. Barrières de Peierls

D'une façon générale, le déplacement des dislocations au sein du réseau cristallin est conditionné par le franchissement de barrières d'énergie dites « barrières de Peierls ». Le

réseau cristallin étant périodique, les atomes du réseau se trouvent initialement dans un état d'énergie minimum. Le passage d'une dislocation entraîne une modification locale de la position des atomes et donc une augmentation de leur état énergétique. Les atomes se retrouvent à nouveau dans leur état d'énergie minimum lorsque la dislocation s'est déplacée d'un vecteur de Burgers. Pendant son mouvement, l'énergie élastique d'une dislocation passe donc par des maximums locaux. Il lui faut vaincre ces barrières d'énergie pour avancer. Par conséquent, on a un phénomène similaire au frottement. Cette force de frottement induite est appelée « force de Peierls » ou force de friction. De ce fait, lorsqu'un métal subit une déformation plastique, il s'échauffe. Contrainte et agitation thermique se partagent le travail pour franchir ces « barrières de Peierls », l'énergie prélevée sur les vibrations thermiques du réseau étant d'autant plus faible que la contrainte locale est forte. A contrainte égale, la probabilité de franchissement d'une « barrière de Peierls » diminue donc avec la température. Par conséquent, le rôle de la friction de réseau sur la mobilité des dislocations sera d'autant plus marqué qu'on se trouvera loin du point de fusion.

I.1.2.7. Mâclage

Parfois, les matériaux cristallins réagissent au cisaillement auquel ils sont soumis par un mécanisme particulier, différent du glissement des dislocations : le mâclage. Le mâclage est l'opération qui amène une partie du cristal à être cisaillée entre deux plans (qui vont former les interfaces avec la partie non déformée, Fig. I.6). Il s'agit d'une opération qui requiert d'importantes concentrations de contrainte. Le glissement et le mâclage sont les deux principaux mécanismes permettant d'accommoder la déformation plastique, mais alors que le glissement produit des déplacements qui sont des multiples entiers de la distance interatomique, lors du mâclage, les atomes se déplacent de moins d'une distance interatomique. De plus, ce déplacement coordonné des atomes induit une désorientation cristallographique de la région mâclée par rapport au reste du cristal. Toutefois, les mécanismes de mâclage peuvent aussi s'interpréter à partir du mouvement des dislocations, en considérant le déplacement de dislocations partielles. En changeant localement l'orientation du cristal, le mâclage est susceptible d'autoriser l'activation de nouveaux systèmes de glissement. Par conséquent, l'importance du mâclage sur la déformation totale est

particulièrement marquée dans les matériaux où le nombre de systèmes de glissement est réduit, comme ceux de structure hexagonale compacte.

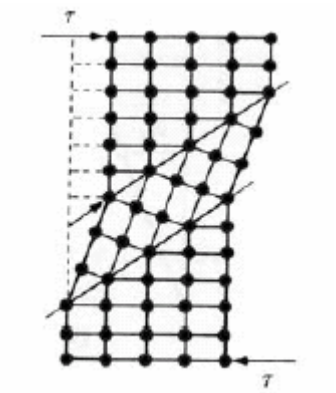

Figure I.6. Système de mâclage.

I.1.2.8. Hétérogénéités

Le plus souvent, les matériaux sont polycristallins, c'est à dire constitués d'agrégats de grains. Les grains d'un polycristal s'ajustent exactement mais leurs orientations cristallines diffèrent. D'après la loi de Schmid (Eq. I.10.), chaque grain subit donc une déformation différente de ses voisins. Il se crée ainsi des incompatibilités de déformation entre grains. Par ailleurs, comme les systèmes de glissement entre grains adjacents ne concordent pas entre eux, le mouvement des dislocations est le plus souvent bloqué aux joints de grains. Par conséquent, les matériaux polycristallins vont le plus souvent s'écrouir : l'effort à appliquer pour obtenir une déformation donnée augmente. D'une manière plus générale, les dislocations vont interagir avec tous les défauts présents au sein du cristal, contribuant par la sorte à l'écrouissage du matériau. Ces défauts ou obstacles peuvent être des atomes de solutés, d'autres dislocations (notamment les dislocations immobiles intersectant les plans de glissement, appelées « dislocations de la forêt ») ou encore des joints de grains, voire des joints de mâcles.

I.2. Caractère hétérogène et intermittent de l'écoulement plastique

I.2.1. Problématique

La déformation plastique est un problème multi-échelle d'une très grande complexité. En effet, les processus mis en jeu se déroulent à des échelles spatiales qui s'étendent depuis l'échelle atomique, prenant en compte l'arrangement des atomes et les propriétés des défauts, jusqu'à l'échelle macroscopique significative de la déformation subie par l'échantillon. De même, l'échelle de temps considérée va de la période de vibration des atomes (10^{-13} / 10^{-12} s) jusqu'à la durée nécessaire pour réaliser des expériences (quelques heures, voire quelques jours ou même plus dans le cas de problèmes de vieillissement).

Par le passé, l'étude de la déformation plastique s'est faite suivant deux approches bien distinctes. D'une part, la communauté des mécaniciens a traité le problème de la plasticité d'un point de vue continu. Un puissant formalisme mathématique a été développé afin de rendre compte des différents processus de déformation. A l'image de la modélisation par éléments finis, de nombreux modèles de plasticité continue servent aujourd'hui dans des applications d'ingénierie. Ces modèles considèrent implicitement que la déformation plastique, en l'absence de cas « pathologiques » (instabilités plastiques), peut être envisagée tel un écoulement régulier et homogène, quasi-laminaire. D'autre part, en science des matériaux, l'étude de la plasticité a été avant tout envisagée à partir de l'observation microscopique du mouvement individuel des dislocations. De très nombreux travaux ont été consacrés à la modélisation et à la compréhension des propriétés des dislocations et de leurs liens avec la structure atomique des matériaux.

Un des problèmes majeurs en plasticité est d'arriver à relier les processus microstructuraux aux équations constitutives de la mécanique continue. Par nature, les dislocations sont des défauts discrets. De ce fait, l'écoulement plastique à l'échelle des dislocations individuelles est nécessairement inhomogène spatialement. De plus, à cause de la présence d'obstacles locaux, il est aussi le plus souvent intermittent. Mais pendant longtemps, les mouvements de dislocations ont été considérés incohérents entre eux, et la superposition incohérente de comportements individuels hétérogènes était supposée conduire à une

déformation statistiquement homogène à l'échelle mésoscopique de multiples défauts. Par conséquent, la vision dominante rendait hors de propos la question du caractère local et intermittent de la déformation microscopique dès lors que de multiples défauts étaient en jeu. Ainsi, le plus souvent, le passage entre les mouvements de dislocations et le comportement macroscopique de l'échantillon était supposé pouvoir se faire à partir de procédures d'homogénéisation. Ces procédures d'homogénéisation définissent un « volume élémentaire représentatif », petit en comparaison des dimensions de l'échantillon, et à partir duquel il est supposé raisonnable de moyenner les propriétés microscopiques du matériau ; les éventuelles fluctuations microscopiques n'étant pas censées s'étendre au-delà d'un tel volume. En fait, les procédures d'homogénéisation supposent implicitement que le théorème centrale limite (voir par exemple [*Sornette*, 2000] pour une description complète de ce théorème) peut s'appliquer à la population des défauts considérés. Si les conditions du théorème centrale limite sont remplies, les fluctuations (équivalentes à la variance) des propriétés microscopiques décroissent en $1/\sqrt{N}$ (N étant le nombre de défauts) et il est alors justifié de les supprimer lors d'une opération de « moyennisation » en considèrant un volume englobant un nombre suffisamment grand de défauts. Selon une telle approche, l'écoulement plastique régulier envisagé par la mécanique continue doit pouvoir se retrouver à partir d'une moyenne directe des comportements individuels des défauts microscopiques.

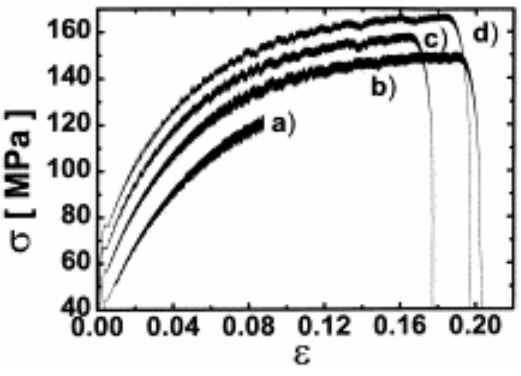

Figure I.7. Manifestation de l'effet PLC lors de la déformation d'un alliage Al-1.5%Mg à différentes vitesses. [*Chmelik et al.*, 2002]

Selon le point de vue des procédures d'homogénéisation, une localisation spatio-temporelle de la déformation ne peut avoir lieu que si la déformation macroscopique est elle-même instable (à cause de mécanismes provoquant un adoucissement temporaire du matériau). Ces instabilités plastiques correspondent aux cas « pathologiques » évoqués

précédemment. Parmi les plus connus, on peut citer les bandes de Lüders ou l'effet Portevin-Le Châtelier (PLC) [*Cottrell*, 1953 ; *Friedel*, 1964] (voir l'allure en dents de scie des courbes contrainte-déformation de la figure. I.7). De par leur originalité scientifique, ces phénomènes ont été étudiés en détail. En revanche, ils furent généralement considérés comme des comportements non-génériques en plasticité, en dehors du champ ordinaire de la plupart des applications pratiques.

Historiquement, la formule d'Orowan apparaît comme l'une des premières illustrations rudimentaires de l'approche classique du passage micro-macro. Elle relie en effet la vitesse de déformation macroscopique de l'échantillon à des quantités microscopiques moyennes, telles que ρ_m, la densité de dislocations mobiles, et v, leur vitesse moyenne le long de la direction de glissement (parallèle au vecteur de Burger b) :

$$\frac{d\varepsilon}{dt} = \rho_m b v \qquad \textbf{(I.11)}$$

Rigoureusement, cette équation n'est valable que dans le cas idéal d'un monocristal contenant une densité fixe de dislocations mobiles se déplaçant toutes dans un même système de glissement et à la même vitesse. De fait, elle néglige donc les éventuelles variations spatiales et temporelles de la vitesse et de la densité des dislocations.

Néanmoins, la plupart des méthodes utilisées jusqu'alors pour modéliser le comportement mécanique des matériaux, via la prise en compte des processus microstructuraux, reprennent un moment ou à un autre l'approximation d'Orowan. Ces méthodes se sont certes avérées efficaces concernant la modélisation des matériaux à faible mobilité de dislocations (par exemple, les métaux cubiques centrés à basse température). En revanche, elles se sont montrées peu performantes pour modéliser le comportement de matériaux à densité et / ou mobilité de dislocations élevées. Ces approches ignorent par nature les corrélations longue-distance existant entre dislocations, ainsi que les phénomènes collectifs qui en découlent et qui sont susceptibles d'émerger au cours de la déformation. Or, dans les matériaux possédant une forte mobilité de dislocations, l'existence de phénomènes collectifs de dislocations est maintenant reconnue. En fait, dans ces matériaux, le mouvement des dislocations s'effectue de manière fortement hétérogène dans l'espace et dans le temps. La déformation plastique s'effectue au travers d'épisodes isolés au cours desquels la vitesse de déformation instantanée peut excéder la vitesse de déformation moyenne de plusieurs ordres de grandeur. Ces épisodes transitoires sont fortement localisés et impliquent un grand nombre de dislocations. On leur associe communément le terme « d'avalanche de dislocations ».

Ainsi, pour les matériaux à mobilité de dislocations élevée, les mouvements collectifs de dislocations n'apparaissent plus confinés aux seuls cas des instabilités plastiques mais semblent plutôt constituer une caractéristique générique de leur déformation plastique. Ces dernières années, la vision historique d'une déformation plastique stable et homogène a alors été remise en cause, à la fois d'un point de vue expérimental et théorique. A la place, un nouveau paradigme est entrain d'émerger en plasticité où la déformation est essentiellement accommodée par des phénomènes avalancheux de dislocations de toutes tailles et dont les corrélations spatiales et temporelles s'étendent sur de très longues distances.

I.2.2. Observations expérimentales

L'hétérogénéité spatiale de l'écoulement plastique fut d'abord caractérisée, d'un point de vue statique, par l'observation après déformation de la surface des métaux [*Neuhäuser*, 1983]. Par la suite, l'arrangement en structures cellulaires des dislocations fut observé en volume [*Hähner et al.*, 1998]. Ces dernières années, l'hétérogénéité de la déformation plastique a parallèlement été abordée selon une approche différente. Cette nouvelle approche implique la mesure et l'analyse de signaux temporels générés au cours de la déformation [*Kubin et al.*, 2002]. En pratique, les mouvements collectifs de dislocations peuvent être étudiées à travers leur influence sur diverses propriétés qui sont sensibles à la densité et à la vitesse des dislocations mobiles [*Kubin et al.*, 2002]. Par exemple, l'analyse de la réponse électrique [*Bobrov et al.*, 1993] ou de l'émission acoustique (EA) [*Weiss et Grasso*, 1997] générée lors de la déformation permet d'effectuer une étude statistique des événements locaux de déformation plastique. L'intermittence de la déformation plastique peut aussi se retrouver sur de simples courbes contrainte-déformation, quand les instabilités plastiques sont particulièrement prononcées comme dans le cas de l'effet Portevin-Le Châtelier [*Ananthakrishna et al.*, 1999] ou dans le cas général quand le volume considéré est suffisamment petit (déformation par nanoindentation [*Li et al.*, 2005] ou déformation directe d'échantillons de taille microscopique [*Uchic et al.*, 2004]).

Nous exposons ici, de manière non exhaustive, quelques-uns des principaux travaux expérimentaux qui ont mis en évidence le caractère fortement hétérogène et intermittent de la déformation plastique. Nous insistons particulièrement sur l'analyse de la dynamique de la

déformation plastique à partir d'expériences d'EA ; expériences auxquelles la présente thèse fait directement suite.

I.2.2.1. Analyse de surfaces

I.2.2.1.1. Lignes de glissement

L'analyse microscopique après déformation de la surface d'échantillons monocristallins a permis de mettre en évidence, dès les années 50, l'hétérogénéité spatiale de la déformation plastique. Dans des conditions de glissement simple, ces analyses révèlent la présence de lignes de glissement parallèles (Fig. I.8). Ces lignes correspondent aux intersections de la surface avec les plans de glissement. En fait, les dislocations qui se déplacent le long des plans de glissement laissent à la surface des marches (voir Fig. I.3). La hauteur d'une marche de glissement correspond au nombre de dislocations ayant traversées le cristal le long d'une ligne. Ces marches donnent donc une indication des concentrations locales de la déformation.

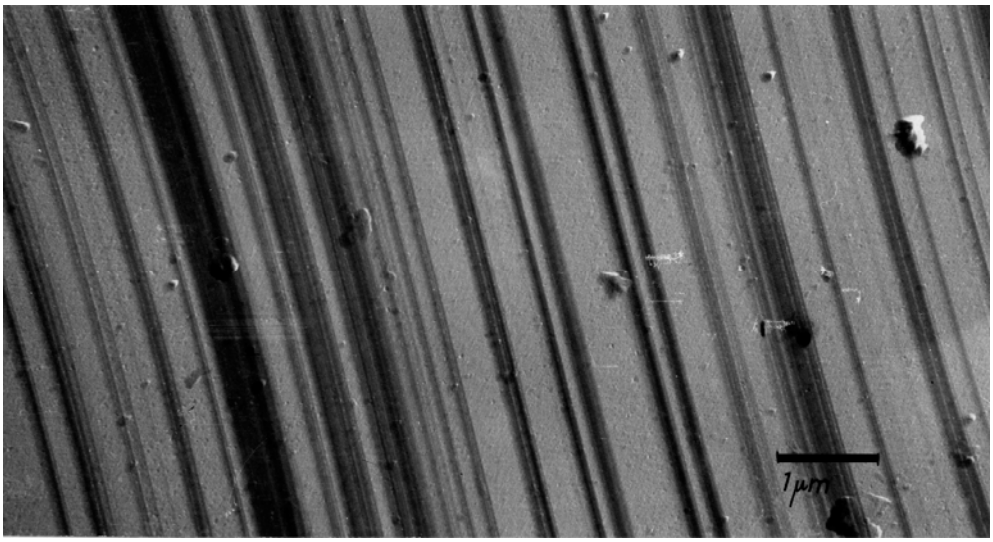

Figure I.8. Lignes de glissement à la surface d'un monocristal de Cu30at%Zn déformé à 19.4 % en tension, à 77 K. [*Zaiser*, 2006]

Sur la figure I.8, il apparaît clairement que l'espacement entre lignes de glissement n'est pas régulier. Dès les années 80, il a été fait allusion au possible caractère fractal de l'arrangement

spatial des lignes de glissement. *Kleiser et Bocek* [1986] ont utilisé différentes techniques (distribution des distances inter-lignes, comptage de boîtes et intégrale de corrélation) afin de déterminer la dimension fractale des lignes de glissement générées lors de la déformation de monocristaux de Cu. *Kleiser et Bocek* [1986] ont montré que les lignes de glissement, formées dans un intervalle de déformation bien particulier ($0.59 < \varepsilon < 0.69$), possédaient une structure statistiquement auto-similaire sur une gamme d'échelle allant de 0.06 à 2 µm. Suivant la méthode utilisée, ils ont trouvé une dimension fractale $D \approx 0.4$-0.7. Ces observations indiquent que l'arrangement des lignes de glissement observé diffère fondamentalement d'un arrangement poissonien (répartition aléatoire). Les fluctuations de l'écoulement plastique ainsi mises en évidence ne sont donc ni régulières, ni aléatoires mais corrélées sur de longues distances. En revanche, les analyses prenant en compte l'accumulation des lignes de glissement depuis le début de la déformation n'ont pas montré de signes évidents de comportement auto-similaire. Les corrélations constatées ne semblent ainsi persister que sur des intervalles de temps limités. Enfin, il faut noter que l'analyse réalisée par *Kleiser et Bocek* [1986] ne tient pas compte de manière quantitative de la hauteur des marches de glissement. Les corrélations longue-distance observées ne peuvent donc pas s'interpréter directement en termes de corrélations dans le champ de déformation du matériau.

I.2.2.1.2. Morphologies de surface

D'une manière plus générale, le profil de surface d'un cristal déformé et à la surface initialement lisse est directement relié aux distorsions plastiques qui se produisent à sa surface. Les progrès réalisés dans les techniques de caractérisation, notamment l'apparition du microscope à force atomique (AFM), permettent maintenant d'analyser la hauteur des surfaces avec une précision de l'ordre de 10 nm. Récemment, *Zaiser et al.* [2004] ont caractérisé le profil à une dimension de la surface d'un polycristal de Cu à différents taux de déformation. En combinant l'utilisation de deux techniques, AFM et SWLI (scanning white-light interferometry), ils ont pu couvrir une gamme d'échelle allant de 10 nm à 2 mm. La figure I.9 montre deux profils types de surface obtenus par AFM et par SWLI (la direction des x correspond à la direction du profil tandis que l'axe y est perpendiculaire à la surface). Cette figure met en évidence des variations spatiales extrêmement irrégulières pour la hauteur de surface. De plus, les deux profils obtenus à des échelles d'observation différentes présentent

des caractéristiques a priori semblables, ce qui laisse entrevoir d'éventuels comportements en loi d'échelle pour la variation de rugosité de surface. Dans ce but, *Zaiser et al.* [2004] ont réalisé différentes analyses statistiques qui ont révélé la présence de corrélations longue-distance dans le champ de déformation émergeant à la surface. *Zaiser et al.* [2004] ont tout d'abord cherché à mettre en évidence un possible comportement auto-affine (voir [*Schmittbuhl et al.*, 1995]) du profil de surface. Pour ce faire, ils ont regardé l'évolution de la différence de hauteur entre 2 points du profil suivant la distance L séparant ces 2 points. Sur près de 4 ordres de grandeur (de 0.05 µm à 100 µm), ils observent une relation :

$$\left\langle \left| y(x) - y(x+L) \right| \right\rangle \sim L^H \qquad \textbf{(I.12)}$$

qui est significative d'un comportement auto-affine ($H \approx 0.75$). Le comportement auto-affine du profil de surface peut également être mis en évidence à partir des distributions de probabilité des différences de hauteur. De cette analyse, *Zaiser et al.* [2004] déduisent une dimension fractale $D = 2H - 1 \approx 0.5$ pour le champ de déformation à 1 dimension qui est

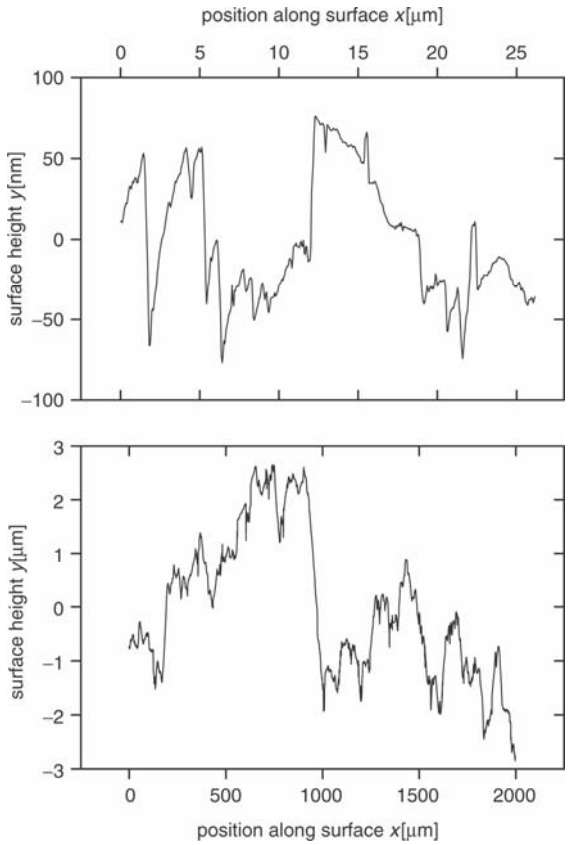

Figure I.9. Profils de surface pris à $\varepsilon = 9.6\%$; en haut : profil obtenu par AFM ; en bas : profil obtenu par SWLI. [*Zaiser et al.*, 2004]

associé au profil de surface. Cette valeur est cohérente avec les valeurs de dimension fractale mesurées par *Kleiser et Bocek* [1986] concernant la structure des lignes de glissement.

L'hétérogénéité spatiale observée à partir de l'analyse des surfaces d'échantillons déformés résulte de mouvements collectifs de plusieurs dislocations. Le caractère fractal associé aux lignes de glissement et aux profils de surface, indique l'existence de corrélations longue-distance entre ces mouvements. Ces analyses montrent que certaines manifestations de la déformation plastique peuvent, sous certaines conditions, être statistiquement invariantes par changement d'échelle.

I.2.2.2. Structure de dislocations

Afin de réduire l'énergie emmagasinée, des structures cellulaires de dislocations peuvent se former spontanément au cours de la déformation plastique des métaux. Ces cellules sont constituées de « murs » riches en dislocations, tandis que l'intérieur est lui particulièrement pauvre en dislocations. Ces arrangements sont une conséquence des interactions mutuelles existant entre dislocations. De telles structures de dislocations peuvent être visualisées à l'aide d'un microscope électronique en transmission (Fig. I.10). *Hähner et al.* [1998] ont révélé leur nature fractale dans des monocristaux de Cu déformés en tension. En revanche, d'autres chercheurs [*Godfrey et Hughes*, 2004] ayant réalisé de semblables analyses microstructurales pour toute une gamme de matériaux et de conditions de déformation, aboutissent à des conclusions différentes. Ils montrent que les tailles des cellules de dislocations peuvent se distribuer, de manière identique pour tous les métaux déformés, autour d'une valeur moyenne. Or, l'existence d'une taille de cellule caractéristique bien définie est par définition incompatible avec l'invariance d'échelle associée aux structures fractales. De plus, cette dernière observation indique également qu'il n'existe pas forcément de correspondance directe entre la manifestation discrète de l'écoulement plastique (voir Chap. I.2.2.1.2) et la microstructure des défauts qui en sont à l'origine. Un mécanisme pourrait ainsi gouverner l'organisation spatiale du glissement et un autre celui de l'arrangement spatial des défauts [*Zaiser et al.*, 2004].

Très récemment, *Jakobsen et al.* [2006] ont présenté une méthode de diffraction des rayons X permettant de suivre de manière dynamique l'évolution des structures de dislocations. Au cours de la déformation plastique d'échantillons de cuivre pur, leurs

expériences révèlent que les régions vierges de dislocations évoluent selon une dynamique complètement intermittente. Avec un volume en perpétuelle évolution, ces régions apparaissent et disparaissent de manière irrégulière tout au long de la déformation.

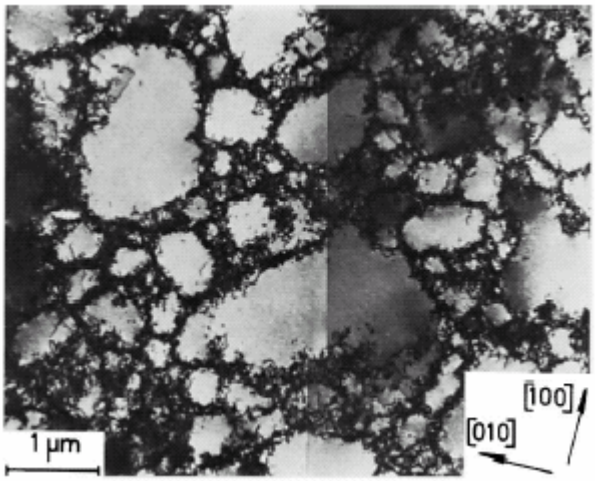

Figure I.10. Microscopie électronique en transmission d'une structure cellulaire de dislocations d'un monocristal de Cu déformé en tension sous une contrainte de 75.6 MPa, le long de la direction [100], à température ambiante. [*Mughrabi et al.*, 1986]

I.2.2.3. Expériences d'émission acoustique

I.2.2.3.1. Principe

Lors de leur déplacement, les dislocations dissipent de l'énergie (essentiellement sous forme de chaleur). Si leur déplacement est suffisamment rapide, une partie de cette énergie est émise sous forme d'ondes acoustiques. Par conséquent, le déplacement rapide de plusieurs dislocations est potentiellement détectable par mesure d'émission acoustique (EA). En fait, l'EA permet de révéler les salves localisées de déformation qui peuvent avoir lieu au cours de la plasticité. Inversement, un écoulement plastique régulier et homogène a très peu de chances d'être détecté [*Rouby et al.*, 1983a ; 1983b].

Depuis une dizaine d'années, des expériences d'EA réalisées sur le matériau glace ont contribuées à mettre en évidence le caractère fortement intermittent de l'écoulement plastique [*Weiss et Grasso*, 1997 ; *Weiss et al.*, 2001 ; *Miguel et al.*, 2001 ; *Weiss et Marsan*, 2003 ; *Weiss et Miguel*, 2004]. Ces expériences consistent à déformer plastiquement des

monocristaux de glace en compression uniaxiale et à enregistrer simultanément l'EA provenant de l'échantillon. Etant donné les caractéristiques des paramètres d'acquisition de ces expériences (seuil de détection, bande passante des capteurs…), il a été montré que l'EA détectée résultait de mouvements rapides et coopératifs d'un grand nombre de dislocations [*Weiss et Grasso*, 1997]. Ces mouvements peuvent être assimilés à des avalanches de dislocations. A partir d'un modèle source d'émission acoustique [*Rouby et al.*, 1983a], il a été également montré que la somme des amplitudes acoustiques mesurées dans le cadre de ces expériences pouvait constituer un indicateur de la déformation macroscopique de l'échantillon, $\Sigma A_0 \sim \varepsilon$ [*Weiss et Grasso*, 1997]. Un enregistrement de signal acoustique typique de l'une de ces expériences est représenté en inséré de la figure I.11. Ce signal est composé de salves discrètes d'EA et présente un caractère fortement intermittent. Son allure est par conséquent cohérente avec la vision d'un écoulement plastique irrégulier dans le temps et qui s'effectue essentiellement au travers d'avalanches de dislocations.

L'EA permet d'effectuer une analyse statistique détaillée de l'hétérogénéité du processus de déformation d'un point de vue énergétique (mesure des énergies associées aux avalanches de dislocations) mais également d'un point de vue temporel à partir du temps d'arrivée des salves, ainsi que d'un point de vue spatial en localisant les sources à l'aide de multiples capteurs.

I.2.2.3.2. Analyse énergétique

Une analyse statistique systématique de l'énergie associée aux salves d'EA a été réalisée. Lors de ces expériences, la distribution des énergies acoustiques E associées aux avalanches de dislocations a toujours suivi une loi de puissance : $P(E) \sim E^{-\tau_E}$ [*Miguel et al.*, 2001] (Fig. I.11). La valeur de l'exposant τ_E caractérisant ces distributions est sensiblement identique d'un essai à un autre, $\tau_E = 1.6 \pm 0.1$. Cette valeur est notamment indépendante de la contrainte appliquée [*Miguel et al.*, 2001] (Fig. I.11), c'est à dire de la force motrice à l'origine du mouvement des dislocations. Ces distributions en loi de puissance sont observées sur un très grand nombre de décades (plus de 7).

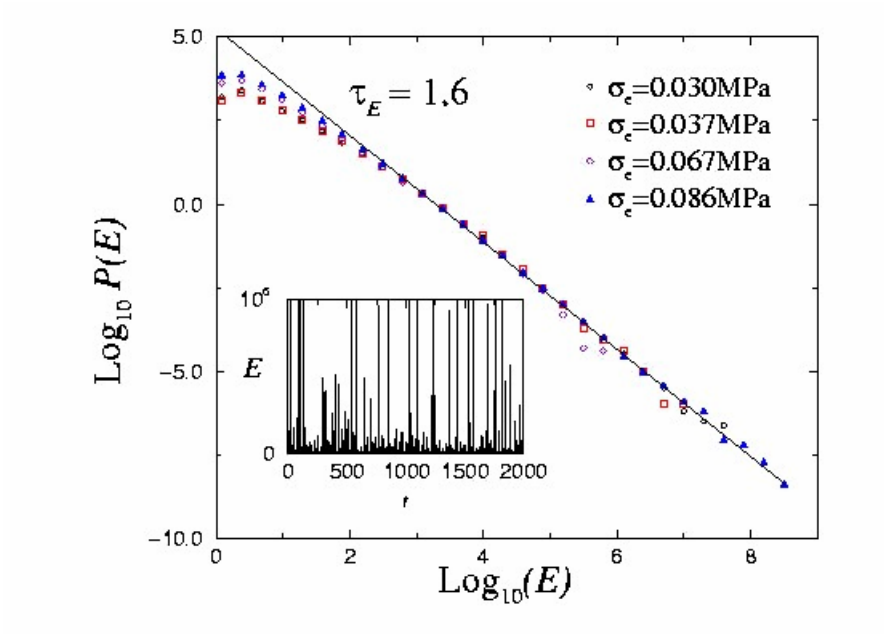

Figure I.11. Distribution des énergies associées aux salves acoustiques enregistrées lors d'essais de fluage compression sur un monocristal de glace à -10°C. En inséré, un enregistrement typique du signal acoustique au cours du temps. [*Miguel et al.*, 2001]

Les distributions en loi de puissance sont remarquables d'un point de vue statistique. Selon la valeur de l'exposant, les moments d'ordre q divergeront en $+\infty$. Par exemple, si X est une variable positive distribuée en loi de puissance, de valeur minimum X_{min}, et $P(X) = kX^{-\alpha}$, avec k constante, sa densité de probabilité, le moment d'ordre q de la variable X est déterminé par $m_q = \int_{X_{\min}}^{+\infty} X^q P(X)dX = \int_{X_{\min}}^{+\infty} kX^{q-\alpha}dX$. Pour $\alpha < 2$, la moyenne (q = 1) divergera en $+\infty$, tandis que la variance (q = 2) divergera en $+\infty$ pour $\alpha < 3$. Dans le cadre des expériences d'EA réalisées sur la glace, la loi de puissance observée pour la distribution des énergies présente un exposant τ_E = 1.6±0.1. Par conséquent, ni la moyenne, ni la variance de la population des événements considérés ne sont définis. A priori, il n'existe ainsi pas de taille d'avalanche qui soit caractéristique du processus de déformation. Autrement dit, le système ne possède pas d'échelle interne. De plus, un tel comportement invariant d'échelle indique que le système se trouve vraisemblablement proche d'un état critique, c'est à dire dans une situation où les différents éléments du système sont corrélés sur de longues distances, de telle manière qu'une toute petite perturbation peut résulter en de gros événements. Différents mécanismes sont susceptibles d'expliquer un comportement critique. *Weiss et al.* [2000] suggèrent que le concept de criticalité auto-organisée (CAO) [*Bak et al.*, 1988] pourrait s'appliquer au cas de la dynamique collective des dislocations dans le monocristal de glace. Les systèmes critiques

auto-organisés sont des systèmes soumis à une sollicitation lente et qui fluctuent spontanément autour de leur point critique sans que l'on ait à ajuster leur « paramètre de contrôle » (voir la thèse de *Lahaie* [2000] pour une description complète du concept de CAO). La pertinence de la CAO vis à vis de la dynamique des dislocations s'appuie sur différents arguments, à commencer par le grand nombre d'éléments (les dislocations) en interaction dans le système, la présence de lois d'échelle qui sont stationnaires au cours du temps ainsi que le caractère réversible des mouvements de dislocations (à la différence de la fracturation où il y a endommagement irréversible des éléments). Selon ce point de vue, lors de la déformation plastique, les dislocations se sont trouvent dans un état marginalement stable. En termes statistiques, leur dynamique globale est stable. Cependant, à tout instant, chaque dislocation se trouve dans un état d'équilibre instable.

I.2.2.3.3. Analyse temporelle

Afin de mettre en évidence d'éventuelles corrélations temporelles entre avalanches de dislocations, *Weiss et al.* [2001] ont calculé l'intégrale de corrélation temporelle *C(t)* :

$$C(t) = \frac{2}{N(N-1)} n(\Delta t < t) \qquad \textbf{(I.13)}$$

N est le nombre total d'événements et $n(\Delta t < t)$ est le nombre de paires d'événements (pas nécessairement successifs) séparés par un temps inférieur à *t*. Par conséquent, *C(t)* est simplement la probabilité que deux événements acoustiques soient séparés dans le temps par une durée inférieure à *t*. Dans le cas d'une distribution aléatoire des événements (distribution de poisson), *C(t)* est proportionnel à *t*. La figure I.12 montre un profil typique de *C(t)*. Tandis qu'une relation de proportionnalité entre *C(t)* et *t* est observée au-dessus d'un certain seuil t_c, un regroupement des événements est constatée en-dessous de ce seuil (la probabilité *C(t)* est supérieure à la probabilité qu'aurait eu une distribution d'événements aléatoires). *Weiss et al.* [2001] expliquent ces observations de la sorte : certaines avalanches, dites principales, sont corrélées dans le temps avec une suite de répliques qui leur est propre. Au delà des corrélations purement statistiques entre avalanches, *Weiss et al.* [2001] suggèrent ainsi que la réalisation même d'une avalanche peut provoquer le déclenchement d'autres avalanches.

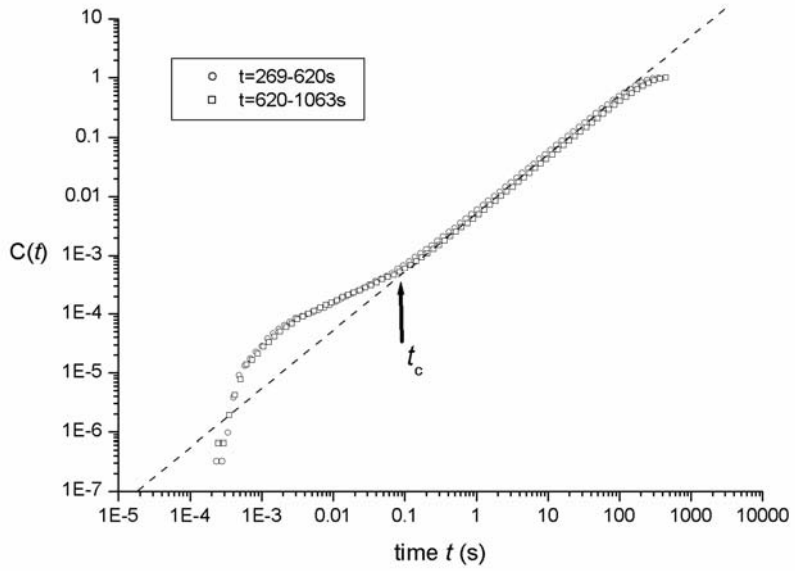

Figure I.12. Intégrale de corrélation *C(t)* calculée pour deux périodes temporelles distinctes au cours d'un essai de fluage compression sur un monocristal de glace à -10°C (σ_{ext} = 0.71 MPa). La ligne en pointillé correspond à *C(t) ~ t*. [*Weiss et al.*, 2001]

Par la suite, cette notion de déclenchement a pu être affinée grâce à une analyse statistique plus détaillée mettant en évidence l'existence de répliques au cours du processus de déformation plastique des monocristaux de glace [*Weiss et Miguel*, 2004]. Le taux moyen d'événements $n_M(t)$ se produisant après une avalanche de magnitude $M\text{-}0.25 \leq M \leq M+0.25$ a été calculé (Fig. I.13, la magnitude M correspond à $M = \log(A_0)$, A_0 étant l'amplitude acoustique maximale de l'événement), le temps origine (t = 0) correspondant à la fin de l'avalanche de magnitude M. L'analyse réalisée montre qu'aux petites échelles de temps l'activité avalancheuse est anormalement élevée par rapport à l'activité moyenne de l'essai (Fig. I.13). Cela signifie que, statistiquement, une avalanche déclenche un surplus d'activité. Cette étude montre de plus que ce surplus d'activité avalancheuse est d'autant plus important et dure d'autant plus longtemps que la magnitude M de l'avalanche principale est élevée (Fig. I.13). Cette constatation a pu être quantifiée en calculant le nombre moyen de répliques déclenchées par des avalanches de magnitude M, N_M, à partir de l'intégrale de la partie de $n_M(t)$ qui se trouve au-dessus de l'activité moyenne de l'essai. *Weiss et Miguel* [2004] ont trouvé que N_M était proportionnelle à une puissance de l'amplitude de l'avalanche, $N_M \sim A^{0.6}$.

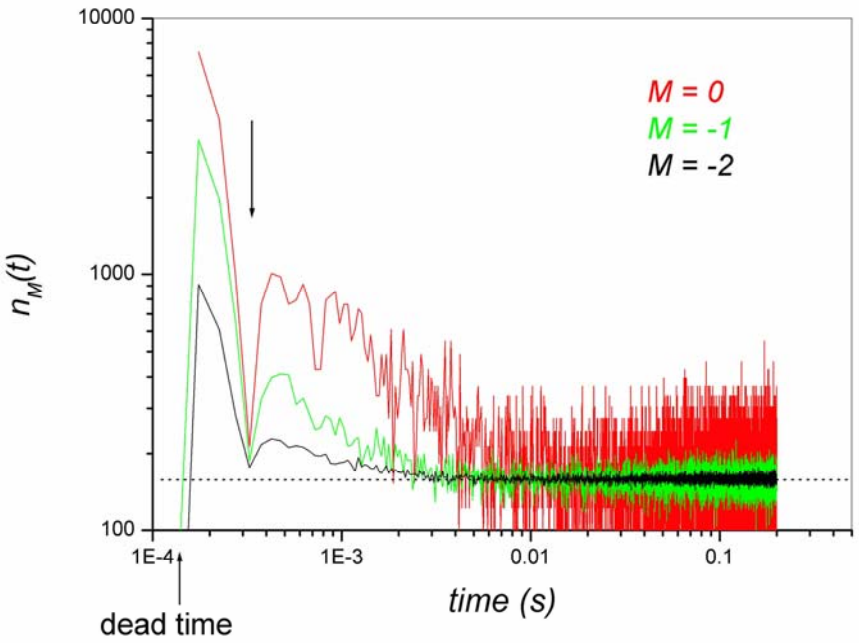

Figure I.13. Taux moyen d'événements $n_M(t)$ enregistré après des avalanches de taille M±0.25, au cours d'un essai de fluage compression sur un monocristal de glace à -10°C (σ = 86 kPa). L'activité moyenne de l'essai est représentée par la ligne horizontale en pointillé. [*Weiss et Miguel*, 2004]

I.2.2.3.4. Analyse spatiale

En utilisant plusieurs capteurs (5), *Weiss et Marsan* [2003] ont pu localiser les sources des événements acoustiques enregistrés au cours de la déformation plastique d'un monocristal de glace. Les emplacements des sources ont été calculés par triangulation spatiale à partir des temps d'arrivée des ondes sur chaque capteur. La figure I.14 montre les projections verticales et horizontales des hypocentres. La projection verticale indique notamment un regroupement des avalanches de dislocations le long d'une direction perpendiculaire aux plans de glissement (plans de base). Cette constatation est en accord avec la formation observée aux deux extrémités de l'échantillon de deux bandes en genou perpendiculairement aux plans de base (Fig. I.14). Pour analyser l'organisation spatiale 3D des avalanches de dislocations, *Weiss et Marsan* [2003] ont calculé l'intégrale de corrélation spatiale $C(r)$. $C(r)$ est la probabilité que deux sources d'EA soient séparées par une distance inférieure à r. Une distribution invariante d'échelle des emplacements des avalanches est observée avec une dimension de corrélation D = 2.5±0.1 (Fig. I.15). Ce régime s'étend sur environ 1.5 ordres de grandeur ; limité d'une part par la résolution spatiale de la méthode de localisation et d'autre part par la taille de

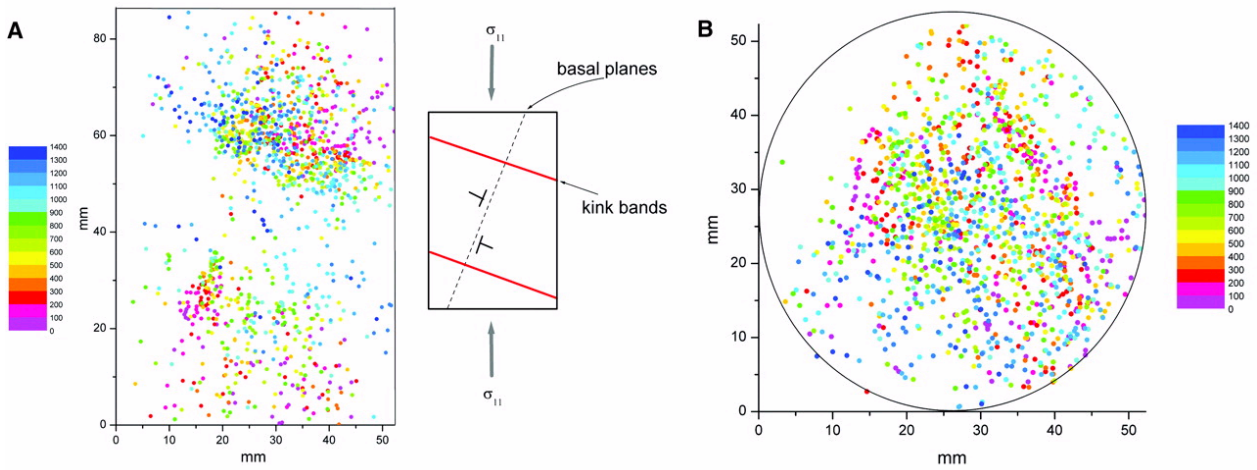

Figure I.14. Carte 3D des avalanches de dislocation enregistrées par EA lors de la déformation par fluage compression d'un monocristal de glace cylindrique à -10°C (σ_{ext} = 1.1 MPa) : projection verticale (A) et horizontale (B) des hypocentres. Les hypocentres sont colorés suivant leur occurrence chronologique au cours de l'essai. [*Weiss et Marsan*, 2003]

l'échantillon. Enfin, *Weiss et Marsan* [2003] ont également effectué une analyse des corrélations espace / temps. Ils ont mis en évidence un couplage spatio-temporel dans la dynamique des avalanches : en moyenne deux avalanches auront d'autant plus de chances d'être proches dans l'espace si elles le sont aussi dans le temps. *Weiss et Marsan* [2003] considèrent alors l'éventualité que la réalisation des avalanches s'effectue selon un processus en cascade, où l'apparition d'une avalanche accroît la probabilité de réalisation d'une nouvelle avalanche dans son voisinage proche, contribuant ainsi de suite à la « diffusion » de l'activité plastique.

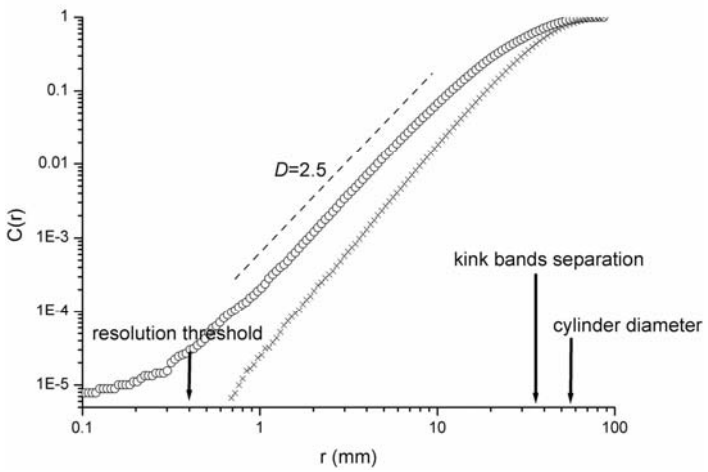

Figure I.15. Intégrale de corrélation spatiale des hypocentres (cercles) localisés lors de la déformation par fluage compression d'un monocristal de glace à -10°C (σ_{ext} = 1.1 MPa). Une analyse similaire (croix), réalisée à partir du même nombre de sources distribuées aléatoirement, donne D = 2.9±0.1, ce qui est accord avec la valeur théorique attendue de 3. [*Weiss et Marsan*, 2003]

Ces différentes analyses de corrélation mettent en évidence l'existence d'un couplage entre les différents événements de déformation. Ce couplage amène ces événements à être regroupés à la fois dans l'espace et dans le temps. Par ailleurs, il est à noter que la dimension D = 2.5 trouvée pour une structure 3D d'avalanches de dislocations est cohérente avec la dimension D = 0.5 trouvée par la suite par *Zaiser et al.* [2004] pour un champ de déformation 1D (voir Chap. I.2.2.1.2.).

Par ailleurs, les distributions statistiques des événements enregistrés sont identiques pour tous les capteurs bien que ces derniers occupent des positions différentes dans l'espace. Pour les tailles d'échantillon utilisées (une dizaine de centimètres), ce résultat montre que l'atténuation des ondes dans le matériau n'affecte pas les statistiques et que le volume analysé par un capteur est représentatif de la déformation qui a lieu dans le volume entier de l'échantillon.

I.2.2.4. Réponse électrique

Dans certains cas, la déformation plastique peut s'accompagner de la génération d'un courant électrique consécutif aux perturbations subies par les électrons du matériau. *Bobrov et al.* [1993] ont étudié la réponse électrique survenant au cours de chutes de contrainte, lors de la déformation à vitesse imposée de monocristaux de Nb et d'Al à basse température (T < 10 K). La réponse enregistrée est constituée d'une série de salves électriques, de différentes amplitudes et de différentes formes, associées au mâclage pour les monocristaux de Nb et à des instabilités thermomécaniques par glissement de dislocations pour les monocristaux d'Al. La réalisation de ces différentes salves est en soi une manifestation du caractère collectif et coordonné des instabilités plastiques associées à la déformation de ces matériaux. *Bobrov et al.* [1993] observent que les distributions normalisées des valeurs absolues des amplitudes des salves sont identiques pour le Nb et l'Al, alors même que la nature de la plasticité dans ces deux métaux est différente. Ces distributions, comme les distributions des temps d'attente entre salves, semblent suivre une loi de puissance, susceptible de caractériser un état critique auto-organisé (CAO). Pour autant, les données enregistrées par *Bobrov et al.* [1993] ne leur permettent pas de conclure de manière formelle sur la nature critique des processus mis en jeu.

I.2.2.5. Déformation d'échantillons de taille microscopique

Usuellement, la déformation d'un échantillon macroscopique produit des courbes contrainte-déformation plutôt lisses, où n'apparaît pas de manière visible le caractère intermittent de l'écoulement plastique. La résolution des appareils de mesure est telle qu'elle ne permet pas de distinguer les salves individuelles de déformation localisée. La réponse que l'on enregistre n'est qu'une moyenne sur tout le volume de l'échantillon des différentes salves qui ont lieu pendant un certain laps de temps. Récemment cependant, les avancées dans le domaine de la miniaturisation ont permis à des chercheurs de réaliser des essais de compression sur des échantillons possédant des diamètres de l'ordre du micromètre (pour la méthode de préparation des échantillons, voir [*Uchic et Dimiduk.*, 2005]). Ces chercheurs ont réalisé des essais de compression sur des monocristaux de taille micrométrique de Ni pur, de superalliages base Ni et phases intermétalliques Ni_3Al initialement orientés pour le glissement simple [*Uchic et al.*, 2004 ; *Dimiduk et al.*, 2005]. Les tests ont été effectués à vitesse de déplacement imposée mais n'autorisaient aucune chute de la contrainte (cette dernière est maintenue constante tant que la déformation de l'échantillon est supérieure à la déformation « cible »). Ce mode de chargement favorise l'observation d'avalanches de dislocations de grandes tailles qui, dans un essai classique en contrôle de déplacement, pourraient être stoppées par la chute de contrainte associée à une soudaine augmentation de la déformation. Les échantillons testés se sont déformés en condition de glissement simple (stade I) jusqu'à des déformations très importantes (> 15%). Des exemples de courbes contrainte-déformation résultant d'essais sur des monocristaux de Ni sont représentés sur la figure I.16A. La figure I.16B représente elle directement l'évolution au cours du temps de la contrainte et de la déformation pour un de ces essais. La figure I.16 révèle des caractéristiques bien différentes des courbes usuelles de déformation d'échantillons macroscopiques. La caractéristique la plus notable est la structure en escalier associée aux différents types de courbe. Ce type de structure révèle l'intermittence du processus de déformation plastique. La nature hétérogène caractérisant la mesure des déplacements démontre notamment que la déformation de ces matériaux s'est effectuée au travers de salves de déformation (clairement identifiables sur la figure I.16B) de tailles variables. Dans une récente étude, *Dimiduk et al.* [2006] ont analysé la distribution de ces événements de déformation. La distribution de probabilité de la taille de ces événements suit une loi de puissance du type $P(x) \sim x^{-\kappa}$, avec $\kappa = 1.5\text{-}1.6$ (Fig. I.17). Cette loi de puissance est observée sur plus de 2 ordres de grandeur (de ~ 0.5 nm soit ~ 4

dislocations à ~ 150 nm), notamment limitée par le niveau de bruit associé à la méthode de mesure.

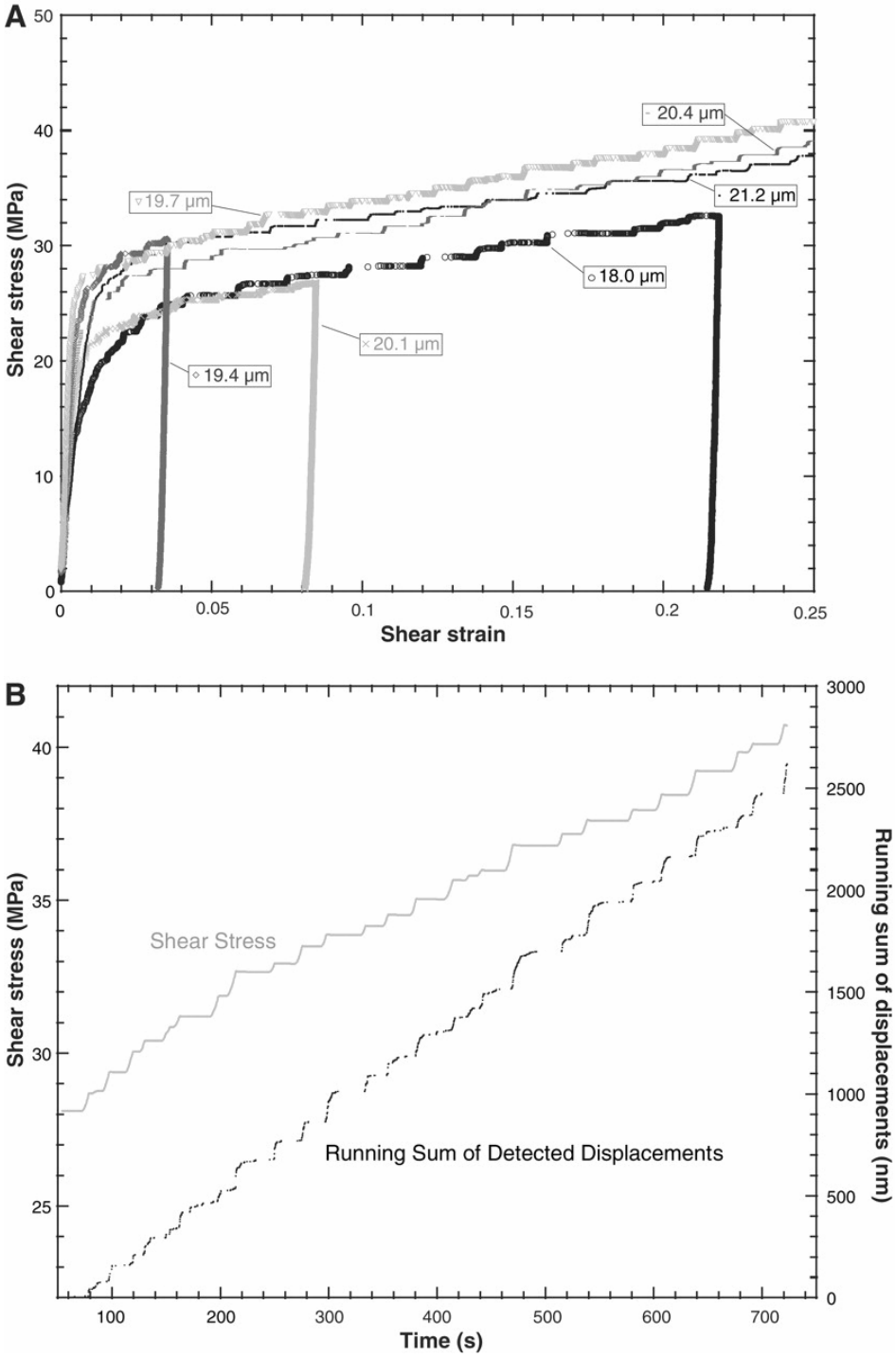

Figure I.16. (**A**) Courbes contrainte-déformation pour des monocristaux de Ni, ayant une orientation <-2, 6, 9> et un diamètre ~ 20 µm. (**B**) Evolution avec le temps de la contrainte et de la somme des déplacements lors d'un essai sur un monocristal de Ni, possédant un diamètre de 19.7 µm et une orientation <-2, 6, 9>. [*Dimiduk et al.*, 2006]

Cette loi de puissance se retrouve pour tous les monocristaux de Ni testés et est indépendante du niveau de la contrainte. L'hypothèse suggérée par *Weiss et al.* [2000] que les dislocations forment un système critique auto-organisé est parfaitement cohérente avec le résultat de ces expériences. En outre, l'exposant mesuré est remarquablement proche de celui trouvé pour la distribution des énergies acoustiques associée au fluage d'un monocristal de glace (voir Chap. I.2.2.3.2. et [*Miguel et al.*, 2001b]). Pour autant, une comparaison directe avec les expériences d'EA est à prendre avec précaution étant donné la différence possible des grandeurs physiques analysées. Enfin, *Dimiduk et al.* [2006] constatent que les grands événements de déformation sont fréquemment suivis par une succession d'événements de taille plus petite, trouvant là une analogie avec les répliques associées aux tremblements de terre et un accord de plus avec les expériences de *Weiss et Miguel* [2004].

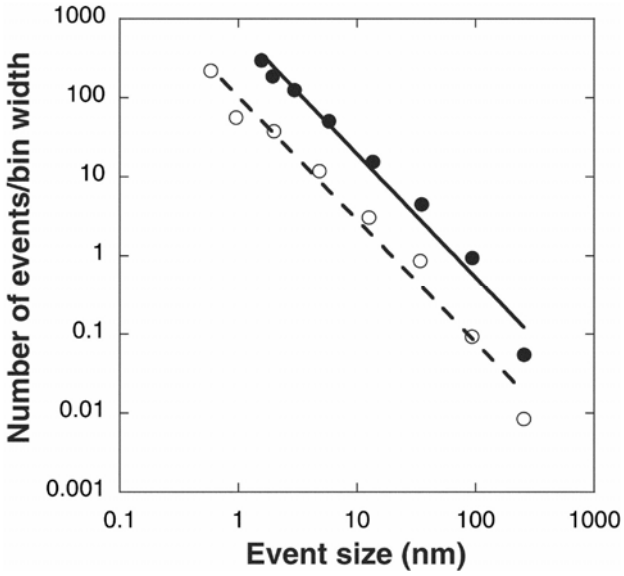

Figure I.17. Distribution de probabilité de la taille des événements de déformation. Cercles : données relatives à un unique monocristal de Ni (20 µm de diamètre). Disques : données cumulées sur plusieurs monocristaux de Ni. [*Dimiduk et al.*, 2006]

I.2.2.6. Déformation plastique par nanoindentation

Un autre moyen d'accéder aux salves de déformation identifiables à l'échelle micrométrique est de réaliser des essais de nanoindentation. *Li et al.* [2005] ont appliqué cette technique avec une résolution de déplacement inférieure au nanomètre, dans le but d'étudier les salves de déformation qui ont lieu pendant la déformation plastique de divers matériaux

(du sélénium amorphe, un verre métallique, un monocristal de Ni_3Al et des polycristaux de Nb, Al, Cu, Zn et Al-Mg). En fait, la nature polycristalline des échantillons importe peu, étant donné que la taille de l'indenteur (1 µm) utilisé par *Li et al.* [2005] est bien plus faible que celle des grains qu'ils ont sélectionnés (quelques centaines de µm). Les tests pratiqués sur les polycristaux sont donc assimilables à des tests sur des monocristaux. *Li et al.* [2005] ont réalisé leurs essais de nanoindentation à température ambiante et à vitesse de charge constante. Les courbes contrainte-déplacement qu'ils ont obtenues pour le sélénium amorphe ne présentent aucune salve de déformation qui soit détectable. En revanche, la déformation de tous les autres matériaux qu'ils ont testés, est caractérisée par la présence de salves de déformation intermittentes et de différentes tailles (voir la structure en escalier de la courbe contrainte-déformation de la figure I.18a). *Li et al.* [2005] ont analysé les distributions de probabilité des tailles de ces salves. Ils observent que la probabilité d'occurrence d'une salve décroît quand la taille de la salve augmente. En revanche, les données qu'ils ont obtenues ne leur permettent pas de conclure de manière définitive quant au type de loi suivi par ces distributions (Fig. I.18). Pour autant, ils suggèrent que leurs distributions sont mieux décrites par des lois exponentielles plutôt que par des lois puissances caractéristiques d'un état CAO. D'après *Li et al.* [2005], l'absence de comportement CAO et la présence d'une échelle caractéristique sont reliés à la taille caractéristique de l'indenteur. Dans un volume restreint, ce dernier impose en effet un certain gradient de déformation. Il n'est donc pas étonnant de retrouver une taille de salve spécifique consécutivement à un essai de nanoindentation.

I.2.2.7. Mouvement de dislocations dans des cristaux colloïdaux

Les colloïdes chargés, monodispersés, de taille submicronique, peuvent constituer des systèmes modèles intéressants pour l'étude de certains problèmes importants en physique de la matière condensée [*Gast et Russel*, 1998]. Dans ces systèmes, les particules individuelles colloïdales sont suffisamment grandes pour que leur mouvement puisse être suivi par vidéo microscopie digitale [*Crocker et Grier*, 1996]. Un cristal colloïdal est un arrangement régulier de particules submicroniques en suspension dans un solvant [*Gast et Russel*, 1998]. Récemment, *Pertsinidis et Ling* [2005] ont réalisé des observations microscopiques de mouvements de dislocations dans des cristaux colloïdaux.

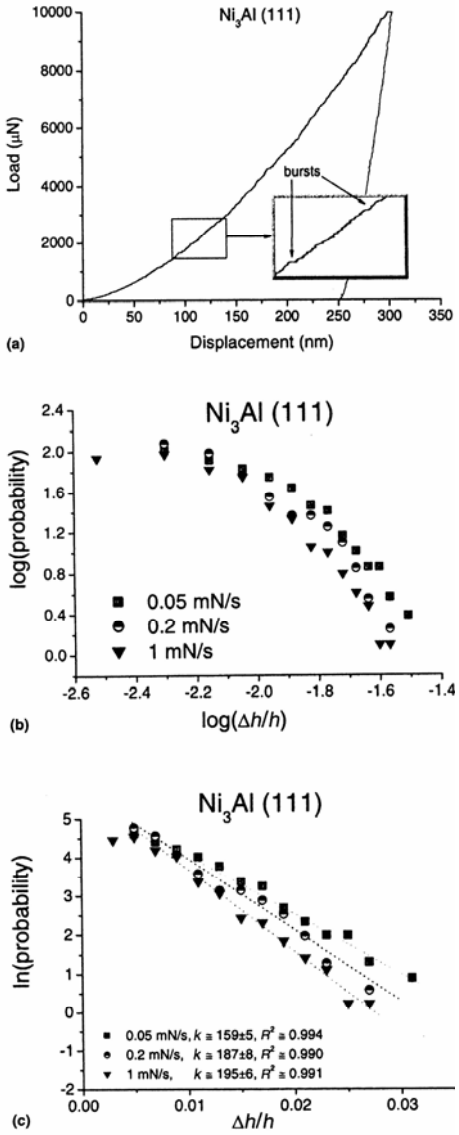

Figure I.18. (a) Courbe d'indentation dans un monocristal de $Ni_3Al(Cr)$ (111). L'inséré démontre la présence de salves intermittentes de déformation. (b) Distributions de probabilité des tailles des salves dans un diagramme log-log, à différents taux de charge. (c) Distributions de probabilité des tailles des salves dans un diagramme semi-log, à différents taux de charge. [*Li et al.*, 2005]

En imposant un gradient de potentiel chimique, *Pertsinidis et Ling* [2005] ont déformé un cristal colloïdal 2D. Des observations microscopiques de l'échantillon ont confirmé que le mécanisme associé à sa déformation était le déplacement de dislocations. Ils ont pu filmer et enregistrer les caractéristiques (notamment la vitesse) de ces mouvements de dislocations. Au cours de leur expérience, les dislocations se sont déplacées de manière intermittente, donnant lieu à de soudaines salves d'activité. *Pertsinidis et Ling* [2005] se sont alors attachés à comparer leurs résultats avec ceux de *Miguel et al.* [2001] obtenus par EA sur des monocristaux de glace. Ils ont défini les salves d'activité comme les réarrangements collectifs de dislocations au cours desquels les dislocations se déplacent plus rapidement que si leur vitesse n'était contrôlée que par la contrainte externe (Fig. I.19). Ils ont ensuite associé une énergie E à ces salves, $E=(\Sigma|v_i^2|)^2$. Enfin, ils ont trouvé que la distribution de ces énergies

suivait une loi de puissance $P(E) \sim E^{-1.6}$. Ce résultat est en bon accord avec les observations de *Miguel et al.* : une loi de puissance $P(E) \sim E^{-1.6}$ avait également été obtenue, E représentant alors l'énergie acoustique associée aux salves d'activité. En revanche, du fait de la taille limitée de la fenêtre d'observation, ce comportement en loi d'échelle des mouvements de dislocations dans les cristaux colloïdaux n'est observé que sur une seule décade (contre plus de 7 décades pour les expériences d'EA).

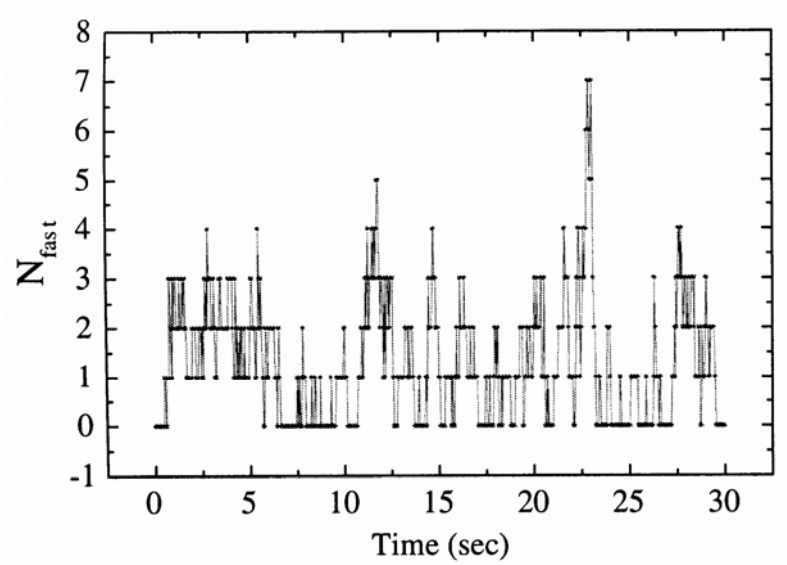

Figure I.19. Nombre de dislocation dont la vitesse dépasse le simple effet dû à la contrainte externe. [*Pertsinidis et Ling*, 2005]

I.2.3. Modélisation

Différents modèles ont été développés dans le but d'étudier les phénomènes collectifs rencontrés en plasticité. Ces modèles se distinguent par la façon dont ils représentent la déformation plastique. Ils peuvent se répartir selon trois grandes familles ; (i) les modèles décrivant l'écoulement plastique directement à partir du mouvement individuel des dislocations du réseau (dynamique des dislocations discrètes) ; (ii) les modèles phénoménologiques qui décrivent la déformation plastique suivant l'évolution continue de la déformation résolue sur les plans de glissement et qui traduisent l'influence de la dynamique des dislocations par des fluctuations dans la relation contrainte-déformation ; (iii) les modèles de champ de phase qui adoptent une position intermédiaire, ils décrivent la plasticité suivant

l'évolution de la déformation résolue sur les plans de glissement mais calculent la déformation à une échelle où les dislocations individuelles peuvent être identifiées comme des gradients locaux du champ de déformation.

I.2.3.1. Dynamique des dislocations discrètes

I.2.3.1.1. Modèle de *Miguel* [2001a ; 2001b]

Les expériences d'EA réalisés sur des monocristaux de glace par *Weiss et Grasso*, [1997] révèlent une invariance d'échelle énergétique des mouvements de dislocations. Cependant, les énergies acoustiques enregistrées ne constituent que des mesures indirectes des processus de déformation microscopiques et ne s'interprétent physiquement qu'en émettant certaines hypothèses [*Rouby et al.*, 1983a]. Pour cette raison, *Miguel et al.* [2001a ; 2001b] ont entrepris de caractériser la déformation viscoplastique de la glace (ou de tout autre matériau cristallin similaire) à l'aide d'un modèle simplifié de dynamique de dislocations discrètes. Leur modèle représente une coupe 2D du cristal (perpendiculaire aux plans de base) où se répartissent aléatoirement *N* dislocations coins glissant le long d'une unique direction de glissement parallèle à leur vecteur de Burgers *b*. Ce modèle considère donc un ensemble de dislocation-points se déplaçant le long de lignes fixes et parallèles. Cette simplification est effectivement pertinente pour décrire des matériaux comme le monocristal de glace, qui du fait de sa très forte anisotropie plastique, se déforme quasi-exclusivement par glissement simple. Le modèle de *Miguel* [2001a ; 2001b] considère alors le champ de contrainte élastique respectif à chaque dislocation. Comme cela avait déjà été écrit (voir Eq. I.7), une dislocation coin de vecteur de Burgers *b*, localisée à l'origine, donne lieu à une contrainte de cisaillement σ en un point (x,y) sous la forme :

$$\sigma = b\mu \frac{x(x^2 - y^2)}{2\pi(1-\nu)(x^2+y^2)^2} \qquad \textbf{(I.14)}$$

où μ est le module de cisaillement et ν le coefficient de Poisson. Ce champ de contrainte à longue-distance constitue la base essentielle des modèles de dynamique des dislocations. Il est responsable des interactions mutuelles qui ont lieu entre dislocations. Pour sa part, le modèle de *Miguel* [2001a ; 2001b] ne tient pas compte de la friction de réseau et suppose que la vitesse des dislocations est proportionnelle à la contrainte locale. Enfin, le modèle impose des

conditions périodiques aux frontières, l'annihilation de dislocations de signes opposés quand leur distance est inférieure à $2b$, et la création possible de nouvelles paires de dislocations de signes opposés. Le modèle permet de suivre l'évolution temporelle de la position et de la vitesse des N dislocations. *Miguel et al.* [2001a ; 2001b] observent que la plupart des dislocations s'arrangent en structures métastables évoluant très lentement. Cependant, dans le même temps, une partie des dislocations se déplace de manière intermittente, à des vitesses beaucoup plus élevées, provoquant des augmentations soudaines de la déformation plastique. Pour quantifier ces observations, *Miguel et al.* [2001a ; 2001b] mesurent la vitesse collective $V = \Sigma|v_i|$ des dislocations qui se déplacent plus rapidement que si leur vitesse n'était contrôlée que par la contrainte externe. Afin d'établir une comparaison directe avec les résultats des expériences d'EA sur des monocristaux de glace, ils définissent l'énergie acoustique comme $E = V^2$. Le signal $E(t)$ est représenté en inséré de la figure I.20. Il consiste en une succession de salves prononcées et intermittentes, chacune d'elles signalant le début de réarrangements collectifs de dislocations. Par ailleurs, la figure I.20 montre que la distribution en énergie de ces salves décroît selon une loi de puissance, $P(E) \sim E^{-\tau_E}$, sur près de trois décades. Le nombre total de dislocations qui peuvent être implantées dans le modèle restreint la valeur maximale de $E(t)$ et par conséquent l'extension du régime de loi de puissance. Cependant, l'exposant mesuré, $\tau_E = 1.8 \pm 0.2$, semble être plutôt cohérent avec les expériences (voir Fig. I.11). A ce propos, il faut noter que la valeur des exposants critiques dépend normalement de la dimension du système considéré [*Stanley*, 1999]. Cette question s'avère délicate pour le modèle de *Miguel* [2001a ; 2001b]. Ce modèle est géométriquement 2D mais étant donné que les dislocations sont considérées comme des points, la prise en compte des interactions entre les différents éléments du système se rapproche fortement d'un cas 3D.

Par ailleurs, l'analyse des données de sortie du modèle permet également de retrouver les corrélations temporelles entre avalanches de dislocations et les processus de déclenchement de répliques mis en évidence expérimentalement sur des monocristaux de glace [*Weiss et Miguel*, 2004] (voir aussi Chap. I.2.2.3.3). Pour ce type d'analyse, les avalanches du modèle sont identifiées comme les maximum locaux du signal $V(t)$ (voir inséré de la figure I.20). Les résultats issus des simulations numériques sont globalement similaires aux résultats expérimentaux (Fig. I.20). Le taux moyen d'événements $n_M(t)$ est nettement supérieur à l'activité moyenne aux petites échelles de temps, puis décroît doucement vers la

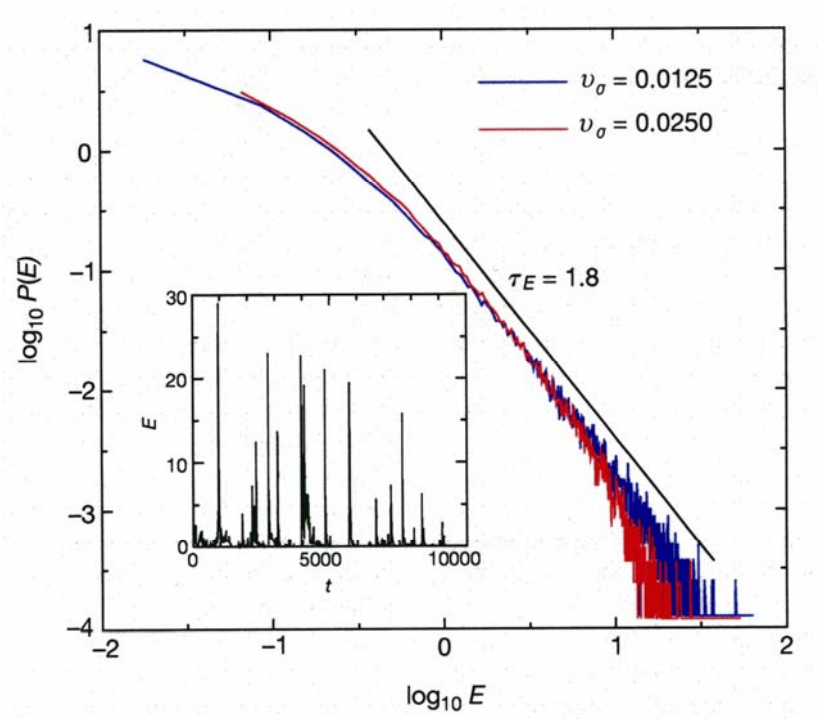

Figure I.20. Distribution des énergies *E* associées aux salves de déformation obtenues lors de simulations numériques (moyenne établie sur 100 réalisations avec différentes conditions initiales). Deux valeurs différentes ont été considérées pour la contrainte externe. En inséré, l'évolution temporelle de *E* pour une simulation donnée. [*Miguel et al.*, 2001b]

valeur moyenne aux temps plus longs. Il est important de noter que dans ce cas, le déclenchement des répliques est nécessairement le résultat de la dynamique collective interne des dislocations, étant donné qu'il s'agit du seul processus physique introduit dans le modèle.

I.2.3.1.2. Modèle de *Zaiser* [2006]

Les expériences d'EA de *Weiss et al.* [1997] sur le matériau glace, ainsi que les simulations numériques de *Miguel et al.* [2001a ; 2001b], ont été réalisées en fluage, c'est à dire en maintenant la contrainte externe constante. Usuellement, les essais de tension ou de compression sont plutôt réalisés en augmentant progressivement la contrainte appliquée, soit en contrôle de déplacement, soit en contrôle de contrainte. Dans le but d'étudier le comportement des systèmes de dislocations sous contrôle de contrainte, *Zaiser* [2006] a également développé un modèle 2D de dynamique des dislocations discrètes. Tout comme le modèle développé par *Miguel* [2001a ; 2001b], son modèle considère la déformation qui se

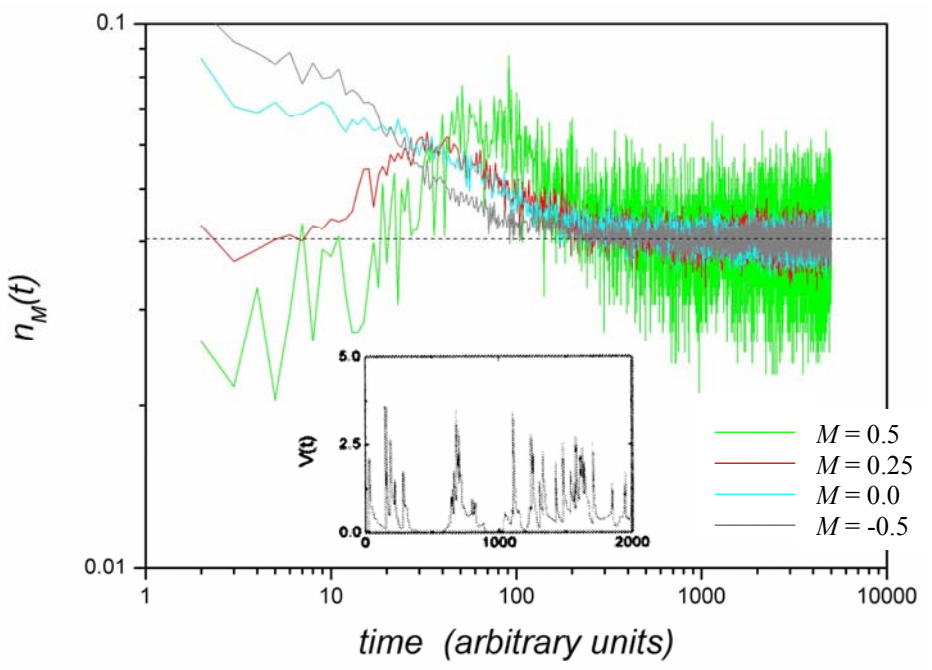

Figure I.21. Taux moyen d'événements $n_M(t)$ enregistré après des avalanches de taille M±0.25, au cours d'une simulation de dynamique des dislocations 2D. L'activité moyenne est représentée par la ligne horizontale en pointillé. En inséré, on peut voir une partie de la courbe montrant l'évolution de la vitesse collective des dislocations $V(t)$ avec le temps. [*Weiss et Miguel*, 2004]

produit sur un unique système de glissement à partir de N dislocations initialement distribuées aléatoirement, en nombre égal de signes positifs et négatifs. Il impose également des conditions périodiques aux frontières ainsi que la relaxation du système avant qu'une contrainte externe ne soit appliquée. Cependant, *Zaiser* [2006] augmente progressivement la valeur de la contrainte externe. De plus, pour prendre en compte la relation non-linéaire observée expérimentalement entre contrainte et vitesse de dislocation [*Nadgorny*, 1988], son modèle utilise une méthode d'automate pour déplacer les dislocations. Ainsi, tant que la contrainte locale est supérieure à une valeur seuil donnée, les dislocations se déplacent instantanément à la position suivante de la grille. Autrement, elles restent stationnaires. Il s'agit là d'un cas extrême de non-linéarité entre la vitesse et la contrainte qui s'oppose à la relation linéaire utilisée par *Miguel et al.* [2001a ; 2001b]. Enfin, le nombre total de dislocations du système est conservé, aucun mécanisme de multiplication ou d'annihilation de dislocations n'étant pris en compte. La figure I.22 montre différentes courbes contrainte-déformation obtenues en sortie de modèle. Une structure en escalier similaire à celles des courbes expérimentales d'échantillons microscopiques (voir Fig. I.16) est observée.

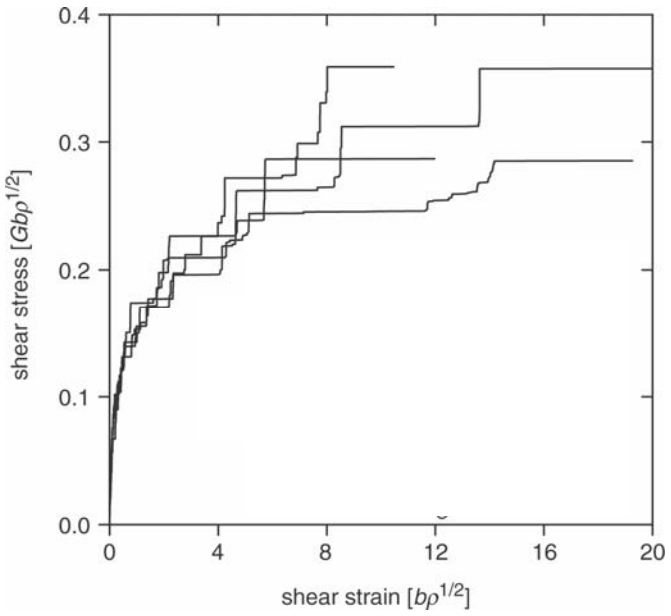

Figure I.22. Courbes contrainte-déformation issues de simulations numériques en contrôle de contrainte. Les différentes courbes correspondent à différentes positions initiales des dislocations. [*Zaiser*, 2006]

Les importantes marches caractérisant les courbes contrainte-déformation dévoilent les avalanches de dislocations produites par les simulations. *Zaiser* [2006] caractérise la taille de ces avalanches en terme de distance totale parcourue par les dislocations, $L_{av} = \Sigma_i s_i \Delta L_i$ où s_i est le signe de la ième dislocation de l'avalanche et ΔL_i la distance algébrique entre sa position avant et après l'avalanche. Des distributions en loi de puissance de la taille des avalanches sont observées (Fig. I.23) : $P(L_{av}) \sim L_{av}^{-\kappa}$, avec $\kappa \approx 1.4$. Alors que la valeur de l'exposant κ est indépendante de la contrainte, la taille maximale des avalanches augmente elle à mesure que la contrainte σ se rapproche de la contrainte critique σ_c (contrainte pour laquelle la déformation diverge), c'est à dire $\Delta = 1-\sigma/\sigma_c$ diminue.

I.2.3.2. Modèles phénoménologiques

Les modèles de dynamique des dislocations discrètes rendent directement compte des mouvements des défauts au cours de l'écoulement plastique. Les modèles phénoménologiques constituent une approche alternative. Ils opèrent à une plus grande échelle et ne peuvent ainsi modéliser les dislocations individuelles. Dans de tels modèles, l'espace est en effet discrétiser à une échelle de résolution mésoscopique, la déformation plastique étant décrite grâce à l'évolution d'un champ mésoscopique continu de déformation. Dans leur modèle, *Zaiser* et ses

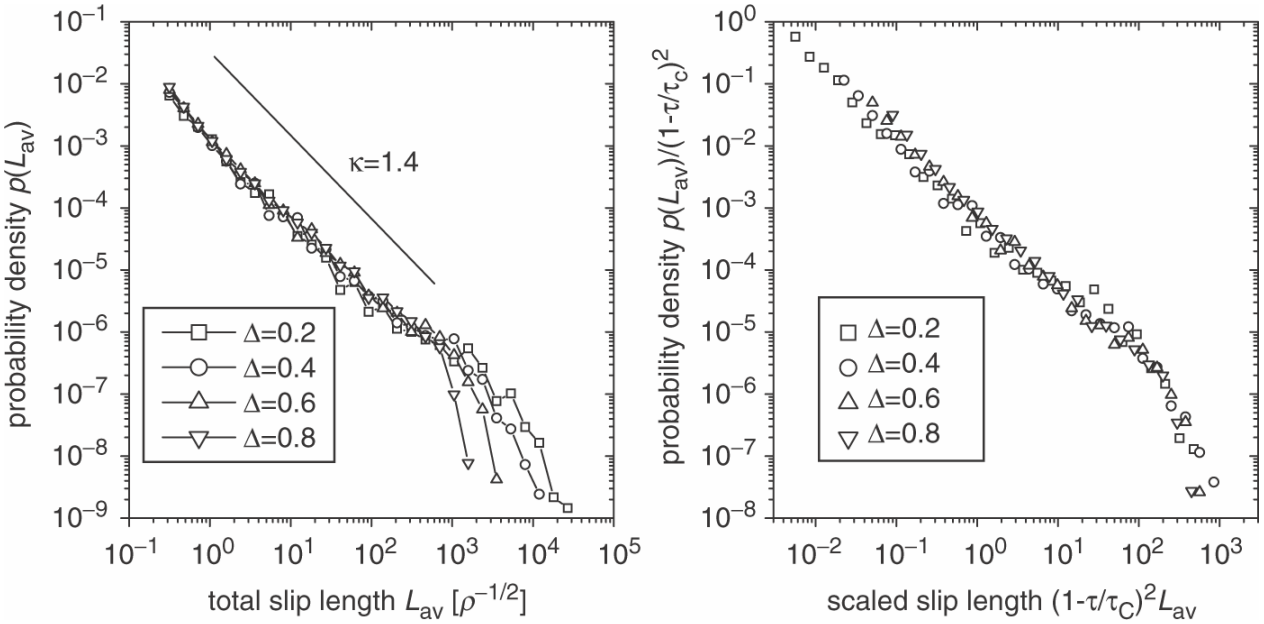

Figure I.23. Distributions de la taille des avalanches de dislocations obtenues par dynamique discrète des dislocations en contrôle de contrainte. A droite : distributions renormalisées en appliquant le changement d'échelle $L_{av} \rightarrow L_{av}(1-\tau/\tau_c)^2$ à la taille des avalanches. [*Zaiser*, 2006]

collègues [*Zaiser et Moretti*, 2005 ; *Zaiser et Aifantis*, 2006] prennent en compte l'hétérogénéité microstructurale du matériau (configuration des dislocations) d'une manière phénoménologique, en introduisant des fluctuations aléatoires suivant l'espace dans la relation contrainte d'écoulement / déformation. Leur modèle tient aussi compte des contraintes internes longue-distance issues des hétérogénéités de déformation plastique ainsi crées. De l'écrouissage peut y être introduit en autorisant la densité de dislocations à croître avec la déformation locale. Enfin, tout comme les modèles de dynamique des dislocations discrètes, il se limite à considérer le cas spécifique d'un matériau se déformant par glissement simple et impose des conditions périodiques aux frontières.

Des courbes contrainte-déformation obtenues à partir de simulations de ce modèle continu sont représentées sur la figue I.24. Ces courbes dévoilent une structure en marches d'escalier similaire à celle observée lors de simulations 2D de dynamique des dislocations discrètes (Fig. I.22) et lors d'expériences sur des échantillons de taille microscopique (Fig. I.16). En l'absence d'écrouissage, la déformation diverge à une contrainte critique σ_c où la courbe contrainte-déformation atteint une tangente horizontale (« plasticité parfaite »).

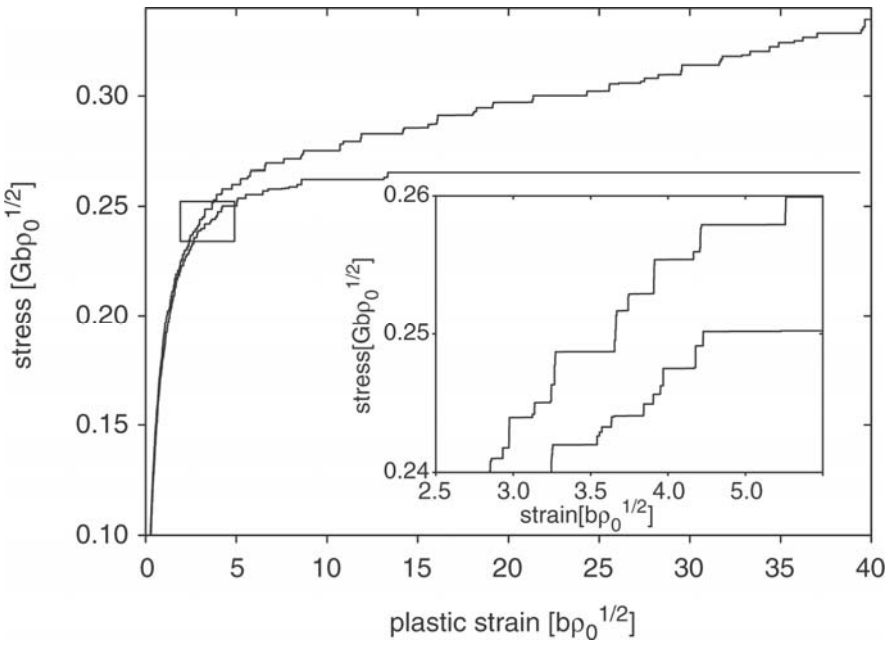

Figure I.24. Courbes contrainte-déformation issues d'un modèle phénoménologique, en l'absence d'écrouissage (courbe du bas) et en présence d'écrouissage (courbe du haut). En inséré : grossissement de ces mêmes courbes contrainte-déformation. [*Zaiser* et *Moretti*, 2005]

La taille des avalanches de glissement caractérisée par la hauteur des marches (incrément de déformation $\Delta\gamma$) des courbes contrainte-déformation obéit ici aussi à une loi de puissance : $P(\Delta\gamma) \sim \Delta\gamma^{-\kappa}$, avec $\kappa \approx 1.4$. Les figures I.25 et I.26 illustrent ce propos, respectivement en l'absence et en présence d'écrouissage. En l'absence d'écrouissage, l'extension du régime de loi puissance devient de plus en plus important à mesure que l'on se rapproche de la contrainte critique σ_c. En présence d'écrouissage, il n'y a plus de comportement critique relatif à la contrainte critique σ_c. En revanche, l'invariance d'échelle générale du processus de déformation reste inchangée (structure en marches d'escalier des courbes contrainte-déformation (Fig. I.24) et statistiques en loi de puissance des incréments de déformation (Fig. I.26)). D'après la figure I.26, la taille des plus grosses avalanches est inversement proportionnelle au taux d'écrouissage θ ($= \partial\sigma/\partial\gamma$) du matériau.

Ce modèle continu reproduit les principales caractéristiques associées aux comportements en avalanche observés expérimentalement. De plus, il parvient également à rendre compte de la formation de lignes de glissement, ainsi que du développement d'une morphologie de surface auto-similaire (voir Chap. I.2.2.1.2.).

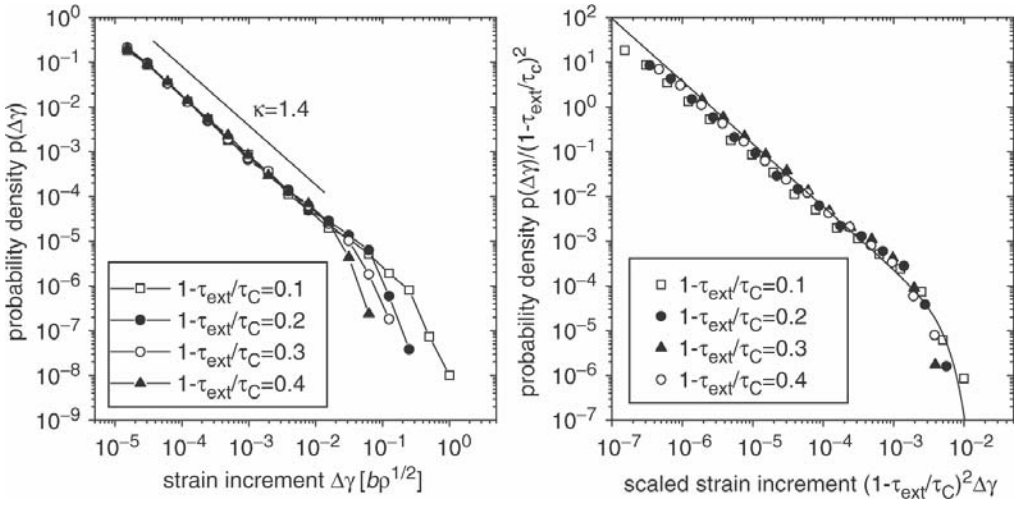

Figure I.25. Distributions de la taille des avalanches de glissement obtenues pour un modèle phénoménologique, en l'absence d'écrouissage. A droite : distributions renormalisées en appliquant le changement d'échelle $\Delta\gamma \rightarrow \Delta\gamma(1\text{-}\tau/\tau_c)^2$ à la taille des avalanches. [*Zaiser* et *Moretti*, 2005]

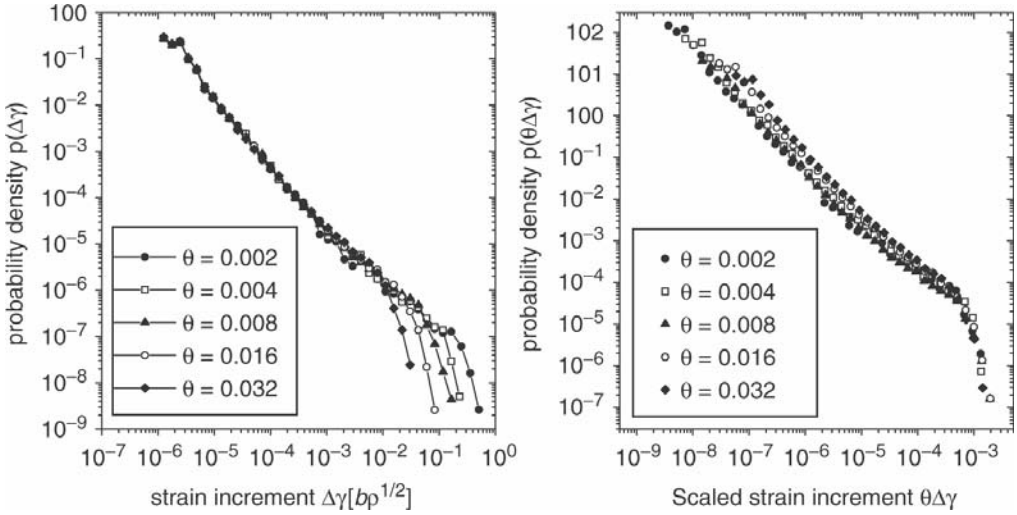

Figure I.26. Distributions de la taille des avalanches de glissement obtenues pour un modèle phénoménologique, pour différents taux d'écrouissage. A droite : normalisation des distributions par rapport au taux d'écrouissage. [*Zaiser* et *Moretti*, 2005]

I.2.3.3. Modèles de champ de phase

L'approche des modèles de champ de phase vis à vis de la modélisation de l'écoulement plastique se situe dans une position intermédiaire entre l'approche continue des

modèles phénoménologiques et celle des modèles qui rendent directement compte des déplacements discrets des dislocations. Tout comme dans les modèles continus, la déformation plastique y est décrite par l'évolution de champs de déformation. En revanche, les valeurs prises par ces champs sont déterminées depuis une échelle microscopique où les dislocations individuelles apparaissent comme des gradients locaux des champs de déformation agissant sur les systèmes de glissement.

Le modèle de champ de phase développé par *Koslowski et al.* [2002] décrit l'évolution d'arrangements de dislocations dans un monocristal. Dans leur représentation, le champ de phase possède des valeurs entières. Ces valeurs correspondent aux nombres de dislocations (en tenant compte de leur signe) qui ont traversé un point donné d'un plan de glissement (c'est à dire la quantité de déformation en ce point). *Koslowski et al.* [2004] considèrent la déformation d'un monocristal par glissement simple. Leur système de glissement contient initialement une distribution aléatoire d'obstacles représentant les dislocations de la forêt. Ils considèrent une suite de temps discrets et déterminent le champ de déformation au temps i+1 à partir du champ au temps i en minimisant une fonction correspondant à l'incrément de travail correspondant. Cette fonction W prend en compte les interactions dislocation-dislocation, l'effet de la contrainte externe, ainsi que l'énergie dissipée. *Koslowski et al.* [2004] supposent des conditions périodiques aux frontières. Dans leurs simulations, ils augmentent, à chaque pas de temps, la contrainte externe d'une petite quantité puis déterminent les nouvelles valeurs du champ de phase par minimisation de la fonction W.

La figure I.27 montre la structure des dislocations obtenue à la suite d'une simulation du modèle de *Koslowski et al.* [2004]. Les dislocations sont identifiées comme les lignes où la valeur du champ de phase a changé d'une unité. *Koslowski et al.* [2004] définissent un signal acoustique proportionnel à l'aire balayée par les dislocations (c'est à dire à l'incrément de déformation). La figure I.28 représente les amplitudes acoustiques et l'amplitude cumulée ainsi calculées au cours d'une phase de chargement. En accord avec les observations expérimentales [*Miguel et al.*, 2001], le signal d'EA consiste en une succession de salves qui peuvent être considérées comme des avalanches de dislocations. De même, l'évolution de l'amplitude cumulée est en accord avec les expériences d'EA. Par définition du modèle, cette courbe est une mesure de la déformation générale subie par le monocristal. En ce sens, sa structure en marches d'escalier est cohérente avec les essais expérimentaux réalisés sur des échantillons de taille microscopique [*Dimiduk et al.*, 2006].

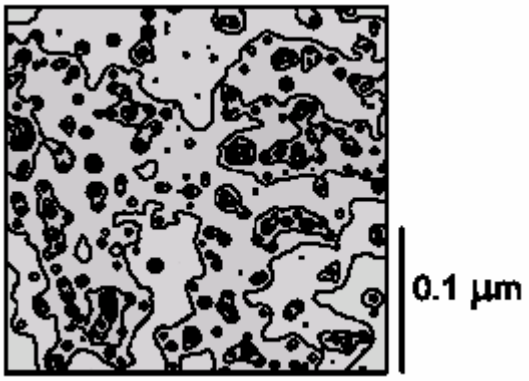

Figure I.27. Structure des dislocations en réponse à une contrainte appliquée σ/μ = 0.24*10^{-4}. [*Koslowski et al.*, 2004]

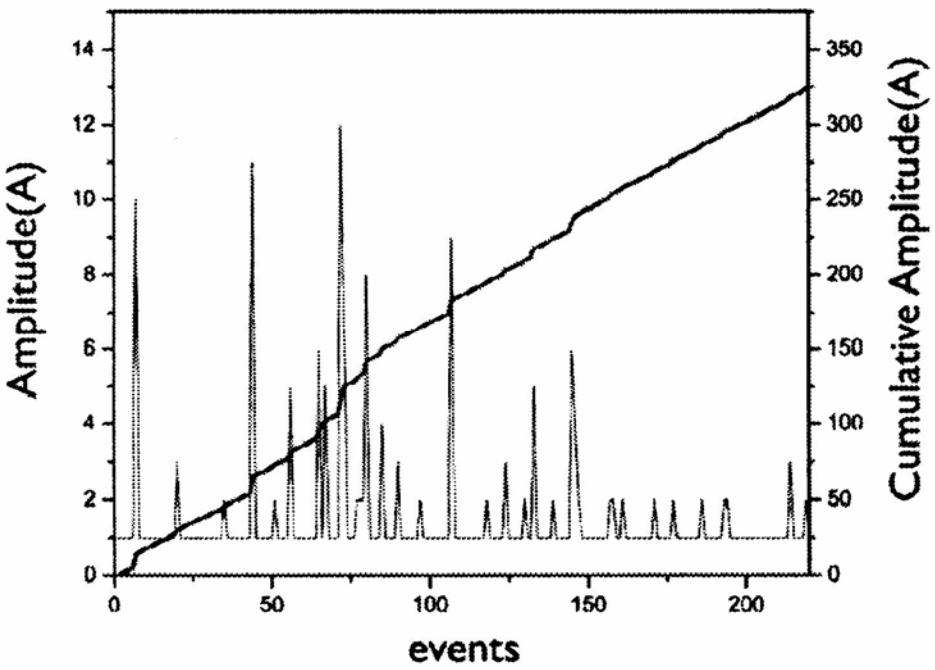

Figure I.28. Activité acoustique instantanée et cumulée au cours d'une phase de chargement. [*Koslowski et al.*, 2004]

Enfin, une analyse des distributions des salves d'EA (Fig. I.29) montre un comportement en loi de puissance de la forme : $N(A) \sim A^{-\tau_A}$ avec un exposant τ_A = 1.8±0.1. Le régime de loi de puissance s'étend sur près de deux décades. Il est limité par la taille finie du modèle. La valeur de l'exposant τ_A reste constante tout au long du processus de déformation et est indépendante de la contrainte externe appliquée (Fig. I.29). Comme pour le modèle de *Miguel et al.* [2001a ; 2001b] et les modèles de *Zaiser* [2006] et *Zaiser et Moretti* [2005], la nature 2D de

ces modèles impose de considérer avec une certaine précaution les comparaisons des exposants critiques entre expériences et simulations.

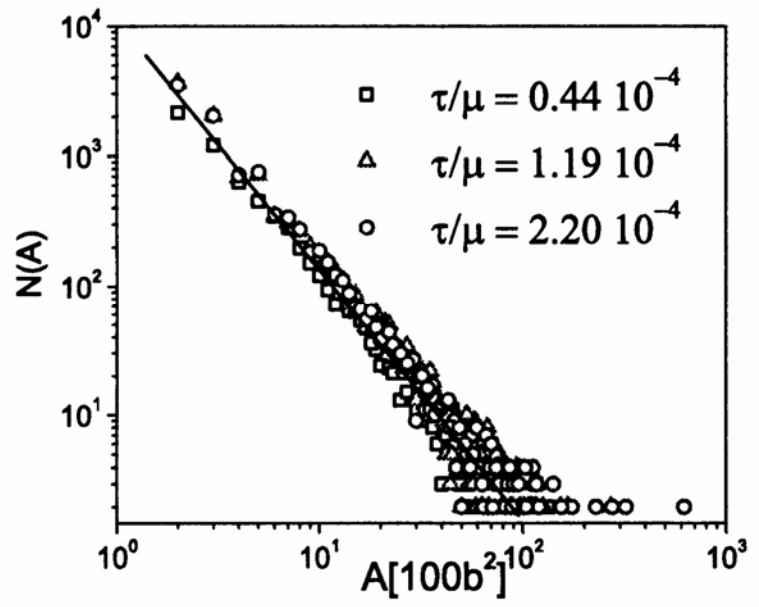

Figure I.29. Distribution des amplitudes acoustiques à différentes valeurs de contrainte. [*Koslowski et al.*, 2004]

I.2.4. Conclusion

Les différentes observations expérimentales et théoriques détaillées précédemment apportent un regard nouveau sur la manière de considérer la plasticité cristalline. Ce regard est à l'opposé de l'approche historique qui considérait la déformation plastique comme un écoulement laminaire continu. En effet, ces observations mettent en évidence une dynamique de déformation fortement intermittente caractérisée par des salves d'activité (avalanches de dislocations) entrecoupées de périodes de quasi-inactivité. Les expériences comme les modèles montrent que la taille des avalanches de dislocations obéit à des distributions invariantes d'échelle qui semblent indépendantes des conditions de chargement. L'observation de lois de puissance au cours de la plasticité est une remise en cause directe des procédures d'homogénéisation utilisées jusqu'alors pour modéliser le comportement macroscopique des matériaux et qui font implicitement appel au théorème central limite. Les deux hypothèses fondamentales du théorème central limite sont en effet en contradiction avec les observations.

D’une part, ni la moyenne, ni la variance des événements de déformation ne sont définis. D’autre part, ces événements ne sont pas indépendants étant donné les corrélations spatiales et temporelles qui ont pu être mises en évidence. Par ailleurs, le fait que ces comportements invariants d'échelle se retrouvent à partir de différentes analyses expérimentales et divers types de modèles indique une certaine universalité du processus. La nature longue-distance (champ décroissant en $1/r$) des interactions élastiques entre dislocations joue sans aucun doute un rôle primordial dans ce phénomène. Les interactions élastiques entre dislocations constituent en effet la seule « physique » des modèles de dynamique des dislocations discrètes. Par ailleurs, les cristaux colloïdaux partagent a priori peu des propriétés des autres matériaux étudiés, si ce n’est la nature en $1/r$ des interactions entre dislocations, certainement seule à même d’expliquer une dynamique de déformation semblable entre ces différents matériaux. Cependant, les observations décrites jusqu'alors se limitent quasi-exclusivement au cas simplifié d'un échantillon monocristallin ne possédant qu'un seul système de glissement actif. Etudier l'influence du glissement multiple et des joints de grain sur la dynamique collective des dislocations se révèle donc de la toute première importance afin de comprendre le comportement des matériaux usuels. De même, le caractère critique de la plasticité n'a été mis en évidence par EA uniquement sur le matériau glace. Or, depuis plusieurs dizaines d'années, de nombreuses expériences d'EA ont été réalisées sur d'autres matériaux, notamment sur des métaux. Mais du fait de la vision traditionnelle de la plasticité, les salves discontinues d'activité acoustique qui y furent reportées [*Kiesewetter et Schiller*, 1976] ne reçurent que peu d'attention.

Chapitre II :

Outils et méthodes

II.1. La glace comme matériau modèle

II.1.1. Caractéristiques générales

II.1.1.1. Structure cristallographique

L'eau est une substance qui présente de nombreuses phases solides ; à ce jour 14 phases allotropiques différentes sont connues. Cependant, une seule variété allotropique est stable dans les conditions de température et de pression naturellement présentes sur Terre. Il s'agit de la glace I_h qui possède une structure hexagonale. La position des atomes d'oxygène est représentée sur la figure II.1. Le rapport des modules des axes cristallographiques *c*/*a* vaut 1.629, valeur proche d'un empilement hexagonal compact (1.633).

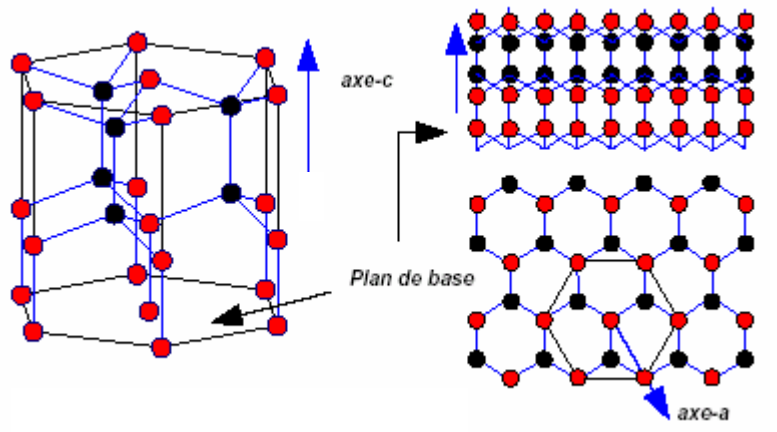

Figure II.1. Structure de la glace Ih. Représentation schématique de la position des atomes selon différents plans, et position des axes cristallographiques.

II.1.1.2. Propriétés optiques

La structure cristalline de la glace est à l'origine de ses propriétés optiques : elle est biréfringente et uniaxe. Son axe optique (direction suivant laquelle un rayon lumineux polarisé traverse le cristal sans altération) est confondu avec l'axe *c* de symétrie hexagonale. Du fait de sa biréfringence, un cristal de glace, placé entre des polariseurs rectilignes croisés et illuminé en lumière transmise, apparaît coloré (sauf pour les positions d'extinctions

particulières). Dans le cas d'un polycristal, les grains ont par nature des orientations différentes. En lumière polarisée, ceux-ci ont donc des couleurs différentes et peuvent de ce fait être aisément individualisés.

II.1.1.3. Désordre protonique

On rencontre dans la glace les défauts ponctuels classiques identiques à la plupart des matériaux cristallins (lacunes, atomes interstitiels…). Cependant, une caractéristique unique de la glace I_h est le défaut de position des protons. Ces défauts découlent du non-respect des règles de *Bernal et Fowler* [1933] selon lesquelles, (i) chaque atome d'oxygène doit être entouré de deux protons pour la conservation de la structure de la molécule d'eau et (ii) chaque liaison O-O ne doit comporter qu'un seul proton. Un défaut dit ionique est crée par le passage d'un proton d'une molécule à l'autre. Un défaut dit de Bjerrum de type L (Leer) ou D (Doppelt) provient d'une rotation de $2\pi/3$ d'une molécule autour d'une des liaisons O-O. Un défaut de Bjerrum de type L correspond à une liaison sans proton entre deux oxygènes, et un défaut de Bjerrum de type D à une liaison avec deux protons.

En fait, il existe un désordre général des protons dans la glace I_h. Ce désordre protonique est a priori un obstacle aux mouvements des dislocations. En effet, deux plans de molécules ne peuvent pas à la fois être reliés par des liaisons hydrogènes orientées aléatoirement et glisser l'un par rapport à l'autre sans créer des défauts. La figure II.2 permet d'illustrer cette situation : elle permet de voir les conséquences du passage d'une dislocation entre deux plans de molécules où la position des protons est désordonnée. Sur la figure II.2, si la dislocation glisse sur la gauche, la liaison DD' doit être rompue et D' relié à C. Ce cas ne pose pas de problème, les règles de *Bernal et Fowler* [1933] étant toujours respectées. En revanche, si la dislocation glisse sur la droite, C doit être relié à C', ce qui crée un défaut de Bjerrum de type D. Or, l'énergie fournie par la contrainte locale est insuffisante pour créer un tel défaut. *Petrenko and Withworth* [1999] estiment ainsi qu'il est essentiel qu'au cœur de la dislocation, existe un processus de réorientation des liaisons permettant de conserver le respect des règles de *Bernal et Fowler* [1933]. Néanmoins, la manière précise avec laquelle les dislocations surmontent la barrière énergétique consécutive à un réarrangement protonique

reste à ce jour inconnue. Par ailleurs, il existe des indices contradictoires quant à savoir si ce phénomène constitue un processus limitant vis à vis de la vitesse des dislocations.

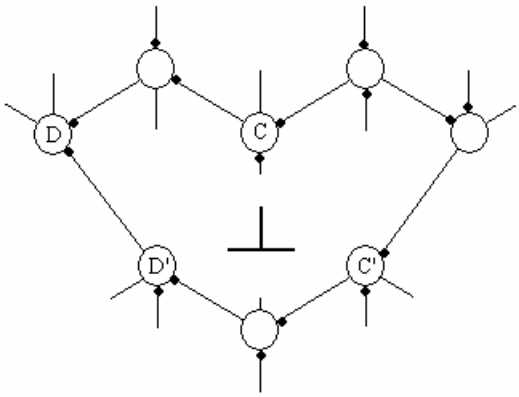

Figure II.2. Illustration de la conséquence du désordre des protons dans la glace sur le mouvement d'une dislocation.

D'autres arguments suggèrent au contraire que le désordre protonique pourrait faciliter la mobilité des dislocations [*Louchet*, 2004]. La mauvaise reconstruction, due au désordre protonique, des liaisons pendantes dans les cœurs de dislocations pourraient en effet favoriser la propagation des crans (ces derniers ayant des barrières de potentiel plus faibles à franchir que dans le cas de liaisons reconstruites sans défaut). Le désordre des protons aurait alors un rôle plus adoucissant que durcissant.

II.1.1.4. Anisotropie plastique

Un monocristal de glace sollicité en tension ou en compression simple va se déformer usuellement par glissement sur les plans de base. Pour solliciter un monocristal de glace suivant ses autres systèmes de glissement, il est nécessaire que son axe *c* soit parfaitement perpendiculaire ou parallèle à l'axe de tension ou de compression (contrainte résolue nulle sur les plans de base). Une désorientation infime donnera lieu à une très forte majorité de glissement basal. La figure II.3 représente à différents niveaux de contrainte, les vitesses de fluage en glissement basal et non basal de monocristaux de glace [*Duval et al.*, 1983]. Les vitesses de déformation non basale étant extrêmement difficiles à mesurer, les valeurs indiquées ci-dessous doivent être considérées comme des bornes supérieures. Cela étant, les données reportées sur la figure II.3 montrent que pour obtenir une même vitesse de

déformation, une déformation non basale aura besoin d'une contrainte au moins soixante fois plus élevée qu'une déformation basale. La glace apparaît ainsi comme un matériau particulièrement anisotrope plastiquement.

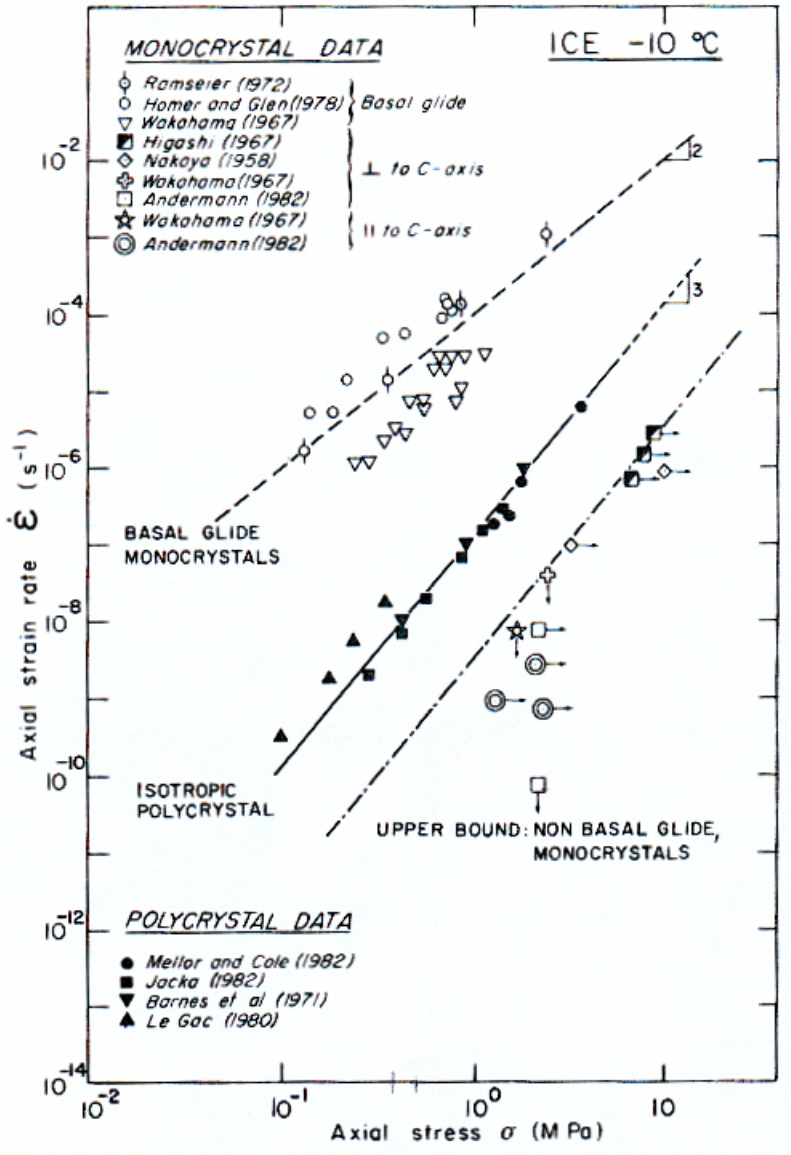

Figure II.3. Données de fluage à -10°C pour des monocristaux de glace sollicités en glissement basal et non basal ainsi que pour des polycristaux isotropes de glace. [*Duval et al.*, 1983]

II.1.2. Intérêts spécifiques à l'étude de la déformation plastique par EA

La glace peut être considérée comme un matériau « modèle » pour l'étude de la plasticité cristalline par EA. Il existe différentes raisons à cela. Tout d'abord, la glace diffère

de la plupart des autres matériaux par les faibles valeurs de ses coefficients de diffusion. Dans les métaux ou les céramiques, dans des conditions de faible contrainte et forte température, la déformation inélastique s'effectue majoritairement suivant des mécanismes diffusionnels. Dans le cas de la glace, le fluage diffusionnel reste insignifiant quelles que soient les conditions. Ainsi, seul le déplacement des dislocations est à prendre en compte comme mécanisme responsable de l'écoulement plastique dans la glace.

Etant donné leur très forte anisotropie plastique, les monocristaux de glace se déforment quasi-exclusivement par glissement sur les plans de base. Par ailleurs, la direction de glissement macroscopique observée correspond à la direction de cisaillement maximal dans le plan de base [*Kamb*, 1961]. Cette observation peut s'expliquer comme le résultat d'une combinaison des 3 directions de glissement du plan de base (a/3 <1-210>) selon des contraintes critiques équivalentes [*Louchet*, 2004]. Avec les notations de la figure I.5, cela implique : $\lambda + \mu = \pi/2$, si bien que pour un monocristal de glace, l'expression de la cission résolue sur les plans de base peut s'écrire :

$$\sigma = \frac{F}{S_0} \cos\lambda \sin\lambda \qquad \textbf{(II.1)}$$

Ainsi, l'hypothèse de glissement simple peut s'appliquer aux monocristaux de glace quelle que soit la valeur de la déformation (avant fissuration). Par opposition, dans les métaux, le glissement simple est généralement confiné aux très faibles déformations. L'hypothèse de glissement simple rend d'une part plus aisée l'interprétation des résultats. D'autre part, elle présente l'avantage de pouvoir effectuer une comparaison directe entre expériences et modèles théoriques. Nous avons vu en effet (Chap. I.2.3.) que plusieurs simulations numériques de plasticité cristalline considéraient l'activation d'un unique système de glissement (sans doute parce que ce cas est plus simple à modéliser mais peut-être s'agissait-il aussi de pouvoir faire référence aux expériences réalisées sur la glace).

Enfin, d'un point de vue expérimental, la glace présente plusieurs intérêts pratiques. Il s'agit d'un matériau bon marché, à partir duquel il est relativement aisé de fabriquer en laboratoire, des monocristaux ou des polycristaux tout en contrôlant leur microstructure (orientation des plans de base et contrôle de la taille des grains notamment). La transparence des échantillons de glace permet aussi de vérifier que l'activité acoustique qui y est enregistrée n'est pas due à de la micro-fracturation. Par ailleurs, le mode de fixation des capteurs par fusion / solidification directe à la surface de l'échantillon permet d'obtenir un excellent couplage acoustique. Cet excellent couplage contribue à optimiser le rapport signal

sur bruit et permet alors l'étude des événements acoustiques sur une très large gamme d'énergie (important pour mettre en évidence une éventuelle invariance d'échelle).

II.2. Préparation des échantillons

Nous avons réalisé des essais mécaniques à la fois sur des échantillons cylindriques de glace artificielle, préparés au *LGGE* à partir d'eau extrêmement pure (eau distillée, désionisée et dégazée) et sur des échantillons métalliques monocristallins.

II.2.1. Fabrication des monocristaux de glace

La méthode de fabrication que nous avons utilisée consiste à obtenir de nouveaux monocristaux par croissance de monocristaux pré-existants (Fig. II.4.). Au sein d'une pièce maintenue à une température très légèrement supérieure à 0°C, un germe monocristallin de glace I_h est fixé au fond d'un cristallisoir cylindrique. Puis ce germe est recouvert d'eau pure, elle même à 0°C. L'ensemble est ensuite disposé sur une plaque à effet Peltier, qui est utilisée comme source de froid. La croissance du germe monocristallin de départ peut alors s'effectuer par solidification progressive de l'eau contenue dans le cristallisoir. La puissance de refroidissement liée à l'élément Peltier étant proportionnelle à l'intensité du courant qui le traverse, un simple réglage de l'intensité permet de contrôler la vitesse de croissance du monocristal. Un agitateur est également mis en place pour éviter la formation de bulles d'air. De plus, un isolant en polystyrène expansé est rajouté autour du cristallisoir afin de limiter les transferts thermiques latéraux.

A noter que pour une réussite optimale du processus de croissance, il est préférable de travailler avec des germes monocristallins ayant leur axe *c* disposé perpendiculairement à l'axe de croissance. Dans ce cas en effet, la croissance du monocristal est facilitée car elle s'effectue suivant les plans basaux qui sont les plans denses du cristal. Par opposition, une orientation différente du germe de départ favorisera naturellement l'émergence de nouveaux grains possédant une orientation plus favorable.

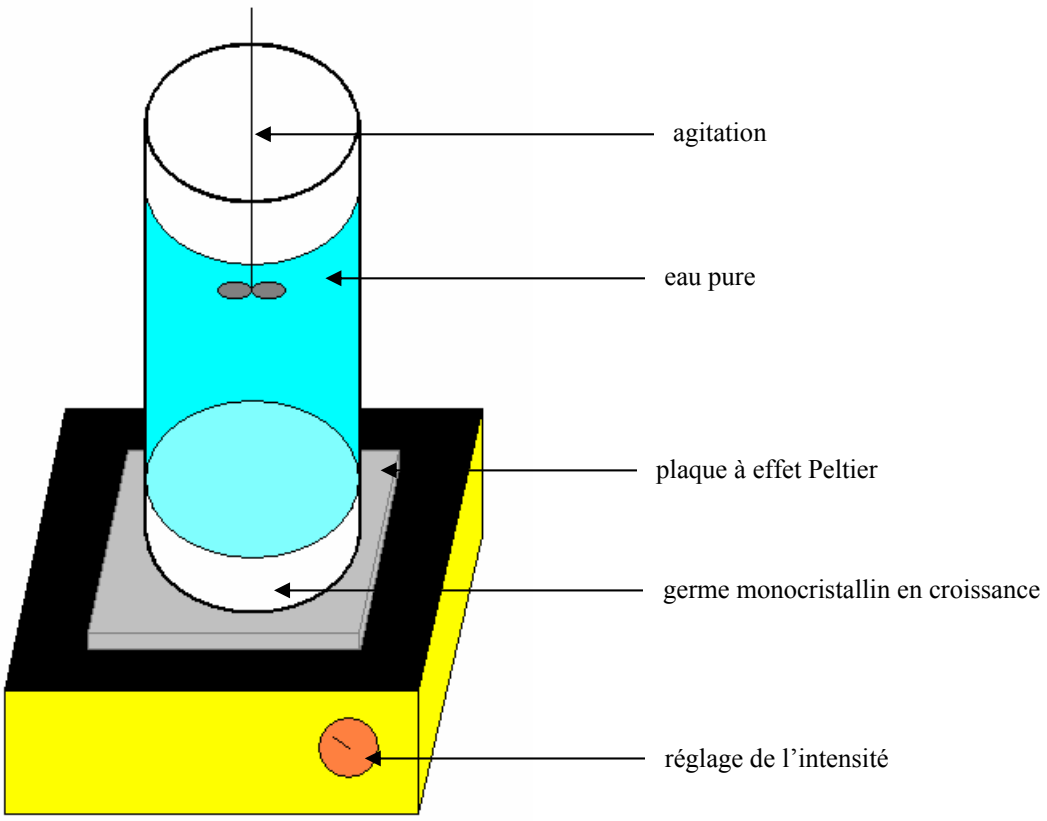

Figure II.4. Schéma de principe pour la croissance d'un monocristal de glace.

L'obtention de monocristaux de 25 cm de hauteur s'effectue en un peu plus d'un mois. Ils sont ensuite découpés diagonalement afin d'obtenir une nouvelle orientation de leur axe *c*. Par ailleurs, des analyses par diffraction des rayons X ont été pratiquées sur des monocristaux fabriqués au laboratoire et ont révélé une densité de dislocations inférieure à 10^8 m^{-2} [*Montagnat et al.*, 2003].

II.2.2. Fabrication des polycristaux de glace

Deux méthodes ont été utilisées pour la fabrication des polycristaux de glace. La première méthode permet de contrôler empiriquement la future taille de grain $\langle d \rangle$. Cependant, elle est inadaptée si l'on veut obtenir un polycristal à grains fins ($\langle d \rangle < 0.8$ mm). Cette méthode débute par le broyage de blocs de glace, préalablement solidifiés à partir d'eau pure. Puis, selon la taille de grain désirée, les fragments de glace dont le diamètre appartient à une gamme de taille spécifique sont récupérés par tamisage. Dans une chambre à 0°C, les

fragments sélectionnés sont alors versés à l'intérieur d'un cristallisoir cylindrique, qui est ensuite mis sous vide afin d'éviter la formation ultérieure de bulles d'air. Une fois le vide atteint (≈ 0.1 mbar), le cristallisoir est rempli d'eau pure à 0°C. Pour finir, l'ensemble eau + fragments de glace est placé sur une plaque réfrigérante jusqu'à solidification totale de l'échantillon (en un peu plus de 24 h). Cette technique permet d'obtenir des tailles de grain allant de 0.8 mm jusqu'à plus de 5 mm. Elle s'effectue sans contrôle de l'orientation des axes *c* des grains. Ces derniers sont donc distribués aléatoirement, ce qui conduit à un comportement mécanique macroscopiquement isotrope de l'échantillon ainsi fabriqué.

La deuxième méthode permet d'obtenir des tailles de grain plus petites. Elle consiste à comprimer de la fine poudre de glace en un agrégat solide (technique de frittage). Comme précédemment, la poudre de glace est obtenue par broyage de blocs de glace puis par tamisage des fragments. La poudre est ensuite introduite dans un moule cylindrique en acier où elle subit une compression hydrostatique. Pour des raisons pratiques, cette opération ne peut s'effectuer sous vide. Néanmoins, en prenant un tamis de 0.2 mm et en appliquant une charge axiale de 9 MPa pendant 2 heures, cette technique permet d'obtenir des échantillons solides de glace isotrope possédant une taille moyenne de grain de 260 µm et ayant une porosité de 4 %.

Les tailles moyennes de grain des polycristaux sont déterminées grâce à un logiciel de traitement d'image. Préalablement, des lames minces issues de ces polycristaux sont photographiées sous polariseurs croisés (Fig. II.5), chaque grain apparaissant avec une couleur différente (voir Chap. II.1.1.2.). Une fois ces images converties en niveaux de gris, le logiciel est capable de les analyser et d'identifier les frontières existant entre chaque grain. L'ensemble de la distribution des grains est donc décrit ; la taille moyenne de grain calculée $\langle d \rangle$ correspondant à la moyenne des racines carrées des aires des grains. Dans sa thèse, *Durand* [2005] donne une estimation standard de l'erreur commise sur la mesure de $\langle d \rangle$, qui tient compte des imprécisions liées à l'effet de coupe et à la variation du nombre de grains. A partir de simulations réalistes de microstructure 3D, il mesure l'écart-type *s* affecté à la mesure, par analyse d'images 2D, de la taille moyenne de grain :

$$s = 0.02\langle d \rangle + 0.44 N_d^{-1/2} \langle d \rangle \qquad \textbf{(II.2)}$$

où N_d est le nombre de grains considérés pour la mesure de $\langle d \rangle$.

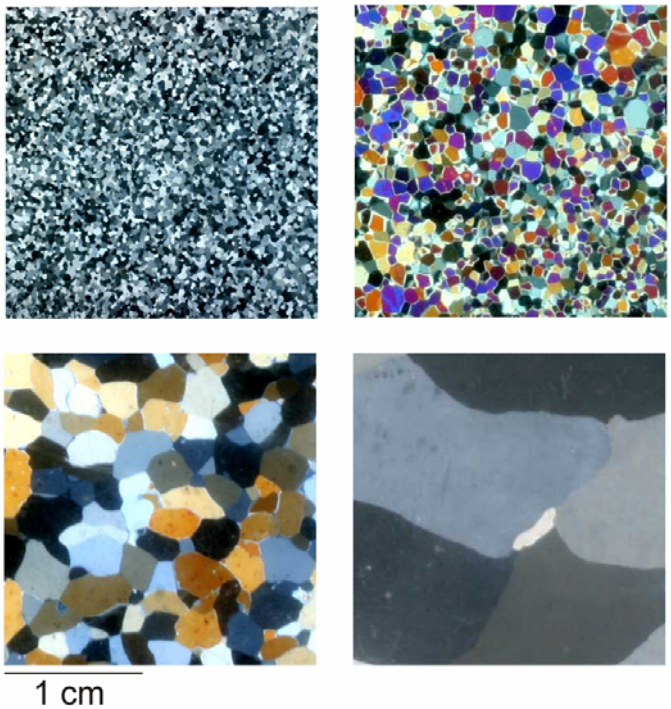

Figure II.5. Lames minces, photographiées sous polariseurs croisés, de 4 polycristaux de glace fabriqués en laboratoire. En haut à gauche, $\langle d \rangle$ = 260 µm (polycristal obtenu par frittage). En haut à droite, $\langle d \rangle$ = 1.05 mm. En bas à gauche, $\langle d \rangle$ = 1.92 mm. En bas à droite, $\langle d \rangle$ = 5.02 mm.

II.2.3. Fabrication des monocristaux métalliques

Les monocristaux de Cd et de Zn-0.08at%Al ont été fabriqués au *Département Physique des Métaux*, à l'*Université Charles* à Prague. La technique de croissance horizontale de Bridgman a été utilisée pour leur fabrication. Celle-ci s'est faite sous une atmosphère d'Argon, à partir de métaux bruts, en utilisant un moule en graphite et des germes cristallins pré-orientés. L'orientation des monocristaux a ensuite été déterminée grâce à la technique de Laue de diffraction des rayons X. Les monocristaux de Cu qui ont été testés proviennent quant à eux d'une donation du professeur *Hartmut Neuhäuser* (*Institut für Metallphysik und Nukleare Festköperphysik*, *Technische Universität Braunschweig*).

II.3. Système d'émission acoustique

II.3.1. Chaîne d'acquisition

L'enregistrement de l'EA pendant nos essais s'effectue au travers de la chaîne d'acquisition représentée sur la figure II.6. Des capteurs piézoélectriques sont fixés à la surface de l'échantillon ; soit directement, par fusion / solidification dans le cas d'échantillons de glace ; soit grâce à de la graisse de silicone, utilisée comme matériau couplant, dans le cas d'échantillons métalliques. Les ondes de contrainte du matériau déforment la surface de ces capteurs. En général, les capteurs piézoélectriques sont sensibles, soit au déplacement de leur surface, soit à la vitesse de déplacement de celle-ci. Ils convertissent les signaux d'émission acoustique provenant de l'échantillon en tensions électriques. Ces tensions sont ensuite amplifiées au moyen de préamplificateurs puis sont converties par les cartes AEDSP-32/16 du système d'acquisition Mistras. Ces dernières numérisent les signaux et procèdent à l'extraction des paramètres d'EA. Les données issues des cartes sont ensuite transmises à un micro-ordinateur pour leur affichage, leur stockage et leur traitement.

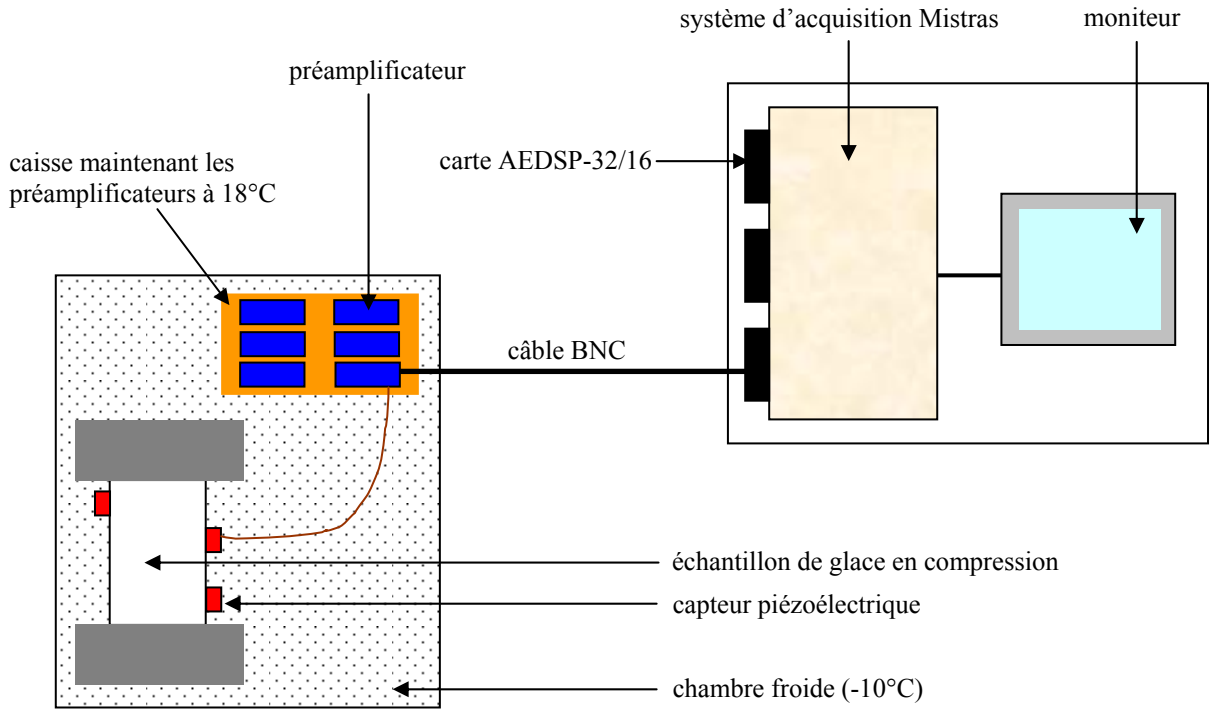

Figure II.6. Schéma de principe représentant les différents éléments intervenant lors des expériences d'émission acoustique sur des échantillons de glace.

Pour les expériences sur la glace, nous avons disposé de deux types de capteurs. Il s'agit de capteurs miniatures qui sont sensibles à la vitesse de leur surface. L'un, dénommé capteur Pico, possède une gamme de fréquences de 200-750 kHz et un diamètre de 5 mm, l'autre, dénommé capteur S9223, une gamme de fréquences de 25-100 kHz et un diamètre de 9 mm. Pour les essais sur les métaux, nous avons utilisé un capteur dénommé MST8S, de diamètre 3 mm et possédant une gamme de fréquences de 100-600 kHz. La valeur des gains des préamplificateurs est de 40 dB. La fréquence d'échantillonnage de la carte AEDSP est fixée à 8 MHz. L'échantillonnage se déclenche dès que le signal dépasse un seuil. La valeur du seuil est déterminée par rapport au niveau du bruit de fond. Dans des conditions expérimentales usuelles, en l'absence de charge, on enregistre un bruit moyen de 15-20 dB. Compte-tenu des variations possibles, un seuil A_{min} de 30 dB a été adopté. L'amplitude maximum enregistrable étant de 100 dB (ou 10 V), l'amplitude des événements acoustiques étudiés s'étend sur une gamme de 70 dB, soit sur 3.5 ordres de grandeur.

Pour chaque événement détecté au-delà du seuil, le système d'acquisition Mistras permet d'enregistrer divers paramètres (Fig. II.7), parmi lesquels le temps d'arrivée t_0 (le temps où le signal atteint la valeur seuil A_{min}), l'amplitude maximale A_0, la durée de l'événement δ et son énergie E. L'énergie E calculée par le système d'acquisition correspond à l'intégrale du signal au carré sur la durée de la salve : $E = \int_{t_0}^{t_0+\delta} A^2(t)dt$. Le système d'acquisition Mistras permet également de stocker les formes d'onde (le signal temporel échantillonné à 8 MHz) de chaque salve d'émission acoustique (Fig. II.7).

II.3.2. Individualisation des salves

Le problème de l'individualisation des salves est extrêmement important si l'on veut par la suite pouvoir effectuer une analyse statistique détaillée des données recueillies. En effet, le fait d'enregistrer plusieurs événements pour un seul et même phénomène source ou au contraire d'inclure plusieurs phénomènes sources dans un seul et même événement est susceptible de biaiser sérieusement les statistiques. Ce problème s'avère notamment crucial quant il s'agit d'étudier les corrélations temporelles entre événements (voir Chap. I.2.2.3.3.), puisque dans ce cas là, on s'intéresse à la durée séparant 2 événements successifs.

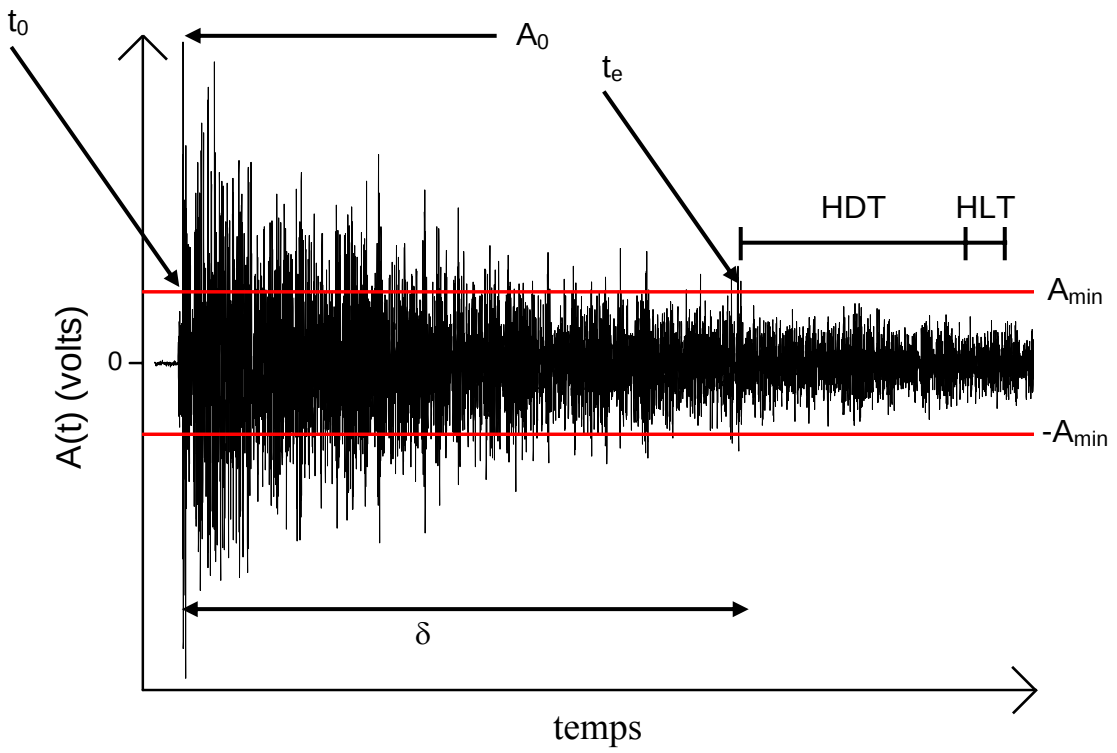

Figure II.7. Forme temporelle d'une onde relative à une avalanche de dislocations dans un monocristal de glace. La forme d'onde représente l'évolution de l'amplitude de l'onde acoustique A avec le temps. Les lignes horizontales sont représentatives du seuil de détection A_{min}. Le système d'EA détecte un nouvel événement dès que $A(t)$ atteint A_{min} en valeur absolue. Le premier dépassement correspond au temps d'arrivée t_0. Le temps de fin t_e correspond au dernier dépassement après lequel $|A(t)|$ reste inférieur à A_{min} pendant une durée au moins égale au *HDT* (= 100 µs). $\delta = t_e - t_0$ est la durée de l'événement. A_0 est l'amplitude maximale en valeur absolue de l'onde acoustique sur l'intervalle $[t_0, t_e]$. A la fin de la plage d'inhibition (*HLT* = 20 µs), le système est prêt à enregistrer un nouvel événement.

Le système Mistras utilise deux constantes de temps afin d'individualiser les événements acoustiques. La première, appelée *HDT* pour « Hit Definition Time », est utilisée pour déterminer le temps de fin t_e de l'événement (Fig. II.7). t_e est le temps à partir duquel le signal va rester constamment inférieur à A_{min} pendant une durée au moins égale au *HDT* (*HDT* = 100 µs dans notre cas). Par conséquent, les durées enregistrées qui correspondent à $\delta = t_e - t_0$, dépendent de la valeur attribuée au *HDT*. La deuxième constante de temps, appelée *HLT* pour « Hit Lockout Time », définit une plage d'inhibition de l'acquisition (*HLT* = 20 µs dans notre cas). Le *HLT* est déclenché à la fin du *HDT*. Ainsi, pour nos expériences, une durée de 120 µs est imposée entre la fin d'un événement et la possibilité d'en enregistrer un nouveau. Ces constantes de temps ont pour but d'éviter l'indivualisation d'échos secondaires, dus notamment aux réflexions d'onde sur les parois de l'échantillon. Il existe également une troisième constante de temps, appelée *PDT* pour « Peak Definition Time », qui sert à

déterminer l'alternance maximale de la salve (c'est à dire A_0). Sa principale nécessité est d'éviter les fausses mesures faites sur les propagations rapides, de faibles amplitudes, qui ne sont pas représentatives de l'événement.

Deux approches différentes sont envisageables afin de déterminer les valeurs des constantes de temps. Soit on ne veut absolument considérer que l'écho principal de la salve. Dans ce cas, le *HDT* devra être à la fois suffisamment long pour ne pas s'arrêter aux propagations les plus rapides et suffisamment court pour faire abstraction des échos secondaires. Le *HLT* devra être lui très long pour pouvoir inhiber tous les échos secondaires (réflexions d'onde, chemins de propagation indirecte…). Cette approche n'est pas vraiment adaptée aux petites structures comme la nôtre (pour la glace, nous disposons d'échantillons cylindriques de hauteur $L \approx 8$ cm et de diamètre $D \approx 5$ cm). Dans un tel cas en effet, le temps de retour d'une onde par réflexion contre une paroi est très bref ($L/C_L \approx 20$ µs, $C_L \approx 3900$ ms^{-1} étant la vitesse du son dans un monocristal de glace), si bien que généralement, l'arrivée d'un écho secondaire s'effectue avant la disparition de l'écho principal de la salve. De plus, imposer une importante plage d'inhibition présente le risque de manquer totalement ou partiellement l'enregistrement d'événements « réels ». Une autre approche consiste à vouloir inclure dans la description d'une salve tous les échos secondaires. Le *HDT* doit alors être supérieur au temps de retour d'une onde par réflexion sur les parois de l'échantillon. A la fin du dernier redéclenchement du *HDT*, les échos secondaires seront sensés avoir une amplitude inférieure au seuil de détection. Tout nouveau dépassement du seuil sera donc significatif d'un nouvel événement. C'est pourquoi on peut prendre un *HLT* minimal.

Pour nos expériences, nous avons adopté la deuxième approche. Préalablement, nous avons utilisé une source étalon appelée source « Nielsen » afin de régler le plus finement possible nos constantes de temps. Il s'agit d'une méthode de calibrage des systèmes d'EA, adoptée comme une norme standard par l'*ASTM* (American Society for Testing and Materials). Elle consiste à procéder à la rupture d'une mine de crayon ayant un diamètre de 0.5 mm et une dureté 2H, à longueur de mine et inclinaison constantes. Cette opération est sensée générer une impulsion de Dirac. Elle fait preuve également d'une très bonne reproductibilité [*Higo et Inaba*, 1991]. Elle permet de voir comment le système d'acquisition va répondre à une source impulsionnelle dans le temps, notamment la manière dont il va prendre en compte les échos secondaires. Le réglage optimal que nous avons obtenu pour *PDT* = 25 µs, *HDT* = 100 µs et *HLT* = 20 µs, engendre en moyenne l'enregistrement de 1.2 événements consécutivement à une rupture de mine de crayon. Une valeur sensiblement égale

est obtenue pour les deux types de capteur (Pico et S9223). Il y a un compromis à effectuer sur le *HDT*, car une valeur trop élevée augmente le risque d'assimiler à un seul et même événement plusieurs salves indépendantes. De plus, l'amplitude d'une source « Nielsen » est très élevée (> 95 dB) en comparaison de la plupart des événements acoustiques enregistrés lors de nos essais. De fait, il est raisonnable de considérer que l'on enregistre quasiment jamais d'échos secondaires à la suite d'événements d'amplitude inférieure à 90 dB.

II.3.3. Signification des durées acoustiques

Les valeurs des durées des événements acoustiques dépendent directement de la valeur choisie pour la constante de temps *HDT*. Dans notre cas (*HDT* = 100 µs), les durées que nous enregistrons tiennent compte de l'arrivée de tous les échos secondaires ayant une amplitude supérieure au seuil de détection. Eventuellement, ces durées peuvent aussi inclure des répliques (voir Chap. I.2.2.3.3.), si celles-ci sont très rapprochées dans le temps. Nos données expérimentales montrent que les durées des avalanches de même amplitude se distribuent autour d'une valeur moyenne selon une gaussienne (Fig. II.8), signifiant qu'il est pertinent, pour une amplitude A_0 donnée, de parler de durée moyenne d'une avalanche. De plus, les valeurs des constantes de temps étant fixes et identiques pour toutes nos expériences et les mécanismes sources d'émission acoustique similaires d'une expérience à une autre, il apparaît significatif de comparer d'un essai à un autre les durées moyennes des ondes acoustiques ayant un même A_0. Ces durées moyennes peuvent notamment renseigner sur la vitesse d'atténuation des avalanches.

II.3.4. Localisation

Notre appareil comporte 6 voies de mesure (2 par carte d'acquisition). Grâce à l'utilisation de plusieurs capteurs, nous pouvons ainsi mesurer en parallèle le signal acoustique depuis 6 points différents de l'espace (Fig. II.9). Nous disposons également d'un logiciel permettant de localiser en 3 dimensions les événements acoustiques à partir de la différence des temps d'arrivée des salves sur chaque voie de mesure. Si au moins 4 capteurs

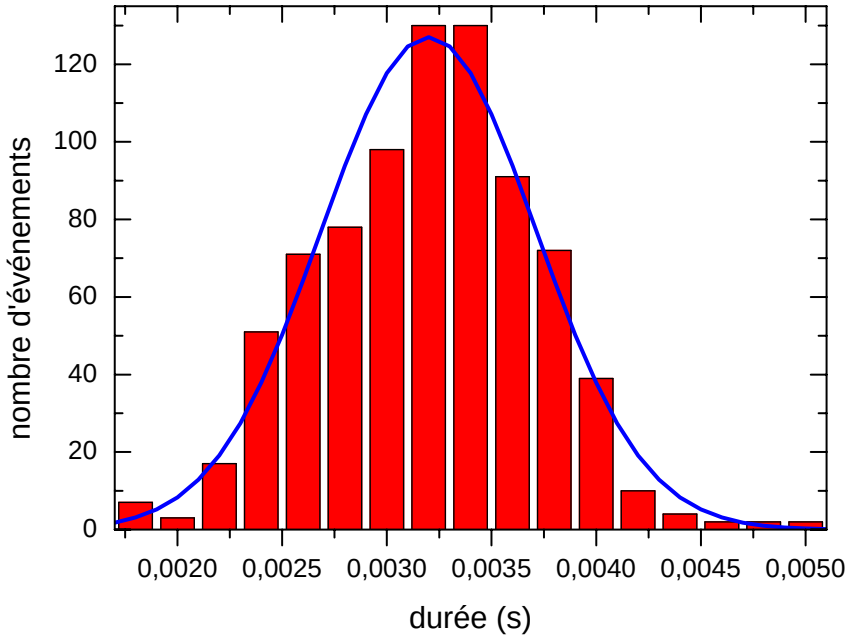

Figure II.8. Distributions des durées des événements acoustiques ayant une amplitude maximale comprise entre 45 et 49 dB pour un essai de fluage compression sur un monocristal de glace (T = -10°C, σ = 67 kPa). La courbe de Gauss calculée à partir de la moyenne et de la variance de la distribution est également représentée.

ont été atteints, la connaissance de la vitesse de propagation des ondes et de la position des capteurs permet de calculer la position de la source. L'algorithme de calcul utilise une forme de régression non-linéaire (*moindres carrés*). Cette régression non-linéaire calcule la somme des carrés des différences entre les temps d'arrivée observés et ceux calculés à partir d'un emplacement possible de la source : Fit = $\Sigma[\Delta T_{obs}-\Delta T_{calc}]^2$. L'algorithme minimise cette somme en recherchant la meilleure solution possible pour l'emplacement de la source par la méthode du *Simplex* (à laquelle d'importantes modifications ont néanmoins été apportées). La résolution temporelle du système d'acquisition est de 0.25 µs. La vitesse de propagation des ondes dans la glace étant de l'ordre de 3900 ms^{-1}, cela conduit à une résolution spatiale d'environ 1 mm. Cependant, la taille des capteurs utilisés est un autre facteur limitant. La résolution spatiale de notre système de localisation ne doit donc pas être meilleure que 5 mm.

II.4. Essais mécaniques

Tous les essais mécaniques réalisés sur le matériau glace sont des essais de fluage,

Figure II.9. Essai de fluage compression sur un monocristal de glace. 6 capteurs Pico, répartis de manière homogène à la surface, enregistrent l'EA issue du déplacement des dislocations dans tout le volume de l'échantillon.

réalisés en compression uniaxiale (Fig. II.10). Cela signifie que l'on enregistre la déformation de l'échantillon au cours du temps, tandis que la contrainte est imposée et constante. Ces essais de compression s'effectuent au moyen d'une presse classique, constituée de 2 plateaux parallèles, le plateau du bas étant fixe. Le plateau du haut, mobile, est rattaché à un bras de levier auquel est accrochée la masse correspondant à la force que l'on veut appliquer. La force appliquée par la presse varie linéairement avec la masse accrochée au bras de levier. Le fonctionnement purement mécanique de la presse utilisée présente l'avantage de n'être source d'aucun bruit acoustique, comme pourraient l'être les vibrations consécutives au fonctionnement d'une presse hydraulique par exemple.

En réalité, d'autres types d'essais mécaniques ont été réalisés sur le matériau glace : essais de torsion en fluage et essais de compression en contrôle de vitesse de charge (à l'aide d'un dispositif permettant l'écoulement d'un mélange eau + glycol dans un récipient raccroché au bras de levier). Pour autant, aucun résultat issu de ces essais n'est exposé dans ce manuscrit. Il est encore nécessaire de poursuivre ces essais (notamment pour avoir des statistiques plus conséquentes) avant de dresser d'éventuelles conclusions.

Figure II.10. Essai de fluage compression sur un polycristal de glace. Un capteur Pico et un capteur S9223 sont fixés à la surface de l'échantillon.

Les tests sur les échantillons métalliques ont eux été effectués au *Département Physique des Métaux* de l'*Université Charles*, à Prague (Fig. II.11 et II.12). Les échantillons ont été testés en traction, à température ambiante et à vitesse de déplacement imposée par l'intermédiaire d'une machine *Instron* pilotée par ordinateur.

Figure II.11. Essai de traction sur un monocristal de Cd.

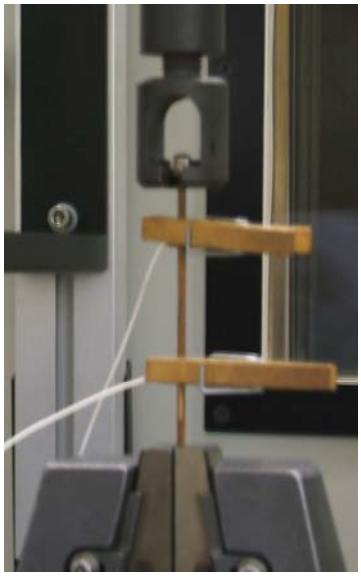

Figure II.12. Essai de traction sur un monocristal de Cu.

II.5. Modèle de source d'émission acoustique

II.5.1. Origine de l'émission acoustique

D'une manière générale, le phénomène émission acoustique (EA) désigne toute manifestation d'une onde acoustique dont la source se trouve au sein d'un matériau subissant une modification irréversible, localisée et brutale. Lorsque sous l'effet d'une sollicitation externe (qui peut être mécanique, thermique, magnétique…), un matériau subit une modification structurale, il se produit un dégagement irréversible d'énergie. Une partie de cette énergie, souvent faible, est en fait susceptible d'être libérée sous forme d'une onde de contrainte ou de déplacement : c'est l'EA [*Rouby et al.*, 1983a]. Les sources d'EA sont extrêmement diverses. Parmi les principales, *Rouby et al.* [1983a] citent : le glissement des dislocations, le mâclage, la transformation de phase sans diffusion, l'initiation et la propagation de fissures ainsi que le déplacement discontinu de parois de domaines magnétiques.

II.5.2. Développement d'un modèle de source

Pour être en mesure de donner une interprétation des données acoustiques recueillies, il est préalablement nécessaire d'être capable de relier les caractéristiques des ondes acoustiques générées à des processus physiques. Dans le cadre de notre étude, nous avons ainsi besoin d'un modèle de source d'EA relatif aux mouvements des dislocations. Ci-dessous, nous développons un modèle qui s'inspire directement du formalisme établi par *Rouby et al.* [1983a, 1983b].

II.5.2.1. Formalisme de *Rouby*

Rouby et al. [1983a, 1983b] ont développé un formalisme donnant l'effet à grande distance du mouvement élémentaire d'une dislocation, où seul l'effet dû à l'onde longitudinale est pris en compte. La source élémentaire est un mouvement d'une dislocation

balayant une aire $\mathcal{A}$ (Fig. II.13). Pour simplifier, la dislocation est supposée rectiligne, de longueur L et se déplaçant à la vitesse $v(t)$.

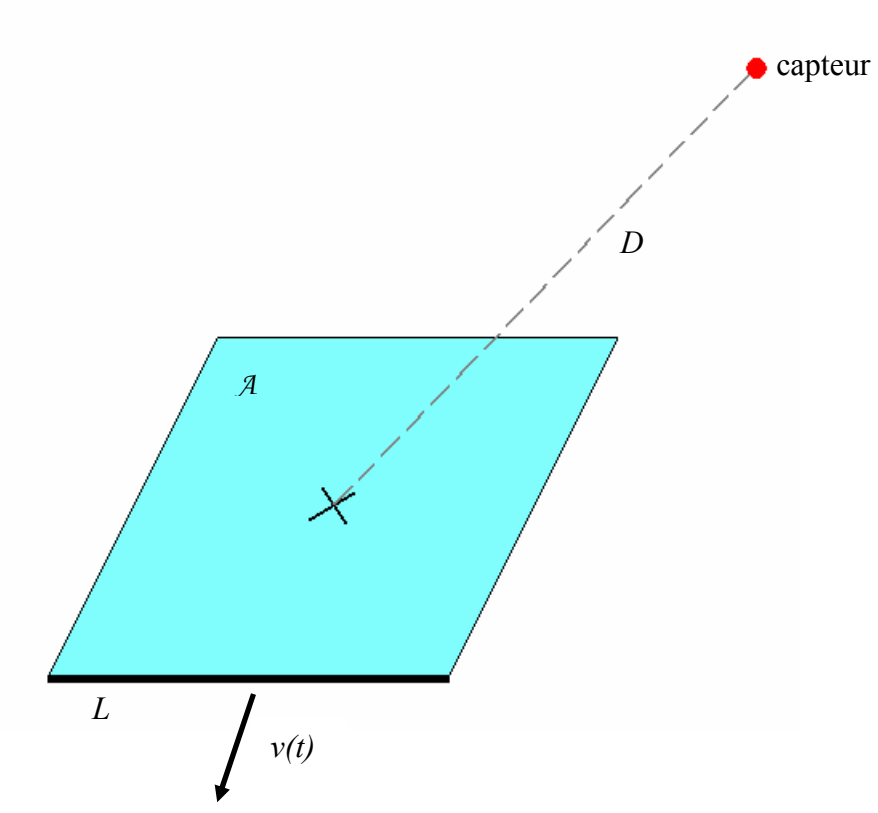

Figure II.13. Schéma illustrant la source élémentaire d'EA considérée : le déplacement à la vitesse $v(t)$ d'une dislocation rectiligne (ligne épaisse noire) de longueur L, à la distance D du capteur. L'aire balayée par la dislocation est notée $\mathcal{A}$. Contrairement à ce qui représenté, la distance D est supposée grande devant L (hypothèse de champ lointain).

Ce formalisme se transpose facilement au cas réel, où le signal acoustique enregistré est le résultat du déplacement quasi-instantané et coopératif de n dislocations (avalanche de dislocations). Pour cela, il suffit de considérer une dislocation unique de longueur nL. Par la suite, L représentera donc la longueur totale des dislocations impliquées dans l'avalanche. Dans l'espace des fréquences, ces différentes hypothèses conduisent *Rouby et al.* [1983a] à fournir l'expression suivante du spectre des déplacements :

$$u(\omega) = Lv(\omega)e^{\frac{-j\omega D}{C_L}}\left[\frac{K_1}{D} - j\frac{K_2}{D^2\omega}\right] \qquad \textbf{(II.3)}$$

ω est la pulsation, $\omega=2\pi\nu$. K_1 et K_2 sont des coefficients qui dépendent des caractéristiques géométriques et des propriétés du matériau :

$$K_1 = \frac{C_T^2 b}{4\pi C_L^3} \qquad \textbf{(II.4)} \qquad\qquad K_2 = -3K_1C_L \qquad \textbf{(II.5)}$$

C_T et C_L sont respectivement les vitesses des ondes transverses et longitudinales, b est le vecteur de Burgers et D est la distance source/capteur (supposée grande devant L : hypothèse de champ lointain). Le terme $1/D^2$ représente l'atténuation géométrique de l'onde acoustique. D/C_L correspond au temps mis par l'onde pour effectuer le trajet source-capteur. Les capteurs piézoélectriques que nous utilisons sont sensibles à la vitesse de déplacement de leur surface. Par rapport à nos expériences, il est donc nécessaire d'aboutir à une expression du spectre des vitesses. En fait, il est équivalent de s'intéresser à l'onde de contrainte σ qui est directement reliée à la vitesse de déplacement via l'impédance acoustique Z du milieu ($Z = \phi C_L$, avec ϕ la densité du matériau) :

$$\sigma(t) = Z\frac{\partial u}{\partial t} \qquad \textbf{(II.6)}$$

Dans l'espace des fréquences, cela donne :

$$\sigma(\omega) = Zj\omega u(\omega) = \frac{ZLK_1}{D} j\omega v(\omega) e^{\frac{-j\omega D}{C_L}} + \frac{ZLK_2}{D^2} v(\omega) e^{\frac{-j\omega D}{C_L}} \qquad \textbf{(II.7)}$$

En passant dans le domaine temporel, l'équation II.7 devient :

$$\sigma(t) = \frac{ZLK_1}{D}\frac{\partial v(t-\frac{D}{C_L})}{\partial t} + \frac{ZLK_2}{D^2} v(t-\frac{D}{C_L}) \qquad \textbf{(II.8)}$$

II.5.2.2. Hypothèse de décroissance exponentielle

L'équation II.8 contient un terme dérivé de *v(t)*. Un moyen d'obtenir une expression de cette dérivée, est d'effectuer une hypothèse sur la forme de *v(t)*. Etant donné que le déplacement des dislocations est sujet à dissipation, une hypothèse simple est de supposer une décroissance exponentielle de la vitesse de l'avalanche avec le temps :

$$v(t) = v_0 \exp\left(-\alpha\left(t - t_0\right)\right) \qquad \textbf{(II.9)} \qquad \text{et :} \qquad \frac{\partial v(t)}{\partial t} = -\alpha v(t) \qquad \textbf{(II.10)}$$

Le début de l'avalanche est symbolisé par le suffixe *0*. A l'instant initial, nous supposons ainsi que l'amplitude de l'avalanche est maximale, ce qui est en bon accord avec l'allure des formes d'onde que nous avons enregistrées (Fig. II.7). α est un coefficient d'amortissement. Par la suite, ceci conduit à :

$$\sigma(t) = -\frac{ZLK_1}{D^2}\left[\alpha D + 3C_L\right] v(t-\frac{D}{C_L}) \qquad \textbf{(II.11)}$$

A partir de nos données expérimentales, il est possible d'estimer grossièrement le coefficient d'amortissement α (voir plus loin Chap. II.5.2.3.2.). Pour un monocristal de glace, on mesure $\alpha \approx 300\ s^{-1}$. Avec $D \approx 2$ cm, le terme αD est de l'ordre de $6\ ms^{-1}$. Il est donc négligeable devant $3C_L = 3*\ 3900 = 11700\ ms^{-1}$. Négliger le terme αD revient en fait à négliger le premier terme dans l'équation II.3 : $K_1 << K_2/D\omega$. Cela est donc équivalent à se placer dans les conditions d'une hypothèse basses fréquences. Cette hypothèse nous donne :

$$\sigma(t) = -\frac{3ZLK_1C_L}{D^2} v(t - \frac{D}{C_L}) \qquad \textbf{(II.12)}$$

En remplaçant K_1 et Z par leur expression respective, nous aboutissons finalement à l'expression suivante de l'amplitude de l'onde acoustique enregistrée par nos capteurs :

$$A(t) = \frac{3C_T^2}{4\pi C_L}\frac{\varphi b}{D^2} Lv = \frac{3C_T^2}{4\pi C_L}\frac{\varphi b}{D^2}\left(\frac{dS}{dt}\right) \qquad \textbf{(II.13)}$$

Le terme Lv exprime la surface S balayée par unité de temps par les dislocations au cours de l'avalanche : $Lv = dS/dt$.

II.5.2.3. Expression des paramètres acoustiques

L'expression de $A(t)$ donnée par l'équation II.13 ne prend pas en compte les oscillations propres de l'onde de contrainte. Elle est censée correspondre à l'enveloppe du signal acoustique enregistré (voir Fig. II.7). En réalité, elle omet de tenir compte de toutes les fonctions de transfert intermédiaires (du milieu, du capteur, de l'appareillage). Une comparaison directe n'a donc que peu d'intérêt, d'autant qu'expérimentalement, un événement acoustique est caractérisé par seulement quelques paramètres, son amplitude maximale, sa durée, son énergie (voir Chap. II.3.1.).

II.5.2.3.1. Amplitude maximale

D'après nos hypothèses, l'amplitude maximale de l'onde acoustique correspond à A_0 (amplitude maximale à l'instant initial). Comme pour la vitesse, on peut supposer que la longueur totale de dislocations L impliquée dans l'avalanche décroît exponentiellement avec le temps. La dérivée par rapport au temps de la surface balayée par l'avalanche ($dS/dt = Lv$) décroît alors elle aussi de façon exponentielle (avec un coefficient d'amortissement égal à la

somme des coefficients d'amortissement relatifs à v et à L, appelé abusivement α par souci de simplicité) :

$$\frac{dS}{dt} = \left(\frac{dS}{dt}\right)_0 \exp\left(-\alpha\left(t - t_0\right)\right) \qquad \textbf{(II.14)} \qquad \text{et :} \qquad S = \int_{t_0}^{\infty} \frac{dS}{dt} dt = \frac{1}{\alpha}\left(\frac{dS}{dt}\right)_0 \qquad \textbf{(II.15)}$$

Il devient alors possible d'exprimer directement A_0 en fonction de la surface S balayée par les dislocations au cours de l'avalanche :

$$A_0 = \frac{3C_T^2}{4\pi C_L} \frac{\varphi\alpha}{D^2} Sb \qquad \textbf{(II.16)}$$

Normalisé par un volume, le terme Sb représente un incrément de déformation. La taille A_0 des avalanches que nous enregistrons est donc représentative de la déformation qu'elles ont engendrée.

II.5.2.3.2. Durée

Il est également possible d'obtenir une relation entre la durée de l'événement, $\delta = t_e - t_0$ et sa taille, A_0. Si on suppose toujours une décroissance exponentielle de l'amplitude de l'avalanche avec le temps, l'amplitude de l'onde acoustique à la fin d'un événement ($t = t_e$) est donnée par :

$$A_e = A_{\min} = A_0 e^{-\alpha\left(t_e - t_0\right)} \qquad \textbf{(II.17)}$$

, ce qui conduit à :

$$\delta = t_e - t_0 = \frac{\ln A_0 - \ln A_{\min}}{\alpha} \qquad \textbf{(II.18)}$$

Pour des valeurs de A_0 inférieures à 70 dB (ou 0.3 V), nos données expérimentales sont en relativement bon accord avec la relation $\delta \sim ln(A_0)$ (Fig. II.14). En fait, plus l'amplitude des événements est importante et plus l'écart observé par rapport à la linéarité de la relation $\delta \sim ln(A_0)$ est grand. La durée des événements peut en effet inclure des échos secondaires et/ou des répliques si ces derniers possèdent une amplitude supérieure au seuil de détection A_{min} (voir Chap. II.3.3.). Or, échos secondaires et répliques auront d'autant plus de chance d'avoir une amplitude supérieure à A_{min} que l'amplitude de l'événement principal sera élevée. Ceci pourrait expliquer pourquoi on observe que les durées des gros événements sont en moyenne supérieures aux durées déduites de la relation $\delta \sim ln(A_0)$. Néanmoins, pour $A_0 < 70$ dB, la

relation $\delta \sim ln(A_0)$ permet d'estimer par régression linéaire le coefficient d'amortissement α. Les valeurs de α renseignent sur l'atténuation moyenne subie par les avalanches de dislocations au cours d'un essai.

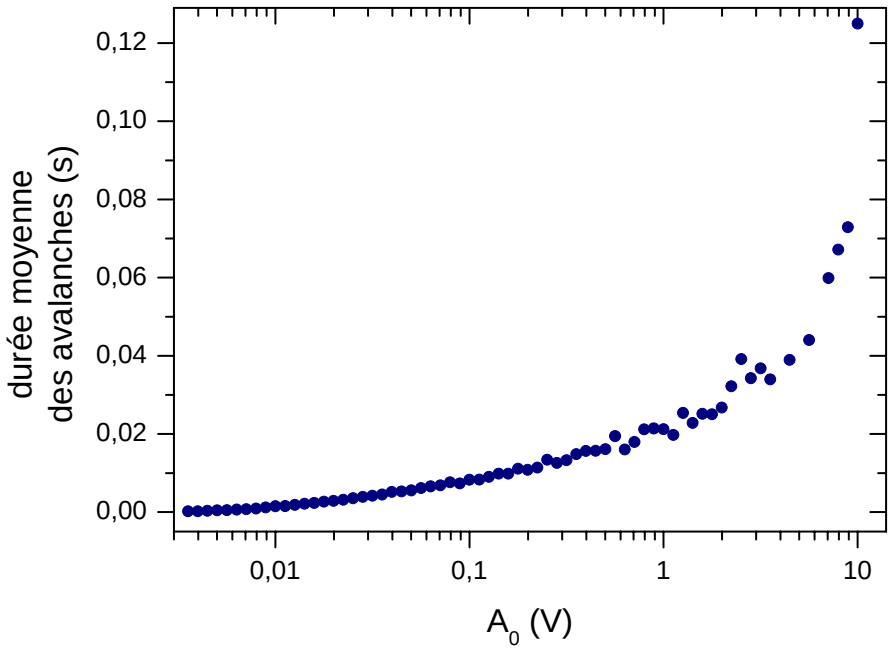

Figure II.14. Durée moyenne des avalanches calculée par le système d'acquisition Mistras en fonction de l'amplitude maximale de l'onde acoustique. Valeurs recueillies au cours d'un essai de fluage compression sur un polycristal de glace (σ_{ext}= 0.55 MPa, $\langle d \rangle$ = 5.02 mm, T = -10 °C).

II.5.2.4. Arguments en faveur de l'hypothèse effectuée

Les équations décrites ci-dessus proviennent essentiellement du formalisme développé par *Rouby et al.* [1983a, 1983b]. Nous avons simplement ajouté une hypothèse supplémentaire, celle d'une décroissance exponentielle de la vitesse des avalanches avec le temps. Différents éléments viennent étayer cette hypothèse : (i) l'allure des formes d'onde enregistrées expérimentalement (Fig. II.7), (ii) les sorties du modèle de dynamique des dislocations discrètes développé par *Miguel et al.* [2001a, 2001b] (voir Chap. I.2.3.1.1. et inséré de la figure I.21) qui montrent une relaxation exponentielle des avalanches, (iii) un relativement bon accord entre l'évolution de l'activité acoustique globale et la déformation macroscopique [*Weiss et Grasso*, 1997] ($\Sigma A_0 \sim \varepsilon$ est en effet cohérent avec $A_0 \sim Sb$) et (iv)

une relation $\delta \sim ln(A_0)$ effectivement observée pour des amplitudes inférieures à 70 dB (Fig. II.14).

De plus, expérimentalement, on observe que l'énergie E d'un événement varie avec le carré de l'amplitude maximal A_0, $E \sim A_0^2$ [*Weiss et al.*, 2001]. Ceci est également cohérent avec l'hypothèse de décroissance exponentielle effectuée, puisque partant de $E = \int_{t_0}^{t_O+\delta} A^2(t)dt$, $A(t) = A_0 e^{-\alpha(t-t_0)}$ conduit à $E \approx \frac{A_0^2}{2\alpha} \sim A_0^2$.

Chapitre III :

Influence de la température sur les avalanches de dislocations

D'après : Richeton T., Weiss J. & Louchet F., Dislocation avalanches : role of temperature, grain size and strain hardening, *Acta Materialia* **53**, 4463-4471 (2005).

III.1. Objectifs

Les dislocations d'un cristal ressentent à la fois une friction du réseau, des interactions avec d'autres dislocations, ainsi que des interactions avec d'autres obstacles (défauts ponctuels, impuretés, précipités…). Le franchissement de ces obstacles (au sens large) s'effectue avec l'aide conjointe de la contrainte et de la température. Cependant, seuls les obstacles de « petite » taille (inférieure à quelques centaines d'Angströms) peuvent être franchis grâce à une contribution significative de l'activation thermique. En effet, si le nombre d'atomes mis en mouvement lors du passage de l'obstacle est trop grand, la probabilité de les exciter tous simultanément grâce à l'agitation thermique devient alors trop faible. Pour autant, la température a bien une influence directe sur le comportement individuel des dislocations. L'activation thermique facilite notamment le franchissement des « barrières de Peierls » relatives à la friction du réseau. Par exemple, dans le cas de la glace Ih, de -20°C à -3°C, la mobilité individuelle d'une dislocation basale est augmentée par un facteur 15 [*Shearwood et Whitworth*, 1991]. Une augmentation de la température peut également favoriser la diffusion des lacunes au sein du cristal et par conséquent la montée des dislocations. La présente étude a pour objectif de voir, à partir de mesures d'EA, dans quelle mesure la dynamique collective des dislocations pourrait être influencée par la température. Les expériences et simulations précédemment réalisées (voir Chap. I.2.) ont néanmoins montré que le champ de contrainte en $1/r$ des dislocations était à la base de l'établissement de la dynamique critique invariante d'échelle. Les interactions élastiques entre dislocations étant indépendantes de la température, on ne s'attend pas a priori à voir un changement radical de la dynamique critique jusqu'alors observée, tout au plus des perturbations éventuelles liées à un accroissement de la friction de réseau (due à une diminution de la température) ou à une augmentation des processus thermiquement activés (due à une augmentation de la température).

Dans ce but, nous avons réalisé des essais de fluage compression sur des monocristaux de glace, à -3°C, -10°C et -20°C. Nous avons envisagé trois possibilités différentes (et arbitraires) pour fixer la contrainte à appliquer en fonction de la température :

(i) maintenir la contrainte résolue sur les plans de base constante,

(ii) maintenir la vitesse de déformation macroscopique ε constante,

(iii) maintenir la vitesse moyenne d'une dislocation isolée constante.

Pour mettre en œuvre la deuxième option, nous avons utilisé la loi de déformation communément admise pour les monocristaux de glace [*Petrenko et Withworth*, 1999] :

$$\dot{\varepsilon} \sim \sigma^2 \exp\left(-\frac{Q}{kT}\right) \qquad \textbf{(III.1)}$$

Q est une énergie d'activation ($Q \approx 0.6$ à 0.8 eV suivant les auteurs), k la constante de Boltzmann, T la température et σ la cission résolue sur les plans de base. Concernant la troisième possibilité, l'idée sous-jacente est de voir si une modification de la température peut influencer la dynamique collective des dislocations alors que le comportement individuel des dislocations reste lui globalement le même. Pour ce cas là, nous avons utilisé la relation empirique établie par *Shearwood et Withworth* [1991] donnant l'évolution de la vitesse individuelle v_i des dislocations suivant un processus d'Arrhenius en fonction de T et de σ, (avec ici $Q \approx 0.9$ eV) :

$$v_i \sim \sigma \exp\left(-\frac{Q}{kT}\right) \qquad \textbf{(III.2)}$$

III.2. Effet sur la dynamique collective

III.2.1. Distributions des tailles des avalanches

Les travaux précédemment menés avaient montré que les distributions des tailles des avalanches de dislocations enregistrées par EA sur des monocristaux de glace étaient indépendantes de la contrainte appliquée [*Miguel et al.*, 2001] (voir Fig. I.11). Le même résultat a été observé au cours de ce travail. De plus, les essais réalisés montrent que, quelle que soit la méthode utilisée pour déterminer la contrainte de compression, les distributions des tailles des avalanches n'évoluent aucunement avec la température. En effet, une fois normalisée par le nombre total d'avalanches de chaque essai, toutes les distributions se superposent parfaitement (Fig. III.1), obéissant à une même loi de puissance, $P(A_0) \sim A_0^{-\tau_A}$, avec $\tau_A = 2.0 \pm 0.1$. La température n'a donc pas d'effet sur l'invariance d'échelle du système. Ces résultats confirment que la dynamique critique invariante d'échelle est indépendante vis à vis du comportement individuel des dislocations. Au contraire, cette dynamique semble

résulter quasi-exclusivement des interactions élastiques longue-distance qui existent entre les dislocations. Il apparaît ainsi que la dynamique critique observée est caractérisée par un haut degré d'universalité. Les processus thermiquement activés (montée, glissement dévié…) agissent essentiellement sur les propriétés individuelles des dislocations. Dans le cas de la glace et pour la gamme de température étudiée, ils ne modifient globalement pas la dynamique critique de leur déplacement collectif.

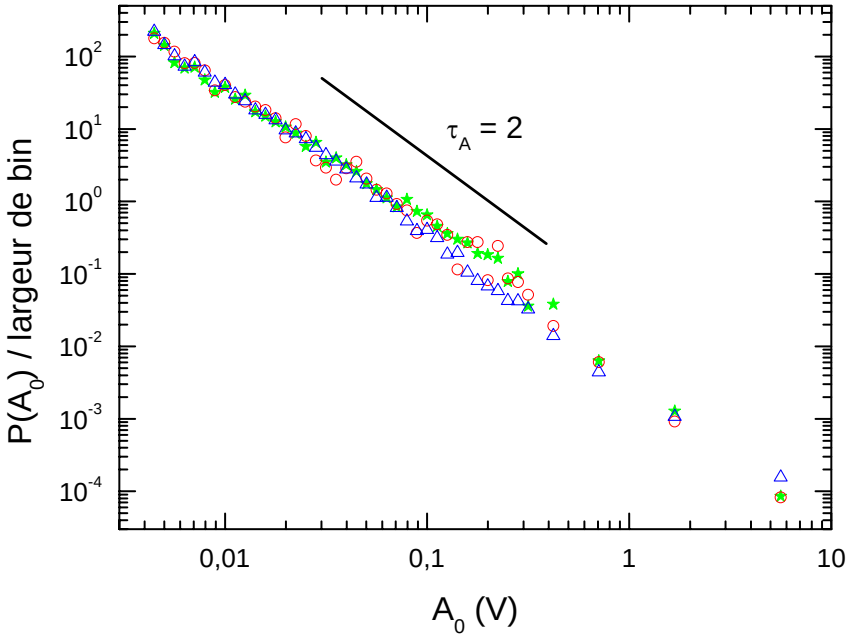

Figure III.1. Distributions de probabilité des amplitudes acoustiques dans des monocristaux de glace à des températures différentes. Cercles : T = -3°C, σ = 67 kPa. Etoiles : T = -10°C, σ = 67 kPa. Triangles : T = -20°C, σ = 342 kPa.

III.2.2. Influence de la friction de réseau

La friction de réseau de type Peierls s'oppose au glissement des dislocations en obligeant ces dernières à passer par une position hautement énergétique située entre deux creux de potentiels [*Friedel*, 1964]. En ce sens, surmonter une telle friction de réseau est un processus activé thermiquement. Par conséquent, la friction de réseau augmente quand la température diminue. L'effet de la friction de réseau se fait également d'autant plus ressentir que la vitesse de déformation augmente, étant donné que la probabilité de franchir des barrières de potentiel en un temps de plus en plus restreint est forcément de plus en plus

faible. De ce fait, la friction de réseau devrait avoir un effet significatif sur les avalanches se propageant rapidement. Par ailleurs, il est possible de définir une distance caractéristique au-delà de laquelle le champ élastique associée à une dislocation devient inférieur à la friction de réseau [*Louchet*, 2006]. Quand cette distance (dont la valeur augmente avec la friction de réseau) devient de l'ordre de grandeur de la distance moyenne entre dislocations, les interactions mutuelles entre dislocations, à l'origine des comportements collectifs observés, deviennent négligeables. Par conséquent, une augmentation de la friction de réseau pourrait perturber les mouvements collectifs de dislocations et favoriser au contraire des mouvements individuels décorrélés. La part croissante de dislocations se déplaçant de manière décorrélée serait alors susceptible de modifier la dynamique critique invariante d'échelle jusqu'alors observée, et/ou de réduire la part de la déformation globale s'effectuant sous forme d'avalanche de dislocations. Cependant, un tel effet de la friction de réseau n'a pas été observé au cours de nos essais sur la glace, même pour ceux réalisés à -20°C. Des températures plus basses sont probablement nécessaires pour observer un effet significatif de la friction de réseau sur la dynamique collective des dislocations dans la glace.

Inversement, des tests ont été effectués à des températures très proches du point de fusion (-3°C). Comme on pouvait s'y attendre, les distributions des tailles des avalanches de ces tests ne révèlent aucune « coupure » aux plus fortes amplitudes, signifiant que les corrélations longue-distance entre mouvements de dislocations perdurent jusqu'à des températures très proches du point de fusion.

III.2.3. Corrélations temporelles

Nous avons vu que la température, dans la gamme étudiée, ne modifiait pas les distributions des énergies des avalanches de dislocations. Nous regardons ici ce qu'il en est du point de vue des corrélations temporelles. Suivant la même méthode que celle utilisée par *Weiss et Miguel* [2004] (voir aussi Chap. I.2.2.3.3.), une analyse statistique détaillée des temps d'arrivée des avalanches a été effectuée. On observe, à toutes les températures, un processus de déclenchement de répliques (Fig. III.2). Aucune évolution significative avec la température d'une des caractéristiques de ces répliques (nombre, répartition dans le temps, distribution énergétique...) n'a pu être mise en évidence (Fig. III.2).

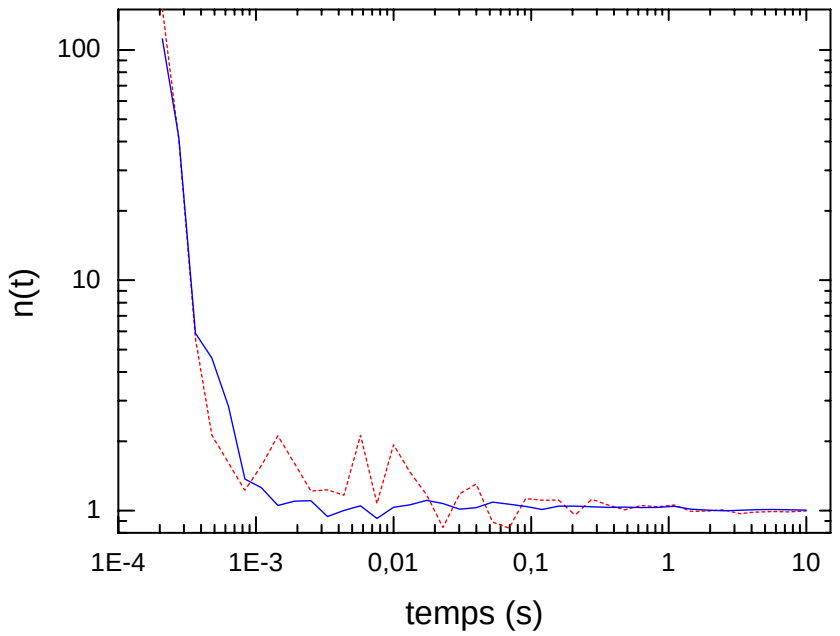

Figure III.2. Taux moyen d'événements *n(t)* enregistré à la suite d'avalanches de toutes amplitudes (30 à 100 dB) et normalisé par l'activité moyenne de l'essai. Courbe en trait plein : T = -20°C, σ = 342 kPa. Courbe pointillée : T = -3°C, σ = 67 kPa. La courbe pointillée est la plus bruitée en raison du faible nombre d'événements enregistrés (1517). Plus le nombre d'événements enregistrés est important (21796 pour l'essai à -20°C), et plus les répliques ont tendance à être « noyées » parmi les autres événements, d'où un retour au niveau moyen plus précoce.

III.3. Résistance visqueuse due aux phonons

Par définition, l'EA est reliée à des processus inertiels. Les dislocations impliquées dans une avalanche source d'EA subissent donc nécessairement des accélérations très élevées. Or, l'échelle de temps caractéristique associée aux processus thermiquement activés est certainement trop importante pour que ceux-ci puissent avoir une influence notable sur le comportement de dislocations se déplaçant extrêmement rapidement. Dans de tels cas, l'obstacle que constitue la friction de réseau est sans doute franchi avec une aide négligeable de la part des vibrations thermiques. Par conséquent, le type de relation que nous avons utilisé pour fixer notre contrainte de compression et qui réfère à des processus thermiquement activés, ne s'applique probablement pas au cas des avalanches de dislocations sources d'EA. Si la contribution des vibrations thermiques a un rôle mineur sur le comportement d'une avalanche individuelle, l'analyse des distributions montre qu'elle ne semble produire aucun effet de groupe non plus.

Aux très fortes vitesses de déformation, la principale résistance rencontrée par les dislocations au cours de leur mouvement, et qui dépend de la température, n'est plus le franchissement d'obstacles locaux mais la résistance visqueuse résultant des interactions entre les dislocations mobiles et des excitations du réseau, comme les phonons [*Nadgornyi*, 1988]. Cette résistance visqueuse est présente quelle que soit la vitesse des dislocations, mais sa manifestation n'est significative que pour les très fortes vitesses [*Nadgornyi*, 1988].

Plusieurs expériences ont montré que l'intensité de la résistance visqueuse offerte par les phonons augmentait avec la température [*Nadgornyi*, 1988]. Par conséquent, dans une région à fortes vitesses, on s'attend à ce que la vitesse des dislocations varie avec la température de manière inverse par rapport aux cas où les processus thermiquement activables prédominent. Cette différence de comportement provient de l'augmentation de la densité des phonons avec la température. Comme mentionné précédemment, les vitesses des dislocations des avalanches source d'EA sont nécessairement très élevées. Elles sont sans doute suffisamment élevées pour qu'un effet de la résistance visqueuse sur les avalanches puisse être observé. Cet effet éventuel pourrait être mis en évidence à partir des valeurs des durées des événements acoustiques. En effet, pour une amplitude A_0 donnée, équivalent de la vitesse de propagation initiale de l'avalanche $(dS/dt)_0$, une durée plus courte correspond d'après l'équation (II.13), à une décroissance plus rapide de la vitesse moyenne des dislocations v avec le temps (ou de manière équivalente à une augmentation du coefficient d'amortissement α (Eq. II.18)). En réalité, nous verrons par la suite (voir Chap. IV.5.2.) que l'écrouissage du matériau influence également les durées acoustiques enregistrées. Cependant dans le cas présent, l'écrouissage des monocristaux est quasi-nul. La figure III.3 permet ainsi de voir directement l'influence de la température sur les durées des avalanches. Elle représente, suivant l'amplitude maximale A_0, les durées moyennes des avalanches de 2 monocristaux testés à des températures différentes. Aux hautes températures (-3°C), les durées δ sont plus faibles, signifiant que la vitesse moyenne des dislocations v décroît plus rapidement. Cette observation expérimentale est donc qualitativement cohérente avec l'effet attendu de la résistance visqueuse due aux phonons sur les avalanches de dislocations.

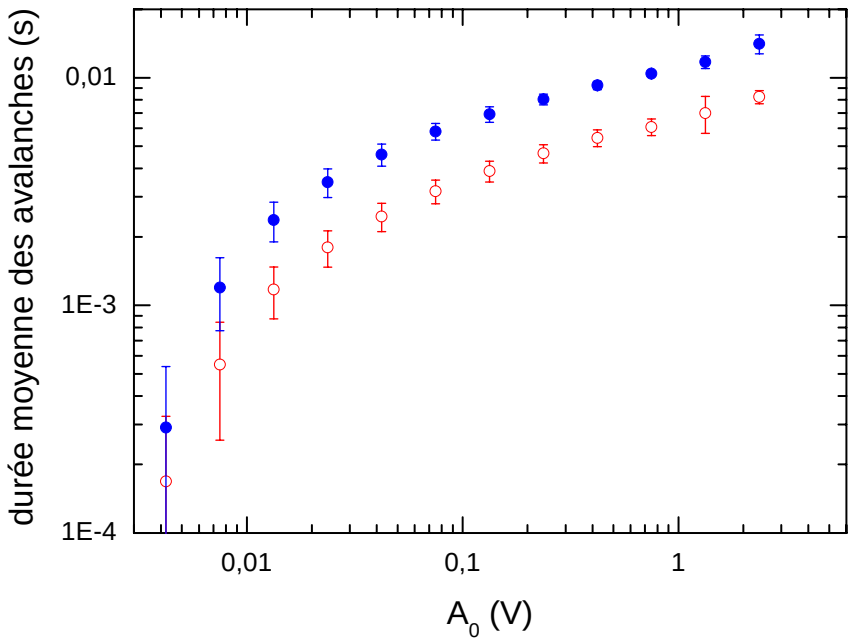

Figure III.3. Comparaison pour des mêmes valeurs de A_0, de la durée moyenne des événements acoustiques entre des monocristaux de glace testés à des températures différentes. Disques pleins : T = -10°C, σ = 41 kPa. Cercles : T = -3°C, σ = 67 kPa.

III.4. Conclusion

Les expériences réalisées montrent que la température n'a pas d'influence sur la dynamique critique invariante d'échelle qui émerge lors de la déformation de monocristaux de glace. Tant du point de vue des distributions des énergies que des corrélations temporelles, les résultats sont identiques quelle que soit la température. Toutefois, la gamme de température étudiée ici reste très proche du point de fusion du matériau ($0.9 < T/T_F < 0.99$). Des températures bien plus basses sont probablement nécessaires pour observer un effet de la friction de réseau sur la dynamique collective des dislocations dans la glace. En revanche, la mise en évidence d'un tel effet peut certainement se retrouver à partir de campagnes expérimentales sur d'autres matériaux que la glace, qui présentent des frictions de réseau plus élevées. Il est également envisageable d'étudier la friction de réseau à partir de simulations numériques de dynamique des dislocations discrètes.

Ces expériences réalisées sur le matériau glace ont néanmoins révélé un effet de la température sur les avalanches de dislocations : sur leur amortissement. Plus la température

est élevée et plus courte sont les durées des avalanches. Cette observation expérimentale peut s'interpréter qualitativement à partir des interactions dislocations-phonons, la résistance visqueuse des phonons augmentant avec la température [*Nadgornyi*, 1988].

Chapitre IV :

Dynamique collective des dislocations dans les polycristaux

D'après : Richeton T., Weiss J. & Louchet F., Breakdown of avalanche critical behaviour in polycrystalline plasticity, *Nature Materials* **4**, 465-469 (2005).

Richeton T., Weiss J. & Louchet F., Dislocation avalanches : role of temperature, grain size and strain hardening, *Acta Materialia* **53**, 4463-4471 (2005).

IV.1. Introduction

IV.1.1. Motivation

L'étude bibliographique a montré que les processus gouvernant la plasticité cristalline pouvaient être invariants d'échelle. Plusieurs observations expérimentales, ainsi que des simulations numériques, mettent en évidence une déformation plastique fortement intermittente, caractérisée par des salves d'activité (ou avalanches de dislocations). Ces études rapportent des distributions en loi de puissance pour la taille de ces avalanches, résultats significatifs d'une dynamique critique invariante d'échelle. Cependant, quasiment toutes les études expérimentales et toutes les simulations numériques qui ont été décrites, se réfèrent au cas exclusif et idéal d'un système monocristallin. La complexité et les propriétés multi-échelles proviennent ainsi uniquement des interactions entre dislocations via leur champ de contrainte élastique longue-distance. Or, la majorité des matériaux, structurellement et économiquement intéressants, sont polycristallins. Ils sont constitués d'un très grand nombre de cristaux (grains), dont la taille peut varier du nanomètre au centimètre, et qui sont séparés par des joints de grains. Ainsi, ce chapitre a pour but d'apporter une contribution expérimentale à l'étude de la dynamique collective des dislocations dans les polycristaux.

IV.1.2. Interactions dislocations – joints de grain

Lors de la déformation plastique, les dislocations interagissent avec les joints de grains de différentes manières. L'observation d'empilements de dislocation aux joints de grains (voir par exemple [*Liu et Baker*, 1995] pour la glace) montre que ces derniers peuvent constituer de véritables barrières vis à vis du déplacement des dislocations. Ces empilements génèrent d'importantes contraintes internes qui peuvent activer des sources pré-existantes de dislocations dans des grains voisins [*Baillin et al.*, 1987]. Dans certains cas spécifiques, la transmission directe de dislocations au travers d'un joint de grain est possible [*Baillin et al.*, 1990]. Les joints de grains constituent souvent des puits de dislocations mais ils peuvent également agir comme de véritables sources de dislocations [*Liu et Baker*, 1995 ; *Louchet*,

1999]. Dans les matériaux où la taille de grain est trop petite pour autoriser l'opération de sources de Frank-Read, des arguments d'échelle [*Louchet*, 1999 ; 2000] ainsi que des simulations de dynamique moléculaire suggèrent que ce sont les joints de grains qui servent de source de dislocations. Les interactions entre dislocations et joints de grain sont susceptibles d'être encore plus complexes quand des processus de recristallisation (comme la recristallisation par migration) entrent en jeu.

IV.1.3. Problématique

Au vu des interactions complexes qui existent entre joints de grain et dislocations, une question se pose : est-ce que la dynamique critique invariante d'échelle, observée lors de la déformation de monocristaux de glace, est toujours valide quand il s'agit de polycristaux ? Les joints de grain agissant comme des barrières à l'encontre du mouvement des dislocations peuvent en effet limiter la distance sur laquelle se propagent les avalanches de dislocations. De plus, des mécanismes spécifiques, comme la génération de dislocations aux joints de grain, pourraient éventuellement modifier la structure générale observée. Pour répondre à cette question, nous avons mesuré l'émission acoustique au cours de la déformation plastique de polycristaux de glace caractérisés par des tailles de grain ayant différentes moyennes et différents modes de distribution.

IV.1.4. Procédure expérimentale

Nous avons réalisé des essais de fluage compression sur des polycristaux de glace ayant une taille moyenne de grain $\langle d \rangle$ variant de 260 µm à 5 mm (voir Fig. II.5). Les polycristaux de glace présentent des tailles de grain particulièrement grandes par rapport à des matériaux de structure plus usuels comme les métaux. Les échantillons à fine taille de grain (260 µm $\leq \langle d \rangle \leq$ 2 mm) étaient caractérisés par une distribution uni-modale et log-normale de taille de grain, conformément à ce qui est observé dans la plupart des matériaux cristallins [*Ralph*, 1990]. En revanche, les échantillons à plus gros grains ($\langle d \rangle$ = 4.7 et 5.0 mm) étaient en réalité constitués d'une population de très gros grains (aux alentours de 10 mm), elle-même

insérée au sein d'une matrice de plus petits grains (≈ 1-2 mm). Par conséquent, ces échantillons étaient caractérisés par une distribution bi-modale de taille de grain. Mis à part une expérience réalisée à -3°C, toutes les expériences ont été réalisées à -10°C. La contrainte appliquée σ_{ext} fut comprise entre 0.54 et 0.80 MPa, c'est à dire au moins un facteur 2 en dessous du seuil de contrainte pour l'initiation de la micro-fissuration dans la glace granulaire [*Frost*, 2001]. La déformation totale subie par les échantillons fut comprise entre 6 x 10^{-4} et 2 x 10^{-3}. Nos expériences ont généralement duré moins d'une heure. Les processus de recristallisation nécessitent des échelles de temps bien plus longues pour agir de manière significative. Il n'était donc pas pertinent de les prendre en considération. Par ailleurs, nous avons vérifié que la microstructure caractérisant nos échantillons était la même, avant et après les expériences.

IV.2. Observations expérimentales

IV.2.1. Origine de l'émission acoustique

Les essais de fluage réalisés sur des polycristaux de glace montrent une activité acoustique décroissante à mesure que le matériau s'écrouit (Fig. IV.1). Pendant le fluage stationnaire, très peu d'activité acoustique est enregistrée. Les processus qui contrôlent la vitesse de déformation pendant ce stade, telle la montée des dislocations comme le suggèrent *Duval et al.* [1983], ne sont vraisemblablement pas source d'EA. En tout état de cause, seul le fluage transitoire qui s'effectue dans la glace essentiellement par glissement basal, constitue une source significative d'EA. Parmi les différentes sources d'EA possibles, nous rappelons qu'il n'y a pas de mâclage dans la glace et que nous avons appliqué des contraintes bien inférieures au seuil de micro-fissuration. La fissuration sous-critique pourrait éventuellement constituer une autre source d'EA, comme cela a déjà été observé dans les roches [*Main et al.*, 1993]. Cependant, si tel était le cas, l'activité acoustique devrait augmenter avec la déformation de l'échantillon (c'est à dire suivant l'augmentation de la longueur de fissure). Or, nous observons au contraire une décroissance de l'activité acoustique au cours du temps. L'EA enregistrée pendant la déformation de polycristaux de glace provient donc, comme dans le cas des monocristaux, du glissement des dislocations sur les plans de base. Comme le

montre la figure IV.1, l'EA enregistrée est fortement intermittente, caractérisée par des salves d'activité. En résumé, la plasticité des polycristaux de glace est donc également caractérisée par la génération intermittente d'avalanches de dislocations.

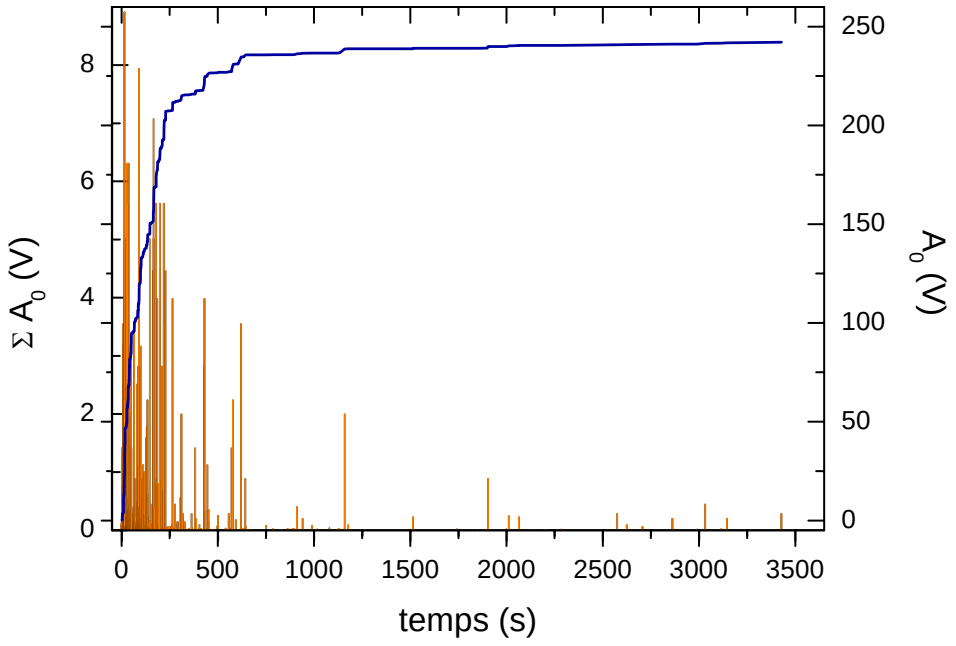

Figure IV.1. Mesure de l'activité acoustique au cours d'un essai de fluage compression sur un polycristal de glace ($\langle d \rangle$ = 1.92 mm, σ_{ext} = 0.54 MPa, T = -10°C). Les pics représentent l'amplitude maximale A_0 des ondes acoustiques enregistrées tandis que la courbe continue est l'activité acoustique cumulée.

IV.2.2. Distribution des événements

Dans les monocristaux de glace, la distribution des tailles des avalanches de dislocations est systématiquement caractérisée par une loi de puissance, $P(A_0) \sim A_0^{-\tau_A}$, avec un exposant τ_A = 2.0±0.1, indépendant de la contrainte et de la température. Dans les polycristaux, la loi observée pour les distributions des tailles des avalanches est différente (Fig.IV.2) :

(i) la valeur de l'exposant de la loi puissance est significativement plus petite,

(ii) une coupure de la loi puissance est observée aux plus fortes amplitudes.

En revanche, comme pour les monocristaux, la dynamique des dislocations est indépendante du niveau de contrainte et de la température. Sur la figure IV.2, on peut voir par exemple, que des polycristaux ayant approximativement la même taille moyenne de grain, mais testés à des contraintes et des températures différentes, présentent des distributions tout à fait similaires

(cercles et étoiles). Comme expliqué au paragraphe précédent, seul le fluage transitoire constitue une source significative d'EA. Les essais réalisés n'ont donc permis de recueillir que peu données (entre 800 et 5000 avalanches enregistrées pour un essai). Pour cette raison, une représentation cumulée a été choisie afin de pouvoir mieux étudier les régions de fortes amplitudes. Nous avons vérifié à l'aide de simulations de Monte Carlo que ce mode de représentation n'introduisait pas de biais dans l'estimation de l'exposant de la loi puissance $\tau_A = \beta_A + 1$, où β_A est l'exposant de la distribution cumulée. Pour un monocristal, la pente d'une distribution cumulée des amplitudes est donc égale à un (Fig. IV.2). Enfin, à noter que pour l'échantillon à plus petite taille de grain ($\langle d \rangle$ = 260 µm), le régime de loi puissance n'est pas vraiment observé, étant donné que la coupure est perceptible à des amplitudes proches du seuil de détection. Pour cette raison entres autres, il est difficile de dire si la valeur de β_A est indépendante ou non de la taille de grain $\langle d \rangle$. Pour l'essai réalisé avec $\langle d \rangle$ = 1.92 mm, on mesure $\beta_A = 0.35 \pm 0.05$.

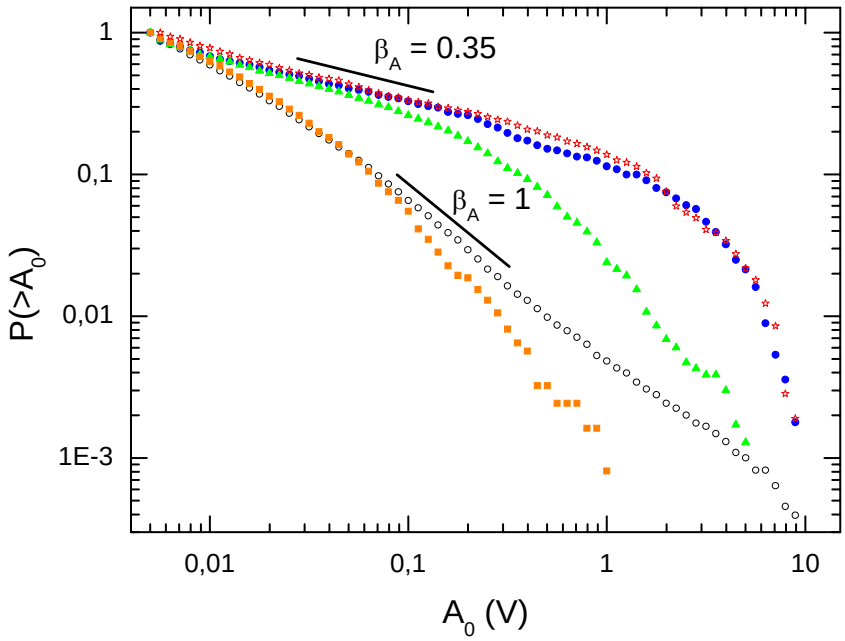

Figure IV.2. Distribution de probabilité cumulée des amplitudes acoustiques dans des polycristaux possédant différentes tailles moyennes de grain $\langle d \rangle$. Carrés : $\langle d \rangle$ = 0.26 mm, T = -10°C, σ_{ext} = 0.67 MPa. Triangles : $\langle d \rangle$ = 1.05 mm, T = -10°C, σ_{ext} = 0.57 MPa. Disques pleins : $\langle d \rangle$ = 1.92 mm, T = -10°C, σ_{ext} = 0.54 MPa. Etoiles : $\langle d \rangle$ = 1.81 mm, T = -3°C, σ_{ext} = 1.41 MPa. Ces distributions sont comparées avec une distribution de probabilité cumulée typique d'un monocristal, ne présentant pas de coupure et un exposant $\tau_A = \beta_A + 1 = 2$ (cercles).

IV.3. Effet de taille des avalanches dans les grains

IV.3.1. Amplitude de coupure

La coupure présente dans les distributions cumulées des tailles des avalanches des polycristaux peut être ajustée à l'aide d'une fonction exponentielle. En fait, on aboutit à une relativement bonne approximation de la loi de distribution à partir d'une relation empirique du type $P(>A_0) \approx A_0^{-\beta_A}\exp(-A_0/A_c)$ (Fig. IV.3). La fonction de coupure introduit ainsi une échelle spécifique ou amplitude de coupure A_c.

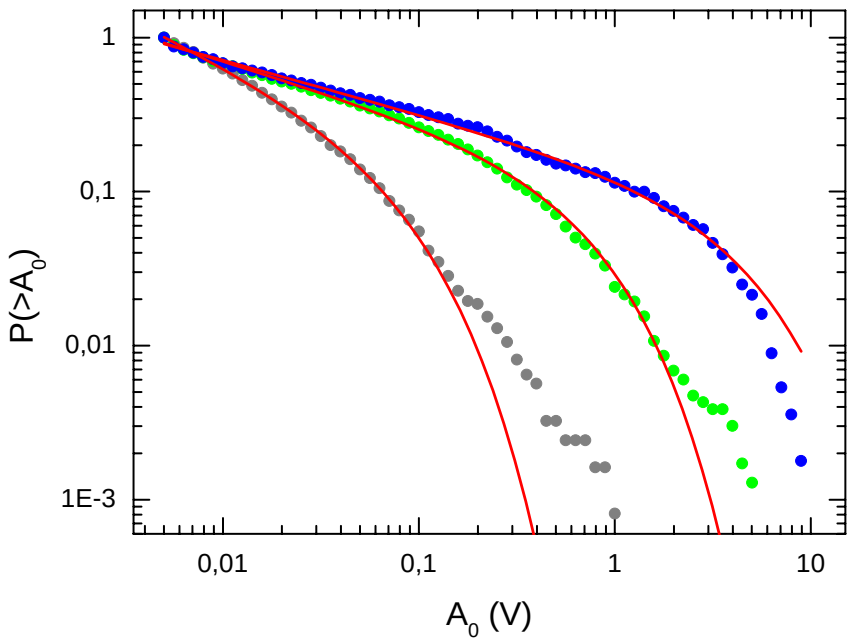

Figure IV.3. Ajustement des distributions cumulées des tailles des avalanches de différents polycristaux à l'aide de la relation empirique $P(>A_0) \approx A_0^{-\beta_A}\exp(-A_0/A_c)$. De gauche à droite : $\langle d\rangle$ = 0.26 mm, T = -10°C, σ_{ext} = 0.67 MPa ; $\langle d\rangle$ = 1.05 mm, T = -10°C, σ_{ext} = 0.57 MPa ; $\langle d\rangle$ = 1.92 mm, T = -10°C, σ_{ext} = 0.54 MPa.

L'amplitude de coupure A_c peut être reliée à l'échelle caractéristique de la microstructure, c'est à dire à la taille de grain $\langle d\rangle$. Plus faible sera la taille de grain et plus faible sera la valeur de l'amplitude de coupure (Fig. IV.4). Nos données expérimentales montrent que A_c varie comme $\langle d\rangle^{2.4\pm0.3}$ (Fig. IV.4). Cet effet résulte certainement du fait que la longueur totale L de dislocations qui peut être impliquée dans une avalanche (voir Eq. II.13),

est forcément inférieure à la longueur de dislocations qui est initialement mobilisable au sein du grain où elle se déroule.

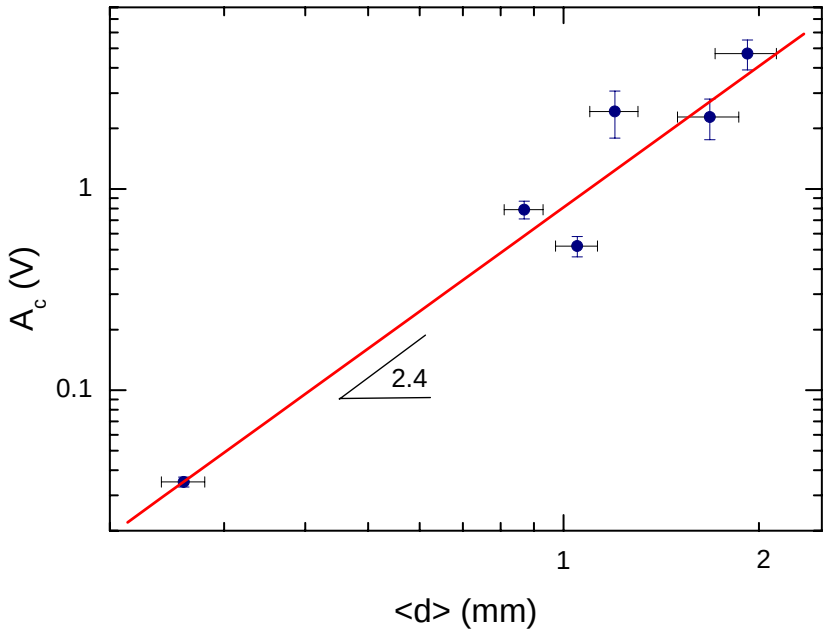

Figure IV.4. Relation entre l'amplitude de coupure A_c déduite des distributions de probabilité des tailles des avalanches et la taille moyenne de grain $\langle d \rangle$. Dans un diagramme log-log, une régression linéaire donne une pente de 2.4±0.3, signifiant que $A_c \sim \langle d \rangle^{2.4}$. Les barres d'erreurs verticales représentent l'erreur commise sur la détermination du paramètre A_c lors de l'ajustement numérique des courbes de distribution. Les barres d'erreurs horizontales correspondent à l'erreur standard commise lors de la mesure de $\langle d \rangle$ (voir Eq. II.2).

IV.3.2. Evolution des durées

Une comparaison des durées des avalanches entre monocristaux et polycristaux à température fixée, permet de voir un autre effet des joints de grain sur les avalanches de dislocations (Fig. IV.5). Pour une même amplitude A_0, équivalent de la vitesse de propagation initiale de l'avalanche $(dS/dt)_0$ (voir Eq. II.13), les durées δ sont, en moyenne, plus courtes dans les polycristaux que dans les monocristaux, et décroissent quand la taille de grain diminue (Fig. IV.5). En d'autres termes, les avalanches s'amortissent d'autant plus vite (augmentation du coefficient d'amortissement α, voir Eq. II.18) que la taille de grain est faible. Par ailleurs, cette différence entre monocristaux et polycristaux est d'autant plus marquée que l'amplitude A_0 est élevée (Fig. IV.5). Ainsi, plus la taille de l'avalanche est

importante et plus l'amortissement dû aux joints de grain est conséquent. Il s'agit d'une observation cohérente si l'on considère que les grosses avalanches, par rapport aux petites, interagissent avec les joints de grain de manière plus systématique. Ce résultat est une illustration du rôle de barrière à la propagation dynamique des avalanches de dislocations qui est tenu par les joints de grain.

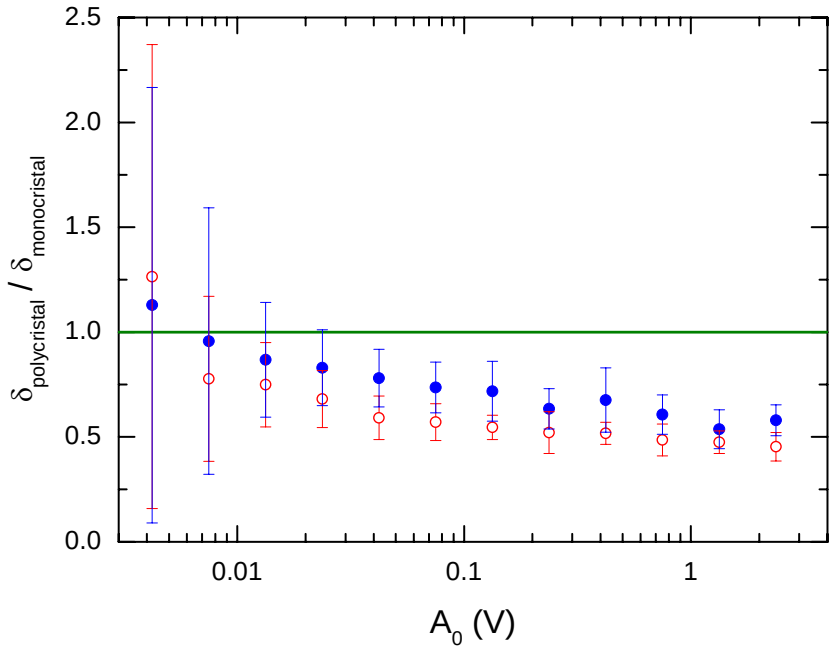

Figure IV.5. Rapport des durées moyennes pour des événements d'amplitude A_0 entre des polycristaux et un monocristal, en fonction de A_0. Disques pleins : $\langle d \rangle$ = 5.02 mm, T = -10°C, σ_{ext} = 0.54 MPa. Cercles : $\langle d \rangle$ = 1.92 mm, T = -10°C, σ_{ext} = 0.54 MPa. Les barres d'erreurs représentent un écart type.

IV.3.3. Bilan

Ainsi, nous venons de voir consécutivement deux effets des joints de grain sur les avalanches de dislocations. Le premier effet stipule que la taille maximale d'une avalanche se déroulant au sein d'un grain est forcément limitée par la longueur de dislocation mobilisable au sein de ce grain. Cet effet s'exprime au travers de l'amplitude de coupure A_c. Le deuxième effet est l'amortissement des avalanches par les joints de grain. Cet effet n'influence pas la vitesse de propagation initiale des avalanches (c'est à dire A_0) mais leur relaxation. Il peut être mis en évidence au travers d'une analyse de la durée des avalanches. D'après notre modèle de source d'EA, l'amortissement des avalanches peut se traduire par un coefficient α (voir

Chap. II.5.2.2.). L'équation II.16 montre que l'amplitude maximale A_0 d'une avalanche divisée par ce terme α est directement proportionnelle à l'incrément de déformation volumique Sb associé à l'avalanche. La figure IV.6 représente dans un diagramme log-log la quantité A_c/α, combinaison des deux effets entrevus, en fonction de la taille de grain $\langle d \rangle$. Une droite ayant une pente de 3.0±0.2 est obtenue. Ce résultat signifie que le volume de déformation associé à l'amplitude de coupure, c'est à dire l'incrément de déformation maximal qui peut avoir lieu dans un grain, varie comme le volume moyen des grains, $\langle d \rangle^3$. Par conséquent, cela suggère que les avalanches de dislocations ne peuvent pas s'étendre en moyenne au-delà du volume d'un grain. L'introduction d'une échelle microstructurale, la taille moyenne de grain, laisse ainsi son empreinte sur la dynamique de la déformation plastique en empêchant l'émergence d'une structure critique invariante d'échelle.

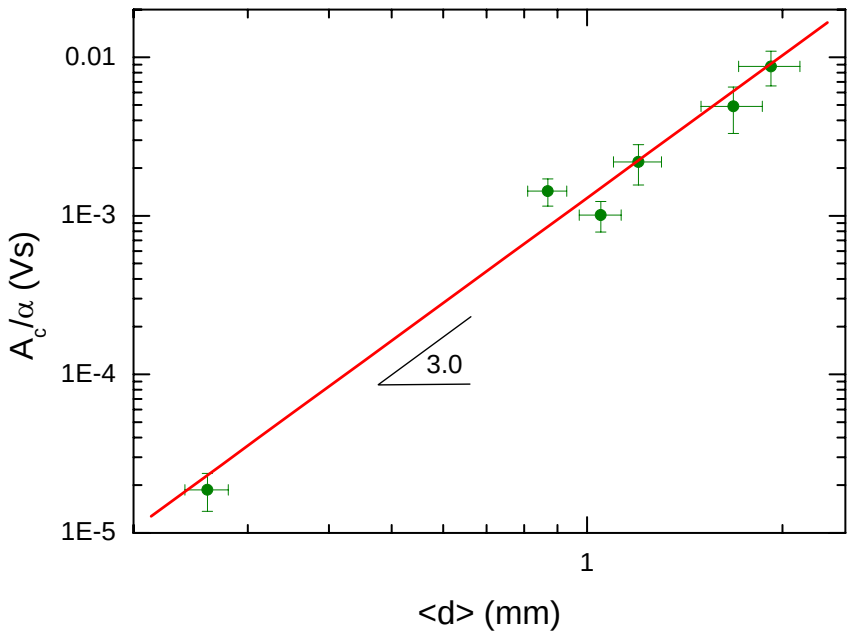

Figure IV.6. Relation entre le rapport A_c/α qui est un indicateur du volume de déformation associé aux avalanches et la taille moyenne de grain $\langle d \rangle$. Dans un diagramme log-log, une régression linéaire donne une pente de 3.0±0.2, signifiant que $A_c/\alpha \sim \langle d \rangle^3$. Les barres d'erreurs verticales représentent l'erreur commise sur la détermination du paramètre A_c lors de l'ajustement numérique des courbes de distribution. Les barres d'erreurs horizontales correspondent à l'erreur standard commise lors de la mesure de $\langle d \rangle$ (voir Eq. II.2).

IV.4. Caractère sur-critique de la plasticité polycristalline

IV.4.1. Signification d'un changement d'exposant

Si les coupures présentées par les distributions des tailles d'avalanches peuvent s'expliquer de manière cohérente à partir de la microstructure polycristalline, il n'existe en revanche pas d'explication triviale pour interpréter les changements d'exposant de la loi puissance. Dans les systèmes dynamiques critiques, la valeur des exposants critiques dépend seulement de quelques paramètres fondamentaux comme la dimensionalité ou les symétries de base du système. Les détails microscopiques relatifs au comportement individuel des éléments en interaction n'influencent pas la valeur des exposants [*Stanley*, 1999]. Ainsi, dans notre cas, le changement de la valeur de l'exposant critique impliquerait que les événements d'EA enregistrés dans les polycristaux sont dus à un mécanisme de déformation différent que celui identifié dans les monocristaux. Or, l'unique source d'EA que nous avons pu identifier dans les polycristaux de glace est le glissement basal des dislocations (voir Chap. IV.2.1.), la même source que pour les monocristaux. Par conséquent, la valeur de l'exposant relatif aux polycristaux n'est a priori pas caractéristique d'un nouveau mécanisme de déformation. En revanche, il pourrait être la conséquence d'un effet statistique, reflétant les interactions particulières qui ont lieu entre joints de grain et avalanches de dislocations.

IV.4.2. Simulations de Monte Carlo

Dans cette partie, nous proposons une solution pour expliquer le changement d'exposant observé. A partir de simulations de Monte Carlo, nous présentons un scénario qui suggère que le changement de pente des distributions pourrait résulter d'une combinaison complexe entre le développement de contraintes internes, le déclenchement de répliques et une statistique de tailles de grain. Nous avons réalisé trois types de simulations de Monte Carlo. Chaque simulation génère initialement une population d'avalanches, ainsi qu'une population de grains. Les avalanches sont générées de telle sorte que leur distribution de taille suit la même loi de puissance que celle qui est observée expérimentalement dans un

monocristal de glace, c'est à dire $P(A_0) \sim A_0^{-\tau_A}$, avec $\tau_A = 2$. Conformément à l'analyse de distributions observées, la distribution des tailles de grain générée suit une loi log-normale. A chaque grain est associée une amplitude de coupure A_c, qui est proportionnelle à $\langle d \rangle^{2.4}$ (conformément à nos données expérimentales, voir Fig. IV.4). Chaque avalanche est ensuite attribuée aléatoirement à un grain et donc à une amplitude de coupure A_c.

IV.4.2.1. *Simulation A*

Cette première simulation simule un véritable effet de taille finie. Si $A_0 < A_c$, l'avalanche est « acceptée » au sein d'une nouvelle population d'avalanches, signifiant que l'avalanche mobilise une longueur de dislocations L acceptable. Si $A_0 \geq A_c$, l'avalanche est simplement écartée de la nouvelle population d'avalanches. Cette première simulation se limite à ce très basique effet de taille de finie. Chaque grain est supposé se comporter comme un système fini et isolé, indépendant des grains voisins. Sans surprise, cette simulation reproduit une coupure aux plus fortes amplitudes mais pas une décroissance de l'exposant de la loi de puissance (Fig. IV.7).

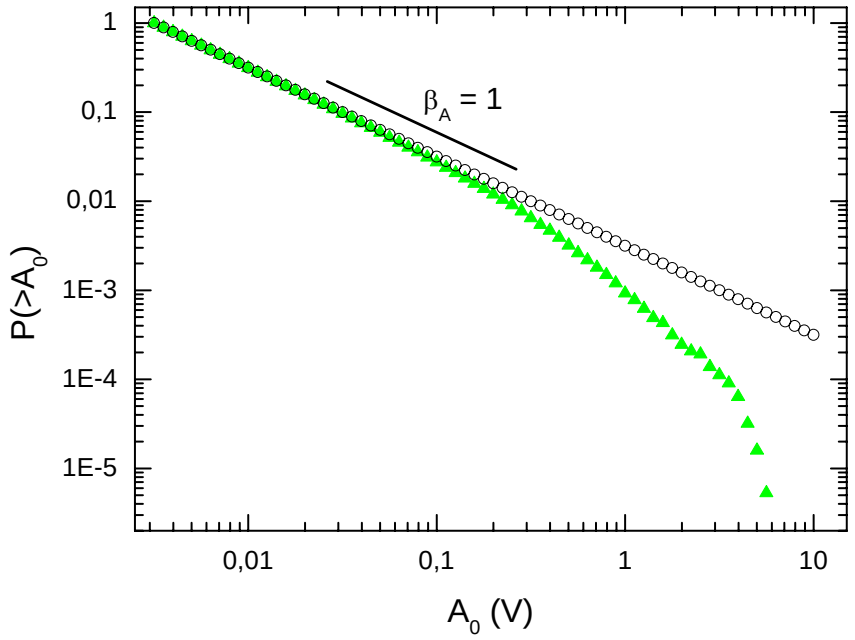

Figure IV.7. Résultat de la *simulation A*, exprimée en terme de distribution cumulée des amplitudes (triangles). Ce mode de représentation a été choisi pour avoir une comparaison directe avec les résultats expérimentaux de la figure IV.2 (une représentation discrète conduit aux mêmes conclusions). Cette simulation est comparée avec une distribution de loi puissance idéale, $P(>A_0) \sim A_0^{-1}$ (cercles).

IV.4.2.2. *Simulation B*

Il est certainement incorrect de voir chaque grain comme un système isolé. Il paraît plus juste de supposer, que quand une avalanche est amortie par un joint de grain, les dislocations qui s'entassent au joint, vont générer des contraintes internes σ_{int} dans les grains voisins. Dans la présente simulation, en accord avec des observations topographiques sous rayons X [*Liu et Baker*, 1995 ; *Baillin et al.*, 1987], les contraintes internes s'ajoutent à la contrainte externe pour commander la déformation plastique dans les grains. Par ailleurs, nous introduisons une amplitude seuil A_{th}, définie comme une petite fraction de A_c, au-delà de laquelle l'avalanche est supposée ressentir un amortissement de la part du joint de grain. Nous considérons que les contraintes internes générées seront d'autant plus importantes que la taille de l'avalanche sera grande par rapport au volume du grain. Pour mettre en œuvre cette hypothèse, nous avons envisagé deux possibilités, (i) dire que σ_{int} est proportionnel à $A_0 / \langle d \rangle^3$, ou (ii) dire que σ_{int} est proportionnel à A_0 - A_{th}. Les deux possibilités permettent de rendre compte d'une augmentation de σ_{int} avec une augmentation de la taille de l'avalanche et/ou une diminution du volume du grain (A_{th} petite fraction de A_c est proportionnel à $\langle d \rangle^{2.4}$).

Comparons alors les cas d'une grosse avalanche se produisant dans un gros grain et d'une petite avalanche se produisant dans un petit grain. Si l'on considère que le rapport entre la taille de l'avalanche et le volume du grain est identique dans les deux cas, alors d'après la première possibilité (i) évoquée, les deux cas produiront des contraintes internes de même valeur. En revanche, d'après la deuxième possibilité (ii), les contraintes internes auront une valeur plus élevée dans le cas d'une grosse avalanche se produisant dans un gros grain. A priori cette dernière situation apparaît comme la plus logique étant donné qu'elle produit des contraintes internes d'autant plus importantes que la surface d'interaction entre l'avalanche et le joint de grain est grande. Pour cette raison, nous supposons que σ_{int} est proportionnel à A_0 - A_{th}.

Les contraintes internes ainsi définies peuvent alors causer le déclenchement de nouvelles avalanches dans les grains voisins. La taille de ces grains est tirée de manière aléatoire dans la distribution log-normale générée initialement. On suppose implicitement que ces grains sont des voisins bien que la topologie soit ignorée dans cette simulation de Monte Carlo. Dans un souci de simplicité, on suppose que l'amplitude (ou la déformation, voir Eq. II.16) cumulée sur l'ensemble des avalanches qui sont déclenchées (« répliques ») est proportionnelle à la contrainte interne σ_{int} qui avait été générée. Si leur taille est suffisamment

élevée par rapport au volume du grain dans lequel elles se déclenchent, ces répliques peuvent à leur tour être source de contraintes internes et donc générer de nouvelles répliques. Cette cascade de répliques s'arrête nécessairement au bout de quelques étapes, étant donné que la somme des amplitudes des répliques est à chaque fois inférieure à l'amplitude de l'avalanche mère. Dans cette *simulation B*, nous supposons que les amplitudes de ces répliques suivent encore la même loi de puissance que celle émergeant dans les monocristaux : $P(A_0) \sim A_0^{-2}$. On suppose donc que la population des répliques fait partie intégrante de la population globale caractérisant la dynamique critique. On effectue ainsi l'hypothèse implicite que les conditions nécessaires à l'émergence d'une dynamique critique invariante d'échelle prévalent toujours à l'intérieur de chaque grain. Cependant, la *simulation B* ne reproduit pas de décroissance de l'exposant (Fig. IV.8).

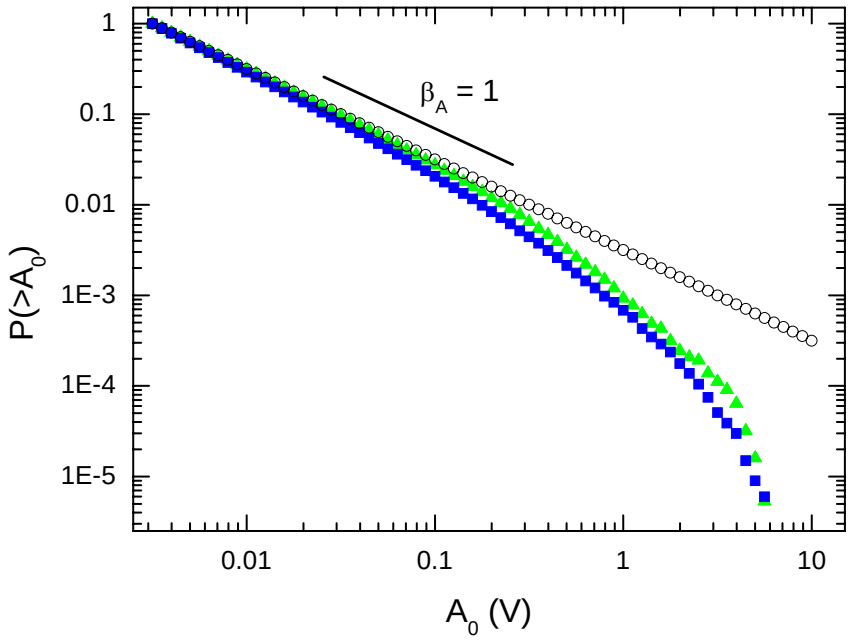

Figure IV.8. Résultat de la *simulation B*, exprimée en terme de distribution cumulée des amplitudes (carrés). Cette simulation est comparée avec une distribution de loi puissance idéale, $P(>A_0) \sim A_0^{-1}$ (cercles) et la simulation A (triangles).

IV.4.2.3. *Simulation C*

Pour cette simulation, nous considérons maintenant que l'apparition soudaine de contraintes internes localisées, consécutivement à l'amortissement d'une avalanche, rompt

une des conditions nécessaires à l'établissement de la criticalité auto-organisée (CAO) (voir Chap. I.2.2.3.2.) : l'hypothèse qui impose une vitesse de chargement négligeable par rapport aux vitesses des processus de relaxation. En effet, dans notre système, les processus de relaxation correspondent aux avalanches de dislocations. Or, le processus de génération des contraintes internes $d\sigma_{int}/dt$ trouve justement son origine dans l'amortissement des avalanches de dislocations. Les échelles de temps qui y sont associées sont donc par nature du même ordre de grandeur que celles des processus de relaxation. Soumis à de telles contraintes internes, le système local (le grain voisin) quitte temporairement le régime marginalement stable dans lequel il se trouvait, pour un régime sur-critique. Il est alors forcé de relaxer la déformation sous la forme d'une unique avalanche (voir [*Main*, 1996] à propos du lien entre les fortes vitesses de chargement et un état sur-critique). Dans la *simulation C*, ce phénomène est décrit par la génération d'une unique réplique d'amplitude maximum A_0 - A_{th}. Cette réplique est attribuée de manière aléatoire à un grain de la population log-normale. Encore une fois, si la taille de cette réplique est suffisamment élevée par rapport au volume du grain dans lequel elle se déclenche, elle peut à son tour être source de contraintes internes qui pourront générer de nouvelles répliques, et ainsi de suite... La *simulation C* reproduit une coupure aux fortes amplitudes qui dépend de la taille de grain, ainsi qu'une décroissance de l'exposant de la loi puissance (Fig. IV.9). Avec ce scénario, bien que dans une certaine gamme d'amplitudes nous ayons une loi puissance apparente, l'exposant observé ne caractérise pas un état critique, mais résulte d'une combinaison complexe entre (i) un état quasi-critique (avec $\tau_A = 2$) émergeant à l'intérieur de chaque grain, (ii) le développement de contraintes internes qui conduisent de manière transitoire les grains voisins dans un régime sur-critique, et (iii) une distribution de taille de grain. Dans la *simulation C*, l'exposant décroît quand le rapport A_{th}/A_c décroît, c'est à dire avec une quantité croissante de répliques. Par conséquent, étant donné que le rapport A_{th}/A_c ne peut pas être estimé à partir de nos données expérimentales, il ne faut pas accorder trop d'importance à l'accord entre la valeur de β_A de la figure IV.9 et la valeur expérimentale observée.

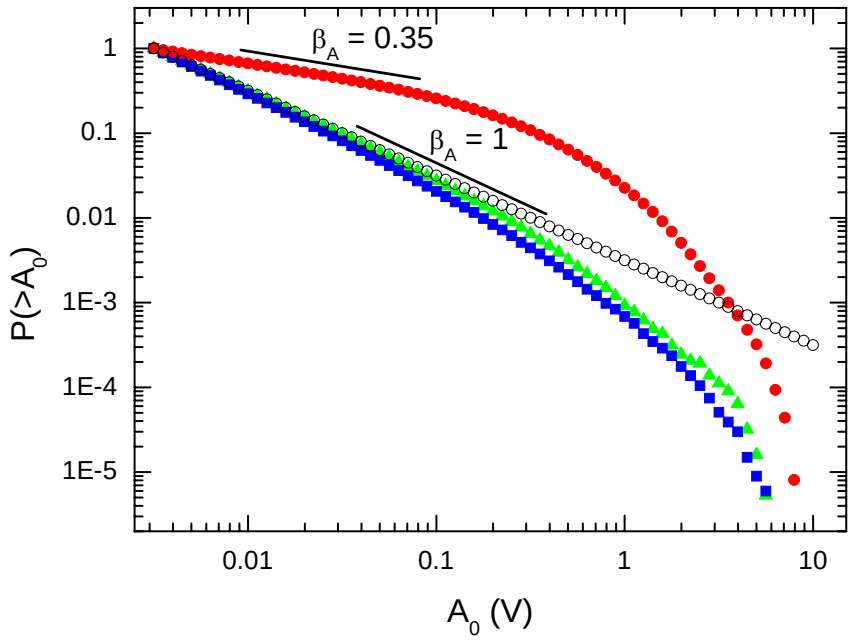

Figure IV.9. Résultat de la *simulation C*, exprimée en terme de distribution cumulée des amplitudes (disques pleins). Cette simulation est comparée avec une distribution de loi puissance idéale, $P(>A_0) \sim A_0^{-1}$ (cercles), la simulation A (triangles) et la simulation B (carrés).

IV.4.3. Arguments expérimentaux

Le scénario de déclenchement de répliques formulé dans la *simulation C* s'appuie, avant tout chose, sur des résultats issus de simulations numériques de Monte Carlo. Cependant, diverses observations expérimentales viennent également valider ce scénario.

IV.4.3.1. Cas d'une distribution bi-modale

Dans le cas d'échantillons à gros grains possédant une distribution bi-modale de taille de grain (voir Chap. IV.1.4.), les distributions des tailles des avalanches présentent des caractéristiques différentes de celles observées pour les échantillons à grains fins. On observe une rupture de pente dans le régime de loi puissance (Fig. IV.10) : on retrouve un exposant β_A proche de 1 (c'est à dire $\tau_A \approx 2$ comme pour les monocristaux) aux plus faibles amplitudes, tandis qu'une valeur de β_A proche de 0.35 est observée pour des amplitudes plus élevées. Les courbes laissent également deviner la possible présence d'une coupure repoussée aux très fortes amplitudes.

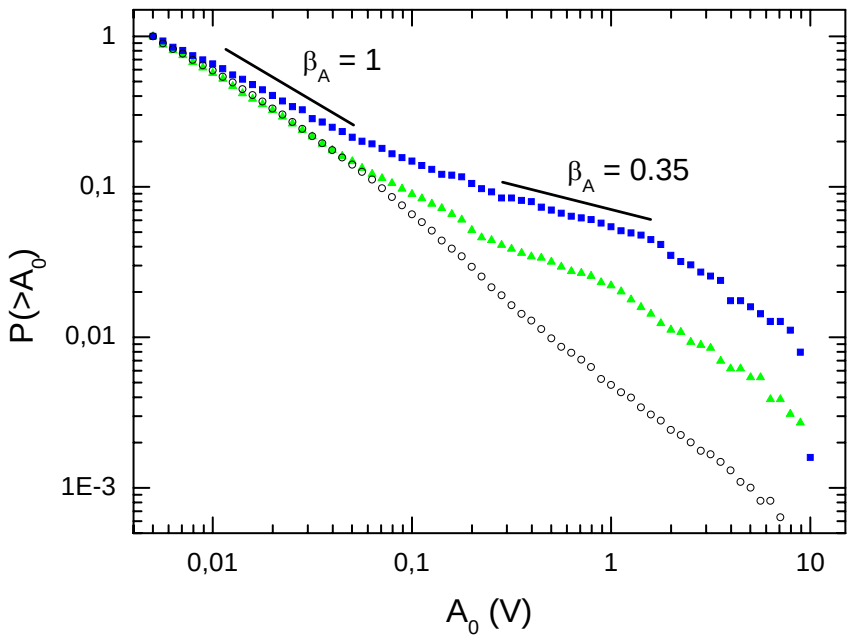

Figure IV.10. Distribution de probabilité cumulée des amplitudes acoustiques dans des polycristaux possédant des distributions bi-modales de taille de grain. Carrés : $\langle d \rangle$ = 4.70 mm, T = -10°C, σ_{ext} = 0.80 MPa. Triangles : $\langle d \rangle$ = 5.02 mm, T = -10°C, σ_{ext} = 0.55 MPa. Ces distributions sont comparées avec une distribution de probabilité cumulée typique d'un monocristal, ne présentant pas de coupure et un exposant $\tau_A = \beta_A + 1 = 2$ (cercles).

Ces observations peuvent s'expliquer à partir du scénario formulé dans la *simulation C*. Dans les quelques gros grains ($\langle d \rangle \approx 10$ mm), les avalanches ne sont pas ou que très peu contraintes et se développent selon une dynamique proche de celle rencontrée dans les monocristaux ($\beta_A = 1$). En revanche, concernant les avalanches ayant lieu au sein de la matrice de petits grains ($\langle d \rangle \approx$ 1-2 mm), on retrouve le type de distribution classiquement observé pour les polycristaux à distribution uni-modale de taille de grain (voir Fig. IV.2). Selon ces hypothèses, les distributions des tailles des avalanches pour les polycristaux à distribution bi-modale de taille de grain résulteraient d'un mélange entre deux types de distribution (mono et poly). Numériquement, ces hypothèses sont cohérentes car en introduisant une distribution bi-modale de taille de grain dans la *simulation C*, on retrouve, en sortie de modèle, les caractéristiques observées : évolution de la valeur de β_A, depuis $\beta_A = 1$ pour les petites amplitudes jusqu'à $\beta_A < 1$ à plus forte amplitude (Fig. IV.11). Le fait que la *simulation C* permette également de retrouver le type de distribution observé pour les polycristaux à distribution bi-modale de taille de grain constitue un argument en faveur du scénario qui y est formulé. En tout état cause, ces résultats illustrent l'influence de la distribution de taille de grain sur le régime apparent de loi puissance.

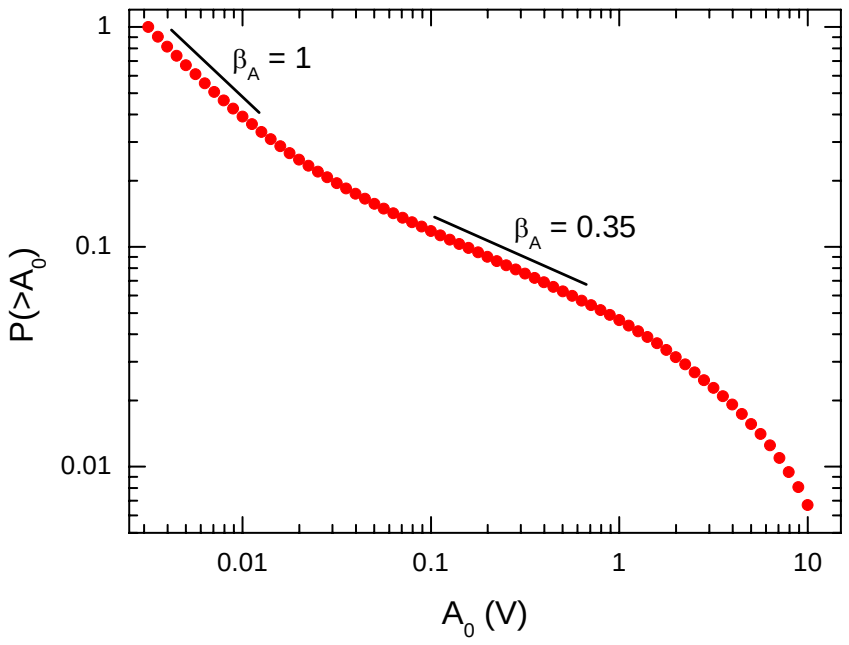

Figure IV.11. Résultat de la *simulation C* après introduction d'une distribution bi-modale de taille de grain (mélange de 2 populations log-normales), exprimée en terme de distribution cumulée des amplitudes. La simulation a pris en compte une population de 4000 grains centrée autour de $\langle d \rangle$ = 7 mm et une population de 10 000 grains centrée autour de $\langle d \rangle$ = 0.5 mm.

IV.4.3.2. Analyse des répliques

Le scénario proposé dans la *simulation C* pour expliquer l'allure des distributions des tailles des avalanches se produisant dans des polycristaux, conjecture l'existence de répliques de fortes amplitudes. Une analyse statistique similaire à celle pratiquée par *Weiss et Miguel* [2004] (voir aussi Chap. I.2.2.3.3.) met en évidence la présence de répliques au cours de la déformation des polycristaux de glace. Dans une telle analyse, on définit après chaque avalanche, des intervalles de temps où l'on compte le nombre de nouveaux événements qui ont lieu. Dans le cas des monocristaux (Fig. IV.12.A), on observe un pic d'activité aux petites échelles de temps qui est suivi d'un retour à un niveau stationnaire, correspondant au nombre total d'événements par unité de temps de l'essai. Dans le cas des polycristaux (Fig. IV.12.B), il y a toujours un pic d'activité aux petites échelles de temps. En revanche, on n'observe pas de retour à un niveau stationnaire. La décroissance observée sur la figure IV.12.B ne relève cependant pas du comportement des répliques. Elle provient simplement du fait que le taux d'avalanche est lui-même décroissant à l'échelle de l'essai (voir Fig. IV.1). L'analyse des

corrélations temporelles ainsi réalisée ne permet donc pas de mettre en évidence d'éventuelles différences de comportement entre monocristaux et polycristaux.

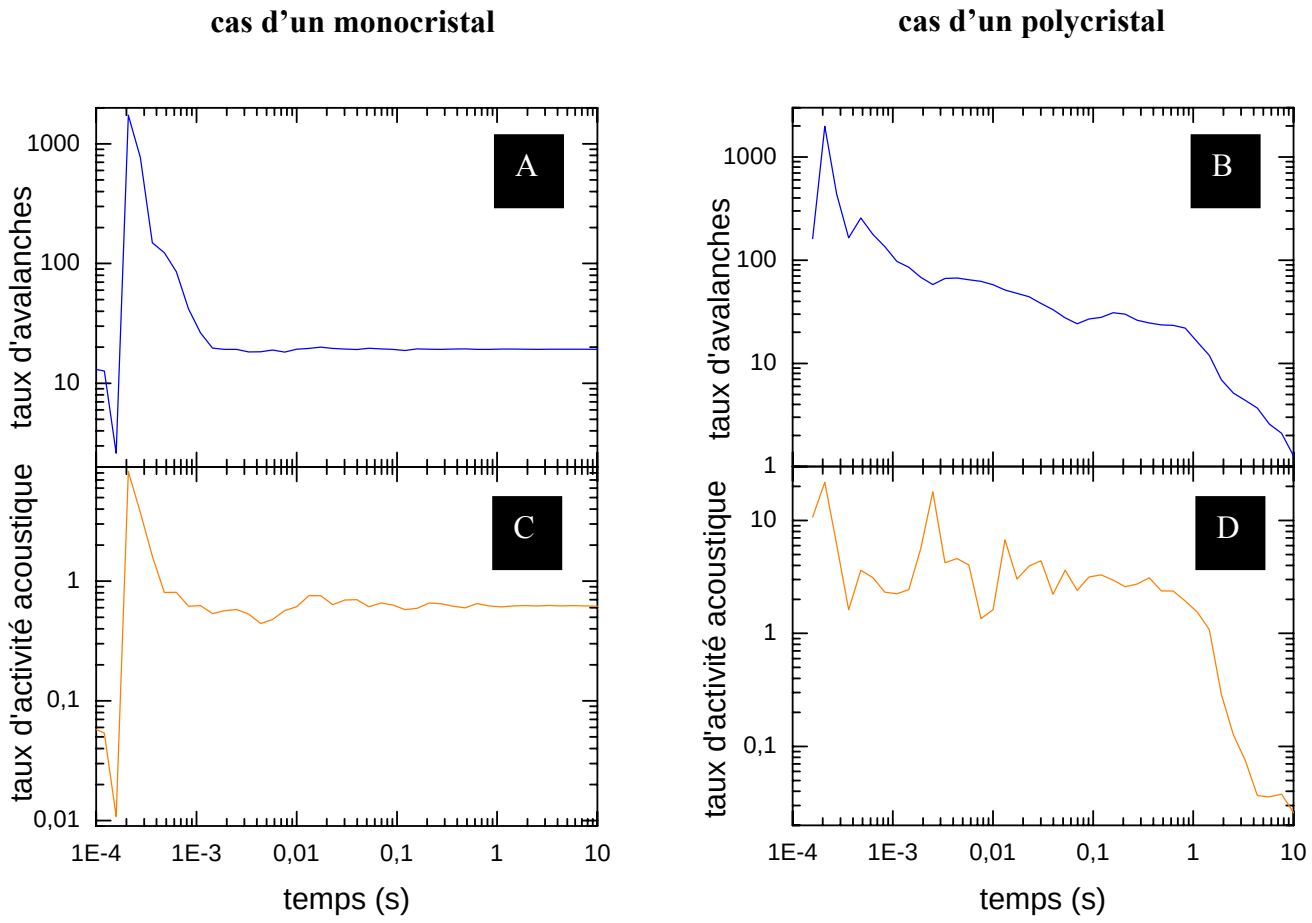

Figure IV.12. Taux moyen d'avalanches (courbes A et B) et taux moyen d'activité acoustique (courbes Cet D) enregistré après des avalanches de toutes tailles au cours d'essais de fluage compression sur un monocristal de glace (T = -20°C, σ = 342 kPa, courbes A et C) et un polycristal de glace (T = -10°C, σ_{ext} = 810 kPa, $\langle d \rangle$ = 2.59 mm, courbes B et D).

Une alternative à cette approche est de représenter non pas le taux d'avalanche mais le taux d'activité acoustique, c'est à dire que dans chaque intervalle de temps, sera représenté non pas le nombre d'avalanches mais la somme des amplitudes de ces avalanches. Dans le cas d'un monocristal, les courbes représentant le taux d'avalanche et le taux d'activité acoustique ont des allures très similaires (Fig. IV.12.C). Il y a persistance d'un même régime critique, les répliques ayant la même distribution de taille que les autres avalanches. En revanche, cette constatation n'est plus valable dans le cas d'un polycristal (Fig. IV.12.D). Tandis qu'après le premier pic d'activité, le taux d'avalanche décroît de manière continue, le taux d'activité

acoustique se maintient lui à des valeurs très élevées (avec notamment la présence d'un deuxième pic de niveau équivalent au premier) et ce jusqu'à des temps très longs (quasiment 1s). La présence de pic secondaires dans l'évolution du taux d'activité acoustique ne peut s'expliquer que par une proportion anormalement importante d'avalanches de fortes amplitudes. Cette observation expérimentale est par conséquent en plutôt bon accord avec la *simulation C* qui suggère le passage temporaire d'un régime critique à un régime sur-critique marqué par le déclenchement de répliques de fortes amplitudes.

IV.4.3.3. Localisation des avalanches

Le scénario formulé dans la *simulation C* suggère que les corrélations spatiales entre mouvements collectifs de dislocations s'étendent au-delà de la taille moyenne de grain. Afin de vérifier cette hypothèse, nous avons réalisé un essai de fluage sur un polycristal de glace ($\langle d \rangle$ = 2.59 mm) où l'utilisation simultanée de 6 capteurs nous a permis de localiser les avalanches en 3 dimensions (voir Chap. II.3.4. pour les détails concernant la méthode de localisation des sources d'EA). La figure IV.13 représente une analyse de corrélation spatiale des emplacements des avalanches, similaire à celle réalisée par *Weiss et Marsan* [2003] (voir aussi Chap. I.2.2.3.4.). L'intégrale de corrélation spatiale $C(r)$ est la probabilité que deux sources d'EA soient séparées par une distance inférieure à r. Pour comparaison, une analyse identique a été effectuée avec le même nombre d'événements répartis aléatoirement au sein de l'échantillon (cercles sur la figure IV.13). L'échelle d'observation est limitée aux petites échelles par le seuil de résolution de la méthode de localisation (5 mm) et aux plus fortes échelles par le diamètre de l'échantillon (59 mm). Entre ces deux limites, une distribution des emplacements des avalanches invariante d'échelle est observée (Fig IV.13), avec une dimension de corrélation D_c = 2.4±0.1. Les avalanches de dislocations de ce polycristal sont ainsi corrélées spatialement sur des distances au moins 10 fois supérieures à sa taille moyenne de grain ($\langle d \rangle$ = 2.59 mm). Cette observation expérimentale invalide donc directement l'hypothèse d'un simple effet de taille finie faite dans la *simulation A*. Les corrélations spatiales entre avalanches s'étendent au-delà du volume d'un grain.

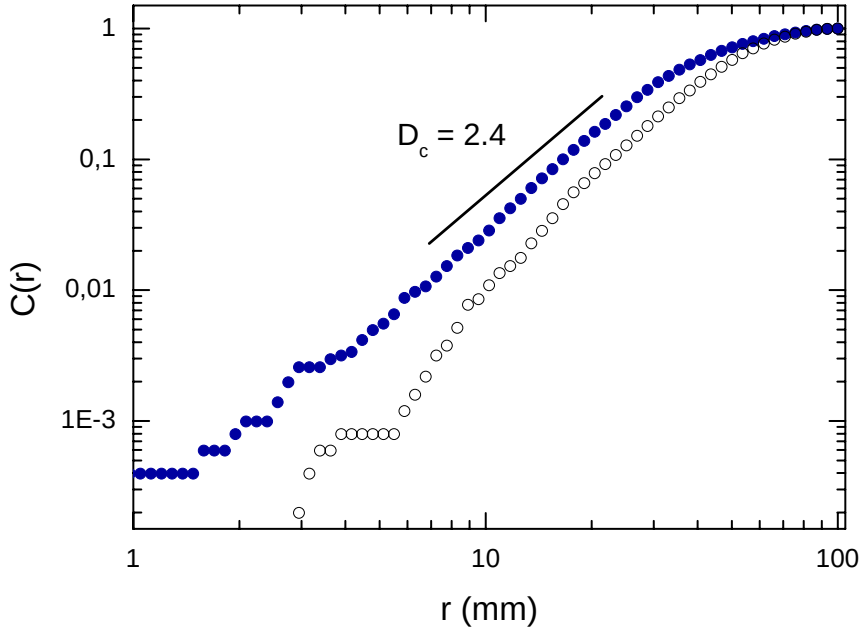

Figure IV.13. Intégrale de corrélation spatiale des hypocentres (disques pleins) localisés lors de la déformation par fluage compression d'un polycristal de glace (T = -10°C, σ_{ext} = 810 kPa, $\langle d \rangle$ = 2.59 mm). Une analyse similaire (cercles), réalisée à partir du même nombre de sources distribuées aléatoirement, donne D_c = 2.8±0.2.

L'émergence de ces corrélations spatiales entre avalanches de dislocations pourrait provenir des interactions dynamiques entre avalanches. Les nouvelles avalanches ont sans doute plus de chances d'avoir lieu à proximité (dans les grains voisins) des avalanches les plus récentes. Tout comme cela avait été observé dans les monocristaux [*Weiss et Marsan*, 2003], un couplage espace/temps entre avalanches de dislocations est effectivement observé dans les polycristaux (Fig. IV.14). La probabilité que deux avalanches soient proches dans l'espace est d'autant plus élevée que les avalanches sont proches dans le temps.

IV.5. Influence de l'écrouissage

IV.5.1. Au niveau macroscopique

D'un point de vue macroscopique, le ralentissement du mouvement des dislocations au cours d'un essai de fluage se traduit par une décroissance de la vitesse de déformation macroscopique : le matériau s'écrouit. En lien avec les interactions dislocations-joints de

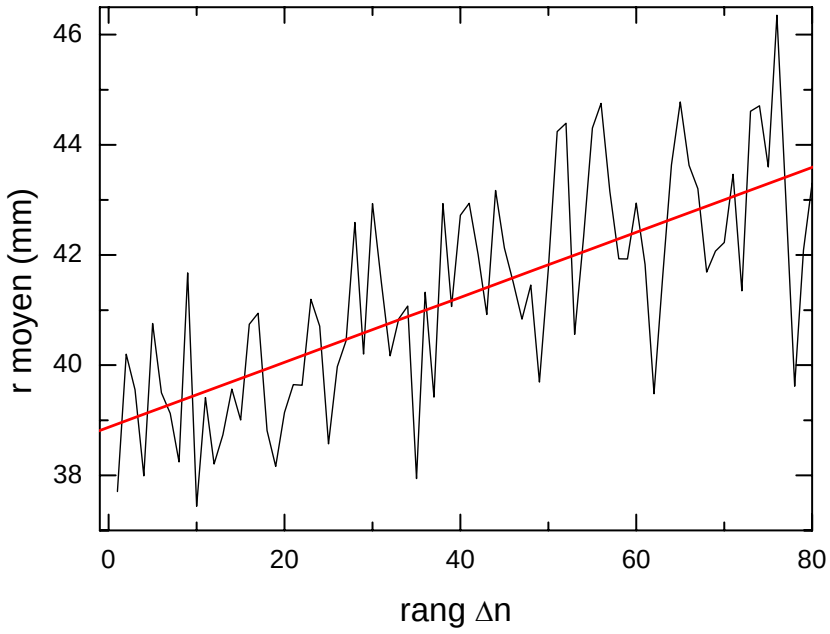

Figure IV.14. Evolution de la distance *r* moyenne entre avalanches de dislocations suivant leur ordre d'occurrence lors de la déformation par fluage compression d'un polycristal de glace (T = -10°C, σ_{ext} = 810 kPa, $\langle d \rangle$ = 2.59 mm). Le rang d'occurrence d'une avalanche est préféré à son temps d'arrivée à cause de la très forte non-stationnarité de la déformation macroscopique.

grain mentionnées en introduction, la déformation des polycristaux produit un écrouissage important (Fig. IV.15). Dans la glace, l'écrouissage est causé soit par le développement de contraintes internes longue-distance qui s'opposent à la déformation (correspondant dans la glace à un écrouissage cinématique) et/ou par les interactions courte-distance entre dislocations (correspondant dans la glace à un écrouissage isotrope). Les contraintes internes longue-distance résultent principalement de la différence d'orientation entre grains voisins. Elles sont particulièrement marquées dans la glace polycristalline étant donné la grande différence qui existe entre la résistance au glissement sur les plans de base et les autres plans (voir Chap. II.1.1.4.). Ces dernières peuvent disparaître en inversant le sens de la déformation : elles sont responsables de la partie récupérable de la déformation qui apparaît lors de la décharge. A l'inverse, l'écrouissage isotrope s'oppose toujours à la déformation, quelle que soit son sens. La glace polycristalline présente une contribution importante d'écrouissage cinématique [*Duval et al.*, 1983], notamment révélée lors de la décharge d'échantillons de glace où une part significative de la déformation inverse est retardée dans le temps. Au cours du fluage transitoire, le niveau d'écrouissage de la glace augmente quand la taille de grain diminue [*Duval et Le Gac*, 1980] (Fig. IV.15).

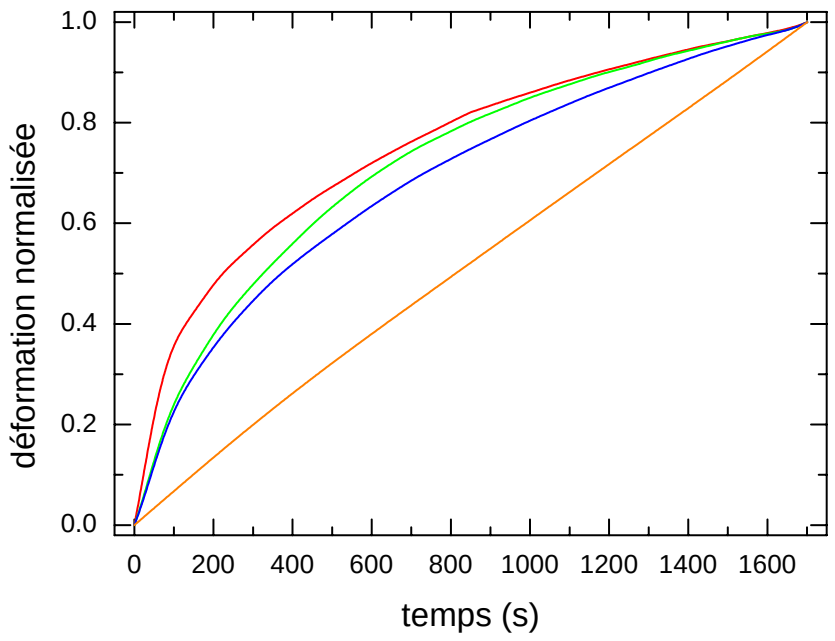

Figure IV.15. Courbes normalisées de fluage de trois polycristaux et d'un monocristal de glace obtenues à -10°C. Au cours d'un essai de fluage, l'écrouissage se traduit par l'évolution de la vitesse de déformation. De gauche à droite : $\langle d \rangle$ = 0.26 mm, σ_{ext} = 0.67 MPa ; $\langle d \rangle$ = 0.87 mm, σ_{ext} = 0.54 MPa ; $\langle d \rangle$ = 5.02 mm, σ_{ext} = 0.55 MPa ; monocristal σ_{ext} = 0.40 MPa. Comme l'indiquent les courbures, le niveau d'écrouissage augmente quand la taille de grain diminue.

IV.5.2. Au niveau microscopique

D'un point de vue microscopique, l'effet de l'écrouissage sur les avalanches de dislocations peut être mis en évidence à travers les valeurs des durées des événements acoustiques. La figure IV.16 compare les durées moyennes des avalanches δ entre différents essais (les mêmes que ceux de la figure IV.15). Bien que les différences entre les essais soient de l'ordre de grandeur des barres d'erreur, une tendance systématique se dégage néanmoins : comme cela avait été déjà constaté (voir Fig. IV.5), δ est en moyenne plus petite dans les polycristaux que dans les monocristaux (qui ne s'écrouissent quasiment pas) et δ décroît quand la taille de grain diminue. En d'autres termes, les avalanches s'amortissent d'autant plus vite que l'écrouissage est important. Cela se vérifie également au cours d'un même essai : les durées des avalanches sont plus grandes au début de l'essai qu'à la fin quand le matériau est écroui (Fig. IV.17). L'augmentation des contraintes en retour, résultant de

l'écrouissage cinématique, est vraisemblablement la cause de l'amortissement plus rapide des avalanches de dislocations.

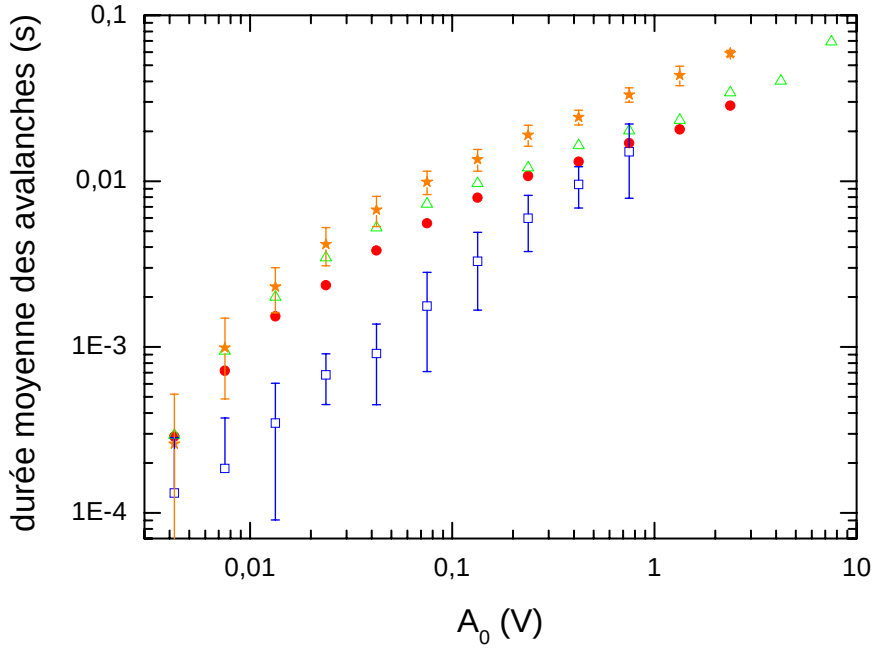

Figure IV.16. Comparaison pour des mêmes valeurs de A_0 et à -10°C, de la durée moyenne des événements acoustiques entre différents polycristaux et un monocristal. Carrés : σ_{ext} = 0.67 MPa, $\langle d \rangle$ = 0.26 mm. Disques pleins : σ_{ext} = 0.54 MPa, $\langle d \rangle$ = 0.87 mm. Triangles : σ_{ext} = 0.55 MPa, $\langle d \rangle$ = 5.02 mm. Etoiles : σ_{ext} = 0.40 MPa, monocristal. Pour des raisons de lisibilité, les barres d'erreur sont seulement représentées pour le monocristal et le polycristal avec $\langle d \rangle$ = 0.26 mm. Les barres d'erreurs représentent un écart type.

IV.5.3. A la décharge

A la décharge, la glace polycristalline présente une déformation inverse bien plus importante que la déformation purement élastique (calculée à partir du module d'Young). En lien avec l'écrouissage cinématique, la glace possède en effet une importante déformation inélastique [*Duval*, 1978]. Pendant la décharge des polycristaux de glace, une forte mais brève (< 3 s) activité acoustique a été systématiquement enregistrée. Cette activité est très vraisemblablement une conséquence de l'écrouissage cinématique : lors de la décharge, les dislocations retournent en moyenne à leur position initiale [*Duval et al.*, 1983]. Ainsi, si à la décharge, les dislocations se mettent à glisser « en arrière » suivant un chemin préférentiel qui va des empilements aux joints de grain jusqu'à l'intérieur des grains, leur amortissement

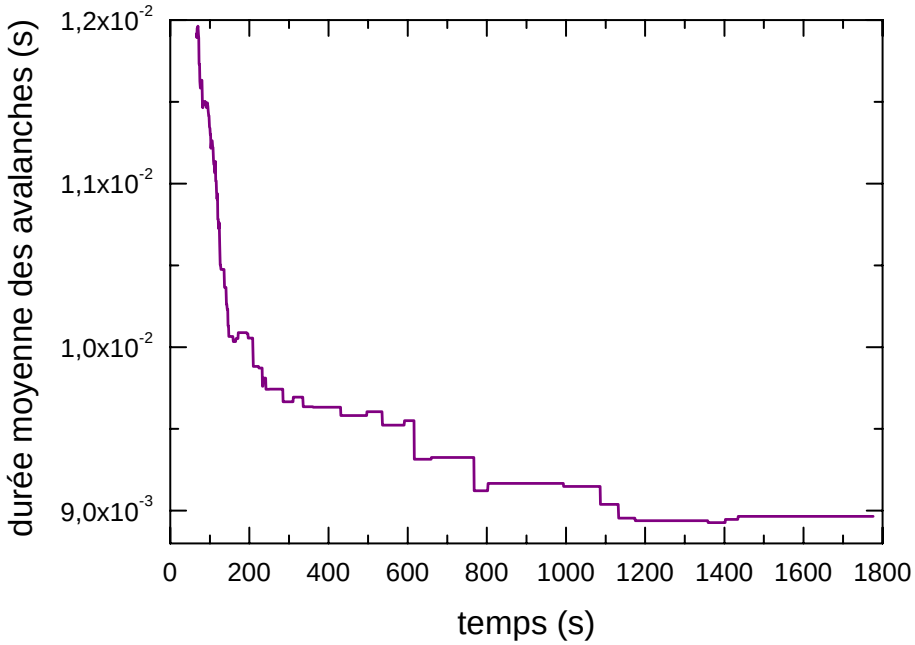

Figure IV.17. Evolution de la durée moyenne des avalanches ayant une amplitude maximale A_0 comprise entre 60 et 80 dB au cours d'un essai de fluage compression sur un polycristal de glace (T = -10°C, σ_{ext} = 0.55 MPa, $\langle d \rangle$ = 5.02 mm).

devrait logiquement être moindre qu'à la charge. Cette idée est cohérente avec les données de la figure IV.18 qui compare, à amplitude A_0 fixée, les durées moyennes des avalanches δ à la charge et à la décharge d'un même essai. Comme pour la figure IV.16, les différences observées sont de l'ordre de grandeur des barres d'erreur. Cependant, pour les avalanches ayant une amplitude supérieure à 0.01 V, les durées δ sont toujours plus grandes à la décharge. En définitive, l'écrouissage cinématique apparaît comme attendu, comme une contrainte interne polarisée qui ne change pas de signe à la décharge et donc qui aide le mouvement inverse des dislocations.

Par ailleurs, les distributions des tailles des avalanches enregistrées à la décharge de polycristaux suivent une loi de puissance dont l'exposant a une valeur similaire à celle rencontrée lors des expériences réalisées sur des monocristaux : τ_A = 2.0±0.1 (Fig. IV.19). Cette observation semble indiquer que les dislocations, retournant à leur position initiale lors de la décharge, ne forment pas de nouveaux empilements aux joints de grain. En effet, s'il n'y a pas ou peu d'interactions entre joints de grain et avalanches de dislocations, en accord avec le scénario formulé dans la *simulation C*, les distributions des tailles des avalanches doivent

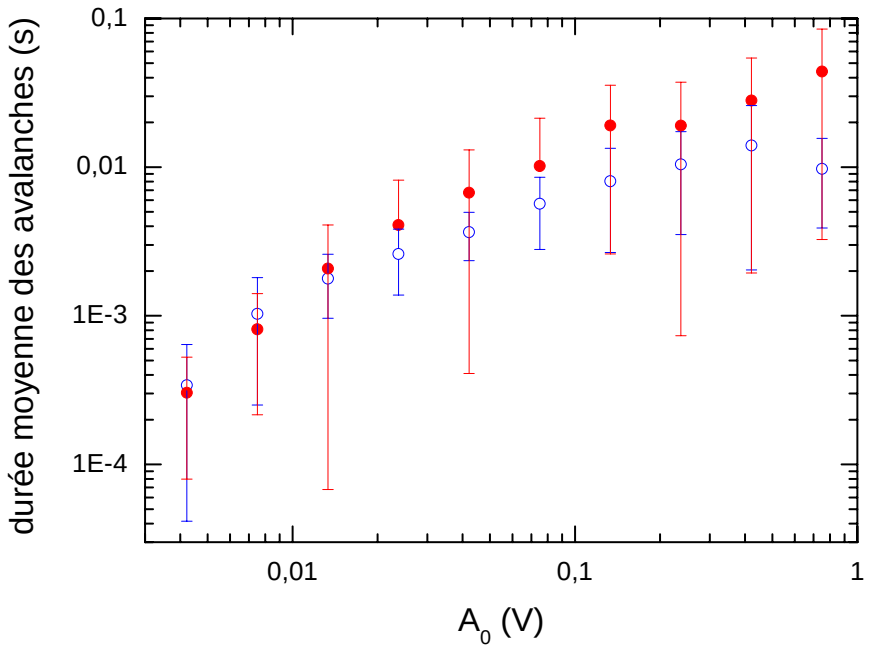

Figure IV.18. Comparaison pour des mêmes valeurs de A_0 et à –10°C, de la durée moyenne des événements acoustiques entre la charge (cercles) et la décharge (disques pleins) d'un polycristal de glace (σ_{ext} = 0.81 MPa, $\langle d \rangle$ = 2.59 mm). Les barres d'erreurs représentent un écart type.

se distribuer suivant la même loi d'échelle que dans les monocristaux. Néanmoins, à la décharge, aucune avalanche supérieure à 75 dB n'a été enregistrée (Fig. IV.19). Cela peut être une simple conséquence de la taille limitée de la population des événements enregistrés. Cela peut aussi provenir du fait que la longueur totale de dislocations L qui puisse être impliquée dans une avalanche ne peut toujours pas dépasser la longueur de dislocations initialement mobilisable au sein d'un grain. De plus, aucune réplique de forte amplitude n'est supposée avoir lieu à la décharge.

La figure IV.20 est en accord avec ces dernières suppositions. A la décharge, les courbes taux d'avalanches et taux d'activité acoustique ont, comme dans le cas des monocristaux, des allures parfaitement similaires. Par conséquent, il semble bien qu'on retrouve à la décharge des polycristaux, le même comportement critique émanant de la dynamique des avalanches de dislocations que celui qui avait été observé dans les monocristaux.

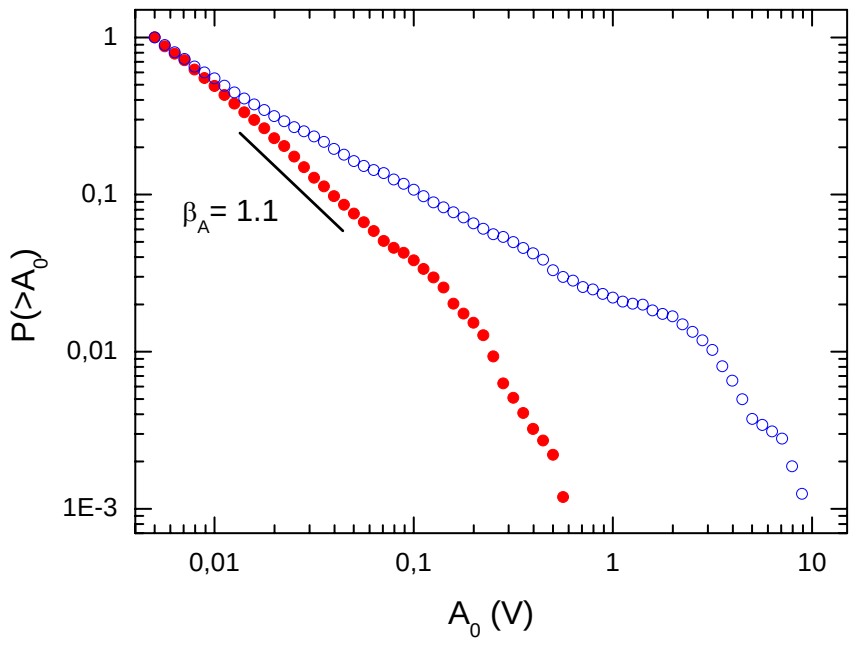

Figure IV.19. Comparaison des distributions de probabilité cumulée des amplitudes acoustiques entre la charge (cercles) et la décharge (disques pleins) d'un polycristal de glace (T = -10°C, σ_{ext} = 0.81 MPa, $\langle d \rangle$ = 2.59 mm).

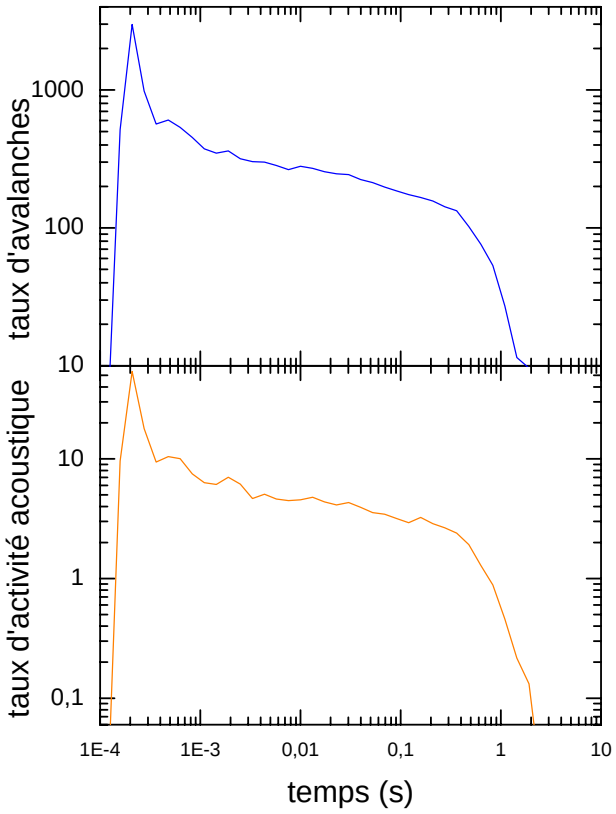

Figure IV.20. Taux moyen d'avalanches et taux moyen d'activité acoustique enregistré après des avalanches de toutes tailles lors de la décharge d'un essai de fluage compression sur un polycristal de glace (T = -10°C, σ_{ext} = 810 kPa, $\langle d \rangle$ = 2.59 mm). Pour comparaison, voir les courbes B et D relatives à la charge de cet essai (Fig. IV.12).

Il apparaît ainsi qu'on retrouve à la décharge le comportement critique du monocristal, néanmoins marqué par une éventuelle coupure dans les distributions des tailles d'avalanches (Fig. IV.19). Pour autant, ce possible effet de taille finie à la décharge ne semble pas forcément trivial, étant donné que les corrélations spatiales entre avalanches semblent dans ce cas encore, s'étendre à des échelles supérieures à la taille moyenne de grain (Fig. IV.21). Malheureusement, le peu de données enregistrées à la décharge, empêche de conclure de manière définitive sur ce dernier point.

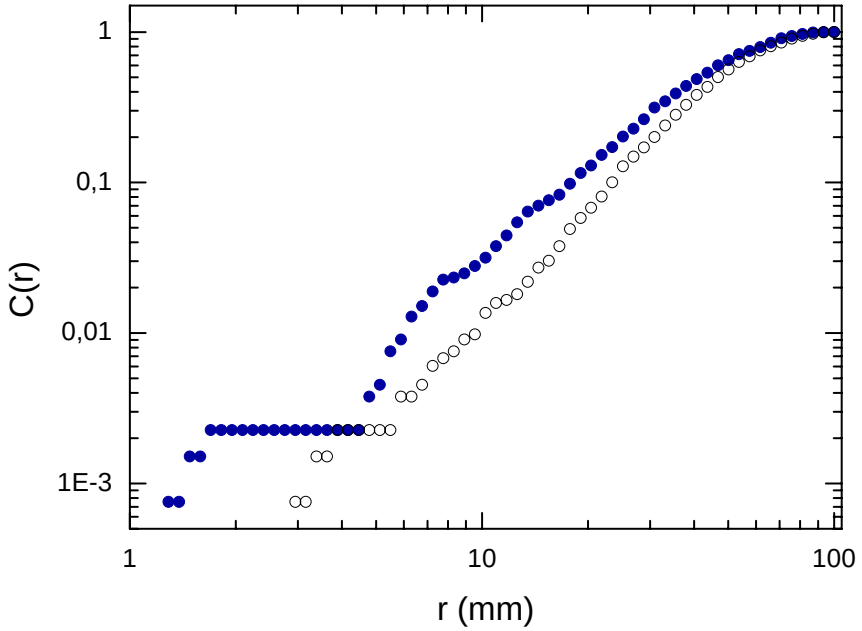

Figure IV.21. Intégrale de corrélation spatiale des hypocentres (disques pleins) localisés lors de la décharge d'un essai de fluage compression réalisé sur un polycristal de glace (T = -10°C, σ_{ext} = 810 kPa, $\langle d \rangle$ = 2.59 mm). Cercles : analyse similaire réalisée à partir du même nombre de sources distribuées aléatoirement.

IV.5. Conclusion

Au travers de cette étude, il a été montré que la plasticité polycristalline pouvait être caractérisée par des phénomènes intermittents et avalancheux. La dynamique critique invariante d'échelle observée dans les monocristaux est en revanche, ici, perturbée par l'introduction d'une échelle microstructurale, la taille moyenne de grain. L'effet de taille finie rencontré n'est pas un simple et trivial effet de taille finie : si les joints de grain se comportent

certes comme des barrières vis-à-vis de la propagation dynamique des avalanches de dislocations, ils transmettent des contraintes internes. S'il est correct, le scénario formulé dans la *simulation C* remet ainsi en question la modélisation de la plasticité polycristalline par les approches micro-macro classiques, comme l'homogénéisation. Un effet de taille finie trivial, comme celui modélisé par la *simulation A*, pourrait valider les procédures d'homogénéisation dans les polycristaux du moment que le volume élémentaire représentatif est supérieur à quelques fois $\langle d \rangle^3$. Cependant, le scénario de déclenchement de répliques détaillé dans la *simulation C* implique que le caractère local et intermittent de la déformation plastique s'étend à des échelles bien supérieures à la taille moyenne de grain. Ce point est d'ailleurs en accord avec l'observation expérimentale de corrélations spatiales longue-distance entre avalanches de dislocations.

L'influence des joints de grain sur la relaxation des avalanches a notamment pu être mise en évidence à travers la décroissance de la durée des avalanches avec le niveau d'écrouissage du matériau. Ce dernier point est à mettre en parallèle avec l'observation d'une décroissance de la durée des avalanches dans les monocristaux suivant la température (voir Chap. III.3.). Il apparaît ainsi que les durées des avalanches sont influencées à la fois par la résistance visqueuse des phonons et par l'écrouissage. Ceci n'est pas surprenant si l'on considère qu'une avalanche subit principalement la résistance visqueuse des phonons à son démarrage quand sa vitesse est maximum (hypothèse effectuée au Chap. II.5.2.2.). L'importance de cette résistance visqueuse par rapport à la résistance totale au glissement diminuerait alors de manière progressive à mesure que décroîtrait la vitesse de l'avalanche. Dans le même temps, tandis que l'avalanche continuerait d'avancer, elle subirait de plus en plus les contraintes en retour des autres dislocations du cristal, et finirait ainsi par s'arrêter.

Enfin, il est fort intéressant de noter que les caractéristiques des distributions des tailles des avalanches observées dans les polycristaux de glace ont récemment trouvé un écho dans les distributions des chutes de contrainte associées à l'effet Portevin-Le Châtelier (PLC) pour des alliages d'AlMg contenant diverses quantités de particules d'Al_2O_3 [*Lebyodkin et Estrin*, 2005]. Sous certaines conditions expérimentales, l'effet PLC est associé à une dynamique critique du type CAO (criticalité auto-organisée), caractérisée par une distribution en loi de puissance des chutes de contrainte enregistrées sur la courbe contrainte-déformation [*Ananthakrishna et al.*, 1999]. *Lebyodkin et Estrin* [2005] retrouvent bien des distributions invariantes d'échelle, mais seulement pour l'alliage « pur » AlMg. En augmentant la densité de particules d'Al_2O_3, ils observent un comportement étrangement similaire au cas des

polycristaux de glace : la loi puissance est coupée aux plus fortes chutes de contrainte et l'exposant critique décroît (Fig. IV.22). Cela suggère que les obstacles comme les particules de seconde-phase pourraient jouer un rôle similaire aux joints de grain, en perturbant la propagation dynamique des avalanches de dislocations et en poussant temporairement le système vers un état sur-critique (voir aussi [*Weiss et Louchet*, 2006] à ce sujet).

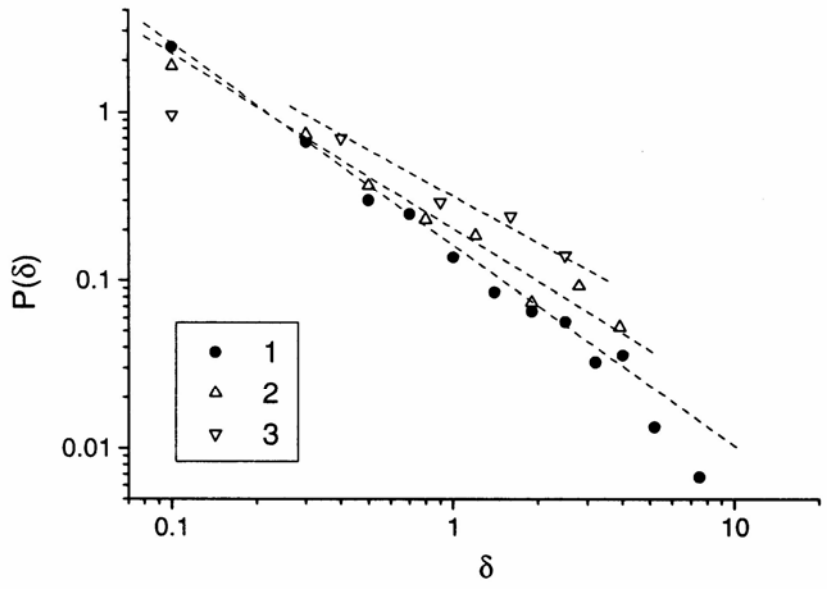

Figure IV.22. Fonctions de densité de probabilité *P* des amplitudes normalisées des chutes de contrainte δ à $d\varepsilon_a/dt$ = 6 x 10^{-3} s^{-1} : 1, matériau matrice AlMg ; 2, fraction volumique de particules d'Al_2O_3 (3 µm de diamètre) *n* = 2% ; 3, *n* = 10%. [*Lebyodkin et Estrin*, 2005].

Chapitre V :

Caractère critique de la plasticité dans des monocristaux métalliques

D'après : Richeton T., Dobron P., Chmelik F., Weiss J. & Louchet F., On the critical character of plasticity in metallic single crystals, *Materials Science and Engineering A* **424**, 190-195 (2006).

V.1. Introduction

Depuis les travaux pionniers de *Kaiser* [1953], l'utilisation de l'EA comme technique expérimentale a fréquemment servi à étudier la déformation plastique des matériaux, notamment celle des métaux. De nombreuses études rapportent des mesures d'EA réalisées sur divers types de métaux purs et d'alliages, à la fois monocristallins et polycristallins (voir par exemple *Kiesewetter et Schiller* [1976] pour des monocristaux et des polycristaux d'Al, *Bovenko et al.* [1978] pour des monocristaux de Zn, *Rouby et al.* [1983b] pour des polycristaux d'Al et d'Al-Mg, *Carpenter et Chen* [1988] pour des monocristaux et des polycristaux de Zn, *Vinogradov et al.* [2001] pour des monocristaux de Cu). Pour autant, ces différentes études n'avaient pas pour but d'analyser en détail les propriétés statistiques des événements acoustiques enregistrés, notamment en terme de distribution des énergies ou des amplitudes. Elles se sont principalement focalisées sur l'évolution au cours du temps de certains paramètres, comme la puissance moyenne du signal ou le nombre de coups par unité de temps, et sur leur relation avec les caractéristiques de l'essai mécanique. Ainsi, il n'existe pas a priori dans les métaux, d'analyse statistique équivalente à celles réalisées par *Weiss* et ses collègues sur des cristaux de glace. A partir de telles analyses statistiques détaillées, *Weiss et al.* [2000] avaient suggéré que le concept de criticalité auto-organisée (CAO) [*Bak et al.*, 1988] pourrait s'appliquer au cas de la dynamique collective des dislocations dans les monocristaux de glace. Or, l'émergence de la CAO dans un système ne dépend pas des détails microscopiques (comme la nature des liaisons atomiques) relatifs au comportement individuel des éléments en interaction [*Stanley*, 1999]. Ainsi, selon le caractère universel de la CAO, la dynamique critique invariante d'échelle observée ne devrait pas être spécifique au cas de la glace et devrait tout aussi bien pouvoir émerger au cours de la déformation plastique d'autres matériaux.

Afin de vérifier cette hypothèse, nous avons réalisé en collaboration avec des chercheurs de Prague (*Frantisek Chmelik* et *Patrik Dobron*) des expériences d'EA sur des monocristaux métalliques (Cadmium, Zinc et Cuivre). Le Cd et le Zn possèdent comme la glace une structure hexagonale compacte. Ils ne présentent cependant pas les mêmes spécificités qu'elle en terme de déformation plastique. La très grande anisotropie plastique de la glace (voir Chap. II.1.1.4. et [*Duval et al.*, 1983]) fait en effet que les monocristaux se déforment quasi-exclusivement par glissement sur les plans de base. Par ailleurs, il n'y a, dans

les monocristaux de glace, ni écrouissage par la forêt, ni mâclage. Par comparaison, l'anisotropie plastique dans le Cd et le Zn n'est pas si marquée. Suivant l'orientation initiale des plans de base par rapport à l'axe de traction ou de compression, le glissement sur des plans non-basaux et le mâclage sont possibles. Le Cu possède quant à lui une structure cubique à faces centrées. A la différence des cristaux hexagonaux, il n'est pas anisotrope. Au-delà d'un certain taux, sa déformation s'effectue en condition de glissement multiple véritable : différents systèmes de glissement contribuant de manière comparable à la déformation totale. Par rapport aux métaux, la glace possède en outre un faible module élastique ($E \approx 9$ GPa) et les forces intermoléculaires proviennent de liaisons hydrogène. Pour des raisons pratiques, les expériences d'EA sur la glace ont de plus toujours été réalisées à contrainte constante (essais de fluage compression) et à une température T proche du point de fusion T_F ($T/T_F \approx 0.95$). Les monocristaux métalliques ont été testés en traction, à vitesse de déplacement constante et à température ambiante ($T/T_F \approx 0.49$ / 0.42 / 0.22 respectivement pour le Cd, le Zn et le Cu).

Ces expériences d'EA sur des monocristaux métalliques ont pour but de voir dans quelle mesure la dynamique critique invariante d'échelle observée dans la glace s'applique à d'autres types de monocristaux. En particulier, les essais sur le Cd et le Zn devraient permettre d'étudier l'influence du glissement non-basal, de l'écrouissage par la forêt et du mâclage sur la dynamique globale des dislocations. Les essais sur le Cu devraient quant à eux pouvoir nous renseigner sur la dynamique des dislocations en condition de glissement multiple véritable.

V.2. Métaux hexagonaux

Le tableau V.1 reprend les principales caractéristiques des échantillons de Cd et de Zn qui ont été testés. λ est l'angle initial entre l'axe c et l'axe de traction et μ est l'angle initial entre la direction de glissement et l'axe de traction. Les différentes orientations conduisent à des valeurs du facteur de Schmid allant de 0.14 à 0.48 pour les monocristaux de Cd et de 0.33 à 0.46 pour les monocristaux de Zn-0.08%Al. Tous les échantillons ont été testés en traction, à la vitesse de déplacement constante de 2 mm min^{-1}, correspondant à des vitesses de déformation initiales allant de 1.11 x 10^{-3} s^{-1} à 1.96 x 10^{-3} s^{-1}.

Echantillon	Matériau	Diamètre (mm)	Longueur (mm)	λ (°)	μ (°)	Facteur de Schmid
a1	Cd	3.72	17	72	22	0.29
a2	Cd	3.95	22	64	35	0.36
a3	Cd	3.58	25	48	44	0.48
a4	Cd	3.60	30	43	51	0.46
a5	Cd	3.98	25	67	33	0.33
a6	Cd	3.75	30	70	24	0.31
a7	Cd	3.72	30	14	82	0.14
b1	Zn-0.08%Al	5.39	25	57	33	0.46
b2	Zn-0.08%Al	5.47	25	70	22	0.33

Tableau V.1. Résumé des caractéristiques des échantillons testés.

V.2.1. Courbes contrainte-déformation

La figure V.1 montre les courbes contrainte-déformation correspondant aux échantillons de Cd et la figure V.2, celles correspondant aux échantillons de Zn-0.08%Al. Deux échantillons de Cd (a3 et a4) et un de Zn-0.08%Al (b1) possèdent une orientation basale favorable au glissement (facteur de Schmid > 0.45) et présentent un stade I typique du glissement facile sur les plans de base, caractérisé par un plateau ayant un faible niveau de contrainte. Consécutivement au glissement facile sur les plans de base, toutes les courbes présentent un stade II marqué par une forte augmentation de la contrainte, caractéristique de l'écrouissage du matériau, et qui est causé par l'activation des systèmes de glissement non-basaux. Plus loin, en stade III, des chutes de contrainte précédant la rupture (a2, a3, a4, b1, b2) ou la striction (a1, a5, a6, a7) du matériau sont observées. Dans les monocristaux, ces chutes de contrainte sont significatives de la présence de mâclage. Le mâclage est un important mécanisme de déformation des métaux h.c., étant donné que le nombre de systèmes de glissement basal est limité. Pour se développer, le mâclage requiert d'importantes concentrations de contrainte [*Bell et Cahn*, 1957]. La quantité totale de mâclage est donc supposée augmenter au cours d'un même essai. Il n'y a qu'un seul système actif de mâclage

dans le Cd et le Zn : {10-12} [-1011]. Contrairement aux polycristaux où la croissance des mâcles est limitée par les joints de grain, il n'existe pas de telles restrictions dans les monocristaux. Par conséquent, les mâcles peuvent être de taille très importante et donner lieu à d'importantes relaxations de contrainte. Comme cela peut se vérifier sur les figures V.1. et V.2, où les échantillons ayant les plus faibles facteurs de Schmid conduisent aux chutes de contrainte les plus importantes, le mâclage est d'autant plus favorisé que l'orientation des plans de base est défavorable au glissement. Par ailleurs, le mâclage est reconnu pour être une importante source d'EA [*Heiple et Carpenter*, 1987]. Ainsi, à la différence de la déformation plastique de la glace, la déformation plastique des monocristaux de Cd et Zn est susceptible de présenter 2 sources d'EA : les avalanches de dislocation relatives au glissement et le mâclage. Cependant, en tant que processus produit par des concentrations locales de contrainte et impliquant la multiplication rapide et le mouvement collectif de dislocations [*Thompson et Millard*, 1952], un épisode de mâclage peut aussi être considéré comme une avalanche de dislocations.

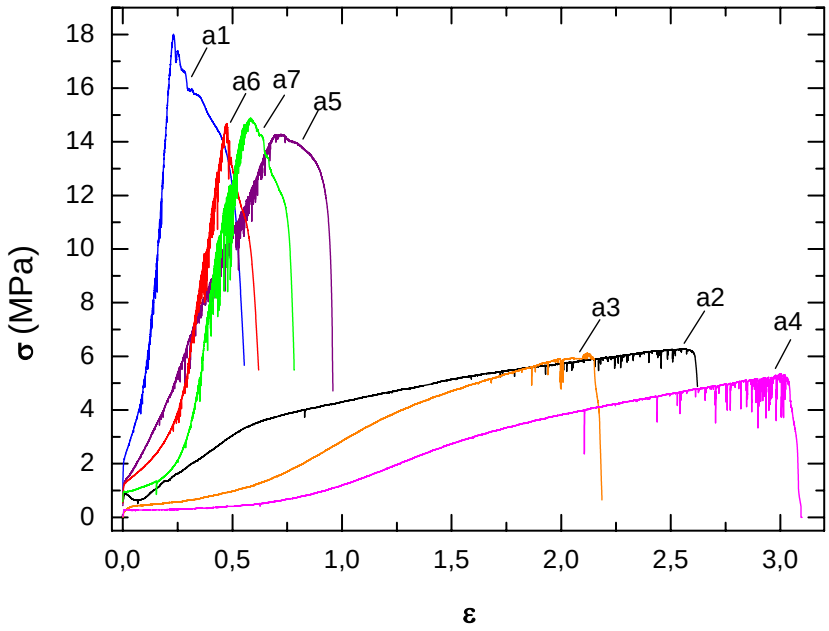

Figure V.1. Courbes contrainte-déformation pour les échantillons de Cd.

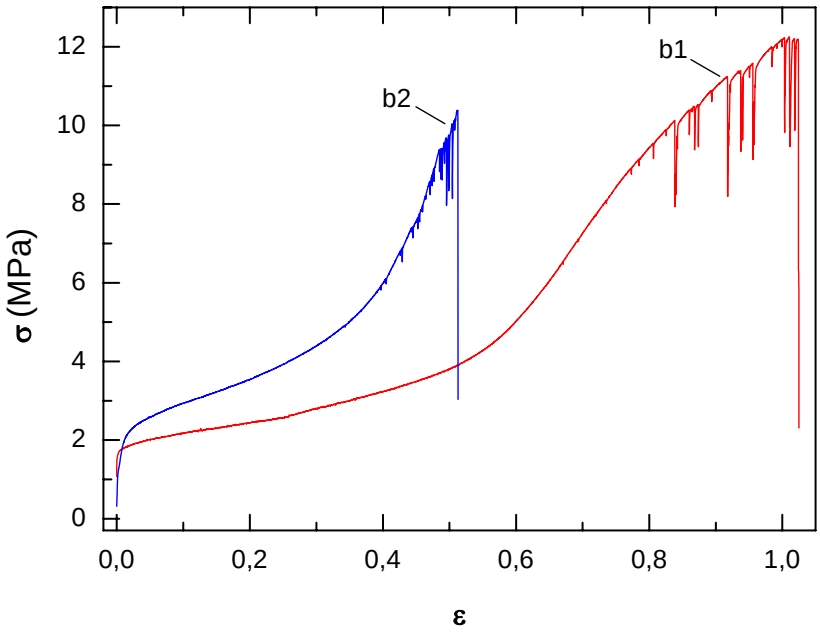

Figure V.2. Courbes contrainte-déformation pour les échantillons de Zn-0.08%Al.

V.2.2. Activité acoustique

Une activité acoustique présentant un caractère fortement intermittent (Fig. V.3) fut observée au cours de toutes les expériences réalisées. L'enregistrement en stade I (glissement facile sur les plans de base et absence de mâclage) de salves intermittentes d'EA, indique l'occurrence d'avalanches de dislocations relatives au glissement, à l'image de ce qui avait été observé dans la glace. La figure V.4 montre l'évolution de l'activité acoustique au cours de la déformation plastique de l'échantillon b1 qui possède une valeur élevée du facteur de Schmid (0.46). On peut y voir que le rapport $\Sigma A_0/\varepsilon$ entre l'activité acoustique ΣA_0 (somme des amplitudes A_0 de tous les événements acoustique ayant lieu pendant un laps de temps donné) et la déformation macroscopique axiale de l'échantillon ε, est quasiment constant pendant le stade I. Ce résultat est en accord avec les expériences réalisées sur des monocristaux de glace [*Weiss et Grasso*, 1997], qui faisaient état d'une proportionnalité directe entre l'activité acoustique et la déformation macroscopique, ainsi qu'avec notre modèle de source d'émission acoustique, qui relie l'amplitude maximum d'une onde acoustique (A_0) à la déformation dissipée par l'avalanche de dislocations correspondante (Eq. II.16). A priori, ce modèle source d'EA pourrait également s'appliquer au cas du mâclage, à l'image des nombreux modèles de dislocations qui ont été proposés pour interpréter les mécanismes du mâclage. Par exemple,

Pirouz [1994] suggère un modèle où les dislocations, par répétition de doubles glissements déviés sur des plans voisins, suivis d'opérations de sources de Frank-Read partielles, produisent des boucles fautées qui définissent une bande de mâclage.

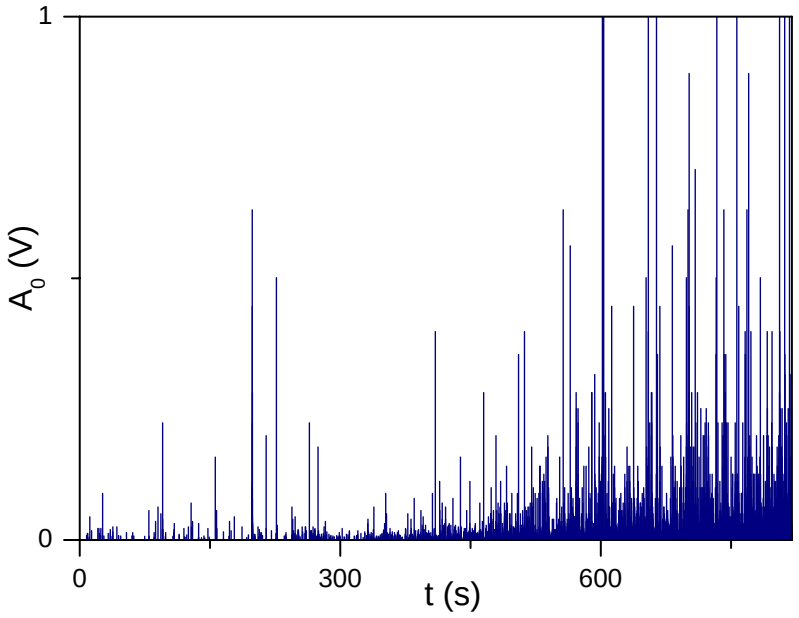

Figure V.3. Signal acoustique enregistré lors de la déformation de l'échantillon b1.

Cependant, après le stade I, une brusque augmentation du rapport $\Sigma A_0/\varepsilon$ en relation avec l'écrouissage du matériau et l'apparition des chutes de contrainte, est observée (Fig. V.4). En tout état de cause, en présence de glissement multiple et de mâclage, l'activité acoustique n'est plus proportionnelle à la déformation macroscopique. Tout d'abord, il faut souligner que dans le cas présent, les avalanches de dislocations ont lieu sur différents plans (le glissement est principalement activé sur les plans basaux mais aussi sur d'autres plans, alors que le mâclage est activé sur les plans pyramidaux). Cela entraîne des contributions différentes de la déformation résolue à la déformation macroscopique axiale. Pour autant, ce point ne peut pas expliquer à lui seul la très forte progression du rapport $\Sigma A_0/\varepsilon$. Il apparaît plus probable qu'une telle augmentation soit liée à un nombre croissant d'événements acoustiques relatifs au mâclage. Par conséquent, dans le cas d'un épisode de mâclage, si l'amplitude A_0 de l'onde acoustique peut encore être reliée à la déformation dissipée par l'avalanche, le coefficient de proportionnalité correspondant devrait être bien plus grand que dans le cas d'un épisode de glissement. En fait, plusieurs études [*Heiple et Carpenter*, 1987 ; *Tymiak et al.*, 2004] ont essayé de comparer l'étendue finale des mâcles (à partir d'analyses

microstructurales *post-mortem*) aux caractéristiques associées aux signaux acoustiques, mais n'ont pas trouvé de corrélation évidente. Dans le cas du mâclage, la relation entre EA et déformation n'est pas encore clairement identifiée. Cela reste une question ouverte. Pour cette raison, dans le cas des expériences présentes, il ne semble pas approprié d'interpréter l'EA générée par une instabilité plastique en terme de déformation dissipée. Au lieu de cela, une interprétation en terme d'énergie dissipée aurait sans doute plus de sens. En effet, lors de l'étude des systèmes dynamiques, il est de coutume de caractériser la taille d'une instabilité à partir de son énergie dissipée, considérée comme un paramètre universel et pertinent. De plus, pour l'EA issue de la micro-fracturation [*Lockner et al.*, 1991 ; *Petri et al.*, 1994], de solides arguments soutiennent l'hypothèse selon laquelle l'énergie portée par l'onde acoustique est proportionnelle à l'énergie totale dissipée par le mécanisme source. Dans ce chapitre, nous effectuons une hypothèse similaire, à la fois pour les épisodes de glissement [*Weiss et al.*, 2001] et de mâclage. Par conséquent, l'analyse détaillée qui va suivre, s'articule autour des propriétés statistiques des énergies acoustiques *E*, supposées être proportionnelles à l'énergie totale dissipée à la source d'EA quelque soit le mécanisme source.

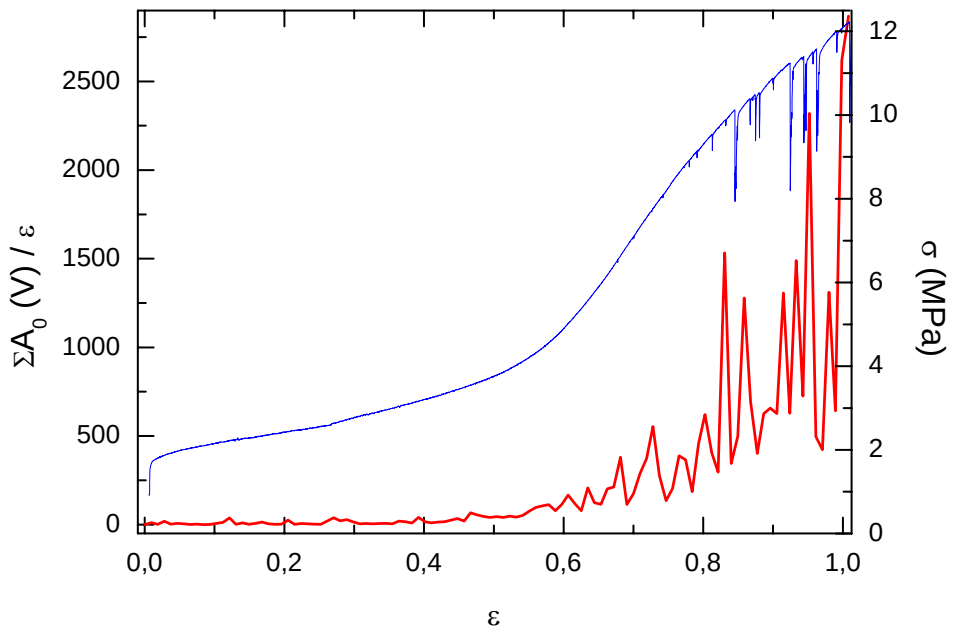

Figure V.4. Evolution de l'activité acoustique au cours de la déformation de l'échantillon b1. La courbe du bas représente les amplitudes maximales des événements acoustiques (A_0) cumulées sur une fenêtre temporelle de 7s et normalisées par la déformation axiale correspondante. La courbe du haut est la courbe contrainte-déformation de l'échantillon b1.

V.2.3. Distributions des énergies acoustiques

Les mesures d'EA réalisées révèlent un résultat significatif : les distributions de probabilité des énergies associées aux événements acoustiques enregistrés obéissent à une loi puissance, du type $P(E) \sim E^{-\tau_E}$, indépendamment de la nature et de la composition du matériau, ainsi que de l'orientation initiale des plans de base (Fig. V.5). Par souci de clarté, la figure V.5 ne représente que les distributions des échantillons a3, a5 et b2 mais un résultat similaire est obtenu pour n'importe lequel des échantillons testés. Les échantillons a3 et a5 (Cd) possèdent des orientations différentes des plans de base, tandis que l'échantillon b2 a une composition différente (Zn-0.08%Al). Les valeurs mesurées de l'exposant τ_E sont comprises entre 1.4 et 1.6. Ces valeurs sont extrêmement proches de celles trouvées pour les distributions des tailles des avalanches dans des monocristaux de glace : $\tau_A = 2.0 \pm 0.1$, c'est à dire $\tau_E = 1.5 \pm 0.1$ pour les distributions des énergies associées (à cause de la relation $E \sim A_0^2$ [*Weiss et al.*, 2001] qui s'applique également aux expériences présentes).

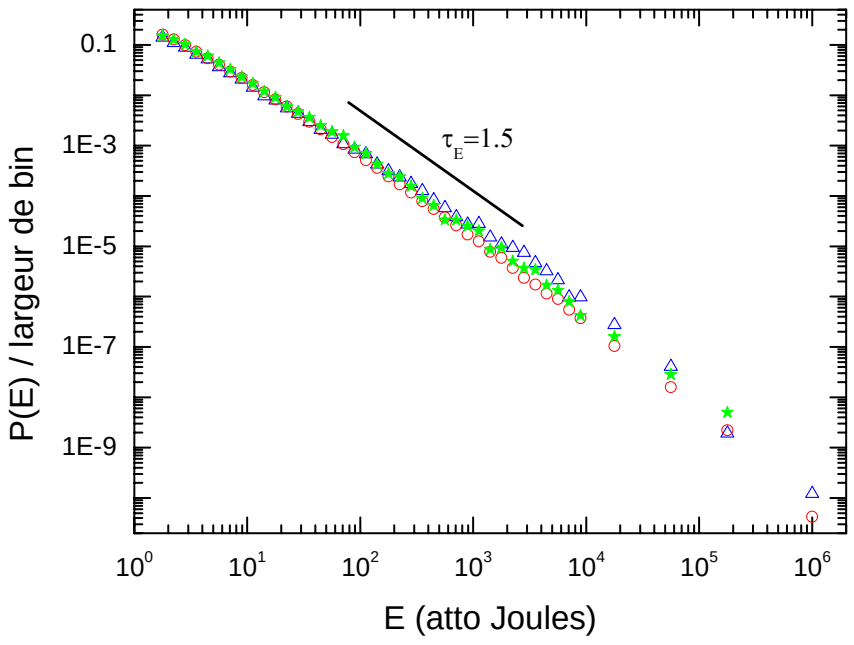

Figure V.5. Distributions de probabilité des énergies acoustiques enregistrées lors de la déformation de monocristaux métalliques. Triangles : essai sur l'échantillon a3. Cercles : essai sur l'échantillon a5. Etoiles : essai sur l'échantillon b2. 1 atto Joule équivaut à 10^{-18} J ou 6.24 eV.

Par rapport à l'étude de la glace, les distributions de la figure V.5 ne tiennent pas seulement compte des avalanches de dislocations relatives au glissement mais aussi de celles relatives au mâclage. Pour cette raison, nous avons comparé une distribution obtenue au sein d'une région de glissement basal facile (stade I) où il n'est pas sensé se produire de mâclage, avec une distribution obtenue en stade III (allure en « dents de scie » de la courbe contrainte-déformation) où la proportion d'événements acoustiques issus du mâclage est bien plus importante (Fig. V.6). Absolument aucune différence n'est constatée entre ces 2 régions typiques du point de vue des distributions des énergies acoustiques.

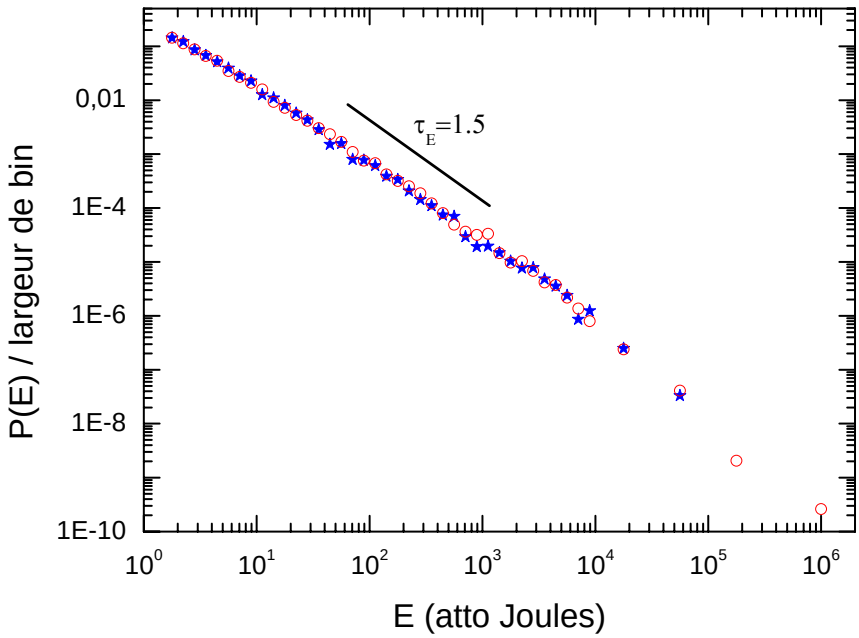

Figure V.6. Comparaison du point de vue des distributions de probabilité des énergies acoustiques, entre le stade I (glissement basal facile) et le stade III (marqué par une forte activité de mâclage) de l'essai réalisé sur l'échantillon a3. Etoiles : stade I ($\varepsilon < 1$, voir courbe a3 sur la figure V.1). Cercles : stade III ($\varepsilon > 1.6$).

V.2.4. Mâclage et glissement

V.2.4.1. Formes d'onde associées

A partir d'une simple analyse des distributions des énergies acoustiques, aucune distinction entre le mâclage et le glissement n'est possible. De ce point de vue, ces deux phénomènes semblent ainsi appartenir à la même dynamique globale. Cependant, une

différence entre les signaux acoustiques relatifs au glissement et au mâclage avait été reportée par *Bovenko et al.* [1978] au cours de la déformation plastique de monocristaux de Zn. Dans nos expériences, deux formes d'onde typiques sont observées (Fig. V.7), dénotées *type G* et *type M*. Selon les arguments développés par *Tymiak et al.* [2004], la forme d'onde *type M* pourrait être associée à un épisode de mâclage. La première salve très haute-fréquence pourrait correspondre à la relaxation initiale et extrêmement rapide qui a lieu lors de l'initiation de la mâcle. Comme dans les monocristaux les mâcles s'étendent normalement sur de très grandes distances, la suite du signal acoustique pourrait être significative du processus de croissance prolongée de la mâcle. A partir de leur expérience de nanoindentation, *Tymiak et al.* [2004] notent que, pour une même amplitude maximale, la durée des signaux acoustiques associés au glissement est considérablement plus petite que la durée des signaux associés au mâclage. De ce fait, la forme d'onde *type G* pourrait être significative d'une avalanche de dislocations relative au glissement sur les plans de base, comme celles observées dans la glace.

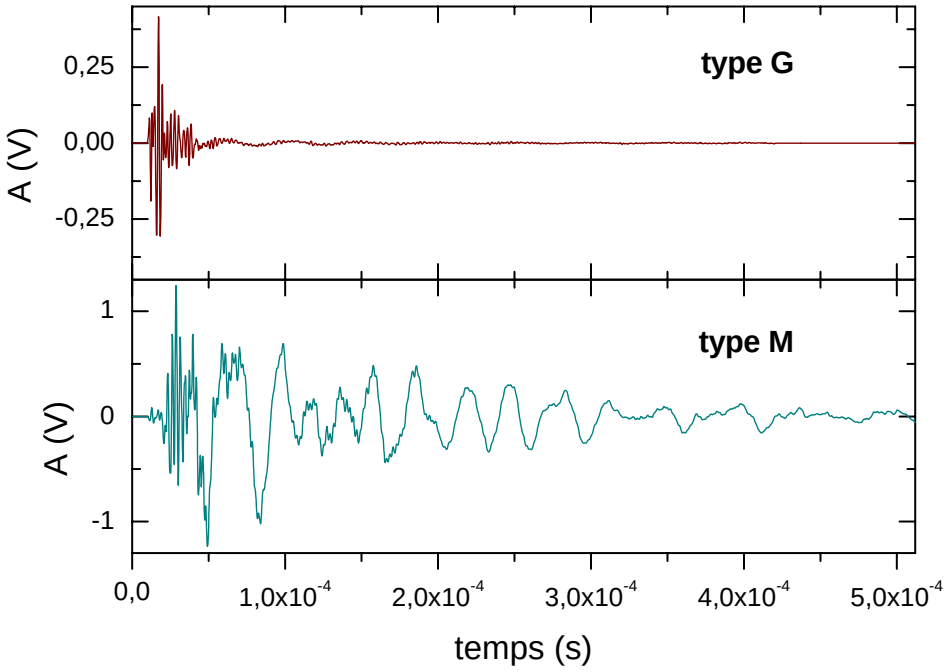

Figure V.7. En haut : forme d'onde de *type G* enregistrée en stade I de l'essai a3 et supposée correspondre à une avalanche de dislocations par glissement. En bas : forme d'onde de *type M* enregistrée en stade III de l'essai a3 et supposée correspondre à un épisode de mâclage.

Tymiak et al. [2004] établissent de manière quantitative une distinction entre les deux types de forme d'onde sur la base d'un paramètre exprimé comme le rapport entre l'amplitude

maximale (A_0) et la tension efficace (A_{rms} « root mean square amplitude »). Un tel paramètre caractérise la distribution énergétique du signal dans le temps. Par définition, les événements de *type M* possèdent des valeurs plus faibles de ce paramètre que ceux de *type G*. La figure V.8 reporte l'évolution de ce paramètre en fonction du temps, au cours de la déformation de l'échantillon a3 qui possède un haut facteur de Schmid (0.48). En fait, lors de nos expériences, nous n'avons pas enregistré la valeur de A_{rms}. Nous utilisons à la place la racine carrée de l'énergie acoustique ($E^{1/2}$) dont la signification physique est similaire (voir Chap. II.3.1.). La figure V.8 montre que la valeur moyenne de $A_0/E^{1/2}$ évolue depuis une valeur élevée dans la région de glissement basal facile jusqu'à une valeur plus faible et relativement constante à la fin de l'essai quand la déformation par mâclage devient prédominante. D'après ces observations, $A_0/E^{1/2}$ semble être un bon paramètre pour distinguer d'un point de vue statistique les événements acoustiques relatifs au glissement de ceux relatifs au mâclage. Par conséquent, il est possible de séparer la population des événements acoustiques en deux populations distinctes sur la base d'un critère seuil (quelque peu arbitraire) sur $A_0/E^{1/2}$. Les événements possédant une faible valeur de $A_0/E^{1/2}$ seront appelés des événements de *type M* et ceux avec une valeur élevée de $A_0/E^{1/2}$ des événements de *type G*. Bien entendu, la véritable proportion de mâclage parmi les deux différents groupes reste inconnue. La figure V.8 permet simplement de vérifier que la proportion relative des événements de *type M* évolue de manière similaire à ce que la population des événements acoustiques dus au mâclage est sensée faire. Néanmoins, cette distinction arbitraire nous permet de vérifier que les distributions de probabilité des énergies acoustiques restent inchangées que les analyses soient réalisées à partir d'une population d'événements acoustiques présentant une proportion de mâclage supposée faible (*type G*) ou grande (*type M*) (Fig. V.9). Ces résultats sont cohérents avec ceux de la figure V.6.

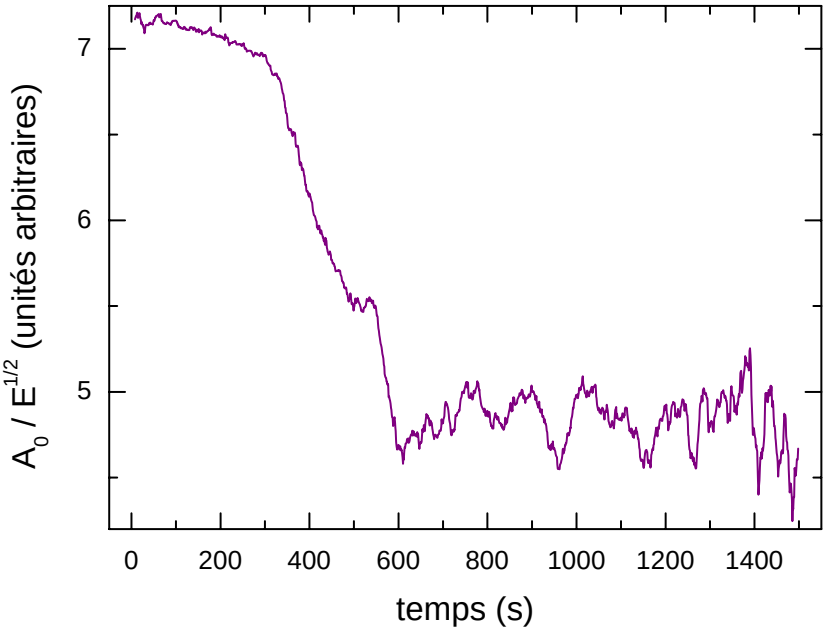

Figure V.8. Evolution temporelle du rapport moyen entre l'amplitude maximale et la racine carrée de l'énergie des événements acoustiques enregistrés au cours de l'essai a3.

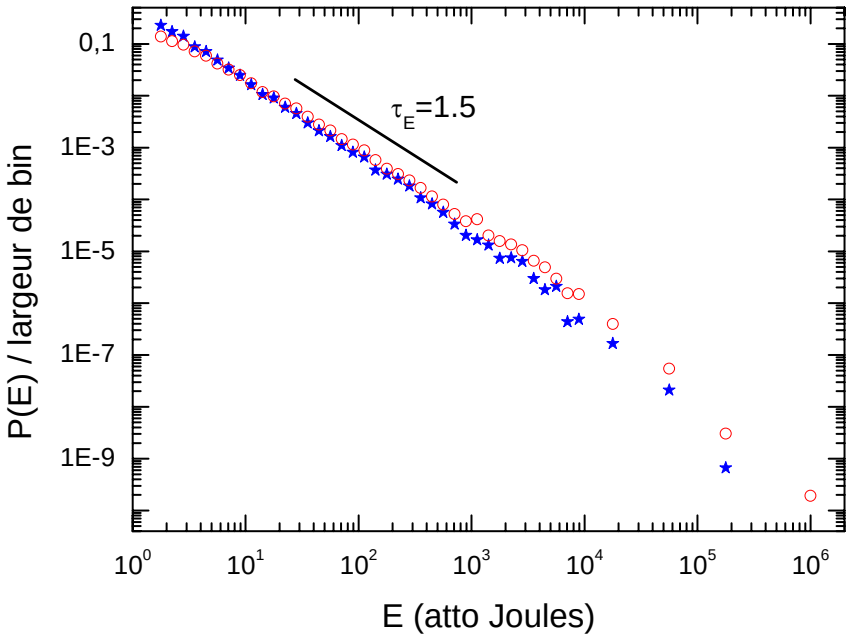

Figure V.9. Distributions de probabilité des énergies acoustiques des populations de *type G* (étoiles) et de *type M* (cercles) issues de l'essai a3.

V2.4.2. Inter-déclenchement

En plus des distributions en loi de puissance des tailles des avalanches, la complexité de la dynamique des dislocations dans la glace s'exprime également au travers de corrélations temporelles ([*Weiss et Miguel*, 2004], voir aussi Chap. I.2.2.3.3.). Suivant une méthode identique à celle utilisée par *Weiss et Miguel* [2004], une analyse statistique détaillée des temps d'arrivée des événements a été effectuée. On observe, pour tous les essais, un processus de déclenchement de répliques. Une analyse plus fine peut même être réalisée si l'on s'intéresse aux répliques de *type G* déclenchées à la suite d'un événement de *type M* (et vice-versa). Ce type d'analyse a été effectué pour l'essai a3, dans une région (temps > 800 s) où la proportion d'événements de *type M* est presque constante (voir Fig. V.8). Le taux moyen $n_M^G(t)$ d'événements de *type G* enregistrés à la suite d'une avalanche mère de *type M* d'amplitude quelconque, par avalanche mère et par unité de temps, a été calculé (Fig. V.10). Aux petites échelles de temps, le déclenchement d'événements acoustiques est clairement identifié par le pic de $n_M^G(t)$. Aux temps plus longs, les événements ne sont plus corrélés avec l'avalanche mère et $n_M^G(t)$ retombe à un niveau stationnaire, correspondant au taux moyen d'événements de *type G* se produisant pendant cette période de l'essai. Par ailleurs, cette observation ne peut en aucun cas être un artefact induit par les échos acoustiques. En effet, étant donné les dimensions de nos échantillons, les échos dus aux réflexions d'onde sur les surfaces, sont supposés avoir lieu à des échelles de temps bien plus courtes (≈ 5 µs) que la plage d'inhibition (120 µs, voir Chap II.3.2.) imposée entre l'enregistrement de deux événements acoustiques. Cette analyse montre donc qu'un événement de *type M* peut déclencher un événement de *type G*. Inversement, la figure V.11 montre qu'un événement de *type G* peut déclencher un événement de *type M*. Des analyses supplémentaires (détaillées en Annexe A) apportent la preuve que le processus de déclenchement de répliques identifié sur les figures V.10 et V.11 ne peut pas être la simple conséquence d'un processus d'auto-déclenchement de la part des événements de glissement présents dans la population de *type M* et des événements de mâclage présents dans la population de *type G*. Par conséquent, cette analyse illustre bien les interactions mutuelles qui ont lieu entre le glissement des dislocations et le mâclage. Les valeurs expérimentales trouvées pour $n_M^G(t)$ et $n_G^M(t)$ indiquent que ces deux processus se déclenchent l'un l'autre tout au long de la déformation plastique.

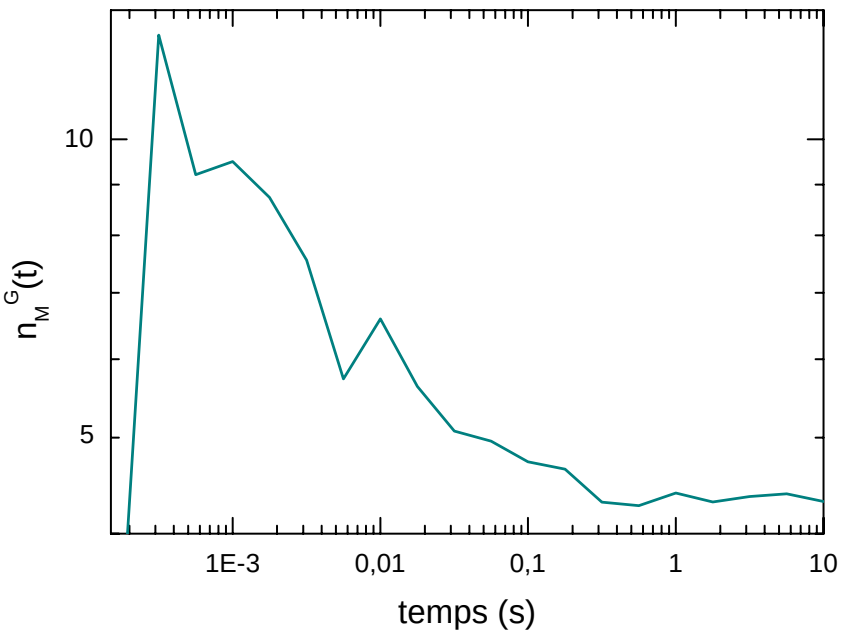

Figure V.10. Taux moyen $n_M^G(t)$ d'événement de *type G* enregistrés à la suite d'un événement de *type M* ayant une amplitude quelconque, par avalanche mère et par unité de temps, au cours de l'essai a3 et pour la période de temps > 800 s.

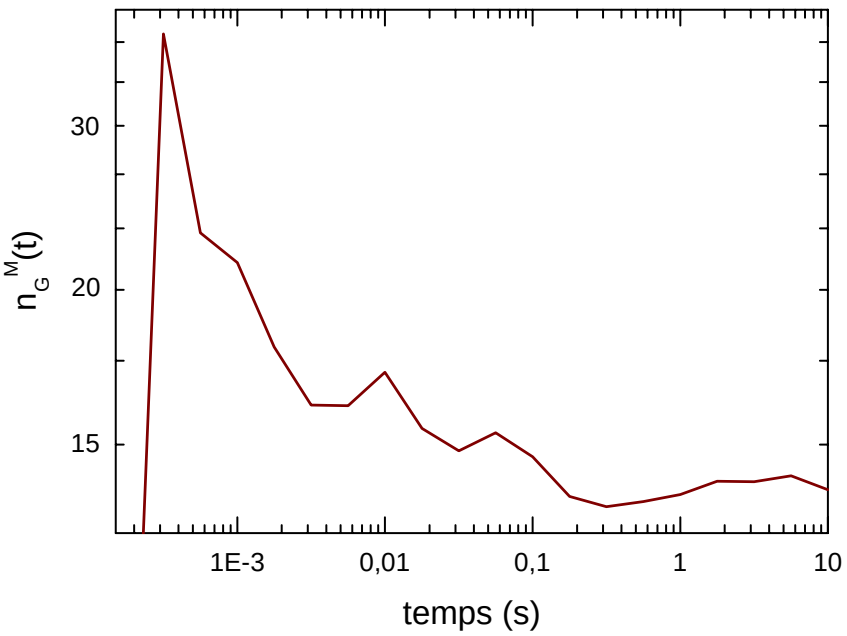

Figure V.11. Taux moyen $n_G^M(t)$ d'événement de *type M* enregistrés à la suite d'un événement de *type G* ayant une amplitude quelconque, par avalanche mère et par unité de temps, au cours de l'essai a3 et pour la période de temps > 800 s.

V.3. Métaux cubiques faces centrées

Lors de la déformation des monocristaux de Cd et de Zn, en stade II, plusieurs systèmes de glissement sont actifs mais un seul (celui relatif aux plans de base) contribue significativement à la déformation plastique. Dans les autres systèmes, le glissement est limité sur de très courtes distances. Par conséquent, ils écrouissent fortement le système de glissement principal mais contribuent peu à la déformation totale.

Afin d'évaluer l'influence d'un véritable glissement multiple sur la dynamique collective des dislocations, c'est à dire dans un cas où plusieurs systèmes contribuent de manière équivalente à la déformation totale, nous avons testé des échantillons monocristallins de structure cubique à faces centrées (du cuivre pur). La démarche expérimentale est identique à celle ayant servie pour les essais sur les monocristaux de Cd et de Zn (essais de traction à vitesse de déplacement constante).

V.3.1. Déformation des échantillons

Pour les essais sur le Cu, nous avons fait varier la vitesse de déformation initiale sur une large gamme, qui s'étend de 2.92×10^{-4} s^{-1} à 3.80×10^{-2} s^{-1}. Tous les échantillons testés possèdent approximativement la même orientation (au centre du triangle standard suivant une projection stéréographique). Les courbes contrainte-déformation enregistrées (Fig. V.12 et V.13) ne présentent pas de stade I relatif à un glissement simple. Ainsi, du fait de cette orientation, il n'y a pas de système de glissement prédominant. Plusieurs systèmes de glissement présentent des contraintes résolues de niveau à peu près comparables. Les échantillons se déforment donc immédiatement en condition de glissement multiple. Aux faibles vitesses de déformation ($< 10^{-3}$ s^{-1}), les échantillons se sont déformés selon un durcissement rapide et relativement constant (stade II, Fig. V.12). Pour des questions de temps, ces essais ont été arrêtés avant la rupture du matériau. Aux fortes vitesses de déformation ($> 10^{-3}$ s^{-1}), les échantillons se sont déformés selon un durcissement parabolique, décroissant continuellement avec l'augmentation de la déformation (stade III, Fig. V.13), et cela jusqu'à la striction de l'échantillon.

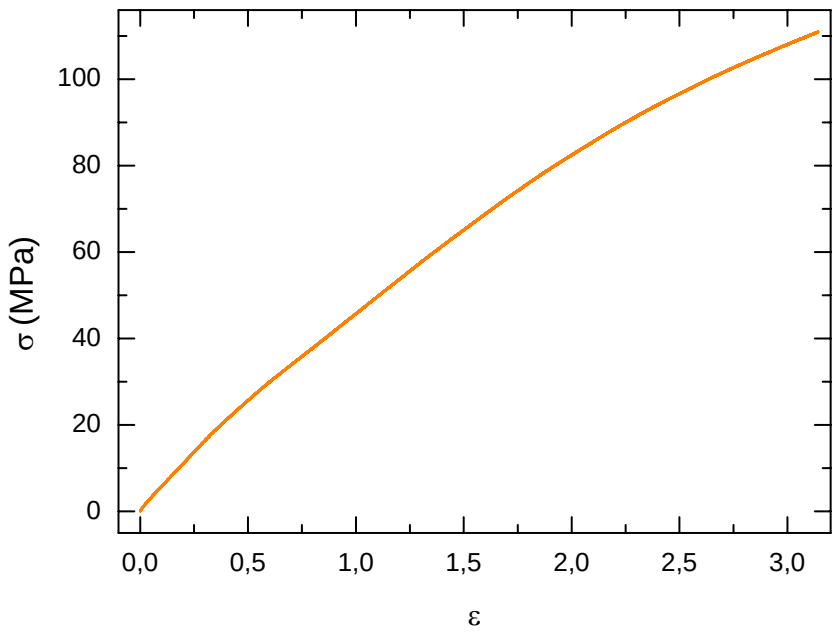

Figure V.12. Courbe contrainte-déformation obtenue lors d'un essai de traction sur un monocristal de Cu à vitesse de déplacement constante (vitesse de déformation initiale = 6.12 x 10^{-4} s^{-1}).

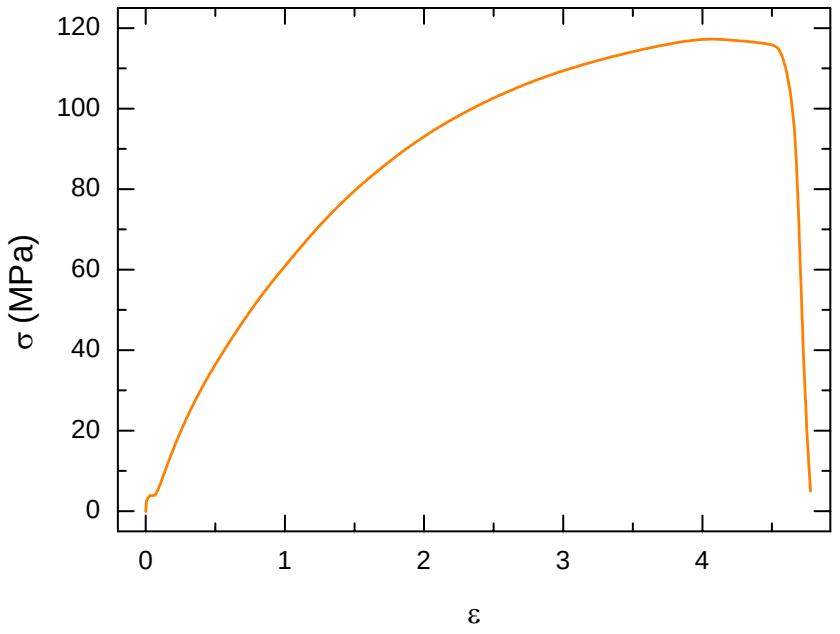

Figure V.13. Courbe contrainte-déformation obtenue lors d'un essai de traction sur un monocristal de Cu à vitesse de déplacement constante (vitesse de déformation initiale = 3.80 x 10^{-2} s^{-1}).

V.3.2. Mesures d'EA

V.3.2.1. Source

Sous nos conditions expérimentales de température et de vitesse de déformation, la déformation de monocristaux de cuivre pur s'effectue sans mâclage et sans endommagement. Par conséquent, les seules sources possibles d'EA sont les mouvements collectifs de dislocations le long des différents systèmes de glissement. La figure V.14 qui représente une forme d'onde typique enregistrée au cours de l'un de nos essais sur le Cu, en apporte une confirmation. Les conditions d'enregistrement (type et mode de fixation du capteur, système d'acquisition et environnement électronique) des essais sur le Cu étant parfaitement identiques à celles des essais le Cd et le Zn, il n'est pas inutile d'effectuer une comparaison grossière des formes d'onde enregistrées lors de ces différents essais (voir Fig. V.7). Sans surprise, il apparaît que les formes d'onde enregistrées dans le Cu ont des allures similaires aux formes d'onde supposées correspondre à des avalanches de dislocations par glissement qui ont été enregistrées dans le Cd et le Zn. Les formes d'onde enregistrées s'amortissent toutes très rapidement. Aucune d'elles ne présente notamment de prolongement basse fréquence comme cela avait pu être observé pour les formes d'onde typiquement associées au mâclage dans les essais sur les métaux hexagonaux (voir Fig. V.7).

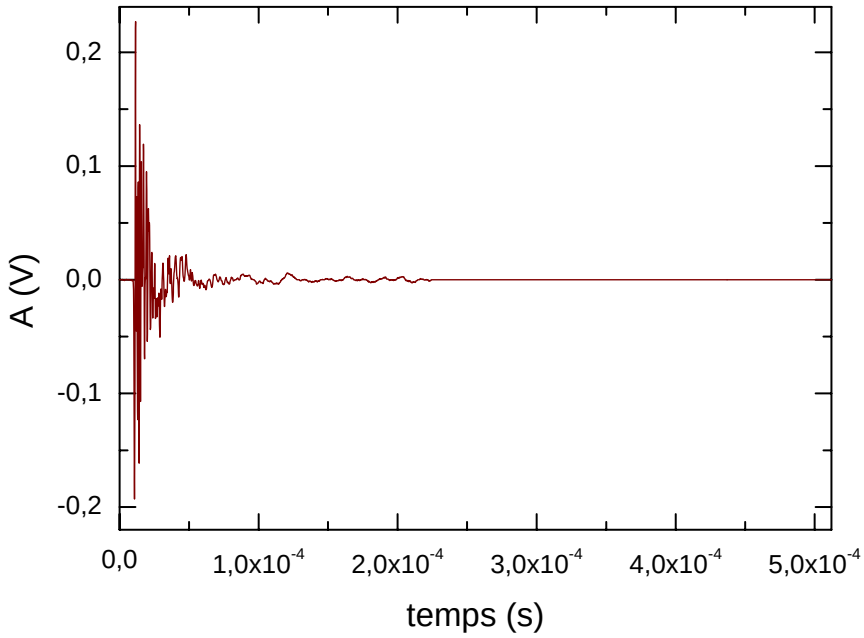

Figure V.14. Forme d'onde acoustique enregistrée lors d'un essai de traction sur un monocristal de Cu (vitesse de déformation initiale = 1.26 x 10^{-2} s^{-1}).

V.3.2.2. Analyse énergétique

Les essais sur les monocristaux de Cu ont révélé une activité acoustique extrêmement faible et ce quelle qu'ait été la vitesse de déformation de nos échantillons. En rassemblant toutes les données obtenues lors de nos 6 essais (une centaine d'événements en tout), il est néanmoins possible de tracer les distributions de probabilité des énergies acoustiques (Fig. V.15). En procédant de la sorte, nous effectuons l'hypothèse que la loi de probabilité associée aux avalanches de dislocations est la même dans tous les monocristaux de Cu testés et est indépendante de la vitesse de déformation. Cette hypothèse peut se justifier, d'une part parce que les différents monocristaux testés possèdent tous une orientation quasi-identique, d'autre part au vu des essais précédemment réalisés sur différents types de monocristaux, à différents niveaux de contrainte et de vitesse de déformation, qui ont toujours été caractérisés par une unique loi de probabilité (voir Fig. V.5 et Fig. I.11 [*Miguel et al.*, 2001b]). Malgré le peu de données, il apparaît de manière assez claire que ces distributions suivent une loi de puissance, $P(E) \sim E^{-\tau_E}$. En tout état de cause, d'après la représentation log-linéaire de la figure V.16, ces distributions ne sont manifestement pas de type exponentiel. La mesure de l'exposant de la loi de puissance τ_E par régression linéaire indique : $\tau_E = 1.6 \pm 0.1$. Cette valeur reste parfaitement cohérente avec celles précédemment trouvées dans des échantillons monocristallins de Cd, de Zn et de glace. Ce résultat (qui demande à être confirmé) est un argument de plus amenant à considérer la possible nature générique d'une dynamique critique invariante d'échelle en plasticité monocristalline. Il est notamment susceptible d'apporter un élément de réponse à la question de l'influence du glissement multiple sur le comportement critique des dislocations [*Zaiser*, 2006] : selon nos observations, la même dynamique critique pourrait gouverner la plasticité monocristalline en condition de glissement simple et en condition de glissement multiple. On ne distingue notamment pas de coupure dans nos distributions qui aurait pu indiquer la présence d'une échelle interne vis-à-vis du mouvement des dislocations (comme celle relative à la taille des sous-grains de dislocations typiquement formés lors d'une déformation en condition de glissement multiple [*Godfrey et Hughes*, 2004]).

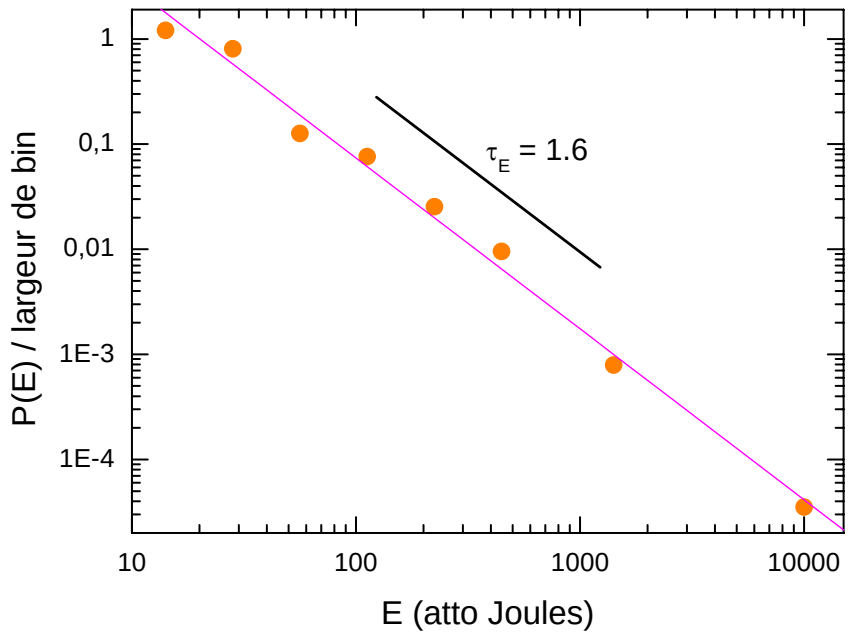

Figure V.15. Représentation dans un diagramme log-log des distributions de probabilité des énergies acoustiques qui ont été enregistrées lors des 6 essais de déformation réalisés sur des monocristaux de cuivre. La droite en trait plein est obtenue par régression linéaire sur les différents points de mesure (coefficient de corrélation > 0.99). Cette droite a une pente égale à $\tau_E = 1.6 \pm 0.1$.

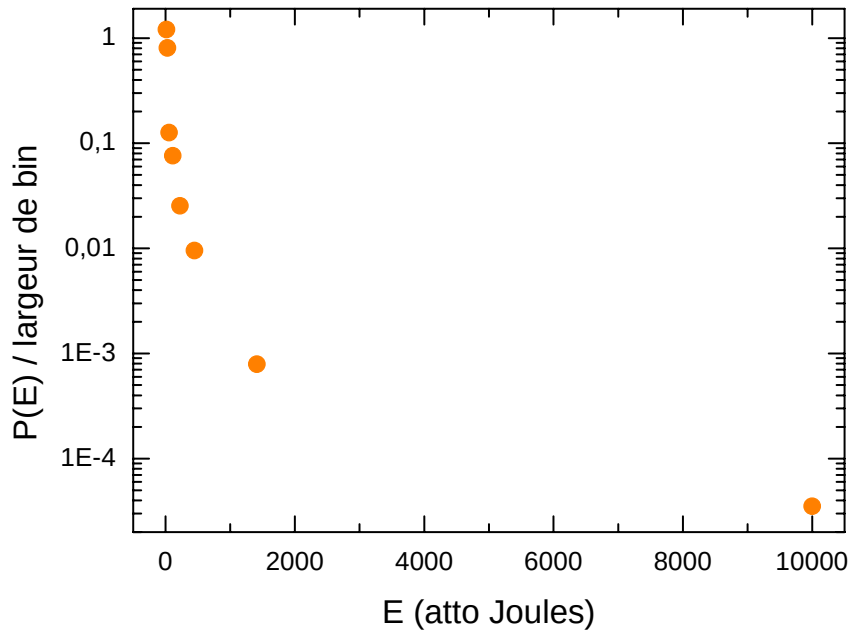

Figure V.16. Représentation dans un diagramme log-linéaire des distributions de probabilité des énergies acoustiques qui ont été enregistrées lors des 6 essais de déformation réalisés sur des monocristaux de cuivre.

V.3.2.3. Analyse temporelle

D'un point de vue temporel, le nombre d'événements enregistré ne nous permet pas d'effectuer une analyse du comportement des répliques aussi détaillée que celle de *Weiss et Miguel* [2004] ou analogue à celle réalisée pour les essais sur le Cd et le Zn. Néanmoins, à partir d'un unique essai, il est toujours possible de calculer l'intégrale de corrélation temporelle *C(t)* (voir Chap. I.2.2.3.3.). *C(t)* représente la probabilité que 2 événements soient séparés par une durée inférieure à *t*. La figure V.17 montre un profil de *C(t)* obtenu pour l'un de nos essais sur le Cu. Ce profil est comparé avec une distribution poissonienne équivalente en nombre et en durée à l'essai en question. Pour les temps courts (< 1s), on constate un regroupement des événements dans le temps (la probabilité *C(t)* de l'essai est nettement supérieure à la probabilité relative à la distributions des événements aléatoires). Il existe donc des corrélations temporelles entre les avalanches de dislocations qui sont enregistrées lors de la déformation plastique de monocristaux de Cu. En ce sens, ce résultat étaye l'hypothèse d'une dynamique critique similaire gouvernant la plasticité des monocristaux de Cu et des monocristaux de structure hexagonale.

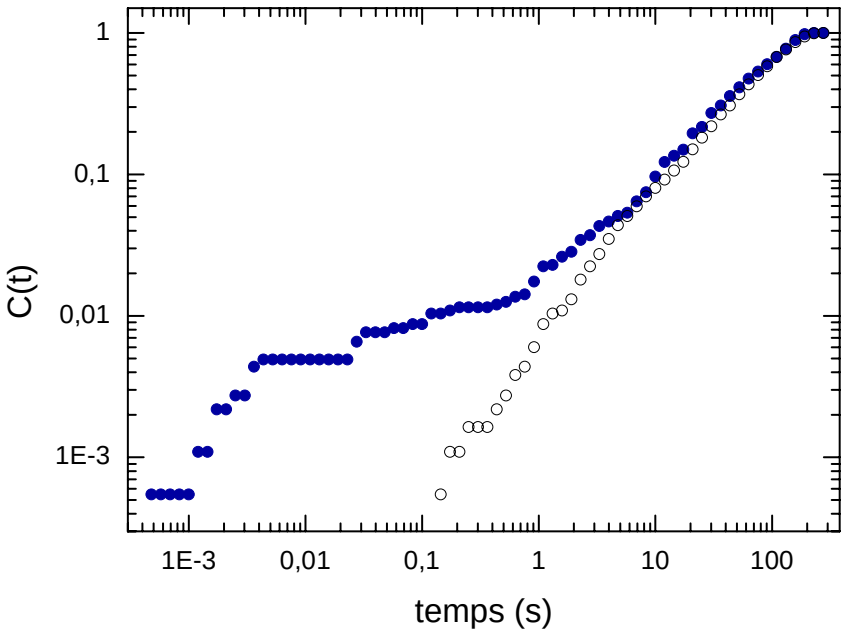

Figure V.17. Disques pleins : intégrale de corrélation *C(t)* calculée à partir des données recueillies sur un essai de traction d'un monocristal de Cu (vitesse initiale de déformation = 5.14 x 10^{-3} s^{-1} ; nombre d'événements enregistrés = 61 ; durée de l'essai = 245 s). Cercles : intégrale de corrélation *C(t)* calculée à partir de 61 événements répartis aléatoirement sur un espace temps de 245 s (distribution poissonienne).

V.3.2.4. Raisons possibles d'une faible activité acoustique

Une question demeure, pourquoi à partir d'une procédure expérimentale identique et pour des déformations totales sensiblement équivalentes, enregistre-t-on si peu d'activité acoustique dans les monocristaux de Cu, quelques dizaines d'événements tout au plus, alors que dans les monocristaux de Cd et de Zn, on enregistrait plusieurs dizaines de milliers d'événements. Pour répondre à cette question, nous avons envisagé 2 hypothèses, l'une liée aux mécanismes de déformation proprement dit, l'autre liée à la nature même du phénomène EA.

V.3.2.4.1. Première hypothèse

La première hypothèse considère le fait, que dans le modèle source utilisé (voir Eq. II.16), les différentes constantes qui rentrent en ligne de compte et qui sont propres au matériau d'étude (vitesses des ondes et densité) sont du même ordre de grandeur pour le Cu, le Cd, le Zn et dans une moindre mesure la glace. De ce fait, pour une même taille d'avalanche, on suppose que l'énergie acoustique est du même ordre de grandeur dans tous ces matériaux. Dans le cas d'un système critique idéal, le régime de loi puissance s'étend depuis le plus petit événement possible jusqu'à des événements de taille infinie. Pour tous les matériaux étudiés, le plus petit événement possible (vraisemblablement le déplacement d'un cran sur une distance de 1*b*) possède a priori une taille sensiblement égale. Par conséquent, pour tous les matériaux étudiés, la déformation macroscopique s'écrit :

$$\varepsilon_{macro} = N\int_{s_0}^{\infty} sP(s)ds \qquad \textbf{(V.1)}$$

où N est le nombre total d'événement de déformation, s_0 la déformation correspondante au déplacement d'un cran sur une distance d'1*b* et $P(s)$ la probabilité d'occurrence d'une avalanche dissipant une déformation s. Pour la glace, le Zn, le Cd et le Cu, on observe une loi de probabilité $P(s)$ identique. s_0 dépendant peu du matériau, il est donc nécessaire, à déformation macroscopique ε_{macro} égale, que le nombre total d'avalanches N soit du même ordre de grandeur dans tous ces matériaux (et donc aussi le nombre d'avalanches de taille s, $NP(s)$). Or, cette conclusion est contraire à l'observation. Une alternative possible est de considérer qu'en-deçà d'une certaine taille d'avalanche, il y aurait disparition du régime de loi puissance (et donc la criticalité) (Fig. V.18). La probabilité de réalisation des événements de

déformation ayant une taille inférieure à cette transition serait alors particulièrement élevée (en comparaison de la probabilité donnée par la loi de puissance, Fig. V.18). Selon cette hypothèse, pour une même déformation totale, les événements détectés par EA dans le Cu seraient bien moins nombreux que ceux d'un système critique idéal (voir partie de droite de la figure V.18). Suivant les matériaux, des variations importantes de ce schéma (position de la transition, proportion des événements décorrélés) pourraient expliquer les différents niveaux d'activité acoustique enregistrés. Néanmoins, ce scénario apparaît peu satisfaisant dans la mesure où il contredit l'idée d'une criticalité réellement auto-organisée entre tous les éléments (les dislocations) en interaction. De plus, se pose également la question de l'échelle interne, nécessaire pour avoir une transition avec un régime invariant d'échelle, à laquelle serait associée les mouvements décorrélés de dislocations. Enfin, le fait que les mouvements décorrélés de dislocations soient favorisés dans le cuivre semble peu évident.

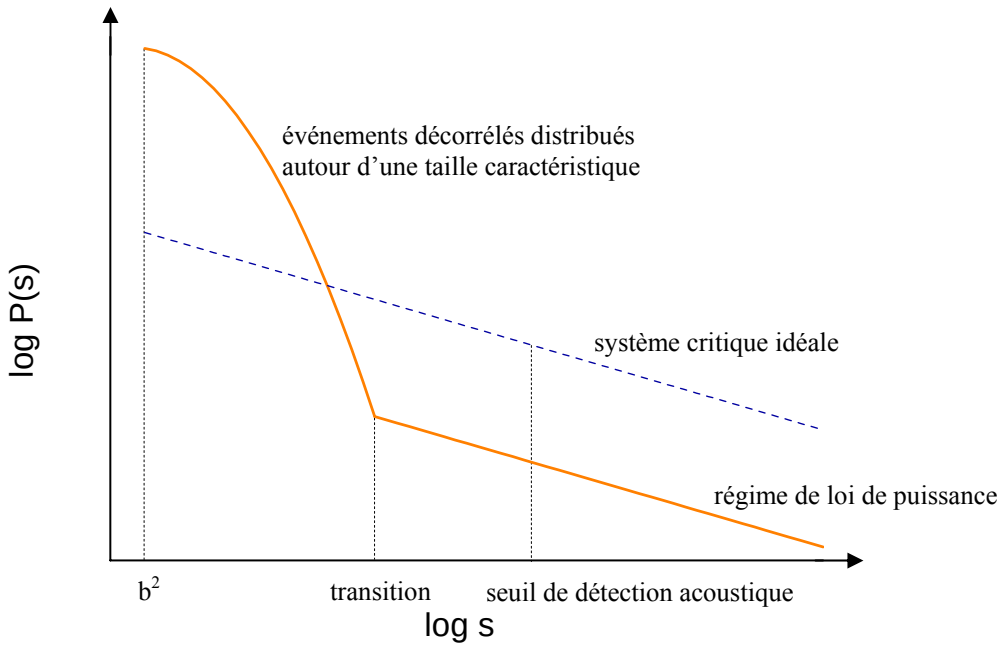

Figure V.18. Schéma illustratif de la première hypothèse, où la distribution supposée des événements dans un monocristal de Cu (trait plein) est comparée depuis le plus petit événement de déformation possible (b^2), avec celle d'un système critique idéal (tirets) pour une déformation totale identique.

V.3.2.4.2. Deuxième hypothèse

La deuxième hypothèse suppose que la déformation plastique d'un monocristal de Cu s'effectue au travers d'événements de déformation qui se distribuent tous suivant une même loi de puissance. Lors de l'un de ces événements, des dislocations se déplacent et perdent de l'énergie à cause de leurs interactions avec les systèmes de phonons et d'électrons du cristal. Si la vitesse des dislocations est suffisamment élevée (supérieure à une fraction non négligeable de la vitesse du son), une partie de l'énergie dissipée est émise sous la forme d'ondes acoustiques qu'il est possible d'enregistrer par mesure d'EA. A priori, la vitesse à partir de laquelle le déplacement de dislocations est source d'EA varie faiblement pour les matériaux étudiés, étant donné qu'ils présentent une valeur de la vitesse du son sensiblement égale ($C_L \approx 3900$ ms^{-1} pour la glace, 3570 ms^{-1} pour le Cu, 3700 ms^{-1} pour le Zn et 2310 ms^{-1} pour le Cd) et des coefficients de résistance visqueuse B du même ordre de grandeur ($B \approx 35 \times 10^{-5}$ poise pour une dislocation coin basale dans le Zn et $B \approx 20 \times 10^{-5}$ poise pour une dislocation coin dans le Cu) [*Nadgorny*, 1988]. En revanche, il se pourrait éventuellement que la part d'énergie dissipée sous forme d'ondes acoustiques soit plus faible dans le cas du Cu. En fait, l'énergie dissipée par les dislocations dans leur mouvement se retrouve pour une part sous forme de chaleur, pour une part sous forme d'ondes acoustiques, une autre part contribuant à la création de nouveaux défauts cristallins (dislocations et défauts ponctuels) ; des mécanismes supplémentaires de dissipation d'énergie existant très certainement. La vitesse de nucléation des défauts ponctuels et des dislocations pourrait être plus élevée dans le Cu, si bien que la part de l'énergie dissipée à la création de ces défauts le serait également. Par conséquent, pour une même avalanche de dislocations, il se pourrait que la part de l'énergie dissipée sous forme d'ondes acoustiques soit plus faible dans le Cu. Autrement dit, pour une déformation totale identique, l'énergie totale dissipée sous forme d'ondes acoustiques serait bien plus faible dans le Cu que dans les autres matériaux testés (Fig. V.19). Selon cette hypothèse, au cours de nos essais sur le Cu, on aurait seulement enregistré les très gros événements, ceux qui sont usuellement inclus dans la queue des distributions (Fig. V.19).

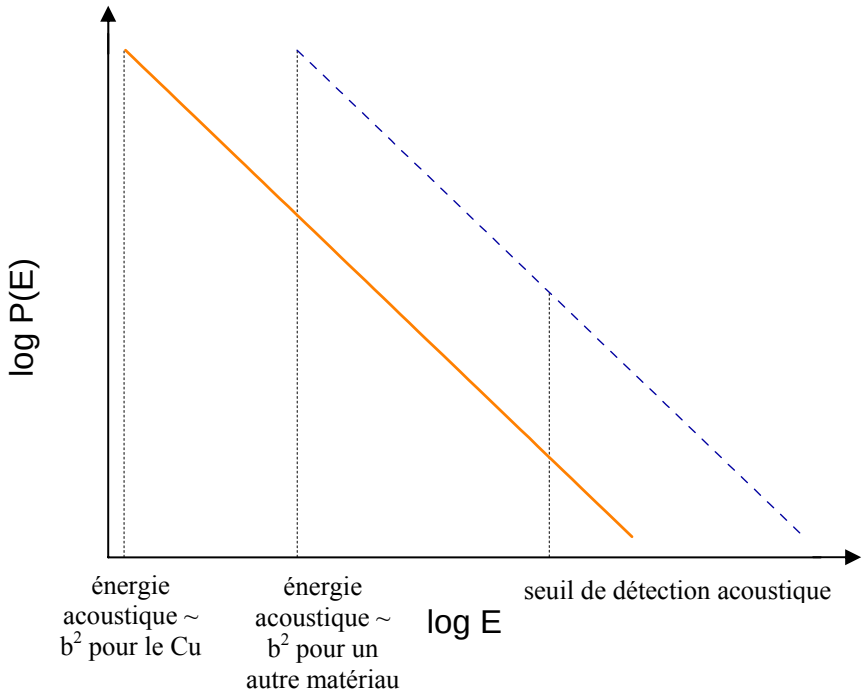

Figure V.19. Schéma illustratif de la seconde hypothèse, où la distribution supposée des énergies acoustiques dans un monocristal de Cu (trait plein) est comparée avec celle d'un autre matériau (Cd, Zn ou glace) (tirets).

V.4. Conclusion

Ce chapitre rapporte des expériences d'EA sur des monocristaux métalliques, de structure hexagonale compacte et cubique à faces centrées. Dans le cas des monocristaux hexagonaux, 2 sources d'EA ont été identifiées : les avalanches de dislocations par glissement et le mâclage. Ces deux sources semblent correspondre à 2 types de forme d'onde (Fig. V.7). A partir de l'analyse des courbes contrainte-déformation et d'arguments développés dans la littérature à propos des propriétés spécifiques des ondes acoustiques relatives au glissement et au mâclage, la population globale des événements acoustiques a pu être séparée en 2 populations, caractérisées par une faible et une forte proportion de mâclage. Les distributions de probabilité des énergies acoustiques des deux populations obéissent à une même loi de puissance (Fig. V.6 et V.9). Ce résultat fait écho aux résultats quasi-similaires qui avaient été obtenus par *Bobrov et al.* [1993] par analyse de la réponse électrique générée au cours de la déformation plastique de monocristaux métalliques à très basse température. A l'époque,

Bobrov et al. [1993] avaient noté que les distributions des amplitudes des salves électriques associées au mâclage dans des monocristaux de Nb étaient identiques à celles associées à des instabilités thermomécaniques par glissement de dislocations dans des monocristaux d'Al (voir aussi Chap. I.2.2.4.). Par ailleurs, l'analyse des corrélations temporelles a permis de mettre en évidence, dans nos expériences, des interactions mutuelles entre mâclage et glissement (Fig V.10 et V.11). Nos données expérimentales indiquent clairement que ces 2 processus se déclenchent l'un l'autre tout au long de la déformation plastique (voir Annexe A). Physiquement, cela est cohérent : en effet, le glissement des avalanches de dislocations induit des réarrangements de la contrainte locale qui peuvent éventuellement déclencher des épisodes de mâclage. Inversement, en changeant localement l'orientation du cristal et par conséquent le champ local de contrainte, le mâclage peut déclencher des avalanches de dislocations par glissement. Les distributions en loi de puissance des énergies acoustiques restent les mêmes, peu importe que les dislocations soient impliquées dans un épisode de glissement ou de mâclage. Ces distributions sont également indépendantes de la composition du matériau (Cd ou Zn-0.08%Al) ou de l'orientation initiale des plans de base. La non-proportionalité observée entre l'activité acoustique et la déformation macroscopique (Fig. V.4) suggère quant à elle que l'émergence d'un comportement invariant d'échelle n'est pas relié à la déformation produite par chaque instabilité plastique mais plutôt à l'énergie dissipée.

Dans les polycristaux de glace (voir Chap. IV.2.2.), la propagation des avalanches était perturbée par la présence des joints de grain et un effet de taille (de grain) finie sur les distributions des tailles des avalanches était observé. Cet effet était caractérisé par une coupure de la loi puissance aux plus fortes amplitudes, ainsi que par un changement apparent de l'exposant de la loi puissance. Les expériences sur le Cd et le Zn révèlent des lois de puissance non perturbées, et ce même quand les monocristaux sont fortement mâclés. Il apparaît ainsi (tout du moins pour le système étudié ici) que le comportement des joints de mâcle vis-à-vis de la dynamique des dislocations diffère de celui des joints de grain. Ce point amène à considérer la possibilité que les joints de mâcle, en plus de transmettre les champs élastiques, pourraient éventuellement aussi laisser passer les dislocations.

La déformation plastique des monocristaux de Cu s'accompagne de l'enregistrement de très peu d'événements acoustiques. Par comparaison aux autres matériaux étudiés, où l'activité acoustique était bien plus importante, la raison en est encore mystérieuse. Deux hypothèses ont été émises pour expliquer ce phénomène. L'hypothèse, pour une même taille d'avalanche de dislocations, d'une dissipation relative d'énergie sous formes d'ondes

acoustiques plus faible dans le cuivre, est celle qui s'interprète le plus facilement. Elle ne remet pas en cause le formalisme développé jusqu'ici, celui d'une dynamique critique auto-organisée en plasticité monocristalline. D'ailleurs, les énergies des quelques événements enregistrés lors de la déformation plastique de monocristaux de Cu se distribuent suivant une loi de puissance similaire à celles identifiées dans des monocristaux de Cd, de Zn et lors d'expériences de fluage compression sur des monocristaux de glace. Les valeurs mesurées pour l'exposant τ_E de ces différentes distributions sont très proches les unes des autres, τ_E = 1.5±0.1. Ce résultat suggère fortement que les caractéristiques générales de la dynamique observée puissent être de nature générique dans la déformation plastique des matériaux cristallins. Par ailleurs, il est important de souligner que des distributions en loi de puissance identiques sont retrouvées à partir de 2 modes de déformation différents : essais de fluage et essais à vitesse de déplacement imposée. On aurait pu imaginer que les relaxations de contrainte qui se produisent lors d'essais en contrôle de déformation puissent empêcher l'émergence d'une dynamique critique auto-organisée. Bien qu'une légère coupure dans les distributions des énergies acoustiques ne puisse pas être totalement exclue, les résultats obtenus vont à l'encontre de ce scénario.

En résumé, les instabilités plastiques dans les monocristaux métalliques hexagonaux peuvent être caractérisées, comme dans les monocristaux de glace, par une forte intermittence (Fig. V.3), des distributions en loi de puissance des énergies dissipées (Fig. V.5), des corrélations temporelles et des processus de déclenchement de répliques (Fig. V.10 et V.11). Cette dynamique invariante d'échelle est indépendante de la composition du matériau, de la nature des dislocations (c'est à dire celles relatives au glissement ou au mâclage) et que le matériau présente un écrouissage par la forêt important ou non. Il semble également que toutes ces caractéristiques puissent se retrouver lors de la déformation de monocristaux de structure cubique à faces centrées (Fig. V.15 et V.17). Ainsi, la dynamique critique invariante d'échelle pourrait persister en condition de glissement multiple véritable (déformation totale accommodée de manière comparable par différents systèmes de glissement). En définitive, ces observations constituent de nouveaux et puissants arguments en faveur d'un cadre général de type CAO pour la plasticité monocristalline.

Chapitre VI :

Influence du vieillissement sur la dynamique collective des dislocations

VI.1. Introduction

Le vieillissement d'un matériau fait référence à l'évolution au cours du temps de ses propriétés (notamment celles relatives à ses fonctionnalités d'usage). Etudier le vieillissement des matériaux est d'un intérêt primordial si l'on veut avoir des informations sur la durabilité et la sûreté des structures ou des systèmes réalisés. Le vieillissement peut revêtir différents aspects selon la nature des matériaux concernés (céramiques, verres, métaux) et selon les mécanismes envisagés :

- dégradation thermique,
- dégradation sous irradiation,
- fluage (déformation du matériau sous une contrainte donnée),
- fatigue (sollicitation alternée et répétée),
- usure (perte de masse par arrachement de matière au niveau de contacts mécaniques),
- corrosion et autres attaques chimiques.

Pour autant, en l'absence de tout facteur externe, l'état physique de nombreux matériaux (les verres notamment) est également susceptible d'évoluer spontanément au cours du temps (phénomène appelé « vieillissement physique », [*Struik*, 1978]). Les expériences de *Struik* [1978] montrent, par exemple, que le comportement mécanique d'un morceau de PVC dépend du temps d'attente écoulé depuis sa préparation. Plus le temps d'attente écoulé depuis la préparation de l'échantillon est important et plus l'effort nécessaire pour obtenir une contraction donnée est grand (voir aussi *Kurchan* [2001]). Ces propriétés découlent de la nature même des matériaux étudiés. Par définition, un verre, obtenu par refroidissement rapide d'un liquide en-dessous de la température de transition vitreuse, est hors équilibre. C'est un matériau métastable qui évolue inévitablement vers l'état cristallin (l'état vitreux peut néanmoins persister sur des périodes de temps extrêmement longues, supérieures à des millions d'années dans certains cas). Ainsi, à la différence des autres types de vieillissement qui peuvent s'apparenter à de l'accumulation de défauts, le vieillissement physique correspond lui à de la disparition de défauts, une sorte de « guérison » du matériau.

Cette problématique du vieillissement associée à la « guérison » des matériaux peut se retrouver dans la compréhension d'autres phénomènes, comme l'étude du cycle sismique. Entre les tremblements de terre, il se produit en effet une « cicatrisation » (ou une

« guérison ») des failles ; la vitesse à laquelle s'effectue ce processus de cicatrisation étant déterminante par rapport aux caractéristiques des séismes. Une augmentation du coefficient de friction relatif au déplacement d'une faille est le mécanisme qui est généralement considéré pour expliquer ce processus de cicatrisation. Des expériences de friction réalisées en laboratoire sur des roches, montrent que la cicatrisation $\Delta\mu$ (mesurée comme la différence entre les coefficients de friction juste après et juste avant la mise en charge) augmente avec le temps de maintien des failles au repos [*Marone*, 1998].

Dans le cas des matériaux cristallins, le temps d'attente écoulé depuis la préparation d'un échantillon a nettement moins d'influence sur ses propriétés que dans le cas des verres. Des coefficients de compressibilité standards sont par exemple mesurés pour la plupart des matériaux cristallins. Néanmoins, les propriétés mécaniques d'un matériau cristallin dépendent de sa microstructure ; microstructure qui est susceptible d'évoluer sous l'effet de la température et/ou d'une sollicitation mécanique, c'est à dire avec certains types de vieillissement. L'évolution de la microstructure peut tout aussi bien se traduire par un changement de phase thermodynamique, que par la diffusion d'atomes de soluté, par la croissance de grains, par un phénomène de recristallisation (apparition et croissance de grains vierges de dislocations aux dépens de grains déformés) ou encore par un phénomène de restauration (annihilation progressive des dislocations). Au cours de ce chapitre, nous envisageons d'étudier le vieillissement, avant fissuration, d'un monocristal de glace. L'intérêt théorique du monocristal de glace est de rendre hors de propos la plupart des phénomènes de vieillissement cités auparavant. A priori, seule une évolution de la microstructure relative à un réarrangement collectif des dislocations est susceptible d'avoir lieu. Un réarrangement des dislocations tel qu'il a lieu lors d'un phénomène de restauration correspond à une diminution du nombre de défauts (les dislocations). De ce point de vue, les problèmes étudiés pourraient éventuellement trouver certaines correspondances avec la problématique du vieillissement physique des verres. De plus, la restriction a priori des phénomènes de vieillissement au seul cas du réarrangement des dislocations permet également d'aborder cette étude par le biais de la simulation numérique. En collaboration avec *M.-C. Miguel* de l'*Université de Barcelone*, nous avons adapté son modèle 2D de dynamique des dislocations discrètes (voir Chap. I.2.3.1.1) au cas de nos expériences de vieillissement.

VI.2. Expériences sur des monocristaux de glace

VI.2.1. Principe

Le principe général de nos expériences est similaire aux expériences de friction, servant à l'étude du cycle sismique, qui examinent l'influence du temps de maintien sur la cicatrisation des failles [*Marone*, 1998]. Nous regardons l'influence du temps d'attente entre deux phases de chargement sur le comportement collectif des dislocations dans un monocristal de glace à T = -10 °C. Nos expériences consistent à procéder à une phase de chargement initiale qui est suivie par une succession de phases de chargements qui lui sont identiques mais qui sont entrecoupées de périodes de repos de durées variables. Compte tenu de notre dispositif expérimental (voir Chap. II.4), les phases de chargement correspondent, comme pour les expériences précédemment menées sur la glace, à des essais de fluage compression ; l'étude de la dynamique collective des dislocations se faisant toujours par mesure d'EA. Après chaque phase de chargement, l'échantillon est déchargé brutalement et totalement (voir Fig. VI.1). Nous avons réalisé deux essais, l'un (*essai A*) en augmentant les temps d'attente t_w d'un ordre de grandeur entre chaque phase de chargement (t_w = 1 min, 10 min, 100 min, 1000 min), l'autre (*essai B*) en inversant la chronologie des temps d'attente (t_w = 1000 min, 100 min, 10 min, 1 min).

VI.2.2 Observations

VI.2.2.1. Réponse macroscopique

Les figures VI.2 et VI.3 représentent respectivement, pour l'*essai A* et l'*essai B*, l'évolution de la déformation macroscopique en fonction du temps pour les différentes phases de chargement. Toutes les phases de chargement correspondent à du fluage stationnaire (vitesse de déformation évoluant très faiblement). D'une phase à l'autre, on constate l'évolution de 2 paramètres, d'une part de l'incrément de déformation qui suit directement

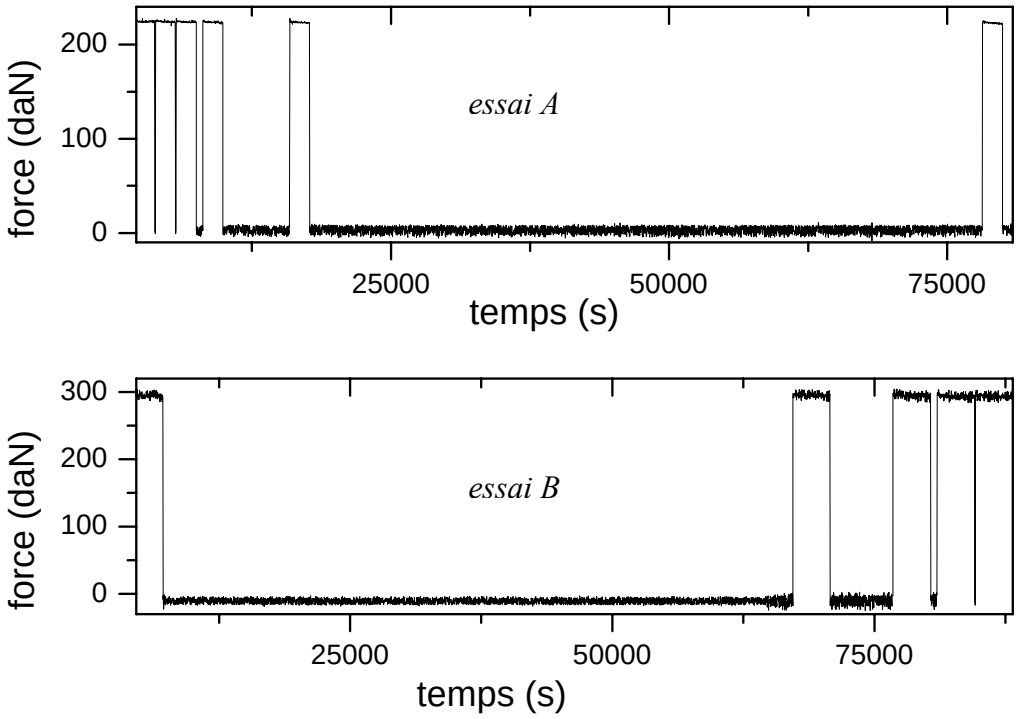

Figure VI.1. Evolution de la force appliquée en fonction du temps pour les 2 essais réalisés (monocristaux de glace, T = - 10°C). Pour l'*essai A*, les phases de chargement durent 30 min et les temps d'attente t_w sont successivement égaux à 1 min, 1 min, 10 min, 100 min et 1000 min. Pour l'*essai B*, les phases de chargement durent 60 min et t_w = 1000 min, 100 min, 10 min et 1 min.

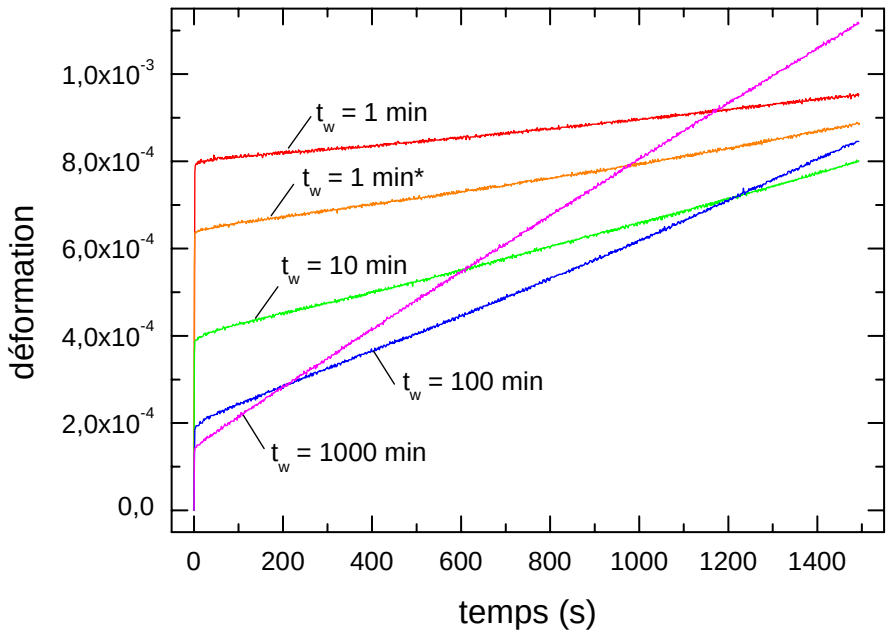

Figure VI.2. Courbes de fluage réinitialisées et correspondant aux différentes phases de chargement de l'*essai A*. Les valeurs de t_w indiquent les temps d'attente précédant chaque phase de chargement. Il y a 2 phases de chargement correspondant à t_w = 1 min. Celui marqué d'une étoile a eu lieu chronologiquement après l'autre.

la mise en charge et d'autre part de la vitesse de déformation moyenne relative à la partie stationnaire des courbes.

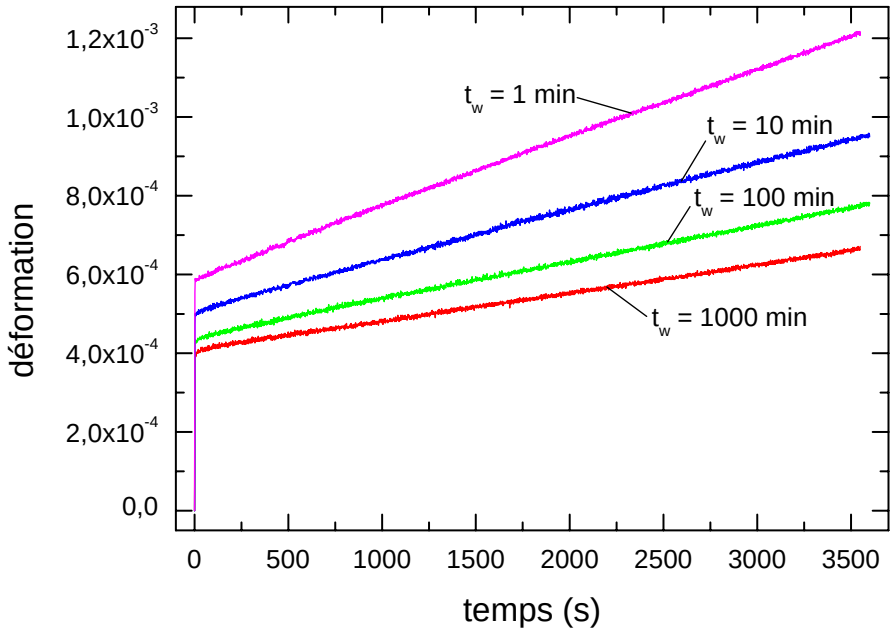

Figure VI.3. Courbes de fluage réinitialisées et correspondant aux différentes phases de chargement de l'*essai B*. Les valeurs de t_w indiquent les temps d'attente précédant chaque phase de chargement.

Le tableau VI.1 donne les valeurs des vitesses moyennes de déformation. A chaque nouvelle phase de chargement, on observe une augmentation de la vitesse de déformation. Ces augmentations apparaissent décorrélées de la valeur des temps d'attente t_w, étant donné que l'évolution de t_w est chronologiquement croissante pour l'*essai A* et décroissante pour l'*essai B* alors que l'évolution de la vitesse de déformation est chronologiquement croissante pour les deux essais. Ces augmentations des vitesses de déformation vont dans le sens des courbes de fluage de monocristaux de glace reportées dans la littérature [*Hobbs*, 1974] qui montrent une accélération de la vitesse de déformation macroscopique au cours du temps (Fig. VI.4). Pour autant, les parties stationnaires des courbes de fluage des différentes phases de chargement d'un même essai ne se juxtaposent pas les unes aux autres comme si elles appartenaient à une seule et même courbe de fluage (Fig.VI.5). La figure VI.5 révèle en effet une discontinuité de la vitesse de déformation entre deux phases de chargement successives. Ainsi, il semble que le simple fait de décharger puis de recharger un monocristal de glace contribue à augmenter sa vitesse de déformation macroscopique. Pour un même essai, cette

augmentation est sensiblement constante, de l'ordre de 50 à 60 % pour l'*essai A* et de 30 à 40 % pour l'*essai B*.

Essai A		***Essai B***	
t_w	**vitesse moyenne de déformation**	t_w	**vitesse moyenne de déformation**
1 min	1.02×10^{-7}	1000 min	7.15×10^{-8}
1 min*	1.60×10^{-7}	100 min	9.35×10^{-8}
10 min	2.66×10^{-7}	10 min	1.25×10^{-7}
100 min	4.30×10^{-7}	1 min	1.75×10^{-7}
1000 min	6.49×10^{-7}		

Tableau VI.1. Valeurs des vitesses moyennes de déformation selon les phases de chargement pour l'*essai A* et l'*essai B*.

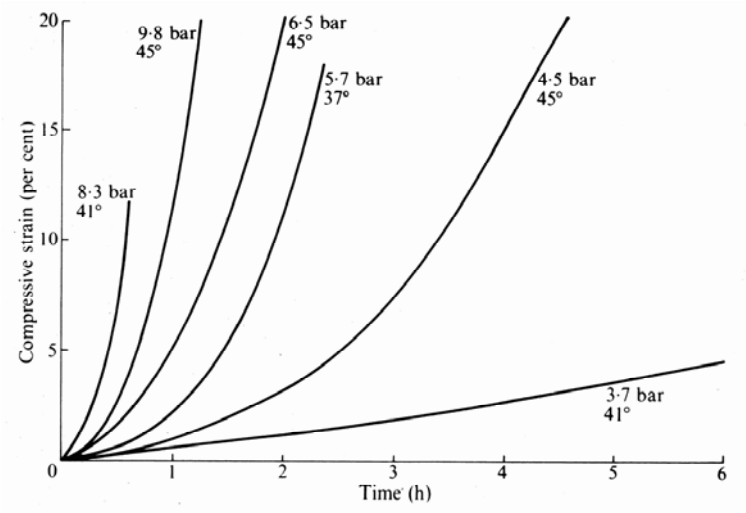

Figure VI.4. Courbes de fluage de monocristaux de glace à -10 °C. La valeur de la contrainte appliquée et de son inclinaison par rapport à l'axe *c* sont indiquées à côté de chaque courbe. [*Hobbs*, 1974]

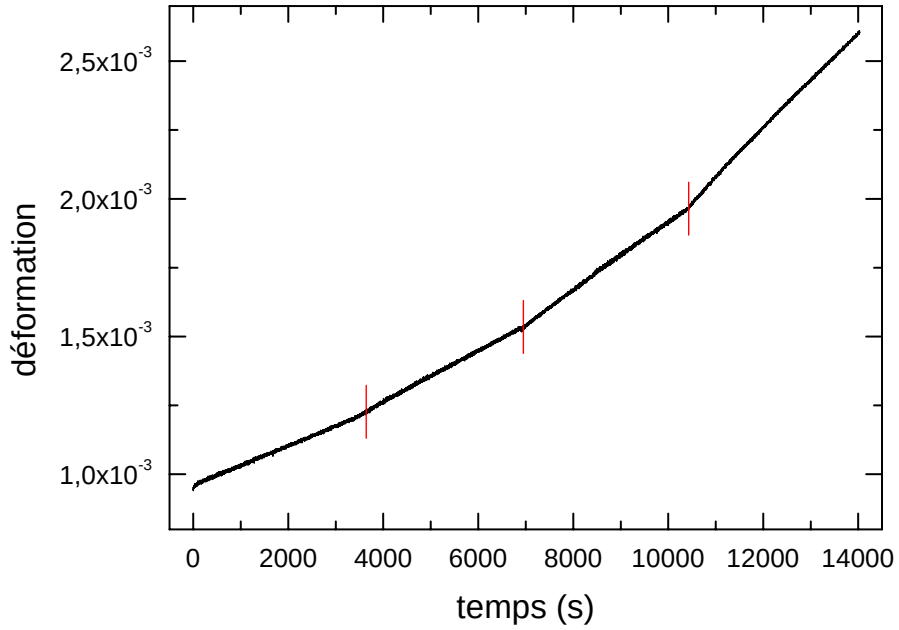

Figure VI.5. Juxtaposition des parties stationnaires des courbes de fluage des différentes phases de chargement de l'*essai B*. Les traits verticaux marquent le passage d'une phase à une autre et s'identifient avec une discontinuité de la vitesse de déformation.

En revanche, il est possible que l'incrément de déformation qui suit directement chaque mise en charge possède une certaine corrélation avec la valeur du temps d'attente t_w. En effet, pour l'*essai A* comme pour l'*essai B*, la hauteur de ces incréments de déformation diminue quand le temps d'attente t_w augmente (Fig. VI.6 et VI.7). D'après les figures VI.6 et VI.7, ces incréments de déformation s'étendent sur des périodes de 2-3 secondes. La déformation totale correspondant à ces incréments est bien plus élevée que la déformation purement élastique d'un monocristal de glace calculée à partir du module d'Young (pour l'*essai A*, $\varepsilon_{élastique}$ = 9 x 10^{-5} ; pour l'*essai B*, $\varepsilon_{élastique}$ = 1.2 x 10^{-4}). Néanmoins, les valeurs quantitatives de ces incréments de déformation sont à prendre avec précaution, étant donné la méthode de mise en charge (brutale et manuelle) et les appareils de mesure utilisés (capteurs de déplacement pas spécialement adapté aux changements rapides et données acquises avec une fréquence de 1 Hz seulement).

Les incréments de déformation qui suivent directement la décharge possèdent la même corrélation avec la valeur des temps d'attente t_w que ceux qui suivent la mise en charge. Pour l'*essai A* et l'*essai B*, la hauteur en valeur absolue des incréments de déformation diminue en effet quand le temps d'attente t_w augmente (Fig. VI.8 et VI.9, mise à part la phase de chargement à t_w = 1000 min de l'*essai A*). En ce sens, ces incréments de déformations sont vraisemblablement significatifs d'une guérison progressive de l'écrouissage cinématique.

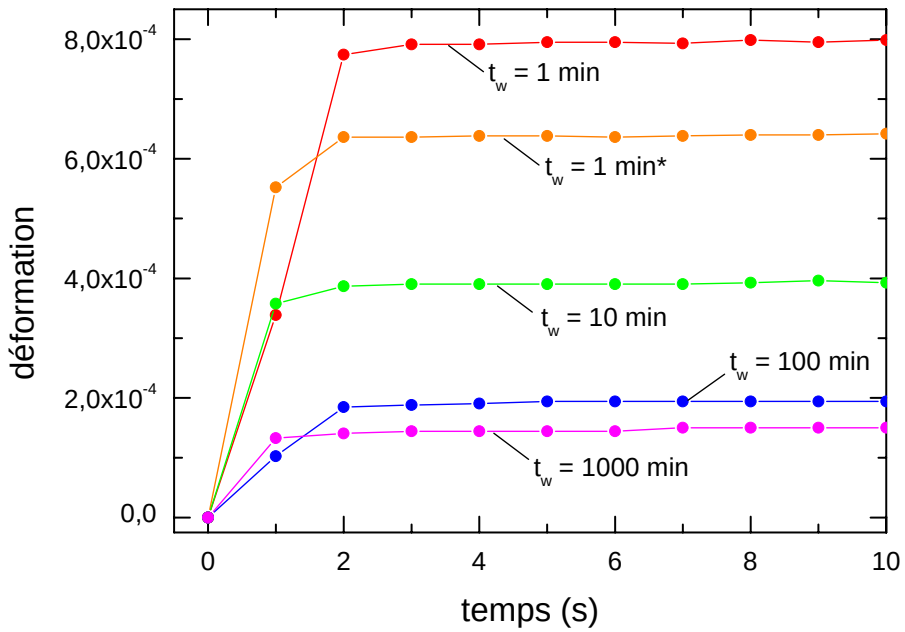

Figure VI.6. Zoom sur les 10 premières secondes des courbes de fluage de la figure VI.2 (*essai A*).

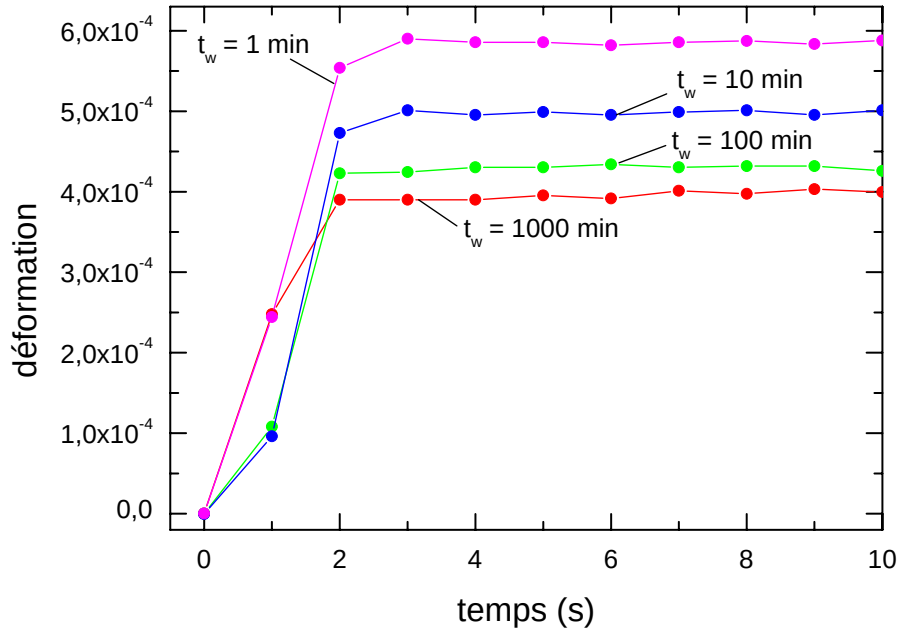

Figure VI.7. Zoom sur les 10 premières secondes des courbes de fluage de la figure VI.3 (*essai B*).

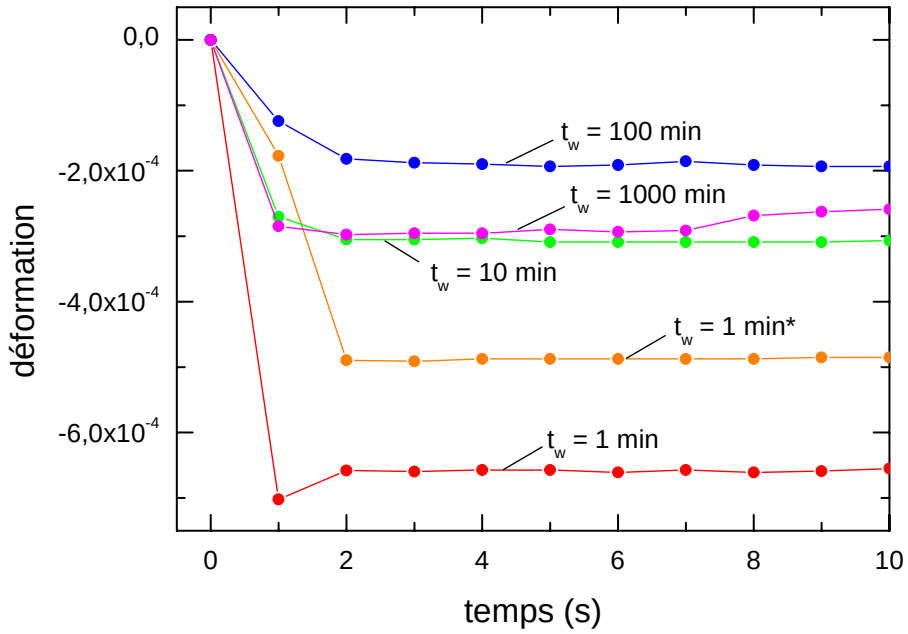

Figure VI.8. Courbes de décharge des différentes phases de chargement de l'*essai A* zoomées sur les 10 premières secondes. Les valeurs de t_w indiquent les temps d'attente précédant chaque phase de chargement. Il y a deux phases de chargement correspondant à t_w = 1 min. Celui marqué d'une étoile a eu lieu chronologiquement après l'autre.

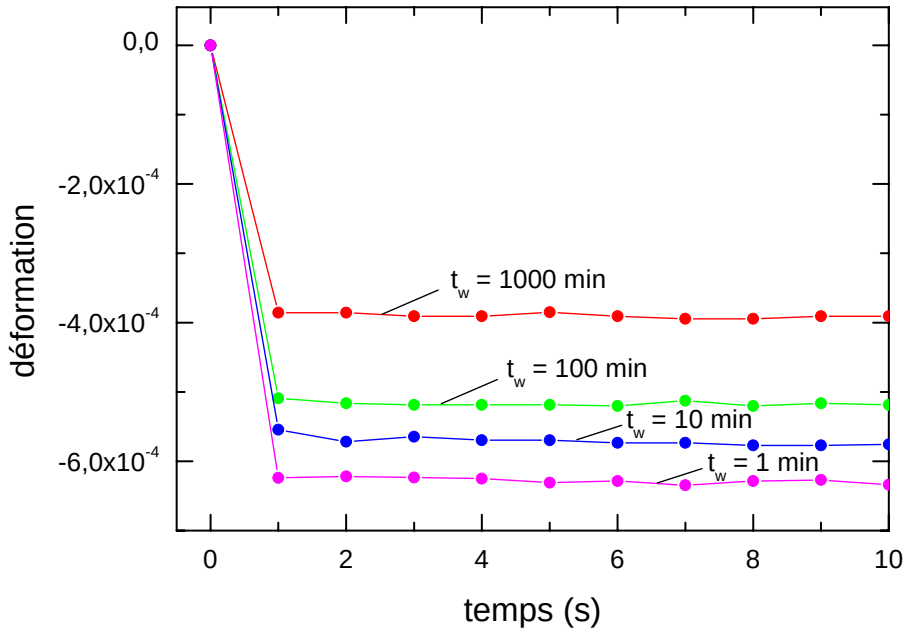

Figure VI.9. Courbes de décharge des différentes phases de chargement de l'*essai B* zoomées sur les 10 premières secondes. Les valeurs de t_w indiquent les temps d'attente précédant chaque phase de chargement.

VI.2.2.2. Réponse acoustique

Pour l'*essai A*, nous avons enregistré d'autant plus d'activité acoustique que la déformation de l'échantillon était importante, cela en accord avec les observations précédemment réalisées sur des monocristaux de glace montrant une relation de proportionnalité entre le signal acoustique ΣA_0 et la déformation macroscopique [*Weiss et Grasso*, 1997]. En revanche, pour l'*essai B*, nous avons enregistré une activité acoustique extrêmement faible, vraisemblablement reliée à la plus faible vitesse de déformation de l'échantillon (due à une orientation moins favorable au glissement sur les plans de base).

VI.2.2.2.1. *Essai A*

Les figures VI.10 et VI.11 représentent respectivement les distributions discrètes et cumulées des tailles des avalanches enregistrées pour chacune des phases de chargement de l'*essai A*. Alors que pour la phase de chargement initial (non représentée), nous retrouvons bien une distribution en loi de puissance similaire à celles systématiquement observées dans les monocristaux : $P(A_0) \sim A_0^{-\tau_A}$, avec $\tau_A = 2.0 \pm 0.1$ (voir Fig. III.1), de façon inattendue, les autres phases de chargement montrent des déviations par rapport à cette loi de puissance. En première approximation et de manière analogue au cas des polycristaux (voir Chap IV.2.2.), les lois observées peuvent être décrites par des fonctions du type $P(A_0) \sim A_0^{-\tau_A} exp(-A_0/A_c)$. La coupure de type exponentielle est d'autant plus marquée que la valeur du temps d'attente t_w est faible (voir les distributions cumulées sur la figure VI.11). Pour t_w = 1000 min, on retrouve une loi de puissance quasi-idéale sur toute la gamme d'amplitude (30 à 100 dB), équivalente à une amplitude coupure A_c infinie. La valeur de l'exposant critique τ_A diminue avec celle du temps d'attente t_w (voir Tableau VI.2).

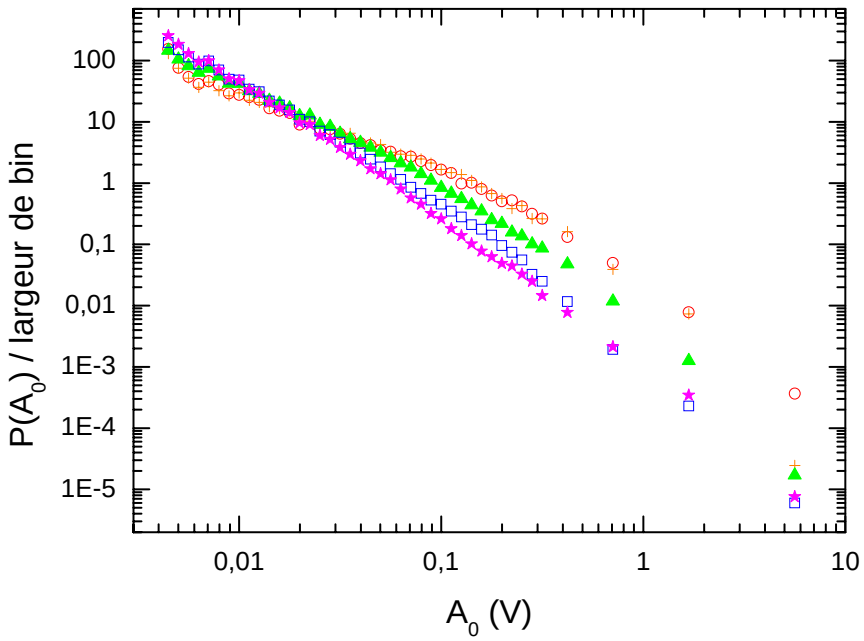

Figure VI.10. Distribution de probabilité des amplitudes acoustiques lors des différentes phases de chargement de l'*essai A*. Cercles : t_w = 1 min. Plus : t_w = 1 min*. Triangles : t_w = 10 min. Carrés : t_w = 100 min. Etoiles : t_w = 1000 min.

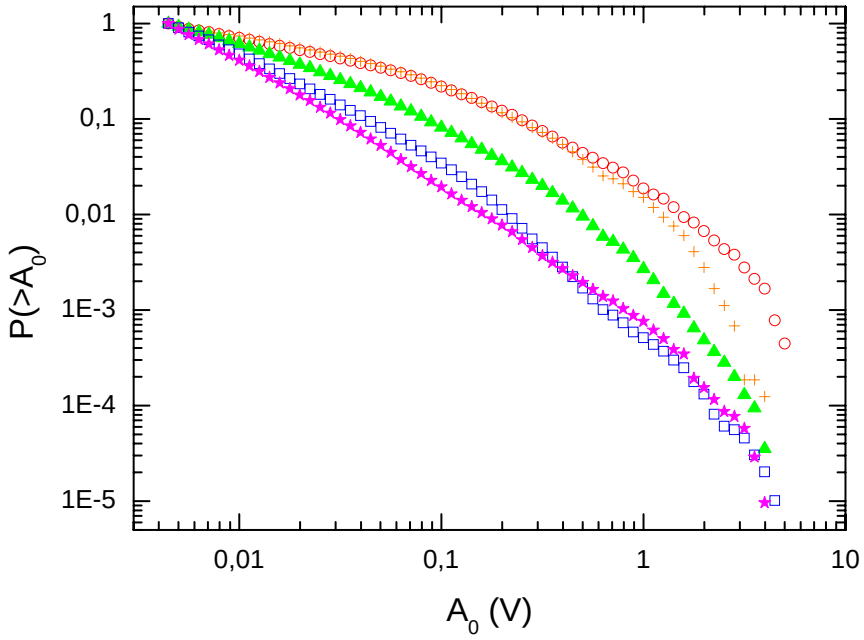

Figure VI.11. Distribution de probabilité cumulée des amplitudes acoustiques lors des différentes phases de chargement de l'*essai A*. Cercles : t_w = 1 min. Plus : t_w = 1 min*. Triangles : t_w = 10 min. Carrés : t_w = 100 min. Etoiles : t_w = 1000 min.

Essai A	
t_w	**valeur de l'exposant τ_A**
1 min	1.29±0.1
1min*	1.22±0.1
10 min	1.60±0.1
100 min	1.96±0.1
1000 min	2.19±0.1

Tableau VI.2. Valeurs de l'exposant critique τ_A calculé par régression linéaire sur la gamme d'amplitude 30–70 dB selon les phases de chargement de l'*essai A*.

Au niveau macroscopique, nous avons vu que le seul paramètre semblant évoluer avec la valeur du temps d'attente t_w entre phases de chargement était l'incrément de déformation consécutif à chaque nouvelle mise en charge. Pour cette raison, nous nous sommes intéressés à l'allure des distributions des tailles des avalanches enregistrées lors des 10 premières secondes de chaque mise en charge (Fig. VI.12). Ces distributions sont comparées d'une part, avec la distribution des avalanches enregistrées pendant l'ensemble de la phase de chargement correspondante (30 min) et d'autre part, avec la distribution d'une population équivalente en nombre mais dont les avalanches sont choisies de manière aléatoire parmi la population globale des avalanches de la phase de chargement correspondante. La comparaison avec les populations des avalanches choisies de manière aléatoire semble montrer, pour des temps d'attente t_w = 1 min, que la coupure ressentie par la population d'avalanches est encore plus marquée lors des premières secondes qui suivent la mise en charge. Pour t_w = 1000 min, cette même comparaison indique une proportion des grosses avalanches par rapport aux petites qui est plus forte lors des premières secondes qui suivent la mise en charge que pendant le reste de l'essai.

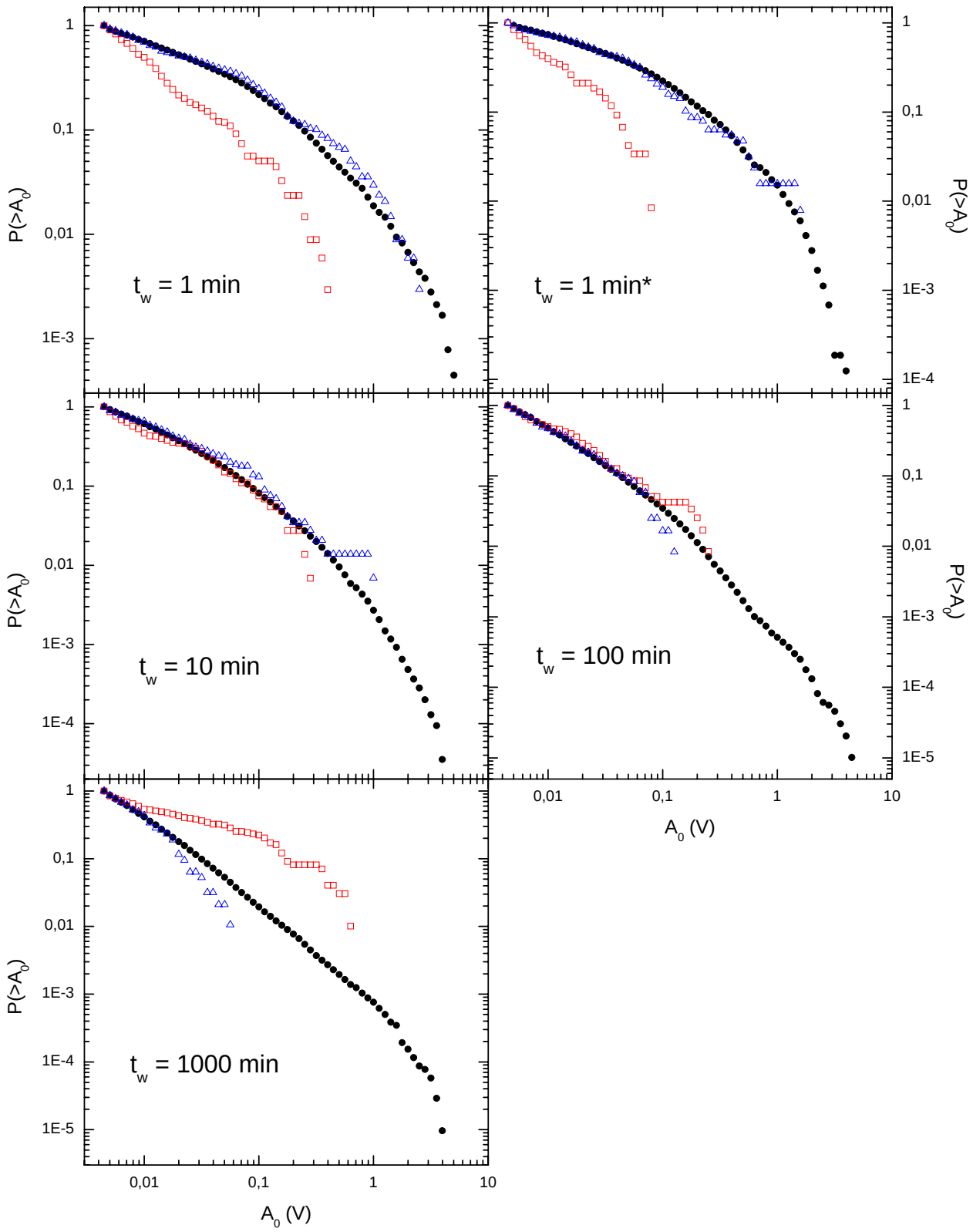

Figure VI.12. Comparaison pour les différentes phases de chargement de l'*essai A* des distributions de probabilité cumulée des amplitudes acoustiques entre les distributions des événements enregistrés pendant l'ensemble de la phase de chargement (30 min) (disques pleins), celles des événements enregistrés lors des 10 premières secondes suivant la mise en charge (carrés) et celles d'un nombre équivalent d'événements pris aléatoirement parmi la population globale des événements de la phase de chargement (triangles).

Une dernière observation concerne les corrélations temporelles et spatiales entre avalanches de dislocations. Pour l'*essai A*, une analyse des répliques distinguant taux d'avalanche et taux d'activité acoustique (voir Chap. IV.4.3.2.) révèle un comportement proche de celui d'un polycristal pour t_w = 1 min et qui évolue progressivement vers celui habituellement observé pour un monocristal en augmentant la valeur de t_w. D'autre part, l'utilisation simultané de 6 capteurs nous a permis de localiser les avalanches en 3 dimensions pour les différentes phases de chargement de l'*essai A*. La figure VI.13 représente une analyse de corrélation spatiale des emplacements des avalanches (voir Chap. I.2.2.3.4. et [*Weiss et Marsan*, 2003]) suivant la valeur de t_w. L'intégrale de corrélation spatiale *C(r)* est la probabilité que 2 sources d'EA soient séparées par une distance inférieure à *r*. Dans tous les cas, on observe une distribution des emplacements des avalanches qui est invariante d'échelle de 5 mm (seuil de résolution de la méthode de localisation) à 20 mm. En revanche, la valeur de la dimension de corrélation D_c qui y est associée varie suivant t_w : D_c = 1.80±0.1 pour t_w = 1 min, D_c = 2.15±0.1 pour t_w = 10 min et D_c = 2.42±0.1 pour t_w = 100 min. Il apparaît ainsi que les avalanches sont d'autant plus regroupées dans l'espace que le temps d'attente est réduit. Dans le cadre d'une expérience classique de fluage compression sur un monocristal de glace, *Weiss et Marsan* [2003] avaient mesuré D_c = 2.5±0.1, valeur proche de celle obtenue pour un temps d'attente long.

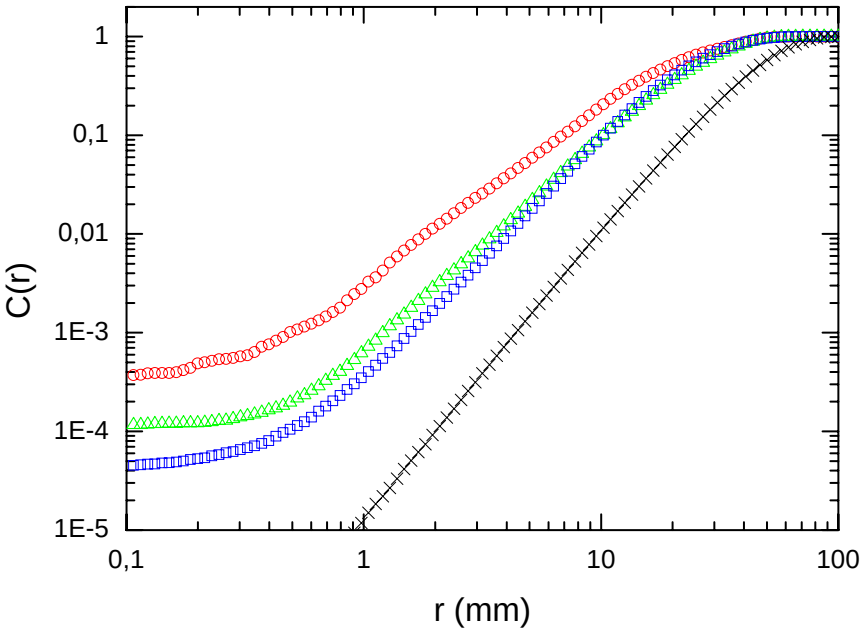

Figure VI.13. Intégrale de corrélation spatiale des hypocentres localisés lors des différentes phases de chargement de l'*essai A*. Cercles : t_w = 1 min. Triangles : t_w = 10 min. Carrés : t_w = 100 min. Croix : analyse similaire réalisée à partir de sources distribuées aléatoirement.

VI.2.2.2.2. *Essai B*

Malheureusement pour l'*essai B*, le manque de données acoustiques ne nous permet pas d'effectuer des analyses similaires à celles réalisées pour l'*essai A*. Nous nous contentons ici de présenter les distributions cumulées des amplitudes acoustiques enregistrées lors des 10 premières secondes de chacune des phases de chargement (Fig. VI.14). Il existe malgré tout une certaine correspondance avec les résultats de l'*essai A* : les distributions sont d'autant plus tronquées que la valeur du temps t_w est petite.

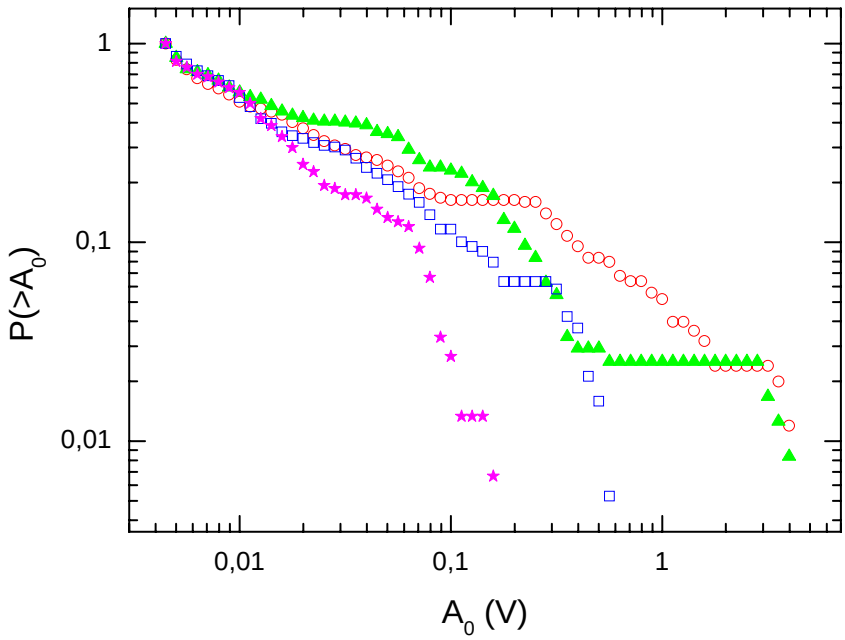

Figure VI.14. Distribution de probabilité cumulée des amplitudes acoustiques enregistrées lors des 10 premières secondes de chacune des phases de chargement de l'*essai B*. Cercles : t_w = 1000 min. Triangles : t_w = 100 min. Carrés : t_w = 10 min. Etoiles : t_w = 1 min.

VI.2.3 Discussion

Les résultats expérimentaux de ces essais sur le vieillissement sont quelque peu surprenants. Au niveau macroscopique, le vieillissement ne semble avoir une influence que sur la partie transitoire de la déformation. En revanche, les mesures d'EA révèlent une influence des temps d'attente qui perdure pendant toute la phase de chargement. Pour des faibles valeurs de t_w, le fait que l'on retrouve des distributions de tailles des avalanches se

rapprochant dans leur caractéristiques de celles observées dans les polycristaux de glace, suggère l'existence possible d'une sous-structure de dislocations possédant une taille caractéristique. Une telle sous-structure est évidemment susceptible de se former au cours de la déformation. Les études à ce sujet traitent le plus souvent de la formation de sous-grains de dislocations formés lors du glissement multiple. Les dernières études réalisées par *Jakobsen et al.* [2006] sur le cuivre (voir aussi Chap. I..2.2.2.) montrent notamment que les sous-grains se détruisent et se reforment continuellement. De ce fait, il apparaît peu probable que ces sous-grains, à l'équilibre instable, puissent constituer des barrières à la propagation dynamique des dislocations comme peuvent le faire les joints de grain dans un polycristal. La déformation plastique d'un monocristal de glace correspond à du glissement simple et il n'y a, a priori, pas de formation de sous-grains de dislocations. Par ailleurs, si une quelconque structure de dislocations pouvait gêner le mouvement des dislocations dans la glace, les multiples expériences réalisées sur des monocristaux auraient dû révéler des coupures dans les distributions de tailles des avalanches au-delà d'un certain taux de déformation. Or, cela n'a jamais été le cas. Une autre hypothèse serait que le fait de décharger brutalement et totalement l'échantillon « fige » une sous-structure de dislocations. Après coup, la matériau tendrait à minimiser son énergie par un phénomène de restauration, les sous-grains formés par les dislocations grossissant au cours du temps. Un tel scénario pourrait expliquer l'allure des distributions observées suivant la valeur de t_w : plus la valeur de t_w est faible, plus la sous-structure de dislocations a une taille caractéristique petite et plus les distributions sont tronquées, tandis que pour des valeurs élevées de t_w, le matériau est complètement restauré et les distributions suivent une loi de puissance « idéale ». A ce sujet, on peut observer qu'on retrouve les caractéristiques habituelles des essais à 1 seule phase de chargement aux temps d'attente très longs, à la fois du point de vue de l'allure des distributions (Fig. VI.11) et de la valeur de la dimension de corrélation D_c (Fig. VI.13). Ce qui reste incompréhensible, c'est que la troncature des distributions perdure pendant toute la phase de chargement. D'autre part, ce scénario peut difficilement justifier l'observation d'une déformation transitoire plus élevée pour les petites valeurs de t_w. A la rigueur, on peut considérer que la densité de dislocations du matériau avant la mise en charge est d'autant plus élevée que le temps de relaxation t_w a été bref (à cause de l'annihilation des dislocations qui accompagne le phénomène de restauration) et donc qu'à la mise en charge, la déformation plastique sera plus importante (selon l'approximation d'Orowan, voir Eq. I.11).

VI.3. Simulations numériques

Dans l'espoir de parvenir à une meilleure compréhension théorique du problème étudié, nous avons également réalisé des expériences numériques similaires, à partir d'un modèle 2D de dynamique des dislocations discrètes. Il s'agit du même modèle que celui utilisé par *Miguel et al.* [2001a ; 2001b] (voir aussi Chap. I.2.3.1.1 pour une description du modèle et de ses applications).

VI.3.1. Paramètres du modèle

Le modèle est 2D, représentant une section du cristal perpendiculaire aux plans de base. Initialement, N dislocations coins sont réparties de manière aléatoire dans cette section. Ces dislocations possèdent des vecteurs de Burgers b colinéaires, en nombre égal de signes positifs et négatifs. Les dislocations sont forcées de se déplacer le long de lignes fixes et parallèles à b. Le modèle considère les interactions entre dislocations via leur champ élastique longue-distance (voir Eq. I.14). Par ailleurs, la friction de réseau est supposée nulle et les vitesses des dislocations proportionnelles à la contrainte locale. Des conditions périodiques sont imposées aux frontières et 2 dislocations de signes opposés s'annihilent quand leur distance est inférieure à $2b$. Enfin, la présente étude s'est faite en ne considérant aucune création possible de dislocation (par conséquent le nombre N de dislocations diminue légèrement au cours de chaque simulation, cette diminution étant néanmoins négligeable par rapport au nombre total de dislocations). Le modèle est utilisé en fluage dans le but de reproduire les expériences réalisées (voir Fig. VI.1). Les seuls paramètres ajustables du modèle sont donc la contrainte extérieure appliquée σ_{ext}, la durée des phases de chargement t_{ch} et la durée des temps d'attente t_w. Les valeurs de la contrainte extérieure sont données en unités de $\mu/4\pi(1-\nu)$, avec μ le module de cisaillement et ν le coefficient de Poisson (voir Eq. I.14). Dans le cadre de notre étude, la taille de la section considérée pour chaque simulation est de $100b$ par $100b$ et le nombre initial de dislocations de 140. Avant l'application de la contrainte extérieure relative à la première phase de chargement, on laisse le système se relaxer jusqu'à ce qu'un arrangement métastable de dislocations soit atteint. Une simulation correspond à la réalisation de 5 phases de chargement de durée égale à 1000 pas de temps du

modèle et entrecoupées de périodes de relaxation (contrainte extérieure nulle) de durées successivement égales à t_w = 10 ; 100 ; 1000 et 10 000 pas de temps du modèle.

Pour chaque simulation, on a accès à la position et à la vitesse instantanée v_i de chacune des dislocations. A chaque pas de temps, il est ainsi possible de calculer la vitesse de déformation globale du système $d\gamma/dt \sim \Sigma_i b_i v_i$. Les données qui sont présentées dans cette étude correspondent à des moyennes obtenues à partir de 400 simulations.

VI.3.2. Résultats

VI.3.2.1. Evolution de la vitesse de déformation

Nous avons réalisés plusieurs simulations (similaires à l'*essai A* par rapport à l'évolution des temps d'attente, les rapports t_w / t_{ch} étant du même ordre de grandeur que pour les expériences) en changeant la valeur de la contrainte extérieure σ_{ext}. La figure VI.15 représente l'évolution temporelle de la vitesse de déformation du système au cours de l'un de ces essais. Il apparaît immédiatement que cette évolution n'est pas identique pour toutes les phases de chargement. La vitesse de déformation initiale suivant la mise en charge varie notamment avec la valeur du temps d'attente t_w. Le tableau VI.3 rassemble les valeurs des vitesses de déformation précédant et suivant chacune des mises en charge, ainsi que la différence entre ces 2 valeurs. Pour les 4 niveaux de contrainte qui ont été simulés, il apparaît que la vitesse de déformation suivant directement la mise en charge augmente quand le temps d'attente t_w augmente, tandis que sa différence avec la vitesse de déformation précédant la mise en charge diminue quand t_w augmente.

La figure VI.16 représente, dans des diagrammes log-log et pour les différentes phases de chargement uniquement, la relaxation des vitesses de déformation à différents niveaux de contrainte. Pour les charges initiales, la vitesse de déformation décroît suivant une loi de puissance, avec un exposant proche de 2/3, en accord avec la loi d'Andrade et les simulations précédemment réalisées par *Miguel et al.* [2002]. Suivant la valeur de la contrainte extérieure σ_{ext}, cette relaxation en loi de puissance est suivie soit par un plateau indiquant le début du fluage stationnaire ($\sigma_{ext} > \sigma_c$), soit par une décroissance exponentielle de la vitesse vers 0 ($\sigma_{ext} < \sigma_c$) [*Miguel et al.*, 2002]. La contrainte critique est définie par le fait que la vitesse de

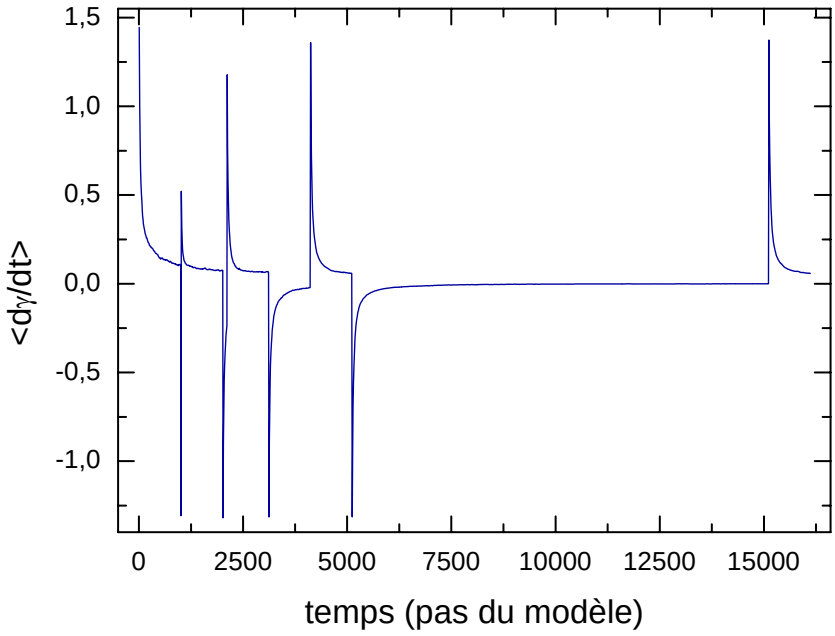

Figure VI.15. Evolution de la vitesse de déformation du système (moyenne obtenue sur 400 simulations) en fonction du temps (σ_{ext} = 0.02, t_{ch} = 1000 et t_w = 10 ; 100 ; 1000 ; 10 000).

déformation tend vers 0 pour $\sigma_{ext} < \sigma_c$ ($\sigma_c \approx 0.01$ [*Miguel et al.*, 2002]). La relaxation en loi de puissance s'étend sur des temps d'autant plus longs que la contrainte appliquée est proche de la valeur réelle de σ_c. A $\sigma_{ext} = \sigma_c$, dans le cas d'un système infini, la relaxation en loi de puissance devrait en principe durer indéfiniment (dans ce cas, le fluage resterait toujours « transitoire »). Les autres phases de chargement montrent des déviations par rapport à la relaxation observée lors de la phase initiale. Pour les contraintes élevées (σ_{ext} = 0.02 et σ_{ext} = 0.04), il semble notamment que le plateau soit atteint d'autant plus rapidement que le temps d'attente t_w précédant la phase de chargement était faible. La valeur de ce plateau semble en revanche être la même pour toutes les phases de chargement d'une simulation donnée. Pour les contraintes de valeurs σ_{ext} = 0.005 et σ_{ext} = 0.01, les simulations précédemment menées par [*Miguel et al.*, 2002] montraient une décroissance continue de la vitesse de déformation (absence de plateau). Or pour ces contraintes, il semble que l'on atteigne une vitesse de déformation stationnaire en fin de charge pour t_w =10 et t_w = 100.

σ_{ext} = 0.005	dγ/dt après mise en charge	dγ/dt avant mise en charge	différence
charge initiale	0.36		
t_w = 10	0.13	- 0.34	0.47
t_w = 100	0.30	- 0.06	0.36
t_w = 1000	0.35	- 0.01	0.35
t_w = 10 000	0.35	- 0.00	0.35

σ_{ext} = 0.01	dγ/dt après mise en charge	dγ/dt avant mise en charge	différence
charge initiale	0.72		
t_w = 10	0.26	- 0.68	0.93
t_w = 100	0.59	- 0.12	0.71
t_w = 1000	0.69	- 0.01	0.70
t_w = 10 000	0.70	- 0.00	0.70

σ_{ext} = 0.02	dγ/dt après mise en charge	dγ/dt avant mise en charge	différence
charge initiale	1.44		
t_w = 10	0.52	- 1.31	1.83
t_w = 100	1.18	- 0.24	1.42
t_w = 1000	1.36	- 0.02	1.38
t_w = 10 000	1.37	- 0.00	1.37

σ_{ext} = 0.04	dγ/dt après mise en charge	dγ/dt avant mise en charge	différence
charge initiale	2.91		
t_w = 10	1.14	- 2.32	3.45
t_w = 100	2.29	- 0.41	2.71
t_w = 1000	2.60	- 0.03	2.63
t_w = 10 000	2.60	- 0.00	2.60

Tableau VI.3. Valeurs des vitesses de déformation avant et après chacune des mises en charge, et valeur de la différence entre ces 2 vitesses, pour différents niveaux de contrainte.

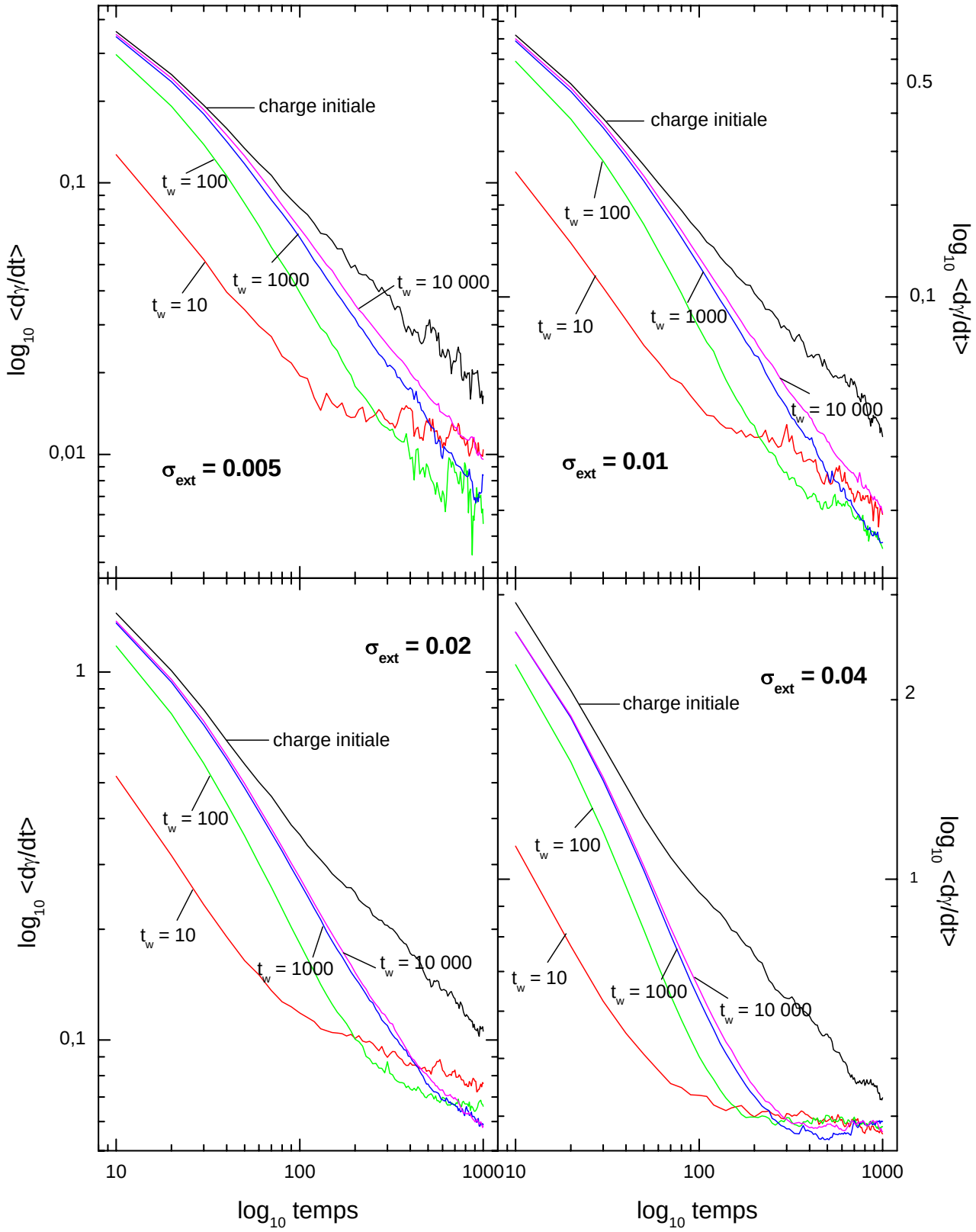

Figure VI.16. Représentation dans des diagrammes log-log de la relaxation de la vitesse de déformation du système selon les différentes phases de chargement et pour différentes valeurs de la contrainte extérieure.

VI.3.2.1. Evolution des distributions des avalanches

Au cours d'une simulation, la déformation plastique est fortement intermittente, caractérisée par de brusques réarrangements collectifs. Par analogie avec les expériences d'EA réalisées sur la glace, *Miguel et al.* [2001b] avaient quantifié ces effets en définissant pour leur modèle une énergie acoustique $E = V^2$, où V représente la vitesse collective des dislocations se déplaçant plus rapidement que si leur vitesse n'était contrôlée que par la contrainte externe : $V = \Sigma(|v_i|-v_\sigma)$ (la somme s'effectue uniquement sur les v_i vérifiant $v_i > v_\sigma$, où $v_\sigma = \chi_d b^2 \sigma_{\text{ext}}$ avec χ_d la mobilité effective d'une dislocation). A chaque pas de temps du modèle, nous avons ainsi une valeur de E (qui peut être nulle si aucune dislocation ne se déplace suffisamment rapidement). Ces valeurs de E permettent d'effectuer une analyse énergétique des avalanches de dislocations et notamment de regarder leur distribution. Dans le cas présent, il est à noter qu'il n'y a aucune création de dislocation. La création de nouvelles paires de dislocations perturbe inévitablement la configuration des dislocations en place et induit par conséquent presque toujours des réarrangements de dislocations. Pour cette raison, en l'absence de création de dislocations, le nombre de réarrangements est forcément plus faible. En revanche, leur origine provient uniquement de l'application d'une contrainte externe et des interactions avec des dislocations déjà existantes.

La figure VI.17 représente les distributions discrètes des énergies E au cours des différentes phases de chargement. A la différence des expériences, la valeur du temps d'attente t_w précédant les phases de chargement ne semble pas engendrer de différence du point de vue des distributions.

En revanche, si on ne regarde que les 50 premiers pas de temps suivant la mise en charge (Fig. VI.18), des légères différences entre les différentes phases de chargement semblent émerger. En tout état de cause, avec le même type de représentation (distributions cumulées), ces différences ne se retrouvent pas pour des périodes de temps plus avancées (Fig. VI.19). Il apparaît, pour les temps d'attente courts (t_w = 10 et 100), que les distributions présentent des coupures plus précoces qu'aux temps d'attente plus longs. Pour t_w = 10 000, le régime de loi de puissance s'étend même sur une gamme d'énergie plus importante que pour la charge initiale, alors que le nombre N de dislocations du système est plus faible suite aux différentes annihilations qui ont pu avoir lieu.

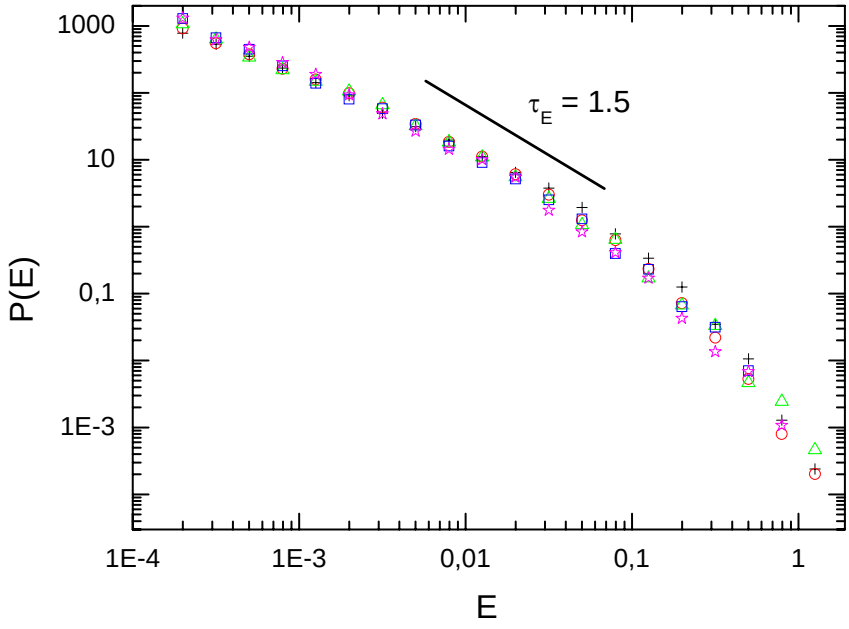

Figure VI.17. Distributions de probabilité des énergies E associées aux réarrangements collectifs de dislocations (moyennes obtenues à partir de 115 réalisations, $\sigma_{ext} = 0.02$, $t_{ch} = 1000$). Plus : charge initiale. Cercles : $t_w = 10$. Triangles : $t_w = 100$. Carrés : $t_w = 1000$. Etoiles : $t_w = 10\,000$.

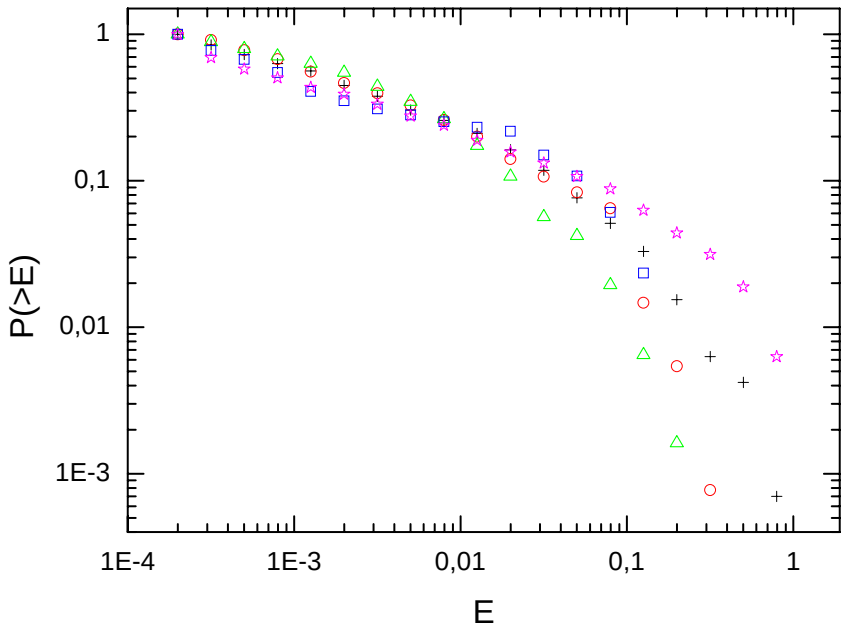

Figure VI.18. Distributions de probabilité cumulée des énergies E associées aux réarrangements collectifs de dislocations correspondantes au début (temps < 50 pas de temps du modèle) de chacune des phases de chargement (moyennes obtenues à partir de 115 réalisations, $\sigma_{ext} = 0.02$, $t_{ch} = 1000$). Plus : charge initiale. Cercles : $t_w = 10$. Triangles : $t_w = 100$. Carrés : $t_w = 1000$. Etoiles : $t_w = 10\,000$.

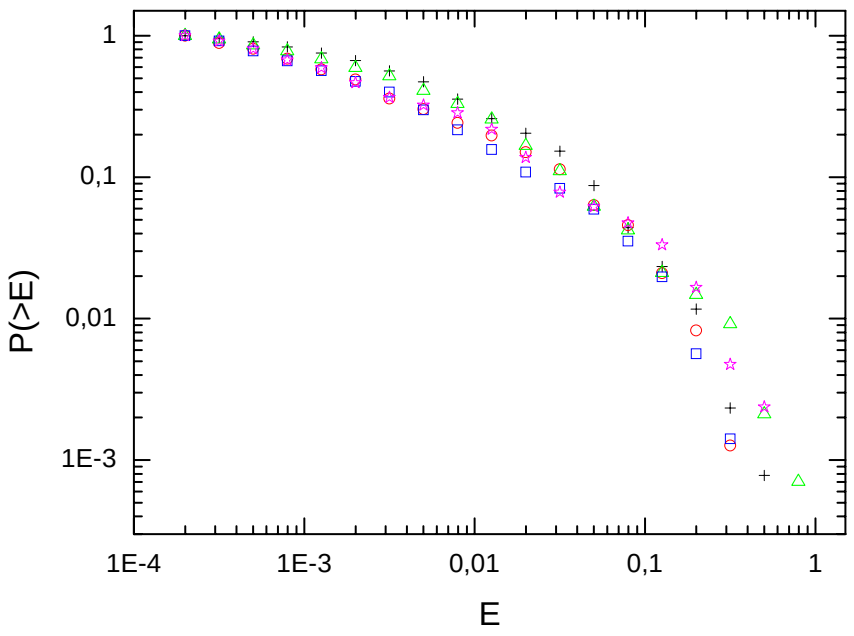

Figure VI.19. Distributions de probabilité cumulée des énergies E associées aux réarrangements collectifs de dislocations correspondant à la fin (temps > 900 pas de temps du modèle) de chacune des phases de chargement (moyennes obtenues à partir de 115 réalisations, σ_{ext} = 0.02, t_{ch} = 1000). Plus : charge initiale. Cercles : t_w = 10. Triangles : t_w = 100. Carrés : t_w = 1000. Etoiles : t_w = 10 000.

VI.3.3. Discussion

Le modèle 2D de dynamique des dislocations discrètes utilisé est particulièrement simple. Un minimum de paramètres est pris en compte. Lors d'une phase de chargement, le déplacement des dislocations est uniquement conditionné par la valeur de la contrainte extérieure et celle de la contrainte interne (variable dans l'espace et le temps) due aux interactions entre les dislocations. Lors de l'annulation de la contrainte extérieure, la valeur négative observée pour la vitesse de déformation du système (voir Fig. VI.15) est due à la valeur de cette contrainte interne (contrainte en retour) qui s'opposait pendant la charge à la contrainte externe. Ainsi, pendant les périodes de relaxation (σ_{ext} = 0), on observe une diminution progressive de la valeur de la contrainte en retour aboutissant, aux temps longs, à une vitesse de déformation globalement nulle (voir Tableau VI.3). Cette observation est certainement liée à une dérive progressive des dislocations depuis la configuration qu'elles avaient adoptée à la charge jusqu'à un arrangement métastable équivalent à une vitesse de déformation globalement nulle. Suivant cette idée, plus tôt on rechargera (t_w petit) et moins les dislocations auront eu le temps de dériver par rapport à la configuration qu'elles avaient à

la charge précédente et donc plus importante sera la valeur de la contrainte en retour. Par conséquent, à valeur de contrainte externe égale, une contrainte en retour plus importante expliquerait l'observation de vitesses initiales de déformation d'autant plus faible que le temps d'attente t_w est réduit (voir Tableau VI.3). D'autre part, cette hypothèse permet également d'expliquer un retour à un régime stationnaire d'autant plus rapide que le temps d'attente t_w est réduit (voir Fig. VI.16).

Selon l'interprétation suggérée des simulations numériques, la valeur du temps d'attente t_w exercerait principalement une influence sur la partie transitoire initiale des phases de chargement. Ce point est cohérent avec l'observation des distributions des avalanches. Calculées sur la totalité des phases de chargement, ces distributions sont identiques quelque soit la valeur de t_w (Fig VI.17). En revanche, calculées uniquement sur le début des phases, ces distributions montrent des différences suivant la valeur de t_w (Fig VI.18).

VI.4. Conclusion et perspectives

Il est délicat d'effectuer une comparaison directe entre les résultats obtenus à partir des expériences sur la glace de ceux fournis par les simulations numériques. Les volumes mais surtout les échelles de temps considérés sont en effet bien plus faibles dans le cas des simulations. Alors que dans les simulations numériques, l'influence du vieillissement provient pour une bonne partie du fait qu'on recharge le système alors que ce dernier est encore en train de se relaxer, dans nos expériences sur la glace, les recharges se sont toujours effectuées à partir d'une vitesse de déformation macroscopique nulle (même pour t_w = 1 min). Pour autant, cela ne signifie pas forcément que la configuration des dislocations soit en équilibre stable. Les résultats obtenus suggèrent même le contraire, avec vraisemblablement une restauration des dislocations pendant la période de relaxation.

Il existe cependant certaines tendances communes entre les expériences et les simulations. D'une part, le fait que le vieillissement influence surtout la partie transitoire initiale des phases de chargement se retrouve dans les simulations et au niveau macroscopique des expériences (voir Fig. VI.6 et VI.7). D'autre part, sous certaines conditions, on observe une troncature des distributions en énergie des avalanches d'autant plus prononcée que t_w est petit, qui se retrouve dans les expériences et les simulations. En revanche, le fait les

distributions expérimentales soient perturbées longtemps après la mise en charge est a priori quelque chose qui n'est pas pris en compte dans le modèle. Toutefois, il faut également noter que l'on retrouve dans les simulations des perturbations longue-durée de la relaxation de la vitesse de déformation pendant les phases de chargement (voir Fig. VI.16) par rapport au cas bien étudié d'une mise en charge initiale [*Miguel et al.*, 2002]. Ce dernier point mérite une analyse plus approfondie, qui pourrait permettre de statuer à propos d'une influence durable du vieillissement sur les caractéristiques du système.

En définitive, cette étude demande être poursuivie, notamment d'un point de vue expérimental. Il serait intéressant de réaliser le même type d'expérience sur des matériaux autres que la glace et en utilisant différents mode de chargement afin de voir si les résultats surprenants obtenus pourraient provenir du matériau d'étude ou de la manière de procéder. Dans le cadre de nos expériences sur la glace, il faudrait notamment arriver à mieux maîtriser et mieux caractériser la décharge de nos échantillons.

Conclusions et perspectives

Conclusions

Depuis quelques années maintenant, un nouveau paradigme est entrain d'émerger en plasticité. L'écoulement plastique n'est plus supposé être un processus homogène et régulier. Au contraire, il apparaît que la déformation plastique possède une dynamique fortement intermittente, caractérisée par l'occurrence d'avalanches de dislocations dont la distribution de taille est invariante d'échelle. Bien que la nature hétérogène de la plasticité cristalline ait été rapportée depuis plusieurs dizaines d'années [*Pond*, 1973], les phénomènes observés ne furent généralement pas traités dans le cadre d'une dynamique globale. Ce n'est que grâce au formalisme des transitions de phase, développé à la fin des années 80 pour traiter de la complexité de certains phénomènes naturels, que le caractère hétérogène de la déformation plastique a pu être interprété dans le cadre général des systèmes proches d'un état critique. En particulier, grâce à des expériences d'EA sur des monocristaux de glace, *Weiss et Grasso* [1997] furent parmi les premiers à rapporter des distributions en loi de puissance pour la taille des avalanches de dislocations. Ce travail de thèse s'est inscrit à la suite de ces expériences d'EA. Son principal objectif a été d'apporter des éléments expérimentaux pouvant contribuer à une description plus complète de la dynamique critique invariante d'échelle jusqu'alors observée et notamment d'identifier les domaines où prévaut ou ne prévaut pas cette dynamique critique. Cela s'est fait en étudiant le rôle de différents paramètres, tels que la température, la taille de grain, l'écrouissage, le mâclage, le glissement multiple ou bien encore le vieillissement. Depuis longtemps, la science des matériaux et la mécanique se sont intéressés à l'influence respective de ces paramètres sur la déformation des matériaux. En revanche, leur étude dans le cadre général des systèmes proches d'un état critique, appliquée à la dynamique des dislocations, n'avait pas été abordée. Par ailleurs, si la dynamique collective des dislocations a été modélisée avec un certain succès par différents types de modèles (voir Chap. I.2.3.), ces derniers traitent tous exclusivement du cas d'un monocristal se déformant en glissement simple. Mise à part le modèle phénoménologique de *Zaiser et Moretti* [2005] (voir

Chap. I.2.3.2.) qui considère un terme d'écrouissage θ, ils ne prennent pas non plus en compte les autres paramètres étudiés au cours de cette thèse. Il n'est notamment pas certain que ces simulations puissent s'adapter au cas des polycristaux sans avoir à introduire une description simplifiée du comportement des joints de grain. A l'heure actuelle, des simulations de dynamique moléculaire pourraient parvenir à une description correcte des interactions dislocations-joints de grain mais le temps de calcul pour modéliser un volume et une déformation significatifs serait prohibitif. De même, une modélisation fine de la déformation en glissement multiple d'un monocristal est encore extrêmement coûteuse en temps de calcul. Aboutir à une première description expérimentale de la dynamique collective des dislocations dans les polycristaux ou dans un monocristal se déformant en condition de glissement multiple est en cela particulièrement important. Les principales conclusions des études réalisées peuvent être résumées ainsi :

- Les expériences en température montrent que celle-ci n'a pas d'influence sur la dynamique critique invariante d'échelle qui émerge lors de la déformation de monocristaux de glace. Tant du point de vue des distributions des tailles des avalanches que des corrélations temporelles, les résultats ne dépendent pas de la température. En revanche, ces mêmes analyses révèlent que les avalanches de dislocations connaissent un amortissement d'autant plus rapide que la température est élevée, ce dernier point pouvant s'interpréter de manière qualitative à partir des interactions dislocations-phonons.

- Les expériences réalisées sur des polycristaux de glace montrent que la plasticité polycristalline peut également être intermittente et caractérisée par des processus avalancheux de dislocations. En revanche, l'introduction d'une échelle microstructurale, la taille moyenne de grain, perturbe l'émergence d'une dynamique critique invariante d'échelle. Non seulement les distributions des événements acoustiques présentent une coupure qui dépend de la taille de grain mais les exposants associés à ces distributions ont des valeurs différentes de celle d'un monocristal. L'interprétation de ces résultats, basée sur des simulations de Monte Carlo, suggère que si les joints de grain se comportent comme des barrières vis-à-vis de la propagation dynamique des avalanches de dislocations, les contraintes internes consécutives au blocage d'une avalanche à un joint de grain pourraient déclencher des répliques de fortes amplitudes dans les grains adjacents, significatives d'un régime sur-critique.

- Plusieurs monocristaux métalliques ont également été testés. Ces expériences montrent une remarquable robustesse de la dynamique critique invariante d'échelle associée à la plasticité monocristalline. En effet, des distributions en loi de puissance des énergies

acoustiques similaires à celles mesurées dans des monocristaux de glace, ainsi que des corrélations temporelles indiquant un processus de déclenchement de répliques ont été observées dans des monocristaux de Cd, de Zn et de Cu. Ces observations indiquent que les caractéristiques associées à cette dynamique critique sont a priori indépendantes du matériau, de la nature des dislocations (c'est à dire celles relatives au glissement ou au mâclage), qu'il y ait un écrouissage par la forêt important ou non, ou encore que la déformation s'effectue en condition de glissement multiple véritable.

- Une étude du vieillissement physique des monocristaux de glace a également été entreprise, selon une approche expérimentale et numérique. Cette étude est en cours et demande à être poursuivie avant d'en tirer des conclusions définitives. Néanmoins, expérimentalement, il apparaît que le vieillissement affecterait les statistiques liées aux avalanches de dislocations d'un point de vue énergétique (distribution de tailles, Fig. VI.11), spatial (dimension de corrélation, Fig. VI.13), et peut-être temporel. Dans le modèle 2D de dynamique des dislocations discrètes qui a été utilisé, le vieillissement a clairement une influence sur la partie transitoire du fluage (Fig. VI.15 et VI.18) mais il se pourrait également qu'il ait une influence plus durable (Fig. VI.16).

Ces différentes conclusions soulèvent d'importantes questions au regard des procédures d'homogénéisation souvent utilisées pour relier le comportement macroscopique d'un matériau aux propriétés de ses défauts microscopiques. En effet, pour les monocristaux, nous observons une dynamique critique qui a des composantes invariantes d'échelle à la fois dans les domaines énergétique et spatial. La principale conséquence de ces observations est l'existence de fluctuations de grande amplitude des propriétés microscopiques. Il est a priori impossible de définir une échelle (spatiale, temporelle ou énergétique) suffisamment grande à partir de laquelle ces fluctuations deviendraient négligeables et où une opération de « moyennisation » pourrait être validée par le théorème central limite. Dans le cas des polycristaux, un effet de taille finie relié à la taille moyenne de grain est observé. Cependant les résultats des simulations de Monte Carlo suggèrent que cet effet est non trivial. En particulier, l'interprétation proposée (*simulation C*), en accord avec l'observation expérimentale de corrélations spatiales longue-distance entre avalanches de dislocations (Fig. IV.13), impliquerait que le caractère local et intermittent de la déformation plastique s'étende à des échelles bien supérieures à la taille moyenne de grain. Dans ce cas, les procédures d'homogénéisation ne seraient pas plus adaptées à modéliser la déformation plastique d'un polycristal qu'elles ne le sont à modéliser la déformation d'un monocristal. Pour autant, la

manifestation de fluctuations au niveau macroscopique apparaît confinée à des mécanismes de déformation particuliers (comme par exemple l'observation de chutes de la contrainte dans l'effet Portevin-Le Châtelier [*Cottrell*, 1953 ; *Friedel*, 1964]). Dans le cas général, les expériences de déformation macroscopique ne permettent d'observer de telles fluctuations ou bien encore de retrouver l'allure en marches (irrégulières) d'escalier observée sur les courbes contrainte-déformation d'échantillons de taille microscopique, qui est également significative de la manifestation d'importantes fluctuations [*Dimiduk et al.*, 2006]. Il doit donc bien exister une échelle à partir de laquelle ces fluctuations microscopiques deviennent négligeables et où les méthodes de la mécanique continue peuvent s'appliquer. Reste à savoir ce qui définit une telle échelle. En tout état de cause, ces considérations apparaissent cruciales quand il s'agit de prédire le comportement plastique de systèmes de taille microscopique. Dans de tels cas, la plasticité est sans nul doute contrôlée par des phénomènes où se manifestent d'importantes fluctuations.

Au travers de ces différentes études, il apparaît que l'EA est une puissante technique pour caractériser la dynamique collective des dislocations. Au chapitre I, nous avons vu que le caractère intermittent et hétérogène de la déformation plastique pouvait être révélé à partir d'autres techniques expérimentales, notamment en déformant des monocristaux de taille microscopique [*Dimiduk et al.*, 2006]. Dans ces expériences, la taille des épisodes de déformation est mesurée directement. Le fait de retrouver des distributions de taille en loi de puissance vient en cela confirmer d'une très belle façon l'interprétation faite de nos expériences d'EA. Ainsi, de nouvelles techniques expérimentales prometteuses sont en train d'émerger et permettent d'espérer des avancées décisives dans l'observation des phénomènes critiques en plasticité. Néanmoins, l'EA demeure également un outil extrêmement précieux pour caractériser la dynamique collective des dislocations. D'une part, c'est une technique relativement simple à mettre en œuvre. D'autre part, c'est la technique qui permet (dans la plupart des cas) d'enregistrer le plus grand nombre d'événements (plusieurs centaines de milliers dans certains cas). Ainsi, dans nos expériences les distributions en énergie s'étendent sur plus de 7 ordres de grandeurs alors que dans les expériences de *Dimiduk et al.* [2006] ces mêmes distributions recouvrent moins de 3 ordres de grandeur. Enfin, le grand nombre d'événements enregistrés permet également de réaliser des analyses statistiques extrêmement détaillées dans le temps, voir dans l'espace quand plusieurs capteurs sont utilisés.

Perspectives

Afin de généraliser encore plus cette étude de la dynamique collective des dislocations, plusieurs perspectives sont envisageables. Tout d'abord, les expériences sur les cristaux cubiques à faces centrées ainsi que celle portant sur l'étude du vieillissement demandent à être poursuivies, notamment en raison d'un manque préjudiciable de données expérimentales. L'étude de la dynamique critique associée à la déformation des cristaux cubiques à faces centrées est particulièrement importante car ce type d'étude n'avait pas encore été réalisé, ni d'un point de vue expérimental (les expériences de *Dimiduk et al.* [2006] portent sur des monocristaux de Ni, donc de structure c.f.c., mais qui se sont uniquement déformés en glissement simple) ni d'un point de vue numérique. Dans l'avenir, il sera également intéressant de caractériser des matériaux polycristallins autres que la glace, notamment pour tester la validité du scénario de déclenchement de répliques (*simulation C*) suggéré. Pour cela, il faudra être capable de prendre en compte des tailles de grain plus fines que dans la glace.

D'une manière générale, l'intermittence de la déformation plastique est principalement observée dans les matériaux présentant une mobilité de dislocations élevée. Pour cette raison, un des principaux objectifs à venir sera de caractériser le rôle de la mobilité des dislocations sur leur dynamique collective. Pour cela, il est nécessaire d'étudier l'influence de la friction de réseau (influence qui n'avait pas pu être mise en évidence à partir des expériences réalisées en température, voir Chap. III.), ainsi que le rôle des obstacles extrinsèques comme les précipités ou les particules. Ces études pourront se faire soit à l'aide de simulations numériques, soit par mesures d'EA sur des matériaux pertinents. A terme, il sera alors envisageable de dresser un tableau assez général de la dynamique collective des dislocations au cours de la déformation plastique des matériaux cristallins en spécifiant en particulier les frontières en une dynamique critique ou non et ce en fonction de 3 paramètres (longueurs) fondamentaux : la distance moyenne entre obstacles, la distance moyenne entre dislocations et la distance pour laquelle le champ élastique d'une dislocation est surpassé par la barrière de potentiel d'un obstacle (voir aussi [*Weiss et Louchet*, 2006] à ce sujet).

Nos expériences sur les monocristaux révèlent des distributions des énergies acoustiques en loi de puissance remarquablement similaires d'un essai à un autre. De ce point de vue, il serait possible de définir un exposant unique, caractéristique de la dynamique critique associée à la plasticité monocristalline (vraisemblablement τ_E = 1.5). Pour autant,

l'invariance d'échelle de la plasticité monocristalline se retrouve dans d'autres types d'expérience, ainsi que dans des simulations numériques. Les exposant mesurés (1.6 pour les expériences de *Dimiduk et al.* [2006] et celles de *Pertsinidis et Ling* [2005], 1.8 pour les simulations de *Miguel et al.* [2001], 1.4 pour celles de *Zaiser* [2006] et 1.8 pour celles de *Koslowski et al.* [2004]) ont des valeurs plutôt proches les unes des autres mais il n'est pas certain qu'ils réfèrent exactement aux mêmes grandeurs physiques (énergies portées par les ondes acoustiques, mesures directes des incréments de déformation, résultats issus de simulations 2D sensés représentés des énergies acoustiques, des incréments de déformation et des amplitudes acoustiques). Toutes ces expériences et simulations mettent très certainement en évidence la même physique, celle d'une déformation plastique intermittente et caractérisée par une invariance d'échelle des processus de déformation. Pour autant, il reste à réaliser une étude systématique de la signification des exposants pour savoir si cette dynamique critique possède une signature universelle ou dans le cas inverse, en fonction de quels éléments elle pourrait présenter certaines variations. Par ailleurs, il est utile de noter qu'un exposant identique à celui de nos expériences ($\tau_A = 2.0$) est également mesuré par mesures d'EA dans des processus de micro-fracturation [*Maes et al.*, 1998]. Ces processus sont significativement différents de ceux associés aux mouvements des dislocations. Ils impliquent des épisodes d'endommagement successifs qui conduisent éventuellement à une rupture. Dans notre cas, les épisodes de relaxation de contrainte ne présentent aucun effet cumulatif. Cependant, cette intrigante similarité pourrait suggérer qu'il existe un exposant universel caractérisant les processus de relaxation de contrainte.

Enfin, au-delà de son intérêt propre en science des matériaux, le caractère critique observé en plasticité ouvre de nombreuses perspectives en physique statistique, notamment en ce qui concerne l'étude des phénomènes réunis sous le nom de « crackling noise » [*Sethna et al.*, 2001]. Le terme « crackling noise » regroupe l'ensemble des systèmes, possédant de nombreux degrés de liberté, qui répondent à une sollicitation lente par la génération intermittente d'événements discrets dont la taille recouvre une large gamme d'échelle. Depuis les travaux de *Bak et al.* [1988], l'étude de tels systèmes a connu un essor considérable. Le concept de « crackling noise » a été attribué à des domaines nombreux et variés, comme par exemple la dynamique des superconducteurs [*Field et al.*, 1995], l'EA émise lors de transformations martensitiques [*Ortin et al.*, 1994], les séismes de la croûte terrestre [*Gutenberg et Richter*, 1954] ou encore les sauts de magnétisation (effet Barkhausen) rencontrés pendant le cycle d'hystérésis de matériaux magnétiques [*Perkovic et al.*, 1995]. La

déformation plastique est également une très belle illustration de « crackling noise », qui présente l'avantage de pouvoir être observée à partir de plusieurs techniques expérimentales et divers types de modèles numériques, sous des conditions très variées.

Annexe A :

Interactions glissement / mâclage

Cette annexe fait référence au chapitre V.2.4.2. La figure V.10 montre qu'un événement de *type M* est susceptible déclencher un événement de *type G*. Inversement, la figure V.11 montre qu'un événement de *type G* peut déclencher un événement de *type M*. Pour autant, un événement de *type M* est seulement défini comme étant un événement ayant une forte probabilité d'être associé à un épisode de mâclage. De même, un événement de *type G* est seulement défini comme étant un événement ayant une forte probabilité d'être associé à un processus de glissement de dislocations. La possibilité que les pics de déclenchement observés sur les figure V.10 et V.11 puissent résulter d'un processus d'auto-déclenchement de la part des événements de glissement présents dans la population de *type M* et des événements de mâclage présents dans la population de *type G* est donc à prendre en considération. L'objectif de cette annexe est de montrer que cette hypothèse est incompatible avec les valeurs numériques de nos données expérimentales.

Pour ce faire, nous procédons à un raisonnement par l'absurde. Nous supposons initialement que l'hypothèse *H*, énoncée comme suit est vraie :

Hypothèse *H* :

- Un événement de mâclage produit λ répliques de mâclage et 0 réplique de glissement.
- Un événement de glissement produit μ répliques de glissement et 0 réplique de mâclage.

Par la suite, nous allons montrer que cette hypothèse conduit à une contradiction par rapport aux valeurs numériques des données expérimentales de l'essai a3, pour la période de temps supérieure à 800 s (voir Tableau V.1).

Les événements de *type M* sont les événements vérifiant $A_0/E^{1/2} < 0.006$. On appelle *M* la proportion de ces événements parmi la population totale des événements enregistrés au cours de la période de temps considérée pour l'essai a3. Les événements de *type G* sont les événements vérifiant $A_0/E^{1/2} > 0.006$. On appelle *G* la proportion de ces événements :

$$M + G = 1 \qquad \textbf{(A.1)}$$

On définit également *m* la proportion d'événements réellement associés à des épisodes de mâclage et *g* la proportion d'événements réellement associés à des processus de glissement de dislocations :

$$m + g = 1 \qquad \textbf{(A.2)}$$

Par ailleurs, on définit x comme la proportion d'événements de mâclage au sein de la population de *type M* et y comme la proportion d'événements de mâclage au sein de la population de *type G* :

$$xM + yG = m \qquad \textbf{(A.3)}$$

Par définition des populations de *type M* et de *type G*, $x > y$. On peut donc écrire $y = \alpha x$ avec $0 < \alpha < 1$ **(A.4)**. Les relations A.1 et A.2 conduisent à :

$$m = \left(\alpha + (1-\alpha)M\right)x \qquad \textbf{(A.5)}$$

$$g = 1 + \left((\alpha - 1)M - \alpha\right)x \qquad \textbf{(A.6)}$$

Les figures V.10 et V.11 montrent que, jusqu'à 0.1 s après le déclenchement d'une avalanche, le taux d'événement est supérieur à l'activité moyenne de l'essai. Nous appellerons abusivement « répliques » les événements enregistrés pendant cette période de temps. Nos données expérimentales nous fournissent alors la proportion d'événements de *type M* parmi les répliques consécutives à un événement de *type M* : $M_{repl}^{(M)} = 0.90$ ainsi que cette même proportion parmi les répliques consécutives à un événement de *type G* : $M_{repl}^{(G)} = 0.61$. En outre, on appelle $m_{repl}^{(M)}$ la proportion d'événements réellement associés à des épisodes de mâclage parmi les répliques consécutives à un événement de *type M* et $m_{repl}^{(G)}$ cette proportion parmi les répliques consécutives à un événement de *type G*. $g_{repl}^{(M)}$ est la proportion d'événements réellement associés à des processus de glissement des dislocations parmi les répliques consécutives à un événement de *type M* et $g_{repl}^{(G)}$ cette proportion parmi les répliques consécutives à un événement de *type G*. Compte tenu des équations A.5 et A.6, les proportions $m_{repl}^{(M)}$, $m_{repl}^{(G)}$, $g_{repl}^{(M)}$, et $g_{repl}^{(G)}$ s'écrivent :

$$m_{repl}^{(M)} = \left(\alpha + (1-\alpha)M_{repl}^{(M)}\right)x \qquad \textbf{(A.7)}$$

$$m_{repl}^{(G)} = \left(\alpha + (1-\alpha)M_{repl}^{(G)}\right)x \qquad \textbf{(A.8)}$$

$$g_{repl}^{(M)} = 1 + \left((\alpha - 1)M_{repl}^{(M)} - \alpha\right)x \qquad \textbf{(A.9)}$$

$$g_{repl}^{(G)} = 1 + \left((\alpha - 1)M_{repl}^{(G)} - \alpha\right)x \qquad \textbf{(A.10)}$$

Compte tenu de l'hypothèse *H*, les proportions $m_{repl}^{(M)}$, $m_{repl}^{(G)}$, $g_{repl}^{(M)}$, et $g_{repl}^{(G)}$ s'écrivent aussi :

$$m_{repl}^{(M)} = \frac{\lambda x}{\lambda x + \mu(1-x)} \qquad \textbf{(A.11)}$$

$$m_{repl}^{(G)} = \frac{\lambda \alpha x}{\lambda \alpha x + \mu(1-\alpha x)} \qquad \textbf{(A.12)}$$

$$g_{repl}^{(M)} = \frac{\mu(1-x)}{\lambda x + \mu(1-x)} \qquad \textbf{(A.13)}$$

$$g_{repl}^{(G)} = \frac{\mu(1-\alpha x)}{\lambda \alpha x + \mu(1-\alpha x)} \qquad \textbf{(A.14)}$$

Si on appelle β le nombre moyen de répliques enregistré consécutivement à un événement de *type M* et γ le nombre moyen de répliques enregistré consécutivement à un événement de *type G*, alors par définition :

$$\frac{\gamma}{\beta} = \frac{\lambda \alpha x + \mu(1-\alpha x)}{\lambda x + \mu(1-x)} \qquad \textbf{(A.15)}$$

Expérimentalement, on mesure γ/β = 0.40. En écrivant le rapport $m_{repl}^{(M)}/m_{repl}^{(G)}$, et en remplaçant par les valeurs numériques, on obtient alors :

$$\frac{m_{repl}^{(M)}}{m_{repl}^{(G)}} = \frac{0.4}{\alpha} = \frac{\alpha + 0.9(1-\alpha)}{\alpha + 0.61(1-\alpha)} \qquad \textbf{(A.16)}$$

On aboutit ainsi à une équation du second degré en α :

$$0.1\alpha^2 + 0.744\alpha - 0.244 = 0 \qquad \textbf{(A.17)}$$

dont les solutions sont $\alpha \approx 0.31$ et $\alpha \approx -7.75$. La condition $0 < \alpha < 1$ impose $\alpha \approx 0.31$. De manière analogue à la relation A.4, il est possible d'écrire $1-x = \alpha'(1-\alpha x)$ avec $0 < \alpha' < 1$ **(A.18)**. En écrivant le rapport $g_{repl}^{(M)}/g_{repl}^{(G)}$, et en remplaçant par les valeurs numériques, on obtient :

$$\frac{g_{repl}^{(M)}}{g_{repl}^{(G)}} = 0.4\alpha' = \frac{1+\left(0.9(\alpha-1)-\alpha\right)}{1+\left(0.61(\alpha-1)-\alpha\right)} = 0.26 \qquad \textbf{(A.19)}$$

On trouve ainsi α' = 0.64 et en remplaçant dans l'équation A.18, x = 0.45. Si on remplace alors α et x par leur valeur numérique dans les équations A.7 à A.14, on obtient d'une part :

$$\frac{m_{repl}^{(M)}}{g_{repl}^{(M)}} = 0.82\frac{\lambda}{\mu} = 0.72 \qquad \textbf{(A.20)}$$

qui donne un rapport λ/μ = 0.88. D'autre part, on obtient :

$$\frac{m_{repl}^{(G)}}{g_{repl}^{(G)}} = 0.16\frac{\lambda}{\mu} = 0.49 \qquad \textbf{(A.21)}$$

qui donne un rapport λ/μ = 3.06. Il y a là une contradiction évidente par rapport aux valeurs de λ et de μ. L'hypothèse H n'est donc pas compatible avec les valeurs numériques de nos données expérimentales, ce qui signifie qu'un événement de mâclage produit à la fois des répliques de mâclage et de glissement et/ou qu'un événement de glissement produit à la fois des répliques de glissement et de mâclage.

Bibliographie

Ananthakrishna G., Noronha S.J., Fressengeas C. & Kubin L.P., Crossover from chaotic to self-organized critical dynamics in jerky flow of single crystals, *Phys. Rev. E* **60**, 5455-5462 (1999).

Baillin X., Pelissier J., Bacmann J. J., Jacques A. & George A., Dislocation transmission through Σ=9 symmetrical tilt boundaries in silicon and germanium I. In situ observations by synchrotron X-ray topography and high-voltage electron microscopy,. *Philos. Mag. A* **55**, 143-164 (1987).

Baillin X., Pelissier J., Jacques A. & George A., Direct evidence of dislocation transmission through Σ=9 grain boundaries in germanium and silicon by in situ high-voltage electron microscopy observations, *Philos. Mag. A* **61**, 329,362 (1990).

Bak P., Tang C. & Wiesenfeld K., Self-organized criticality, *Phys. Rev. A* **38**, 364-374 (1988).

Bell R.L., Cahn R.W., The dynamics of twinning and the interrelation of slip and twinning in zinc crystals, *Proc. Roy. Soc. A* **239**, 494-521 (1957).

Bernal J.D. & Fowler R.H., A theory of water and ionic solution, with particular reference to hydrogen and hydroxyl ions, *J. Chem. Phys.* **1**, 515-548 (1933).

Bobrov V.S., Kravchenko Y.Ya. & Lebyodkin M.A., Low-temperature abrupt deformation processes in metals: kinetic and statistical properties observed by means of electronic response, *Mat. Sci. Eng. A* **164**, 252-254 (1993).

Bovenko V., Polunin V.I. & Soldatchenkova L.S., Using the method of acoustical emission for investigating plastic deformation and fracture of zinc single crystals in the presence of mercury and gallium, *Mater. Sci.* **14**, 44-48 (1978).

Carpenter S.H. & Chen C.M., The acoustic emission generated during the plastic deformation of high purity zinc, *J. Acoust. Emission* **7**, 161-166 (1988).

Chmelik F., Ziegenbein A., Neuhäuser H. & Lukac P., Investigating the Portevin-Le Châtelier effect by the acoustic emission and laser extensometry techniques, *Mat. Sci. Eng. A* **324**, 200-207 (2002).

Cotrell A.H., *Dislocations and plastic flow in crystals*, Oxford: Clarendon Press (1953).

Crocker J.C. & Grier D.G., Methods of digital video microscopy for colloidal studies, *J. Colloid Interface Sci.* **179**, 298-310 (1996).

Dimiduk D.M., Uchic M.D. & Parthasarathy T.A., Size-affected single-slip behavior of pure nickel microcrystals, *Acta. Mat.* **53**, 4065-4077 (2005).

Dimiduk D.M., Woodward C., LeSar R. & Uchic M.D., Scale-free intermittent flow in crystal plasticity, *Science* **312**, 1188-1190 (2006).

Durand D., Microstructure, recristallisation et déformation des glaces polaires de la carotte EPICA, Dôme Concordia, Antarctique, *Thèse présentée à l'Université Joseph Fourier de Grenoble* (2004).

Duval P., Anelastic behaviour of polycrystalline ice, *J. Glaciol.* **21**, 621-628 (1978).

Duval P. & Le Gac H., Does the permanent creep-rate of polycrystalline ice increase with crystal size ?, *J. Glaciol.* **25**, 151-157 (1980).

Duval P., Ashby M.F. & Anderman I., Rate-controlling processes in the creep of polycristalline ice, *J. Phys. Chem.* **87**, 4066-4074 (1983).

Field S., Witt J., Nori F. & Ling X., Superconducting vortex avalanches, *Phys. Rev. Lett.* **74**, 1206-1209 (1995).

Friedel J., *Dislocations*, Oxford: Pergamon Press (1964).

Frost H.J., Mechanisms of crack nucleation in ice, *Eng. Fracture Mech.* **68**, 1823-1837 (2001).

Gast A. & Russel W.B., Simple ordering in complex fluids, *Phys. Today* **51**, 24-30 (1998).

Godfrey A. & Hughes D.A., Physical parameters linking deformation microstructures over a wide range of length scale, *Scr. Mater.* **51**, 831-836 (2004).

Gutenberg B. & Richter C.F., *Seismicity of the earth and associated phenomena*, Princeton: Princeton University Press (1954).

Hähner P., Bay K., & Zaiser M., Fractal dislocation patterning during plastic deformation, *Phys. Rev. Lett.* **81**, 2470-2473 (1998).

Heiple C.R., Carpenter S.H., AE from deformation twinning, *J. Acoust. Emission* **6**, 215 (1987).

Higo Y. & Inaba H., The general problems of AE sensors, *Acoustic Emission : Current practice and future directions*, ASTM STP 1077 (1991).

Hirsch P.B., Horne R.W. & Whelan M.J., *Philos. Mag.* **1**, 677 (1956).

Hobbs P.V., *Ice physics*, Oxford University Press (1974).

Jakobsen B., Poulsen H.F., Lienert U., Almer J., Shastri S.D., Sorensen H.O., Gundlach C. & Pantleon W., Formation and subdivision of deformation structures during plastic deformation, *Science* **312**, 889-892 (2006).

Kaiser J., Erkentnisse und Folgerungen aus der Messung von Geräuschen bei Zugbeanspruchung von metallischen Werkstoffen,. *Archiv Eisenhüttenwesen*, 24-43 (1953).

Kamb W.B., The glide direction in ice, *J. Glaciol.* **3**, 1097-1106 (1961).

Kiesewetter N. & Schiller P., Moving dislocations in aluminium, *Phys. Stat. Sol.(a)* **38**, 569-575 (1976).

Kleiser T. & Bocek M., The fractal nature of slip in crystals, *Z. Metallkde.* **77**, 582-587 (1986).

Koslowski M., Cuitino A.M. & Ortiz M., A phase-field theory of dislocation dynamics, strain hardening and hysteresis in ductile single crystals, *J. Mech. Phys. Solids* **50**, 2597-2635 (2002).

Koslowski M., LeSar R. & Thomson R., Avalanches and scaling in plastic deformation, *Phys. Rev. Lett.* **93**, 125502 (2004).

Kubin L.P., Fressengeas C., & Ananthakrishna G. in *Dislocations in solids* **57** (eds. Nabarro, F. R. N. & Duesbury, M. S.) 101-192 (Elsevier, 2002).

Kurchan J., Aspects théoriques du vieillissement, *Echanges Physique-industrie* **n°7** (EDP Sciences) 1-11 (2001).

Lahaie F., Pertinence du formalisme des transitions de phase pour aborder la mécanique des objets géologiques, *Thèse présentée à l'Université Joseph Fourier de Grenoble* (2000).

Lebyodkin M.A. & Estrin Y., Multifractal analysis of the Portevin-Le Chatelier effect: general approach and application to AlMg and AlMg/Al2O3 alloys, *Acta Mat.* **53**, 3403-3413 (2005).

Li H., Ngan A.H.W. & Wang M.G., Continuous strain bursts in crystalline and amorphous metals during plastic deformation by nanoindentation, *J. Mater. Res.* **20**, 3072-3081 (2005).

Liu F. & Baker I., Dislocation-grain boundary interactions in ice crystals, *Phil. Mag. A* **71**, 15-42 (1995).

Lockner D.A., Byerlee J.D., Kuksenko V., Ponomarev A. & Sidorin A., Quasi-static fault growth and shear fracture energy in granite, *Nature* **350**, 39-42 (1991).

Louchet F. in *7th Int. Symp. on Plasticity and its Current Applications* (ed. Khan, A. S.) 585-588 NEAT Press, Fulton, Maryland (1999).

Louchet F. & Kung H., On the Hall-Petch law breakdown in nanocrystalline materials, *J. Metastable Nanocryst. Mater.* **7**, 55-63 (2000).

Louchet F., Dislocations and plasticity in ice, *C. R. Phys.* **5**, 687-698 (2004).

Louchet F., From individual dislocation motion to collective behaviour, *J. Mater. Sci.* (2006).

Maes C., Moffaert V., Frederix H. & Strauven H., Criticality in creep experiments on cellular glass, *Phys. Rev. B* **57**, 4987-4990 (1998).

Main I.G., Sammonds P.R. & Meredith P.G., Application of a modified Griffith criterion to the evolution of fractal damage during compressional rock failure, *Geophys. J. Int.* **115**, 367-380 (1993).

Main I.G., Statistical physics, seismogeneis, and seismic hazard, *Rev. Geophys.* **34**, 433-462 (1996).

Marone C., The effect of loading rate on static friction and the rate of fault healing during the earthquake cycle, *Nature* **391**, 69-72 (1998).

Miguel M.-C., Vespignani A., Zapperi S.,Weiss J. & Grasso J.R, Complexity in dislocation dynamics : model, *Mat. Sci. Eng. A* **309-310**, 324-327 (2001a).

Miguel M.-C., Vespignani A., Zapperi S., Weiss J. & Grasso J.R., Intermittent dislocation flow in viscoplastic deformation, *Nature* **410** (2001b).

Miguel M.-C., Vespignani A., Zaiser M. & Zapperi S., Dislocation jamming and Andrade creep, *Phys. Rev. Lett.* **89**, 165501 (2002).

Mughrabi H., Ungar T., Kienle W. & Wilkens M., Long-range internal stresses and asymmetric X-ray line-broadening in tensile-deformed (001)-oriented copper single crystals, *Philos. Mag. A* **53**, 793-813 (1986).

Nabarro F.R.N., The mathematical theory of stationary dislocations, *Adv. Physics* **1**, 269-394 (1952).

Nadgorny E., Dislocation dynamics and mechanical properties of crystals, *Prog. Mat. Sci.* **31** (1988).

Neuhäuser H., in *Dislocations in Solids* **6** (eds. Nabarro, F. R. N.) 319-440 (North-Holland Publishing, Amsterdam, 1983).

Orowan E., Problems of plastic gliding, *Proc. Phys. Soc.* **52**, 8-22 (1940).

Ortin E.V., Mañosa L., Rafols I., Perez-Magrane R. & Planes A., Distributions of avalanches in martensitic transformations, *Phys. Rev. Lett.* **72**, 1694-1697 (1994).

Perkovic O., Dhamen K.A. & Sethna J.P., Avalanches, Barkhausen noise, and plain old criticality, *Phys. Rev. Lett.* **75**, 4528-4531 (1995).

Pertsinidis A. & Ling X.S., Video microscopy and micromechanics studies of one-and two-dimensional colloidal crystals, *New J. Phys.* **7**, 33-60 (2005).

Petrenko V.F. & Withworth R.W., in *Physics of ice*. Oxford: Oxford University Press (1999).

Petri A., Paparo G., Vespignani A., Alippi A. & Costantini M., Experimental evidence for critical dynamics in microfracturing processes, *Phys. Rev. Lett.* **73**, 3423-3426 (1994).

Pirouz P., in Twinning in Advanced Materials, edited by Yoo MH and Wuttig M, The Minerals, *Metals & Materials Society*, pp. 275-295 (1994).

Pond R.B., in *The inhomogeneity of plastic deformation* (Metals Park, American Society of Metals), pp. 1-18 (1973).

Ralph B., Grain growth, *Mat. Sc. Techn.* **6**, 1139-1144 (1990).

Rouby D., Fleischmann P. & Duvergier C., Un modèle de sources d'émission acoustique pour l'analyse de l'émission continue et de l'émission par salves, I, Analyse théorique, *Philos. Mag. A* **47**, 671-687 (1983a).

Rouby D., Fleischmann P. & Duvergier C., Un modèle de sources d'émission acoustique pour l'analyse de l'émission continue et de l'émission par salves, II, Vérifications expérimentales, *Philos. Mag. A* **47**, 689-705 (1983b).

Schmittbuhl J., Vilotte J.-P. & Roux S., Reliability of self-affine measurements, *Phys. Rev. E* **51**, 131-147 (1995).

Sethna J.P., Dahmen K.A. & Myers C.R., Crackling noise, *Nature* **410**, 242-250 (2001).

Shearwood C. & Whitworth R.W., The velocity of dislocations in ice, *Philos. Mag. A* **64**, 289-302 (1991).

Sornette D., *Critical phenomena in natural sciences: chaos, fractals, selforganization, and disorder: concepts and tools*, Springer (2000).

Stanley H.E., Scaling, universality, and renormalization: The three pillars of modern critical phenomena, *Reviews of modern physics* **71**, S358-S366 (1999).

Struik L.C.E., *Physical aging in amorphous polymers and other materials*, Amsterdam: Elsevier (1978).

Taylor G.I., The mechanism of plastic deformation of crystals. Part I. Theoretical, *Proc. Roy. Soc. A* **145**, 362-387 (1934).

Thompson N. & Millard D.J., Twin formation in cadmium, *Phil. Mag.* **43**, 422-440 (1952).

Tymiak N.I., Daugela A., Wyrobek T.J. & Warren O.L., Acoustic emission monitoring of the earliest stages of contact-induced plasticity in sapphire, *Acta. Mat.* **52**, 553-563 (2004).

Uchic M.D., Dimiduk D.M., Florando J.N. & Nix W.D., Sample dimensions influence strength and crystal plasticity, *Science* **305**, 986-989 (2004).

Uchic M.D. & Dimiduk D.M., A methodology to investigate size scale effects in crystalline plasticity using uniaxial compression testing, *Mat. Sci. Eng. A* **400-401**, 268-278 (2005).

Vinogradov A., Patlan V. & Hashimoto S., Spectral analysis of acoustic emission during cyclic deformation of copper single crystals, *Phil. Mag. A* **81**, 1427-1446 (2001).

Volterra V., *Ann. Ecole Normale Sup. Paris* (3) **24**, 400 (1907).

Weiss J. & Grasso J.R., Acoustic emission in single crystals of ice, *J. Phys. Chem. B.* **101**, 6113-6117 (1997).

Weiss J., Lahaie F. & Grasso J.R., Statistical analysis of dislocation dynamics during viscoplastic deformation from acoustic emission, *J. Geophys. Res.* **105**, 433-442 (2000).

Weiss J., Grasso J.R, Miguel M.-C., Vespignani A. & Zapperi S., Complexity in dislocation dynamics: experiments, *Mat. Sci. Eng. A* **309-310**, 360-364 (2001).

Weiss J. & Marsan D., Three-dimensional mapping of dislocation avalanches: clustering and space/time coupling, *Science* **299**, 89-92 (2003).

Weiss J. & Miguel M.-C., Dislocation avalanche correlations, *Mat. Sci. Eng. A* **387-389**, 292-296 (2004).

Weiss J. & Louchet F., Seismology of plastic deformation, *Scr. Mater.* **54**, 747-751 (2006).

Zaiser M. & Seeger A., in *Dislocations in solids* **56** (eds. Nabarro, F. R. N. & Duesbury, M. S.) 1-100 (Elsevier, 2002).

Zaiser M., Grasset F., M. Koutsos V. & Aifantis E., Self-affine surface morphology of plastically deformed metals, *Phys. Rev. Let.* **93**, 195507 (2004).

Zaiser M. & Moretti P., Fluctuation phenomena in crystal plasticity - a continuum model, *J. Stat. Mech.* **P08004** (2005).

Zaiser M. & Aifantis E.C., Randomness and slip avalanches in gradient plasticity, *Int. Journ. Plasticity* **22**, 1432-1455 (2006).

Zaiser M., Scale invariance in plastic flow of crystalline solids, *Adv. Physics.* **55**, 185-245 (2006).