



**HAL**  
open science

# L'approche multi-échelles en mécanique des matériaux ou l'importance d'un dialogue transdisciplinaire

Jérôme Crépin

► **To cite this version:**

Jérôme Crépin. L'approche multi-échelles en mécanique des matériaux ou l'importance d'un dialogue transdisciplinaire. Mécanique [physics.med-ph]. Université Paris-Nord - Paris XIII, 2008. tel-00564412

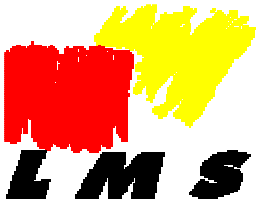
**HAL Id: tel-00564412**

**<https://theses.hal.science/tel-00564412v1>**

Submitted on 8 Feb 2011

**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.



**L'approche multi-échelles en mécanique des matériaux**  
*ou l'importance d'un dialogue transdisciplinaire*

**Jérôme Crépin**

**Habilitation à Diriger des Recherches**  
**Spécialité : Mécanique des Matériaux**

**Soutenue le 18 Juin 2008 à l'institut Galilée**

**Université Paris XIII**

**Villetaneuse**

**Devant le jury composé de**

**Brigitte Bacroix** Directrice de recherche CNRS, Université Paris 13, rapporteur  
**Yves Brechet**, Professeur ENSEEG/INPG, rapporteur  
**Georges Cailletaud**, Professeur Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, rapporteur  
**Jean Louis Chaboche**, Professeur UTT, ONERA, examinateur  
**Monique Gaspérini** Professeur Université Paris 13, examinateur  
**François. Hild** Directeur de recherche CNRS, ENS Cachan, examinateur  
**André Pineau**, Professeur Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, examinateur  
**Claude Stolz**, Directeur de recherche CNRS, Ecole Polytechnique, examinateur  
**André Zaoui**, Directeur de recherche CNRS, ENSAM Paris, examinateur

## Sommaire.

### 1<sup>ère</sup> Partie.

1. Introduction.
2. Caractérisation de microstructures.
  - 2.1 Exemple d'outil de caractérisation :  
l'EBSD (Electron BackScattering Diffraction Technique) ou la mesure de champ des orientations cristallographiques.
  - 2.2 Intérêt du couplage MEB/MET ou la complémentarité des échelles d'observation.
3. Caractérisation de mécanismes de déformation et d'endommagement.
  - 3.1 Exemple de couplage entre caractérisation microstructurale et mécanismes de plasticité
  - 3.2. Apport des essais in situ pour la caractérisation des mécanismes de déformation et d'endommagement.
  - 3.3 Apport de la mesure de champ cinématique à l'analyse du comportement mécanique des matériaux
- 4 Corrélation entre champ de déformation, mécanismes de déformation et microstructure.
  - 4.1 Evolution des champs de déformation au cours du chargement
  - 4.2 Déformation, mais de quoi s'agit-il ? Ou l'effet de la définition de la base de mesure.
  - 4.3. Couplage microstructure/mécanismes/comportement mécanique.
5. Simulation de comportement.
  - 5.1 Mesures surfaciques versus comportement volumique.
  - 5.2 Génération de Microstructure virtuelle
  - 5.3. Essais virtuels et calculs numériques
    - 5.3.a) Effet des conditions aux limites macrohomogènes
    - 5.3.b) Effet des conditions aux limites expérimentales.
    - 5.3.c) Effet de l'évolutions des conditions aux limites.
  - 5.4. Perspectives d'application à l'optimisation des paramètres de lois de comportement.
6. Un exemple d'application à d'autres classes de matériaux ; les biomatériaux.
7. Conclusions et perspectives.
8. Références bibliographiques.

### 2<sup>ième</sup> Partie

1. Curriculum Vitae.
2. Liste de publications.

## 1. Introduction.

L'objectif du présent mémoire est de fournir une base de réflexion sur les relations entre microstructure, mécanismes et comportement mécanique. Il me semble, en effet, que l'analyse fine des propriétés mécaniques des matériaux ne peut aboutir sans la compréhension des relations de causalité existant entre la microstructure d'une part, les mécanismes de déformation et/ou d'endommagement d'autre part et le comportement mécanique qui en résulte à l'échelle macroscopique. Ce comportement sera supposé macrohomogène et fondé sur l'existence d'un volume élémentaire représentatif pour le matériau considéré, volume qui constitue l'unité de base du matériau pour l'identification d'une loi de comportement élémentaire nécessaire, par la suite, pour le dimensionnement de structures.

Cette compréhension ne peut se contenter ni d'une approche mécanicienne globale, menée à l'échelle macroscopique et restant souvent trop phénoménologique, ni d'une approche physicienne limitée quant à elle à l'échelle « locale », c'est-à-dire celle des mécanismes fins. En effet, l'identification des mécanismes de plasticité ou d'endommagement est généralement effectuée sans évaluation de leur répartition au sein de la microstructure tout en supposant trop souvent que le chargement localement vu par les mécanismes activés est équivalent au chargement macrohomogène imposé à l'échantillon. Notons toutefois que des avancées récentes en dynamique des dislocations laissent entrevoir des évolutions dans la prise en compte de l'effet d'hétérogénéités microstructurales et de conditions aux limites, notamment l'effet des joints de grains ou celui des surfaces libres [Déprés, 04], [Lefebvre, 05], [Devincre, 06].

Les travaux qui font l'objet de cette synthèse, loin de vouloir opposer les deux approches mentionnées précédemment, se veulent être une contribution à la frontière entre la démarche du physicien et celle du mécanicien dans le but de montrer la complémentarité et la richesse du dialogue résultant. Il s'agira tout d'abord d'introduire et de discuter la notion de volume élémentaire représentatif de la microstructure et d'en vérifier l'existence, permettant ainsi de caractériser de façon statistique cette dernière, puis dans un second temps de vérifier l'existence d'une réponse mécanique homogène à l'échelle du volume élémentaire représentatif microstructural identifié. Nous verrons en quoi la définition d'un VER microstructural n'implique pas forcément la définition d'un VER mécanique mettant ainsi en évidence la nécessité d'une approche couplée entre ces deux notions.

Il ne faut toutefois pas perdre de vue notre objectif initial qui reste la formulation de lois de comportement pertinentes, utilisables par le mécanicien des structures et appropriées aux domaines d'application visés. En effet, une analyse micromécanique des mécanismes de déformation et d'endommagement peut s'avérer superflue, coûteuse en temps et en moyens matériels et humains dès lors que l'on se limite à une utilisation du matériau dans un domaine de comportement éloigné de ses propriétés ultimes pour lequel souvent, un plan d'expérience bien défini, permettant d'identifier des lois de comportement simples, donnera satisfaction à l'utilisateur. Le formalisme basé sur les principes de la thermodynamique et la théorie des matériaux standard généralisés [Halphen, 75] permet en effet de rendre compte de la plupart des comportements mécaniques de matériaux comme par exemple l'élasto-viscoplasticité. Il est alors souvent possible de déterminer au moins un jeu de paramètres pertinent permettant de décrire correctement le comportement global du matériau sans pour autant être capable de reproduire l'évolution des hétérogénéités en son sein. Il faudra cependant se méfier de l'extension de ces mêmes modèles à des conditions de sollicitations non prises en compte lors de la mise en place du plan d'expérience initial comme un chargement multiaxial ou cyclique par exemple ou de l'extension de ces résultats à des échelles plus fines relevant de mécanismes plus complexes que ceux considérés en moyenne par une approche macroscopique.

Par contre, si l'ambition de la démarche entreprise réside dans la compréhension des mécanismes physiques responsables du comportement mécanique afin d'étendre et de garantir la gamme d'utilisation des matériaux, alors

l'étude de la distribution des hétérogénéités, tant du point de vue de la microstructure que de celui du comportement mécanique, mais surtout l'étude de leur corrélation sont nécessaires. A noter qu'une analyse pertinente ne se limitera pas à celle des mécanismes observés, mais fera appel à une description aussi rigoureuse de la microstructure, siège des mécanismes activés, que des conditions de chargement mécanique imposées localement lors de la sollicitation de l'échantillon.

Ce sont les corrélations, qui peuvent mettre en jeu différentes échelles pertinentes, entre la microstructure d'un matériau et les effets individuels ou collectifs des mécanismes élémentaires responsables de son comportement mécanique qui définissent les dimensions du volume élémentaire représentatif. La caractérisation de ce dernier nécessite donc d'entreprendre conjointement une caractérisation microstructurale et une description mécanique, fondements de la démarche micromécanique expérimentale. Chacune de ces descriptions fait intervenir la notion de champ, au sens de la distribution spatiale des hétérogénéités au sein du volume de matière. La caractérisation microstructurale s'attachera donc tout d'abord à définir la notion de phases : celle-ci peut être définie à l'échelle des éléments chimiques constitutifs, ou à l'échelle de leur arrangement spatial particulier comme la constitution d'agrégats (que l'on appellera grains, précipités, matrice, renfort...), pouvant être eux-mêmes éventuellement caractérisés par leur nature cristallographique (structure cristalline et orientation cristallographique), mais aussi par leur taille et leur distribution ... La caractérisation mécanique s'attachera quant à elle à rechercher l'échelle pertinente à partir de laquelle les champs mécaniques peuvent être considérés comme homogènes, alors qu'aux échelles inférieures le matériau peut présenter des hétérogénéités de comportement au sein de la microstructure.

Je vais donc par la suite m'attacher à illustrer, sans avoir la prétention d'être exhaustif, la méthodologie, dont j'ai impulsé et coordonné la mise en place au sein de l'équipe micromécanique afin d'étudier les matériaux hétérogènes pour identifier le Volume Élémentaire Représentatif et caractériser son comportement mécanique. Afin d'étayer ma démarche, je m'appuierai principalement sur l'étude des matériaux polycristallins et tout particulièrement sur les alliages de zirconium.

## **2. Caractérisation de microstructures.**

Le développement de l'informatique et les progrès de l'électronique ont permis le développement de nouveaux moyens d'analyse qui présentent notamment un gain important vis-à-vis de la résolution spatiale de la mesure permettant ainsi de faire ces dernières à l'échelle des hétérogénéités microstructurales, là où auparavant seule une mesure moyenne de la distribution de la propriété recherchée obtenue sur un volume de matière plus grand que les hétérogénéités microstructurales qui le composent (grains par exemple pour les matériaux métalliques), était possible. Certes, cette caractérisation globale avait le mérite de présenter un caractère statistique de la propriété recherchée, mais il était toutefois difficile de corréler cette valeur moyenne avec les contributions élémentaires de chacun des éléments constitutifs définissant la microstructure. Cette difficulté peut s'avérer problématique dès lors que l'on s'intéresse à la compréhension de phénomènes locaux (de type endommagement par exemple) dont l'occurrence est liée à une configuration à courte portée de la microstructure et non à sa distribution moyenne. Dorénavant, grâce à l'augmentation des vitesses d'acquisition et de traitement des signaux, il est possible d'accéder à des centaines de milliers de points de mesure ayant une résolution spatiale inférieure à la dimension des hétérogénéités microstructurales là, où il n'y a encore qu'une grosse dizaine d'années nous n'atteignons que quelques dizaines voire centaines de points, rendant illusoire toute notion d'étude statistique de la distribution des propriétés mesurées en relation avec la microstructure. Le fait de pouvoir ainsi obtenir une information à une échelle généralement inférieure à la taille de l'élément constitutif de la

microstructure (taille de grain pour les matériaux polycristallins) mais sur une plage pouvant couvrir le VER, permet d'effectuer, en une même opération, une analyse multi-échelle entre celle des hétérogénéités microstructurales et leur contribution statistique à l'échelle du VER. Le développement de l'EBSD, qui en l'espace de quelques années est devenu l'un des périphériques incontournables des microscopes électroniques à balayage [Dingley, 86], [Randle00] est une bonne illustration de l'utilisation des mesures de champs pour la caractérisation des microstructures.

### 2.1 Exemple d'outil de caractérisation :

l'EBSD (Electron BackScattering Diffraction Technique) ou la mesure de champ des orientations cristallographiques.

Il s'agit d'un système de détermination de la matrice de changement de base, définie par le triplet d'angles d'Euler ( $\phi_1, \phi, \phi_2$ ), entre le repère du cristal observé (avec une résolution spatiale bien inférieure au  $\mu\text{m}^3$ ) et le repère macroscopique constitué par la chambre du microscope. Cette matrice de changement de base est déterminée par l'indexation automatique par analyse d'images des bandes de Kikuchi expérimentalement observées (figure 1) puis corrélation par simulation numérique avec un cliché virtuel construit à partir de la connaissance de la structure cristalline du matériau étudié. Ces bandes sont en effet le résultat de l'intersection par un plan (capteur de la caméra) des familles de cônes de diffraction, réponse conformément à la loi de Bragg, à un rayonnement monochromatique incident, le faisceau d'électrons, des plans cristallographiques constitutifs du matériau. Un tel cliché est donc la signature de l'orientation du cristal analysé vis-à-vis du rayonnement incident. Si le phénomène physique à la base de cette indexation est connu depuis les années 1920, le fait de pouvoir corréler en quelques centièmes de secondes un cliché de diffraction expérimental avec un cliché virtuel a permis d'automatiser la technique développée en 1973 [Venables, 73] et d'obtenir ainsi des champs d'orientation cristallographique. Le résultat d'une telle analyse est discuté et illustré par la famille des figures 2.

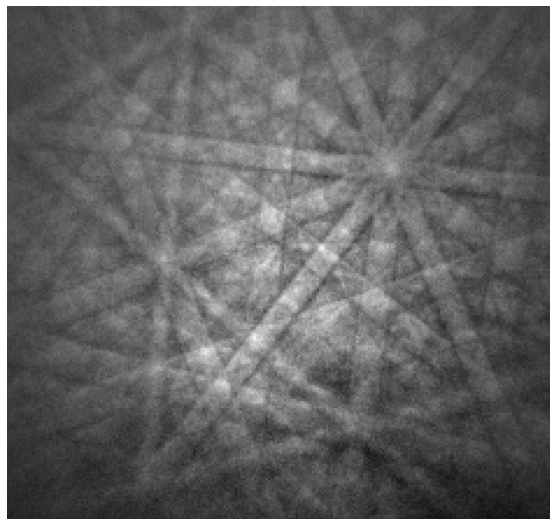


Figure 1 : Cliché de Kikuchi obtenu sur du nickel. U=20KV.

La figure 2a représente donc la microstructure granulaire d'un polycristal biphasé d'un acier austéno-ferritique, dont les grains peuvent être de structure cristallographique Cubique à Faces Centrées ou Cubique Centrée. Il s'agit du matériau d'étude de la thèse de Nicolas Rupin [Rupin, 07]. Cette image représente la microstructure telle qu'elle serait observée en microscopie électronique à balayage au moyen du détecteur d'électrons secondaires, c'est-à-dire qu'il est aisé d'identifier les grains et éventuellement de définir leurs caractéristiques morphologiques (taille et rapport de

forme), sans toutefois savoir lesquels sont associés à la phase cubique centrée et lesquels sont associés à la phase cubique à faces centrées, gommant ainsi la notion de phases chimiques ou cristallographiques. Or l'indexation des clichés de Kikuchi permet d'obtenir une mesure des champs d'orientation via la détermination de triplets d'angles d'Euler. La figure 2b présente donc la même microstructure granulaire que la figure 2a, mais enrichie par la connaissance de l'orientation cristallographique des grains. La connaissance de ces orientations cristallines s'accompagne aussi de la détermination de la phase cristallographique associée, en l'occurrence CFC ou CC, conduisant ainsi à une autre représentation de la microstructure obtenue cette fois-ci à une échelle supérieure (figure 2c), c'est-à-dire celle des phases cristallines CFC ou CC.

En outre, la connaissance de l'orientation cristalline à chaque pas de mesure permet de définir un critère de désorientation angulaire entre points voisins. C'est ce critère qui est choisi pour définir les joints de grains et usuellement une désorientation de  $5^\circ$  est retenue. Une fois les joints de phases et de grains définis, il est alors possible de déterminer les paramètres morphologiques associés à la microstructure granulaire comme la distribution de leur taille, de leur surface, de leur rapport de forme (cf. figure 3). La même analyse peut bien sûr être effectuée pour caractériser les phases CFC ou CC débouchant ainsi sur la détermination d'autres valeurs des paramètres morphologiques associés à la microstructure (taille de phase, rapport de forme des phases, ...) (cf tableau 2). Il s'agit donc là d'une première illustration de l'analyse expérimentale multi-échelle entre l'échelle des grains, celle des phases et celle de l'élément de volume macroscopique. Suivant la nature des hétérogénéités de comportement mécanique rencontrées, liées soit au contraste de comportement entre les phases ou tout simplement à l'anisotropie de comportement entre les grains, l'une ou l'autre des échelles pourra s'avérer plus pertinente à étudier. Enfin, l'intégration des mesures des orientations cristallographiques locales nous donne accès à la texture cristalline pour chacune des deux phases présentes au sein du matériau (fig. 4). A noter que seule cette dernière information était auparavant accessible au moyen de systèmes de diffraction par rayon X ou sources neutroniques avec une taille de faisceau plutôt comprise entre le millimètre et le centimètre, c'est-à-dire une taille bien supérieure à la taille de grains, empêchant ainsi l'association des orientations cristallographiques aux grains constituant le matériau.

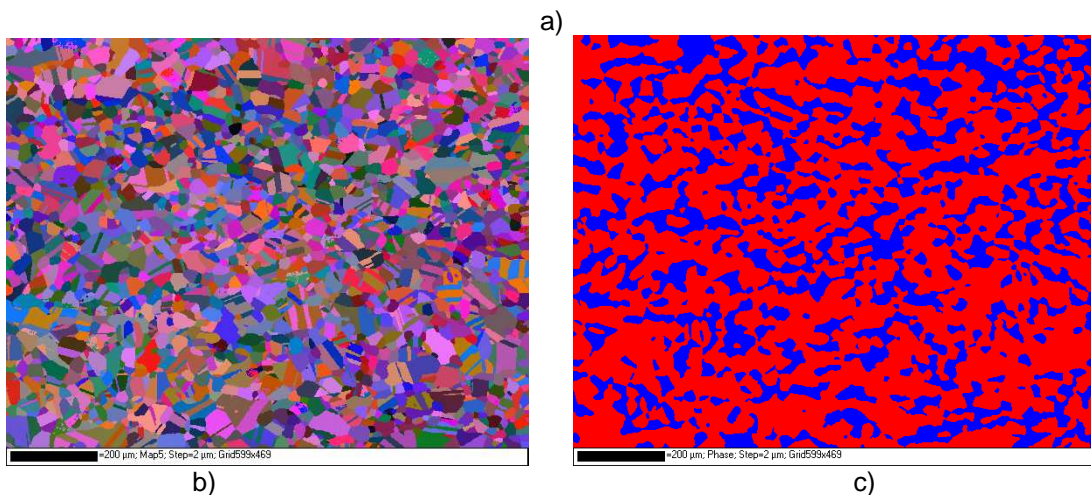
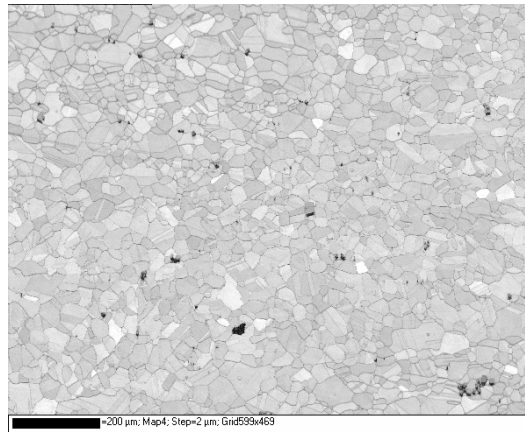


Figure 2 : a) Cartographie, en indice de qualité d'indexation EBSD d'un acier austeno-ferritique. Dimension du champ d'observation 600x470 microns, pas de la mesure 2 $\mu$ m. b) Cartographie en fausse couleur des orientations cristallines analysées en EBSD, c) Cartographie des phases en présence : rouge austénite (CFC), bleu ferrite (CC). [Rupin, 07]

Nous avons vu que cette caractérisation de la microstructure au travers de la connaissance du triplet ( $\phi_1$ ,  $\phi$ ,  $\phi_2$ ) permet non seulement d'obtenir une information sur la texture locale et sur les phases/grains en présence, mais aussi à l'aide de l'analyse des distributions d'en déduire des paramètres morphologiques statistiques (Tableaux 1 et 2). De plus, l'analyse des désorientations entre grains voisins peut s'accompagner d'une recherche de relations particulières entre ces derniers, notamment cette analyse permet de déterminer les relations privilégiées de désorientation relative entre, par exemple, une phase mère (haute température) et des phases filles (à température ambiante) dans le cas de matériaux présentant une transformation de phases allotropique comme par exemple les alliages de zirconium ou de titane ou entre une macle et sa matrice comme présentée sur l'histogramme de la figure 5. Le pic bleu de désorientation est en effet la signature d'une désorientation privilégiée correspondant à la relation d'orientation entre macle/matrice de la structure CFC. Cette relation se caractérise par une rotation de 60° autour d'un axe de la famille {111}. L'histogramme rouge représente, quant à lui, la distribution des désorientations angulaires entre deux grains de la même microstructure mais choisis de façon aléatoire. La comparaison de ces deux distributions permet de mettre en évidence le fait qu'il existe un arrangement particulier des grains au sein de la microstructure, en l'occurrence des relations de macles.



	Diamètre des grains( $\mu\text{m}$ )		Aire des grains ( $\mu\text{m}^2$ )		Rapport de forme		Nb de grains voisins	
	Valeur moyenne	Ecart type	Valeur moyenne	Ecart type	Valeur moyenne	Ecart type	Valeur moyenne	Ecart type
CFC	16,2	17,3	479	1003	1,75	0,70	5,45	4,76
CC	11,5	9,5	184	308	1,80	0,68	4,22	2,63

Tableau 1 : Paramètres morphologiques, par phase CFC ou CC, associés à la microstructure de la figure 2b.

	Diamètre des phases ( $\mu\text{m}$ )		Rapport de forme	
	Valeur moyenne	Ecart type	Valeur moyenne	Ecart type
CFC	62,6	169,9	2,38	1,00
CC	32,7	29,7	2,15	0,96

Tableau 2 : Paramètres morphologiques des phases CFC ou CC de la figure 2b

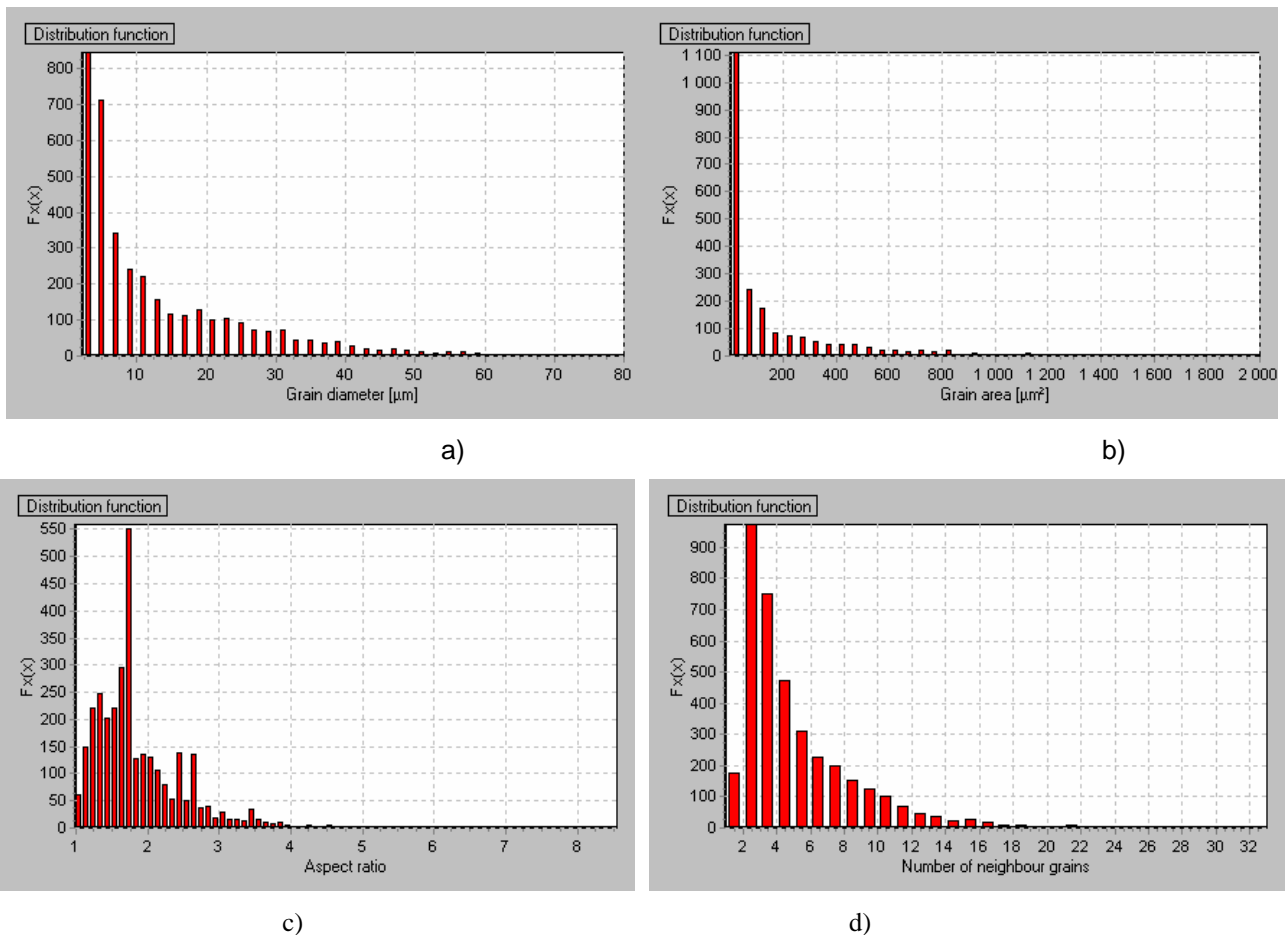


Figure 3 : Distribution de quelques paramètres morphologiques associés aux grains déterminés par l'analyse des champs d'orientations cristallines obtenus par EBSD et correspondant au champ de la figure 2b a) taille de grains, b) aire des grains, c) rapport de forme, d) nombre de grains voisins [Rupin, 07]

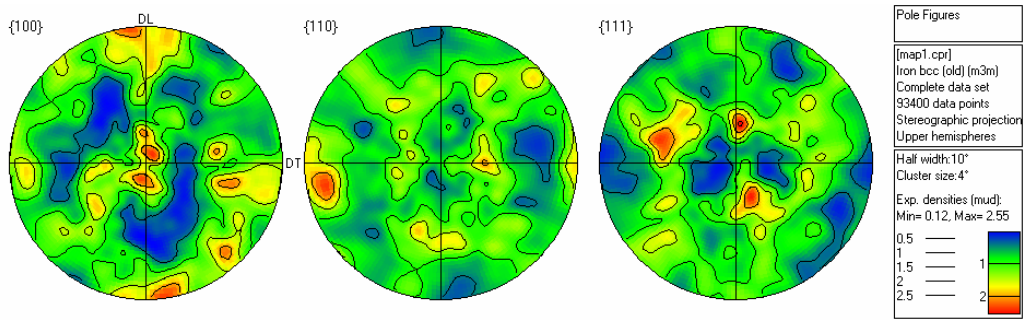


Figure 4a) texture de la phase ferritique correspondant à la microstructure de la figure 2. [Rupin, 07]

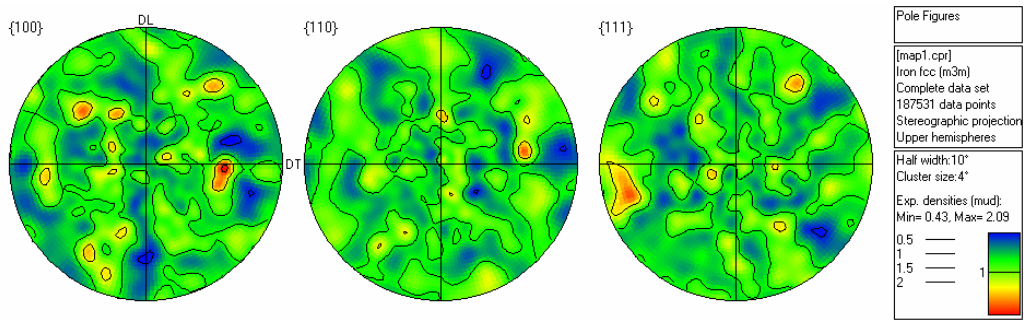


Figure 4b) texture de la phase austénitique correspondant à la microstructure de la figure 2. [Rupin, 07]

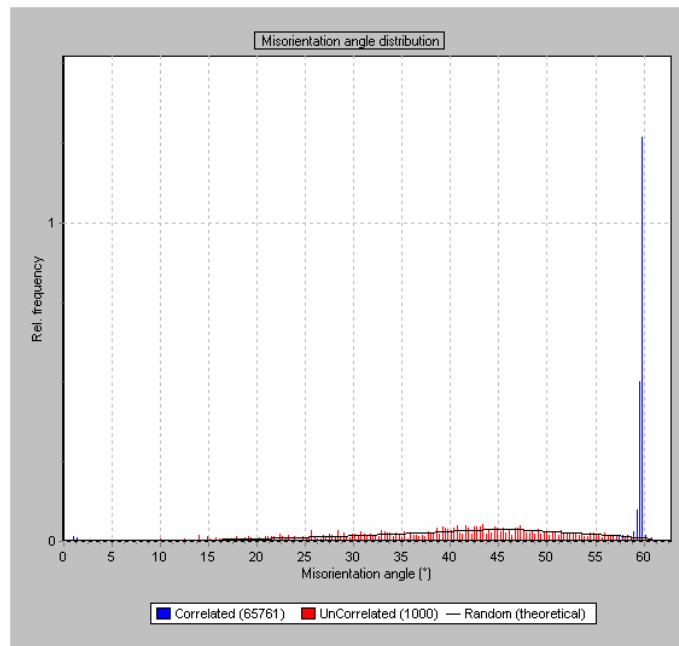


Figure 5. Distribution des désorientations au sein du champ représenté sur la figure 2. Mise en évidence d'un pic à 60°, signature de l'orientation privilégiée entre macle/matrice dans la structure CFC. [Rupin, 07]

La figure 6a représente un autre exemple de cartographie EBSD réalisée sur un échantillon monophasé de cuivre polycristallin issu d'une tôle laminée dont l'épaisseur finale est de 500 micromètres et dont la texture représentative de l'échantillon est représentée figure 6b. Les dimensions du champ de mesure sont de 368  $\mu\text{m}$  par 357  $\mu\text{m}$ , avec un pas de 1  $\mu\text{m}$  (thèse de C. Gérard). Sur la figure 6a, nous constatons la présence de macles de recuit, phénomène bien connu des métallurgistes, macles qui vérifient la relation de désorientation de 60° autour d'un axe  $\langle 111 \rangle$ .

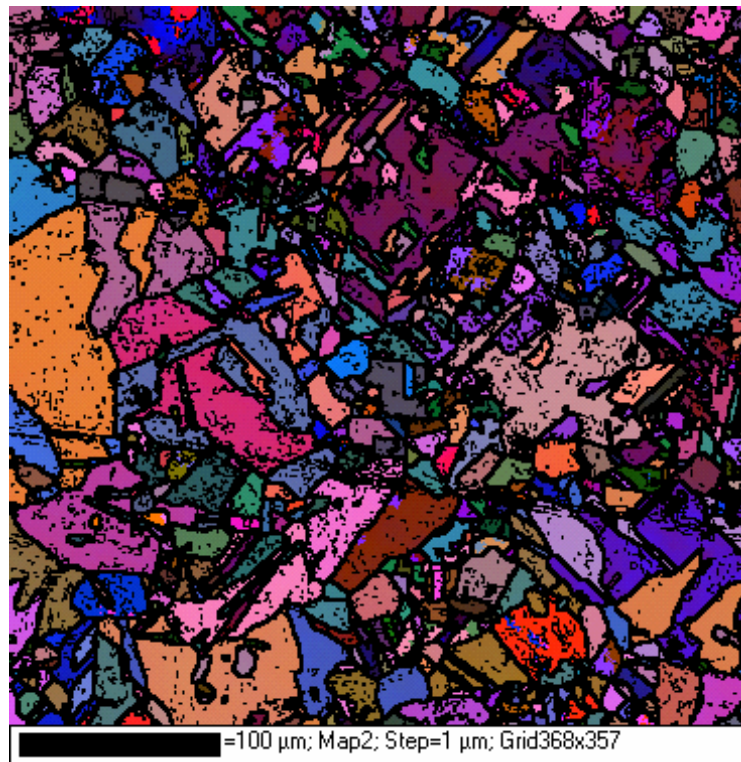


Fig. 6a ) Cartographie en fausse couleur des orientations cristallines d'un polycristal de cuivre. Observation des macles de recuit.

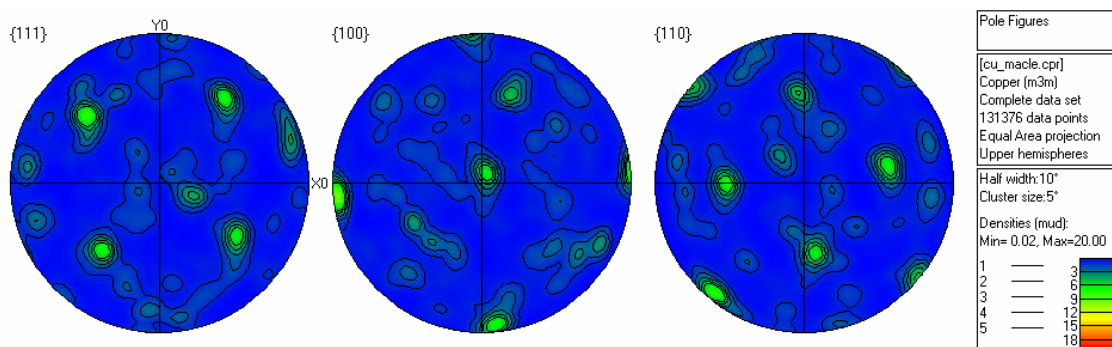


Fig. 6b). Texture associée à la mesure de champ de la figure 6a.

Afin d'imaginer la microstructure initiale (c'est-à-dire en l'absence de macles), il nous est alors facile d'éliminer ces dernières en remplaçant le triplet  $(\phi_1, \phi, \phi_2)$  des pixels associés aux macles par la valeur du triplet de la matrice correspondante. La figure 7a) nous donne une représentation de ce que serait alors la microstructure du matériau en l'absence de macle. Notons que la texture a évolué (fig. 7b). Un tel traitement, s'il peut ne pas être pertinent dans l'exemple traité, puisque les macles font partie intégrante de la microstructure du cuivre et que leurs joints peuvent/doivent ? être considérés, au sens de Hall et Petch, comme des barrières au mouvement des dislocations, contribuant ainsi à l'écroutissage du matériau, n'en demeure pas moins une bonne illustration de la manipulation des champs d'orientation obtenue par EBSD, pour peu que l'on s'intéresse à la matrice de changement de base.

Ces deux exemples permettent d'illustrer l'importance de la définition des critères pris en considération pour caractériser les microstructures, puisque deux observateurs, utilisant les mêmes outils mais ne prenant pas les mêmes critères peuvent aboutir à des conclusions foncièrement différentes sur la définition du VER.

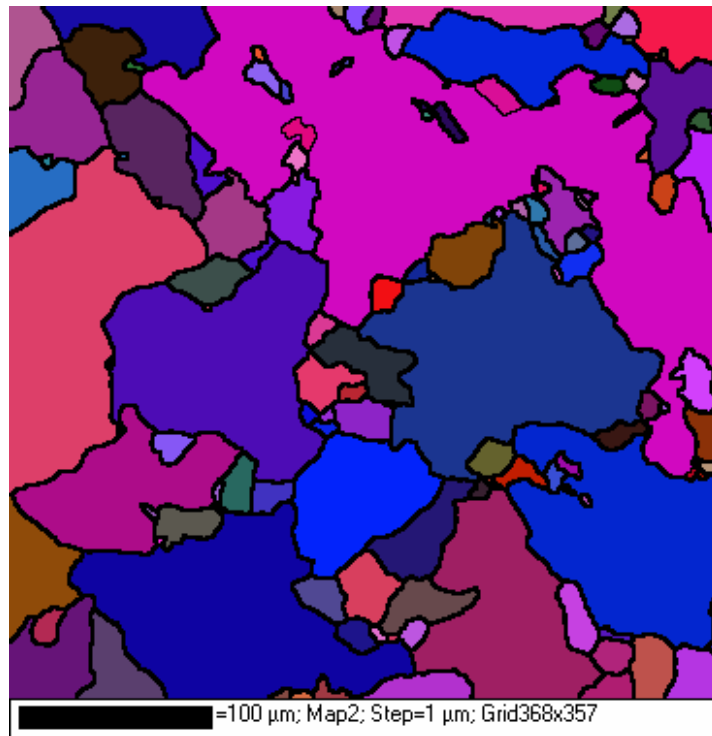


Fig.7a). Microstructure virtuelle sans macle associée au champ d'orientations de la figure 6a.

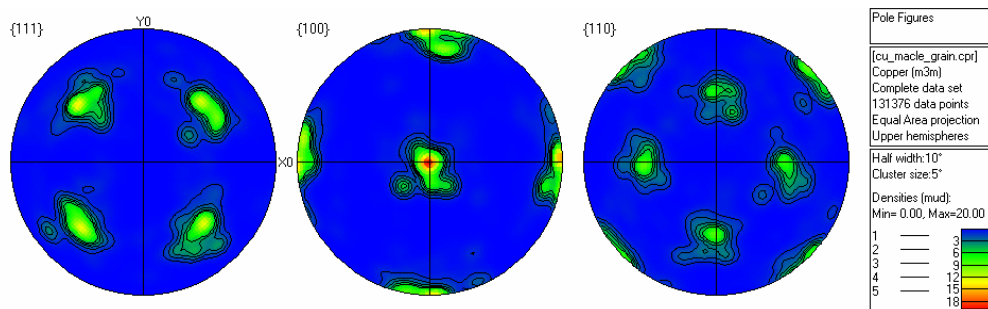


Fig. 7b) Texture des grains associée à la figure 7a.

Notons enfin que l'amélioration instrumentale qui a permis la mise en place des outils EBSD peut aussi se décliner pour les sources de rayonnement neutronique et/ou rayons X de nouvelles générations qui ont gagné à la fois en intensité (flux) mais aussi en résolution spatiale. Il faut toutefois avoir accès à une source synchrotron ou à un réacteur nucléaire expérimental pour en avoir l'usage. L'atout complémentaire de ces sources de rayonnements réside toutefois dans l'énergie des faisceaux utilisés qui permettent d'avoir accès certes à une mesure statistique globale mais aussi à une mesure volumique alors que l'EBSO ne donne accès qu'à un champ surfacique, ce qui pose toujours la question de la représentativité de l'observation de la surface vis-à-vis de la caractérisation volumique. Au-delà d'une analyse purement cristallographique, les faisceaux X de fortes énergies peuvent aussi donner accès à une visualisation tridimensionnelle de la microstructure pour peu que cette dernière soit composée de plusieurs phases (au sens de la composition chimique) avec des coefficients d'absorption des rayons X différents. L'augmentation du nombre de publications relatives à la tomographie 3D à partir d'images synchrotron en est la meilleure illustration (+20% depuis 2004 sur le site internet: [www.sciencedirect.com/science/search/database/navigator](http://www.sciencedirect.com/science/search/database/navigator)). Plus récemment, il est devenu possible [Fu, 03], [Juul Jensen, 06] de réaliser des images 3D à partir de techniques de diffraction en volume sur matériaux cristallins monophasés (3DXRD), ce qui revient à effectuer une mesure EBSD volumique.

Mentionnons enfin un autre outil qui a su profiter du développement de l'exploitation des clichés de Kikuchi, grâce à l'apparition de caméras numériques à haute résolution (Image Plate) : il s'agit du Microscope Electronique en Transmission (MET). L'acquisition à la fois de l'imagerie microstructurale et des diagrammes de Kikuchi permet d'obtenir là aussi une mesure statistique des orientations présentes dans la lame mince observée et de pouvoir comparer cette mesure obtenue toutefois sur un tout petit volume avec les informations obtenues sur de plus grandes surfaces en microscopie à balayage [Funderberger, 03].

Cette démarche expérimentale concernant l'utilisation de mesures de champs d'orientations cristallines doit bien évidemment pouvoir être appliquée à d'autres champs caractérisant les microstructures, qui ne sont pas forcément cristallines, comme, par exemple, les champs de composition chimique obtenus à partir de systèmes d'imagerie en énergie (EDS) ou en longueur d'onde (WDS). Ce nouvel exemple me permet de plus d'introduire la notion de complémentarité des outils de caractérisation au service de l'analyse multi-échelles

## 2.2 Intérêt du couplage MEB/MET ou la complémentarité des échelles d'observation.

L'un des points communs entre un MEB et un MET concerne l'utilisation d'un faisceau monochromatique d'électrons énergétiques pour sonder l'état de la matière. Et si la poire d'interaction, qui délimite le volume de matière sondé dépend à la fois de la taille du faisceau et de la tension d'accélération, elle dépend surtout de la densité électronique du matériau considéré. En ce qui concerne le rayonnement X, signature de la composition chimique du matériau étudié, la dimension de cette poire d'émissions est de l'ordre du  $\mu\text{m}^3$  pour des énergies de faisceau comprises entre 20 et 200 kV, soit la gamme d'énergie des MEB et des MET (figure 8). Toutefois, cette résolution spatiale est fortement améliorée à l'échelle du MET, grâce au fait que l'analyse s'effectue sur une lame mince de très faible épaisseur, neutralisant ainsi l'effet de la poire d'interaction puisque le volume de matière à analyser est de l'ordre de quelques centaines de nanomètres tout au plus.

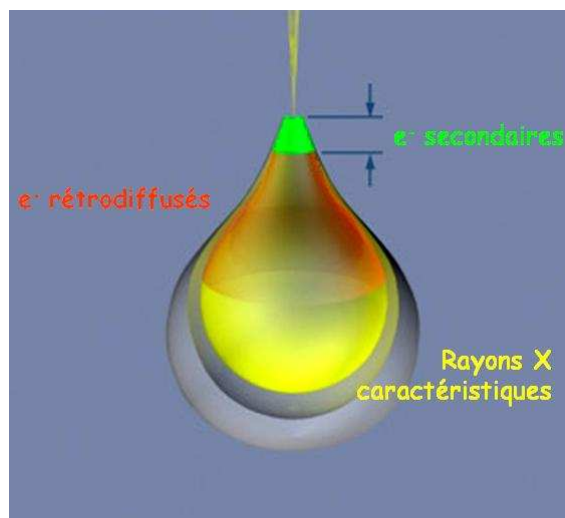
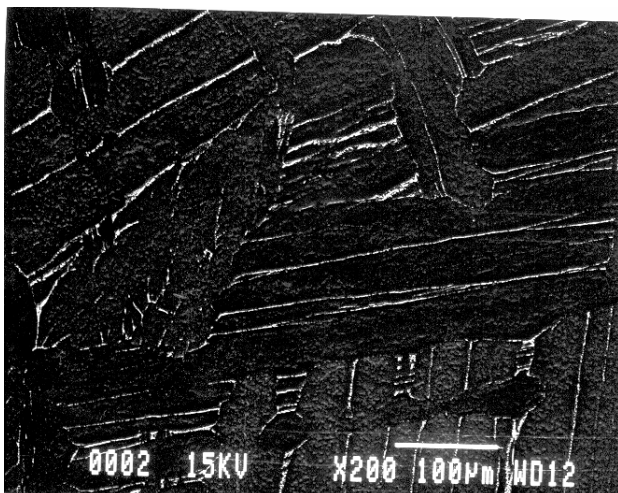


Fig. 8 : Domaine d'émission des diverses interactions entre le faisceau incident et le volume de matière analysé. La zone jaune représente un volume de l'ordre du  $\mu\text{m}^3$  (Copyright Oxford Instruments)

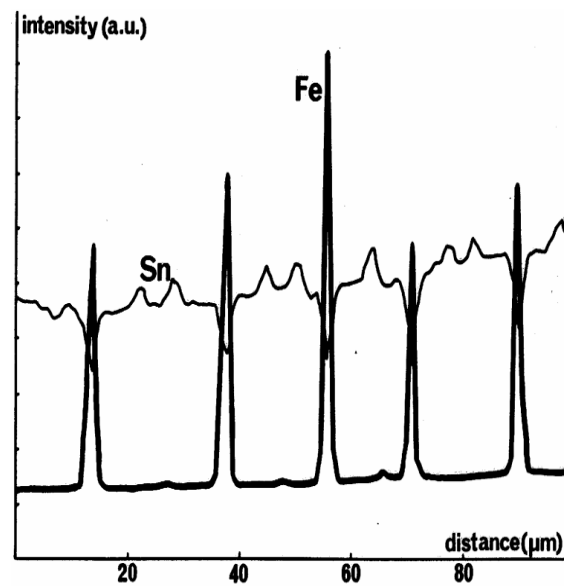
L'étude du zirconium grade 702 traité  $\beta$  (figure 9) permet d'illustrer cette complémentarité. Le traitement thermomécanique dans la phase haute température ( $T > 865^\circ\text{C}$ ) conditionne la microstructure finale dans les conditions de vitesse de refroidissement étudiées, à savoir  $15^\circ\text{C/s}$ . En effet, les vitesses de refroidissement étant relativement lentes, elles conduisent à la mise en place d'une transformation allotropique  $\beta \rightarrow \alpha$  (CC  $\rightarrow$  HCP) assistée par la diffusion des éléments bétagènes (Fe, Cr, Ni) du germe  $\alpha$  vers la phase  $\beta$  non transformée et réciproquement des éléments alphagènes (O, Sn) de la phase  $\beta$  vers le germe  $\alpha$ . Il en résulte alors une microstructure à grains lamellaires présentant un gradient de concentration d'éléments d'addition alphagènes au sein de chaque lamelle et la présence de précipités de type  $\text{Zr}(\text{FeCr}_{2x})$  au niveau des joints de lattes (cf. Fig. 10a et b) [Crepin, 95].



Fig. 9. Microstructure de zirconium 702, traité  $\beta$  après polissage électrolytique. Observation par microscopie optique en lumière polarisée [Crepin, 95]



a)



b)

Figure 10 : a) Révélation de la microstructure du zirconium grade 702 traité  $\beta$  après une attaque chimique. b) Profil de composition en fer et étain en travers des joints de lattes. Mise en évidence de la localisation du fer et d'une dépletion en étain au niveau des joints de lattes [Crepin, 95]

Si l'on caractérise ces précipités au moyen du MET (figure 11) on aboutit ainsi à la conclusion que ces derniers sont alignés le long des joints de lattes, qu'ils ont bien comme composition celle mentionnée dans la littérature [Van der Sand, 74] mais qu'ils forment un réseau discontinu dont la taille individuelle est de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres, comme indiquée dans la littérature.

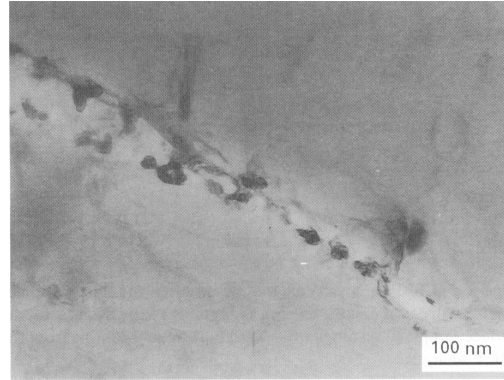


Figure 11 : Caractérisation des précipités de type  $Zr(FeCr_{2x})$  au MET [Crepin, 95]

Toutefois, dans le cas du Zr traité  $\beta$ , l'analyse MEB montre que ces précipités ont une taille caractéristique bien plus grande (cf. figure 12a). Cette différence morphologique dans la caractérisation de la microstructure nous a conduit à proposer une cartographie de composition chimique dans les zones épaisses de la lame mince, c'est-à-dire les zones non observables en terme d'imagerie électronique mais dont on pouvait caractériser le signal X, signature de la composition chimique. Les résultats de cette étude sont présentés figure 12b, où il apparaît que l'on passe d'un réseau discontinu de précipités dans la partie mince de la lame à un réseau continu dans la partie épaisse. Nous venons ainsi tout simplement d'illustrer la présence d'artefacts liés à l'épaisseur d'analyse qui, étant plus petite que la taille des précipités dans le cas du MET, n'en représente qu'une coupe conduisant ainsi à une caractérisation morphologique erronée de ces derniers. Il faut donc toujours chercher à assurer un certain recouvrement entre les échelles d'observation afin de garantir une représentativité des phénomènes observés.

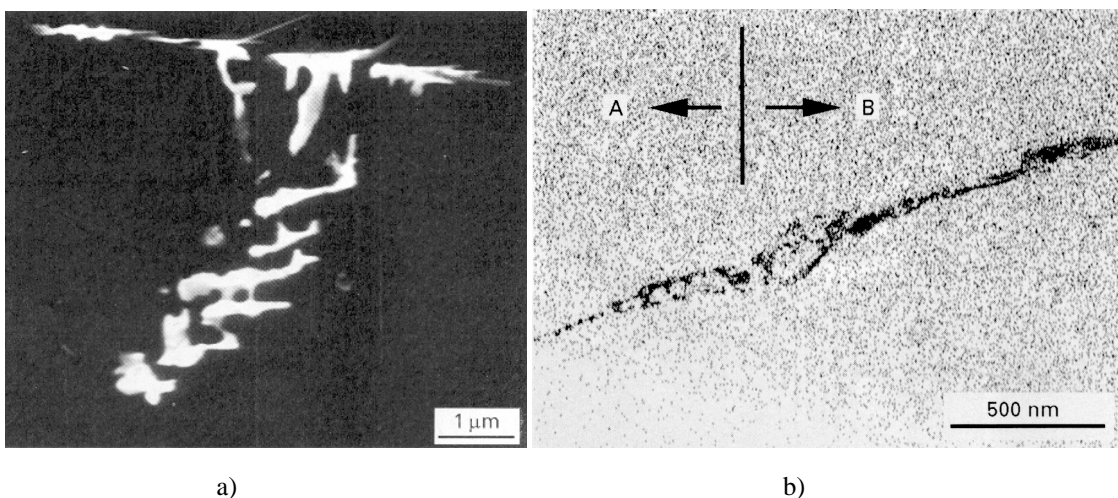


Figure 12 : Observation des précipités de type  $Zr(FeCr_{2x})$  a) au MEB. b) au MET. Cartographie chimique du fer effectuée dans l'épaisseur de la lame mince, passage d'un réseau discontinu à un réseau continu.

### 3. Caractérisation de mécanismes de déformation et d'endommagement.

Nous venons de voir l'intérêt de la complémentarité MEB/MET pour la caractérisation microstructurale des matériaux. Il en va de même pour l'identification des mécanismes de déformation plastique dès lors qu'il s'agit de glissement cristallin. En effet, ce mécanisme concerne le glissement de dislocations et se définit par la connaissance, à la fois, du vecteur de Burgers des dislocations et de la normale à leur plan de glissement. Si l'étude de la surface des échantillons en microscopie électronique à balayage permet de visualiser la trace des plans de glissement, la connaissance du triplet d'angles d'Euler associé au grain considéré permet d'identifier la famille des plans de glissement qui lui est associée. En toute rigueur, il nous faudrait observer deux plans de coupe pour identifier sans ambiguïté un plan cristallin dans l'espace, mais souvent une seule trace est suffisante du fait du peu de systèmes de glissement faciles dans les matériaux de structure cubique à faces centrées (4 plans de glissement) ou hexagonale compacte (10 plans de glissement) par exemple. Toutefois, il nous est impossible de caractériser le vecteur de Burgers des dislocations par cette technique, et si dans le cas du glissement prismatique ou basal pour les matériaux de structure hexagonale, cela ne pose pas de problème car il n'y a qu'un seul type de dislocations par type de plans cristallins, ce n'est plus le cas pour les systèmes pyramidaux, qui peuvent être des plans de glissement pour les dislocations de type  $\langle a \rangle$  ou  $\langle c+a \rangle$  de la structure hexagonale. Une étude MET est donc nécessaire pour identifier la nature du vecteur de Burgers des dislocations via l'utilisation de la règle d'extinctions  $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$  entre le vecteur de Burgers de la dislocation et le vecteur d'onde sélectionné. L'utilisation de l'indexation des clichés de Kikuchi permet là aussi d'accélérer les études puisque permettant sous condition de platine motorisée eucentrique, de positionner automatiquement le porte-échantillon vis-à-vis du faisceau incident dans les conditions d'extinction [Funderberger, 03], [Zaefferer, 00], ce qui donne accès à la réalisation d'études statistiques représentatives des mécanismes activés au sein de la microstructure. Pour peu que les dislocations soient courbées, l'analyse MET permet d'identifier directement le plan de glissement de ces dernières. Toutefois attention là aussi aux artefacts : Ferrer [Ferrer, 00] a ainsi pu mettre en évidence le rôle du glissement dévié dans le comportement mécanique en température du zirconium. Puisque sur la figure 13a), seules sont observées des dislocations courbées de type  $\langle a \rangle$  et que l'identification du plan de courbure indique que ces dernières sont localisées dans les plans pyramidaux de premier espèce, nous pourrions alors en conclure qu'il s'agit là de glissement pyramidal, or l'analyse effectuée au MEB, des traces des plans de glissement sur la surface de l'éprouvette a permis de démontrer qu'il s'agissait en fait de glissement dévié des plans prismatiques (symbolisés par le trait bleu) vers les plans pyramidaux (symbolisés par le trait rouge) cf. figure 13b). L'aspect trop local de l'analyse MET, dû à la taille des échantillons, couplé au fait que les dislocations observées concernent ce qui est resté dans la lame mince et pas forcément ce qui a majoritairement participé à la déformation plastique peut donc conduire à une interprétation erronée de la nature des mécanismes mis en jeu. Comme pour l'analyse des champs de composition chimique, il faut veiller à s'assurer de la continuité des phénomènes observés lors du changement d'échelles de caractérisation.



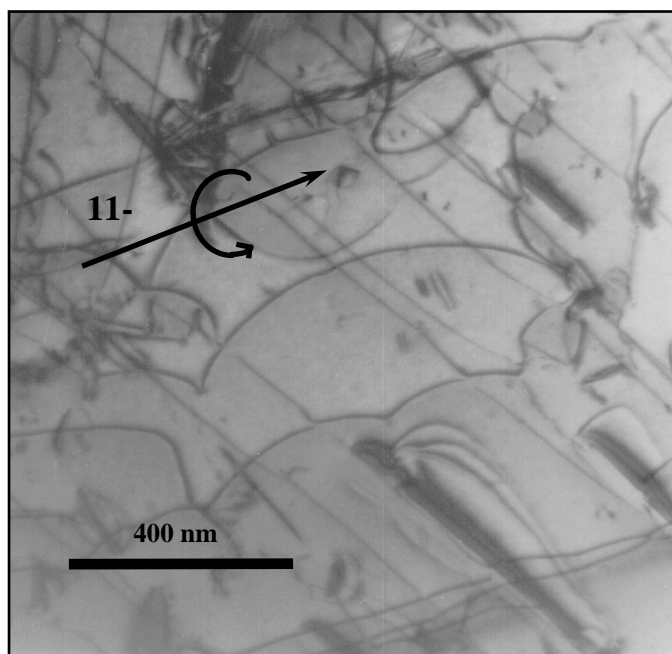


Figure 13a) : Observation de deux systèmes de dislocation de type  $\langle a \rangle$ , dont l'un est courbé dans un plan pyramidal de premier espèce. Axe  $\langle c \rangle$  perpendiculaire au plan de la lame mince [Ferrer, 00].

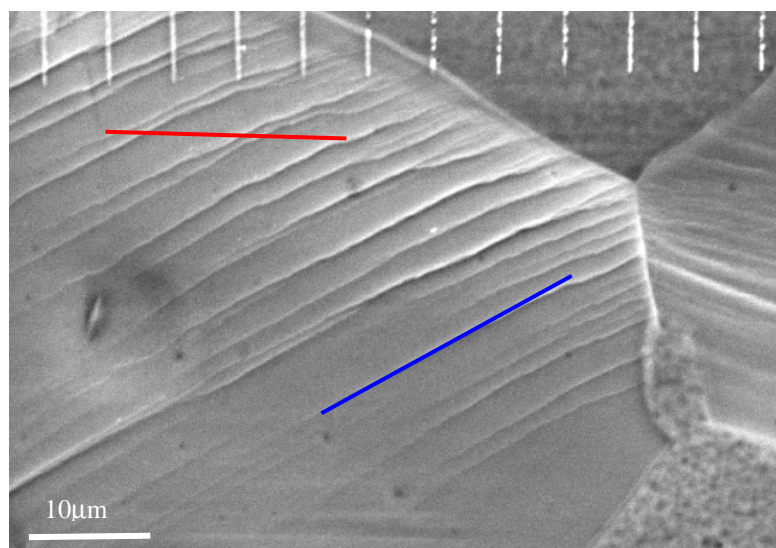


Figure 13b) Traces de glissement correspondant à une famille de plans prismatiques (trait bleu) avec déviation dans un des deux plans pyramidaux associés (trait rouge). Analyse effectuée par EBSD [Ferrer, 00]

### 3.1 Exemple de couplage entre caractérisation microstructurale et mécanismes de plasticité

Enfin, la corrélation entre la caractérisation microstructurale (orientation cristalline + composition chimique) et l'observation des mécanismes de déformation peut s'avérer très pertinente pour expliquer la localisation de ces derniers, dès lors que leur activation dépend de la concentration en élément d'addition [Crepin, 95]. Dans l'exemple précédent concernant le zirconium traité  $\beta$ , nous avons mis en évidence l'existence d'un gradient de composition chimique, perpendiculairement aux joints de lattes, dû au traitement thermomécanique subi par le matériau (figure 10b). Cette localisation des éléments chimiques n'est pas sans conséquence, car les éléments alphas, comme l'étain et l'oxygène, jouent un rôle de « durcisseur » vis-à-vis des systèmes de glissement observés dans la structure hexagonale ce qui se traduit par une augmentation de leur cission critique. Ce phénomène s'avère être de première importance en ce

qui concerne les systèmes de glissement prismatique, puisque l'un des trois plans prismatiques se trouve être parallèle aux joints de lattes, conséquence de la transformation allotropique  $\beta \rightarrow \alpha$  comme présentée par Burgers [34], d'où l'existence d'un gradient de propriétés mécaniques au sein même du grain (en l'occurrence de la latte) conduisant à une localisation du glissement prismatique le long de ces derniers (cf. figures 14 a et b). Dans cet exemple, obtenu sur matériau industriel, c'est le couplage d'un ensemble de technique (EBSD + EDS/WDS) et d'échelles d'investigation (MEB/MET) qui a permis de mettre en évidence une telle corrélation entre gradient de composition chimique et hétérogénéités de déformation. La conséquence d'une telle hétérogénéité se traduit par l'apparition d'un endommagement précoce et fortement localisé (cf. fig. 15) accélérant la ruine du matériau par coalescence de cavités.



Figure 14a) Mise en évidence au moyen de la technique d'oxydation ménagée d'un gradient de composition chimique en oxygène au sein des lamelles de zirconium. Localisation du glissement prismatique le long des joints de lattes dans les zones appauvries en éléments d'addition alphas. [Crépin, 95]

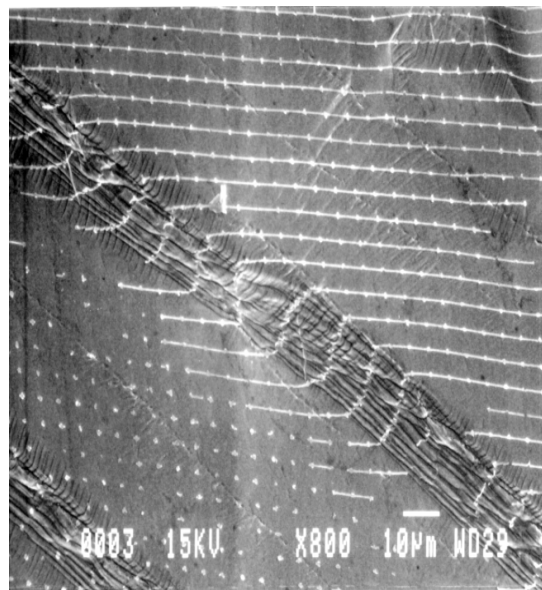


Figure 14b. Mise en évidence de la forte hétérogénéité de la déformation, avec la localisation du glissement prismatique le long d'un joint de lattes. La déformation locale est de l'ordre de 100% alors que la déformation macroscopique n'excède pas 15% [Crépin, 95]

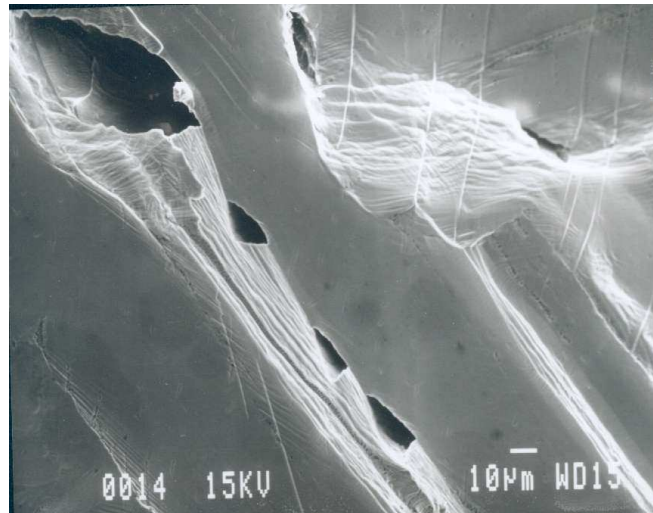


Figure 15 : Localisation de l'endommagement le long des lignes de glissement intense. [Crépin, 95]

### 3.2. Apport des essais in situ pour la caractérisation des mécanismes de déformation et d'endommagement.

Le microscopie électronique à balayage n'est pas seulement un outil non destructif de caractérisation des microstructures ou d'identification post-mortem des mécanismes de déformation observés sur la surface des échantillons, il permet aussi d'effectuer des observations de la surface au cours d'essais mécaniques réalisés dans sa chambre. Nous parlerons alors par abus de langage d'essais in situ. En effet, du fait des conditions d'observation nécessitant l'utilisation de nombreux détecteurs (SE, BSE, EDS, EBSD,...) qui sont, pour la plupart, positionnés au dessus de l'échantillon afin de récupérer un signal maximal, le volume des chambres des microscopes électroniques est relativement important, permettant ainsi d'y développer des moyens de sollicitation spécifiques. Les figures 16a et b représentent les moyens de sollicitation originaux développés pour la chambre d'un microscope Jeol JSM845. Il s'agit de moyens uniaxiés (de traction, compression, flexion) d'une capacité de 5000N et biaxiés (traction/compression et torsion) d'une capacité de 10000N et 50 N.m. Si nous avons opté pour des machines relativement imposantes contrairement à la plupart des matériels actuellement revendus sur le marché, c'est dans un souci de privilégier les capacités de chargement pour solliciter des échantillons massifs mais aussi de pouvoir équiper ces mêmes échantillons de détecteurs supplémentaires de type extensomètre (cf. figure 16a), capteur acoustique [Ganne, 02], fours [Ferrer, 00] ou système de rotation permettant l'observation de toutes leurs surfaces ou la pratique d'une analyse EBSD en cours de chargement. L'intérêt des essais in situ concerne donc le fait que l'on puisse suivre l'évolution (la cinétique) des mécanismes de déformation et/ou d'endommagement au cours de la sollicitation imposée. Par exemple, les figures 17 illustrent ce point en représentant, pour du zirconium traité  $\beta$ , la succession des étapes qui conduisent à l'épaississement d'une macule lenticulaire de la famille {10-12} en fonction du chargement macroscopique appliqué. L'observation du cisaillement des barreaux de grille permet d'en suivre l'évolution.

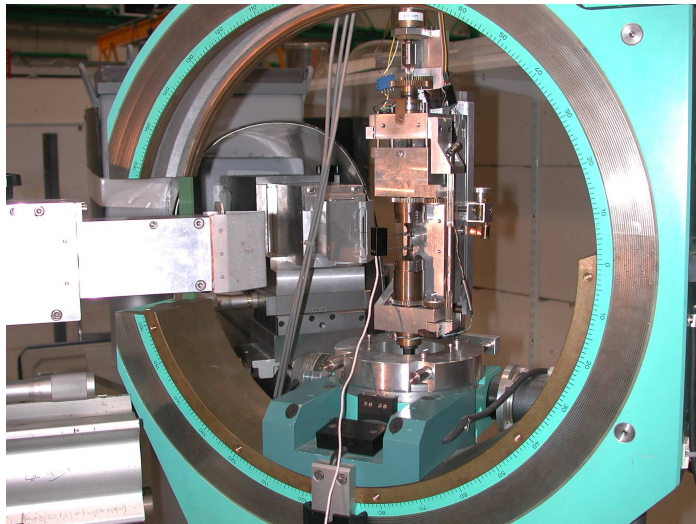


Figure 16a) Machine de traction uniaxiale développée pour le Jeol JSM845 et adaptée ici pour le berceau d'Euler du poste G5.2 du LLB pour essais in situ sous rayonnement neutronique au réacteur Orphée du CEA Saclay, (coll M. Cerretti).

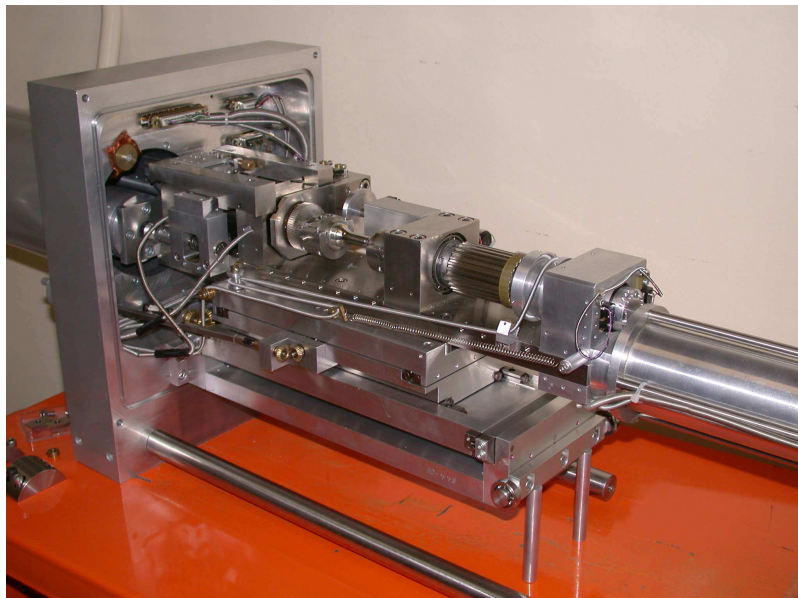
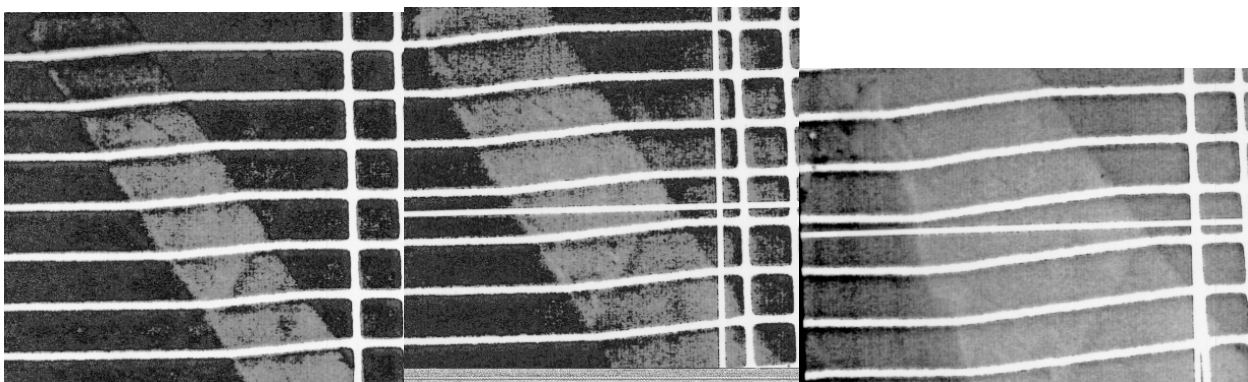


Figure 16b) Machine d'essais biaxiés traction/torsion sur son berceau en configuration MEB Jeol JSM845.



a)  $\epsilon < 1\%$

b)  $2\% < \epsilon < 3\%$

c)  $3\% < \epsilon < 4\%$

Figure 17 : Suivi de l'épaississement d'une macule lenticulaire dans du zirconium 702 traité  $\beta$  sous sollicitation uniaxiale. L'axe de sollicitation est vertical [Crépinb, 95]

Un autre avantage des essais in situ concerne l'observation des mécanismes sous charge et plus particulièrement leur réversibilité dans le cas d'un chargement cyclique comme illustré par les figures 18a et 18b. Il apparaît en effet très clairement que les deux systèmes de maclage de type (11-21)<11-2-6> observés en traction dans du zirconium 702 traité  $\beta$  (soit au cours du premier quart de cycle correspondant à un taux de déformation égal à 0,8%) tendent à disparaître lorsque la sollicitation est inversée de façon proportionnelle (ce qui correspond au troisième quart du cycle de chargement, soit  $\epsilon=-0,8\%$ ) (fig. 18b). Ce phénomène reproductible s'accompagne d'une dissipation énergétique qui se traduit par une émission acoustique caractéristique du maclage/démaclage comme rapporté dans [Crépin, 00]. Toutefois, si l'on caractérise l'échantillon après un cycle complet, l'observation de sa surface pourrait nous conduire à des interprétations erronées, du fait de l'atténuation voire de la disparition de la trace des macles qui sont activées lors du chargement. Cependant, c'est la succession de la réversibilité de ces mécanismes au cours des cycles qui conduit à la ruine prématurée de l'échantillon par amorçage d'une fissure sur les nouvelles interfaces définies par les joints de macles (figure 19). Un autre inconvénient de l'observation hors charge et donc du démontage de l'échantillon après essai mécanique réside dans les conditions de reprise de l'essai. Le démontage de l'échantillon à des fins d'observation se traduit, en effet, par un arrêt de la machine au 0 de force et non au 0 de déformation, ce qui peut introduire si l'on n'y prend garde, un effet rochet artificiel modifiant ainsi l'interprétation que l'on pourrait avoir du comportement du matériau vis-à-vis de la sollicitation supposée appliquée. Enfin, du point de vue de l'observation des mécanismes d'endommagement et de la propagation de fissures, les essais in situ permettent la détermination de la cinétique de croissance de cavité en fonction du chargement imposé [Crépin, 96]. La figure 20a) représente, par exemple, la croissance d'une cavité de forme hexagonale observée dans du zirconium traité  $\beta$  (figure 20b). La cinétique correspondante est extrêmement rapide car associée à la création de surface libre par l'activation, deux à deux, des systèmes de glissement prismatique. Enfin, il est possible de déterminer les vitesses de propagation des fissures en fonction des paramètres macroscopique de chargement appliqué et du nombre de cycles effectués et d'identifier ainsi les coefficients C et n de la loi de Paris ( $da/dN = C\Delta K^n$ ). [Doquet, 07].

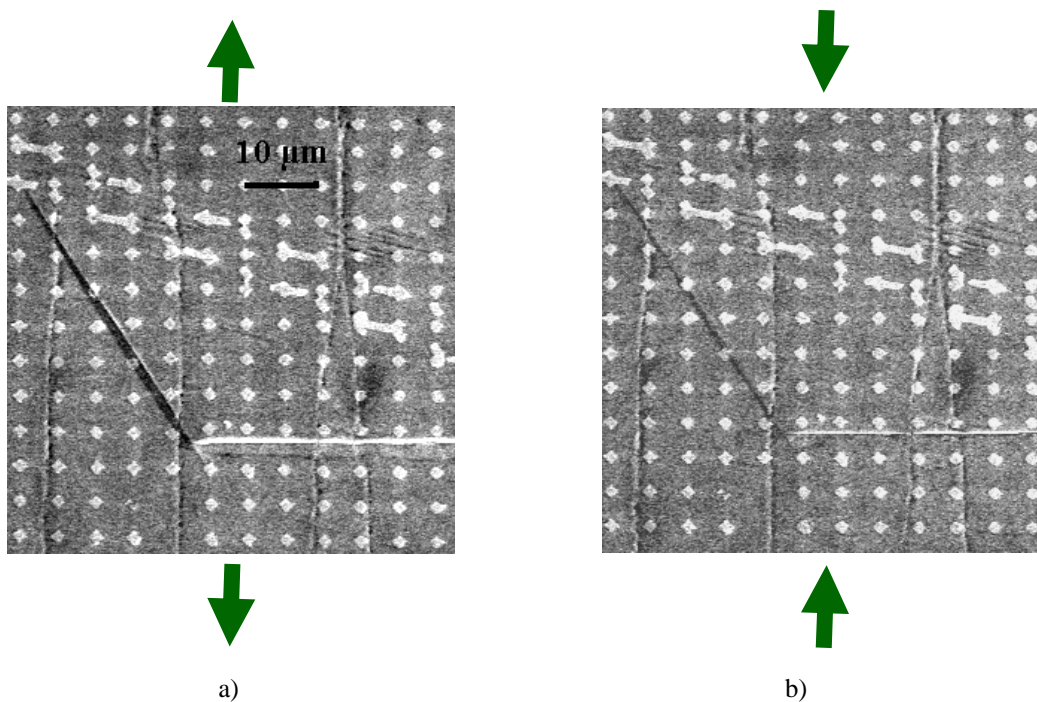


Figure 18 : Observation du phénomène de maclage/démaclage dans un échantillon de zirconium grade 702 traité  $\beta$ . [Crépin, 00]. Chargement macroscopique  $\Delta\epsilon = \pm 0,8\%$

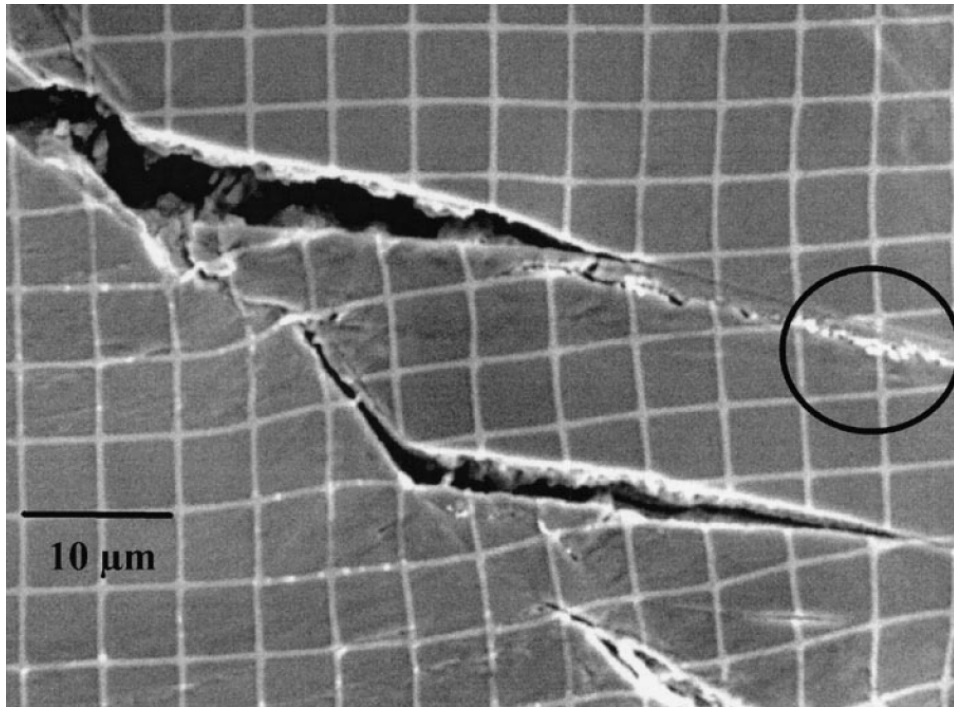


Figure 19 : Rupture de l'interface macle/matrice. Amplitude de déformation  $\Delta\epsilon= 1,6\%$  , Nombre de cycles avant rupture : 377. Cercle : Extrusion de matière liée au cyclage maillage/démaillage [Crépin, 00].

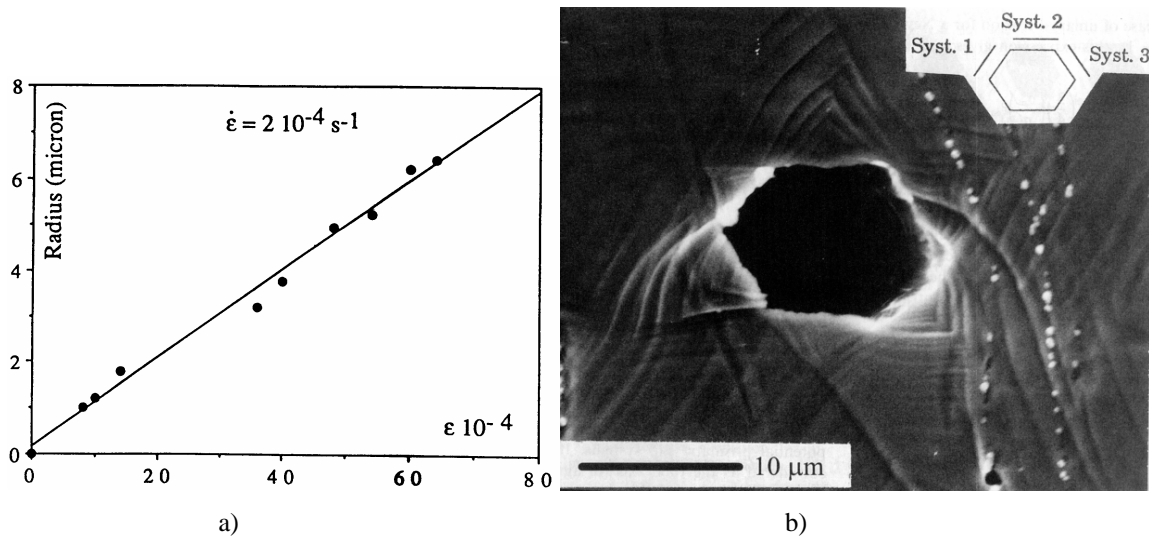


Figure 20 : Cinétique de croissance de cavité hexagonale observée in situ sous MEB. [Crépin. 96]

### 3.3 Apport de la mesure de champ cinématique à l'analyse du comportement mécanique des matériaux

Un autre point, historiquement lié aux essais in situ, car couplant essais mécaniques et moyen d'imagerie, concerne les méthodes de mesure de champs cinématiques. En effet, la caractérisation des mécanismes de déformation et d'endommagement vus précédemment conduit à la mise en évidence de la notion d'hétérogénéité de leur répartition spatiale au sein de la microstructure, ce qui nous amène à discuter de l'importance de leur contribution vis-à-vis de l'hétérogénéité de déformation et/ou de la ruine du matériau. C'est pourquoi, dès lors que l'on s'intéresse aux mécanismes de déformation intragranulaire (glissement plastique, maillage) et/ou intergranulaire (glissement aux joints

de grains), il apparaît nécessaire d'effectuer des mesures de champs cinématiques à une échelle inférieure à celle des éléments constitutifs de la microstructure préalablement caractérisée, à savoir les grains dans le cas des polycristaux. Les travaux successifs de L. Allais [Allais 94], M. Bornert [Bornert, 96], et P. Doumalin [Doumalin, 00] et [Doumailin, 03] ont conduit mon opération de recherche à se doter de moyens de mesure par corrélation d'images numériques et à développer le logiciel Correlmanuv, devenu un outil de base de la plupart des dépouillements d'essais multi-échelles réalisés au LMS. Je tiens à remercier tout particulièrement Michel Bornert pour sa contribution vis-à-vis du développement des techniques de corrélation d'images numériques et pour son travail de recherche concernant, entre autre, la définition de la notion de mesure (précision, résolution, bases de mesure). C'est donc en grande partie grâce à son travail et à celui de Daniel Caldemaison, que nous pouvons dire aujourd'hui que les microscopes électroniques à balayage sont « presque » des instruments de mesure.

Les outils de corrélation d'images sont basés sur la reconnaissance du niveau de gris, défini sur un sous-domaine, entre points homologues de deux images obtenues entre deux configurations matérielles, généralement représentant deux états distincts de déformation au cours du temps. Cet appariement s'effectue par minimisation d'une fonction de corrélation sur le sous-domaine considéré. Afin d'augmenter le contraste à l'échelle intragranulaire, souvent de niveau de gris uniforme, il a fallu développer une technique originale de marquage des surfaces inspirée des techniques de lithographie électronique utilisées dans l'industrie des semi-conducteurs. Il s'agit, à l'aide du faisceau électronique du MEB, d'insoler une résine électro-sensible qui recouvre l'ensemble de l'échantillon afin de créer un masque permettant de mettre localement à nu, à l'aide d'une dissolution chimique sélective, le métal sous-jacent. Ensuite, une double opération de pulvérisation cathodique et d'évaporation sous vide nous permet de déposer sur la surface de l'échantillon une grille d'or de pas micrométrique renforçant ainsi le contraste local tout en le maîtrisant (cf. figure 21).

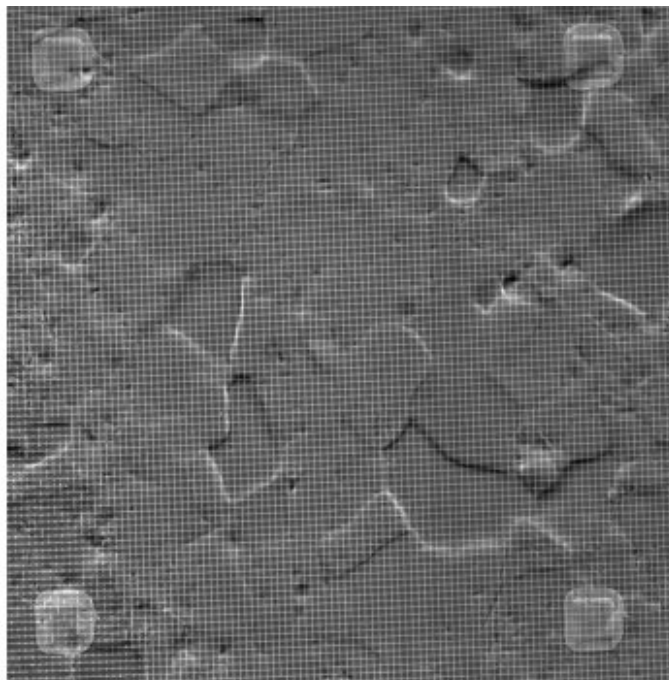


Figure 21 : Exemple de microgrille de pas de  $2\mu\text{m}$  sur du zirconium grade 702. [Dexet, 06]

Pourquoi de l'or? Parce qu'il s'agit d'un métal très ductile qui suit la déformation du matériau sous-jacent et qui

présente un bon contraste chimique (numéro atomique élevé) vis-à-vis de la plupart des matériaux étudiés conduisant ainsi à l'obtention d'images contrastées entre la microgrille et le substrat ; l'éprouvette est donc ainsi dotée de repères liés à sa microstructure, nous permettant de définir une mesure de champs cinématiques à l'échelle intragranulaire à condition que le pas de la grille soit plus petit que la taille de grain ; d'autre part le marquage ayant lieu sur une surface importante de l'échantillon (quelques millimètres carrés), la moyenne des déformations de l'échelle locale doit être équivalente à la mesure macroscopique, permettant ainsi de définir le VER mécanique.

La figure 22, issue de la thèse de M. Dexet [Dexet, 06] représente le champ correspondant à la déformation équivalente au sens de Mises du tenseur des déformations qui est obtenu sur une base de mesure de  $4\mu\text{m}$  pour un chargement en déformation macroscopique de 5%. La présence d'une très forte hétérogénéité de déformation au sein de la microstructure apparaît très clairement, puisque la plage des déformations locales s'étend entre 0 et 10%, la moyenne de ce champ étant égale à la valeur macroscopique, soit 5%. L'analyse statistique de la distribution de ces mesures permet par exemple d'en déterminer la valeur moyenne et l'écart type caractérisant ainsi partiellement la notion d'hétérogénéité. Nous constatons de plus que ces hétérogénéités ne sont pas réparties aléatoirement dans l'image mais qu'elles sont principalement orientées suivant des directions privilégiées que nous qualifierons de bande de localisation. L'utilisation de fonctions d'autocorrélation à deux points d'appui, [Doumalin, 2003], [Elbachiri, 2007], initialement développées pour l'analyse des matériaux biphasés [Bornert, 1996] permet de déterminer les grandeurs caractéristiques relatives à la portée de ces bandes (morphologie, orientation, ...) (cf. figure 23).

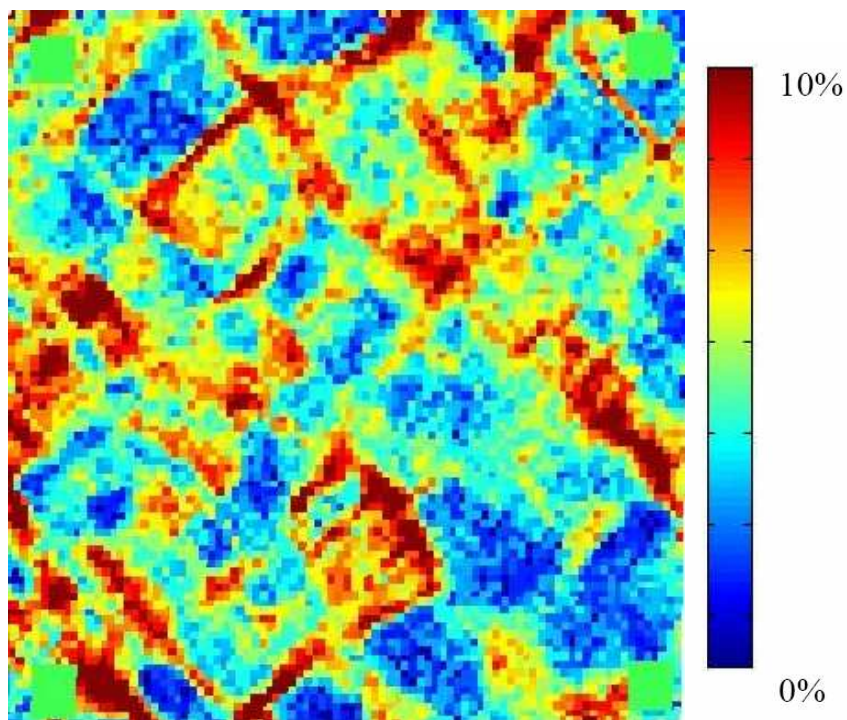


Figure 22 : Champ de déformation  $\epsilon_{eq}$  (%) obtenu après un essai de traction suivant la direction 1et associé à la zone de la figure 21. [Dexet, 06]



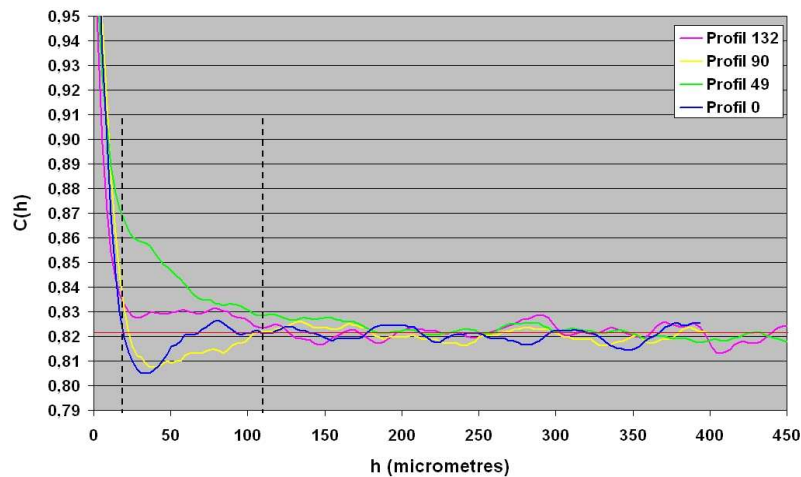


Figure 23 : Profils caractéristiques des covariogrammes,  $C(h)$ , obtenus à 280°C pour une éprouvette de zirconium grade 702 sollicitée à 60° de la direction de laminage. [Dexet, 06]. Les profils à 0° et 90° correspondent aux directions horizontale et verticale de la figure 22.

S'il apparaît que ces bandes se manifestent majoritairement pour des orientations proches de +/- 45° vis-à-vis de la direction de sollicitation, ces mesures statistiques permettent en plus de relier la portée de ces localisations à la taille caractéristique de la microstructure en l'occurrence les grains dont le diamètre a été évalué à 15µm. Les tableaux 3 et 4, issus de la thèse de M. Dexet illustrent l'évolution des paramètres géométriques de ces localisations en fonction de la direction de sollicitation et de la température de l'essai. Si nous observons une évolution des caractéristiques géométriques en fonction de la température, nous constatons surtout que les longueurs caractéristiques des bandes de localisation sont toujours bien plus grandes que la taille de grains ; par contre leur largeur est du même ordre de grandeur que cette dernière. Cette observation permet donc de mettre en évidence un phénomène coopératif de déformation entre les grains à méso-échelle (7-10 grains).

Direction de sollicitation	Orientation des bandes vis-à-vis de l'axe de traction		Dimensions des bandes		
			Largeur (µm)	Longueur (µm)	Longueur (nbr de grains)
0°	57°	128°	15	80	5.3
30°	57°	128°	14	73	4.9
45°	50°	130°	14	70	4.7
60°	45°	135°	14	71	4.7
90°	45°	135°	15	105	7.0

Tableau 3 : Caractérisation géométriques des bandes de localisation pour du zirconium 702 déformé en traction à 280°C. [Dexet, 06]

Direction de sollicitation	Orientation des bandes vis-à-vis de l'axe de traction		Dimensions des bandes		
			Largeur ( $\mu\text{m}$ )	Longueur ( $\mu\text{m}$ )	Longueur (nbr de grains)
0°	50°	130°	17	95	6.3
30°	50°	130°	13	105	7.0
45°	49°	133°	14	105	7.0
60°	49°	132°	14	109	7.3
90°	48°	133°	12	112	7.5

Tableau 4 : Caractérisation géométriques des bandes de localisation pour du zirconium 702 déformé en traction à la température ambiante. [Dexet, 06]

#### 4 Corrélation entre champ de déformation, mécanismes de déformation et microstructure.

Ce phénomène de bandes de localisation observé sur plusieurs nuances d'alliages de zirconium (grade 702, Zr4, M5<sup>®</sup>) quel que soit leur état métallurgique (détendu ou recristallisé) est aussi observé sur la plupart des métaux et alliages polycristallins que j'ai pu étudier (TiAl, Cuivre, acier biphasé, ...) avec une variation de la longueur de la portée des bandes comprise entre 5 et 10 fois la taille de grain. Ce phénomène implique donc que le monocristal plongé au cœur du polycristal ne peut être vu comme une entité indépendante de son voisinage immédiat (l'immédiat pouvant s'étendre sur la dizaine de grains voisins). Une explication qualitative de ces phénomènes de localisation peut être fournie dès lors que l'on s'intéresse non pas au champ des orientations cristallographiques mais à la distribution des mécanismes activés au sein de la microstructure. Ces derniers peuvent être représentés, pour la plupart des alliages polycristallins de structure CFC ou hexagonal, compacte par la distribution des facteurs de Schmid associés. Ce champ, appelé communément cartographie des facteurs de Schmid, associe la connaissance de l'orientation des grains vis-à-vis du repère échantillon à la projection du chargement macroscopique appliqué dans le repère lié au grain considéré. Il s'agit là d'un premier couplage entre la caractérisation microstructurale et le comportement mécanique, qui fait toutefois l'hypothèse forte de la validité de la loi de Schmid et celle d'un chargement local homogène au sein de la microstructure et équivalent au chargement macroscopique, correspondant à l'hypothèse statique des modèles de changement d'échelles. La figure 24 représente ainsi à partir de l'évaluation d'un critère de contrainte critique d'activation du glissement prismatique, fixé à 0,4 fois la contrainte macroscopique appliquée, la répartition de deux populations de grains ("durs" en vert et déformables plastiquement en gris) au sein de la microstructure d'un alliage de zirconium 702 recristallisé pour une sollicitation de traction simple suivant la direction de laminage (a) et suivant la direction transversale (b). Dans les deux cas de sollicitation effectués à la température ambiante, l'activation du glissement prismatique comme principal mécanisme responsable de la plasticité du matériau a été vérifiée. Il apparaît clairement que la vision que l'on peut avoir du comportement mécanique d'un tel polycristal est différente suivant la direction de sollicitation. Pour une sollicitation suivant la direction de laminage, cette vision sera en effet plutôt du type matrice molle avec quelques inclusions dures réparties en son sein alors que pour une sollicitation en sens travers, ce sera plutôt une vision biphasée (phase verte, phase grise) avec un comportement macroscopique qui dépendra de la répartition des deux phases. En aucun cas, il ne s'agit d'un assemblage de grains d'orientations cristallographiques choisies de façon aléatoire, comme pourrait le laisser supposer une vision attachée à l'utilisation de modèles autocohérents, pour lesquels chaque famille de grains, définie par leur orientation cristallographique, est plongée dans

un milieu homogène équivalent représentant les propriétés effectives macroscopique de l'agrégat considéré. Cette étude a donc comme but principal de sensibiliser le lecteur à l'idée que l'on se fait de la nature d'un polycristal vis-à-vis de la répartition des mécanismes de plasticité activés, les joints de grains ne formant pas forcément des barrières infranchissables aux mécanismes de déformation comme illustré par la figure 25.

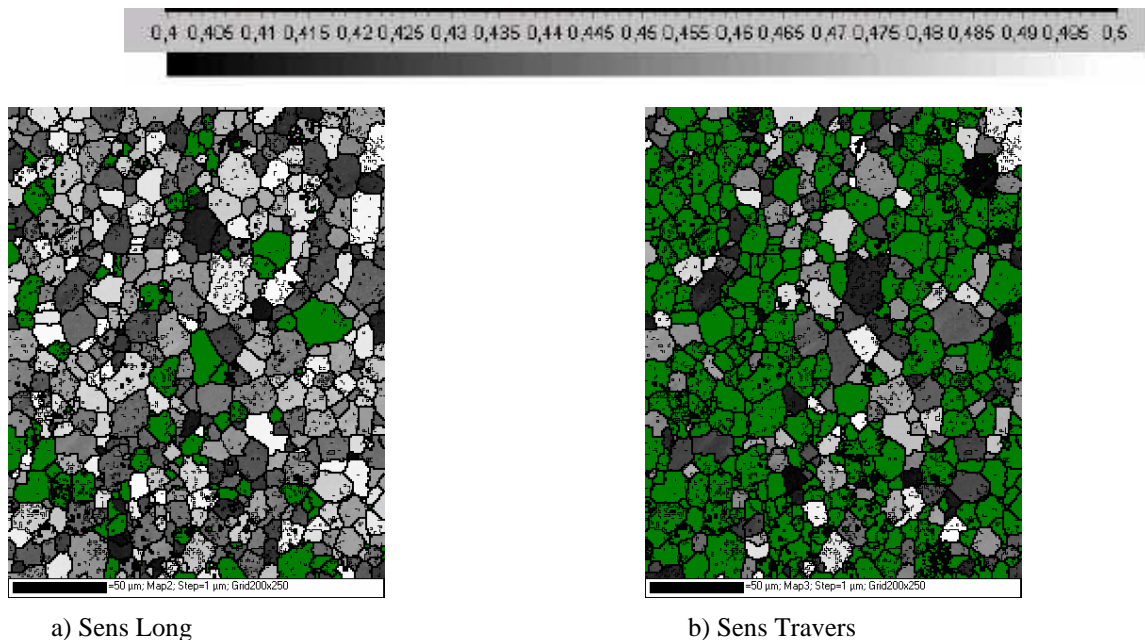


Figure 24 : Visualisation de la répartition des grains « durs » en vert au sein de la microstructure d'un alliage de zirconium grade 702 recristallisé. Le critère d'écoulement local retenu correspond à 0,4.

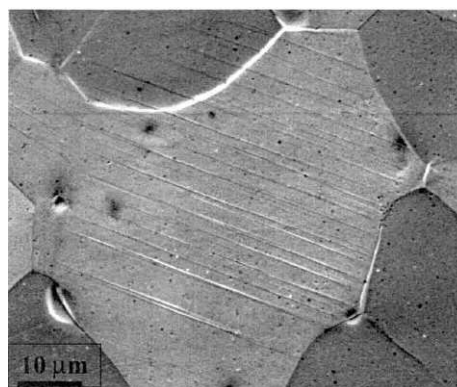


Figure 25 : Observation de ligne de glissement traversant les joints de grains sans perturbation apparente. Zirconium grade 702.

Une autre illustration de l'importance du couplage microstructure/sollicitation mécanique, empruntée à la littérature [Pujol, 1994] concerne l'analyse de l'anisotropie de comportement du zirconium grade 702 observée entre des sollicitations de traction monotones effectuées en sens long et travers pour des essais réalisés à température ambiante (cf. fig 26a). Pujol met en évidence une évolution différente de la limite d'élasticité du Zr 702 en fonction de la direction et de la vitesse de sollicitation. Toutefois, si l'on se place non plus dans le repère de la sollicitation macroscopique, associé à la géométrie de l'éprouvette, mais dans celui associé à l'orientation majoritaire des grains définie par la connaissance de la texture cristallographique du matériau et que l'on trace non plus la valeur du  $R_{p0,2}$

(limite d'élasticité conventionnelle macroscopique) mais son équivalent vis-à-vis du mécanisme de déformation plastique majoritairement activé, à savoir la cission critique résolue du glissement prismatique, on constate alors que les deux jeux de points définissant les deux droites de la figure 26a s'alignent en fait sur une même droite (figure 26b). Cela permet de vérifier qu'il y a, certes, bien un effet de la vitesse de sollicitation sur l'évolution de la cission critique résolue du glissement prismatique qui est de l'ordre de 10 MPa par décade mais qu'il n'y a plus de dépendance vis-à-vis de la direction de sollicitation. A noter que ce résultat met en évidence le rôle primordial que joue le glissement prismatique vis-à-vis de la limite d'écoulement du zirconium 702 recristallisé à température ambiante et cela sur une grande plage de vitesses de déformation, .

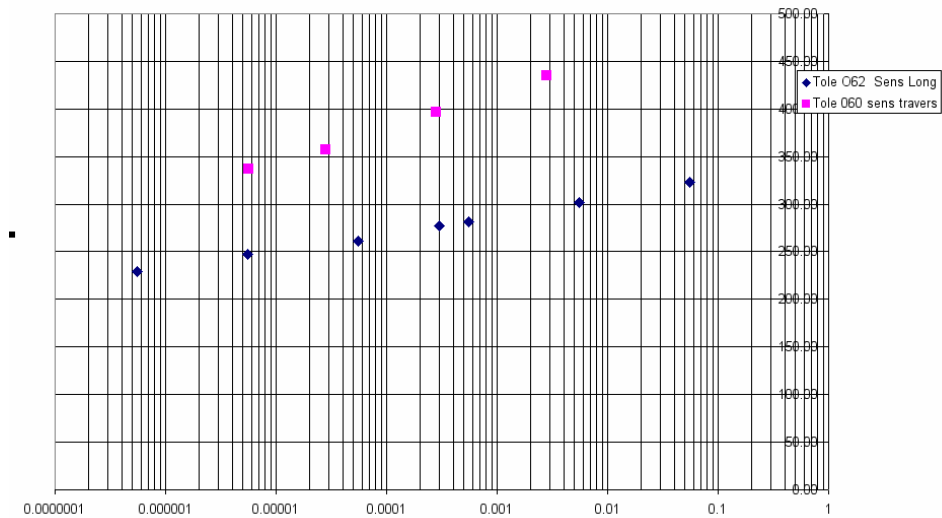


Figure 26a) : Variation de  $R_{p0,2\%}$  avec la vitesse pour des essais sens long et travers effectués à la température ambiante [Pujol, 1994].

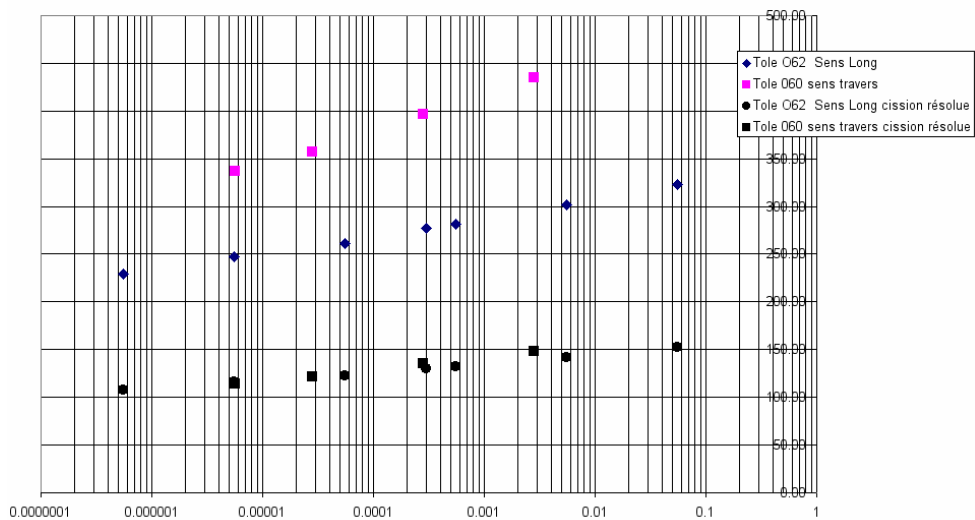


Figure 26b) : Evolution en fonction de la vitesse de la cission résolue projetée sur le système prismatique.

Enfin, si l'on s'intéressait à une sollicitation suivant la direction transversale courte, correspondant à l'épaisseur de la tôle et si les hypothèses précédemment évoquées étaient toujours vérifiées, à savoir que le glissement prismatique est le mécanisme majoritaire responsable de la plasticité, alors le polycristal pourrait s'apparenter à une matrice dure

avec quelques inclusions molles réparties en son sein, comme illustré sur la figure 27. Les figures 24 et 27 représentent donc pour un polycristal de zirconium 702 issu d'une tôle recristallisée après laminage et pour trois directions de sollicitation particulières (sens long, transversal long et transversal court), trois visions très différentes du comportement du polycristal, à savoir une vision matrice molle à inclusions dures, une vision matériau biphasé puis une vision matrice dure à inclusion molle. Si ces représentations du comportement du zirconium sont assez illustratives, il faut cependant s'assurer qu'elles soient réalistes vis-à-vis du (ou des ?) mécanisme(s) de déformation activé(s). Or en ce qui concerne l'essai suivant la direction travers court, les mécanismes majoritairement activés seront les mécanismes de maillage. Il faut donc se méfier d'une extrapolation des résultats pour des chargements non explorés.

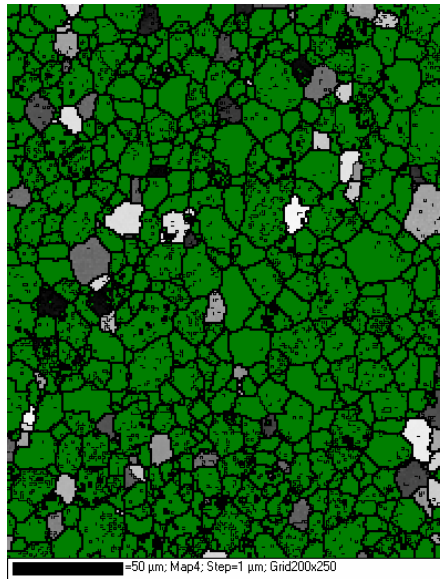


Figure 27 : Visualisation de la répartition des grains « durs » au sein de la microstructure d'un alliage de zirconium grade 702 pour une sollicitation de type sens travers court  
Critère d'activation : 0,4.

#### 4.1 Evolution des champs de déformation au cours du chargement

Mais revenons aux mesures de champs cinématiques. La réalisation de ces dernières à différentes étapes de chargement, que ce soit au cours d'essais in situ ou macroscopiques interrompus, permet de suivre l'évolution de la distribution des hétérogénéités au sein de la microstructure. L'exemple suivant (figure 28), issu des travaux de Kamal Elbachiri sur les alliages de zirconium [Elbachiri, 07], a mis en évidence l'aspect figé des bandes de localisation pour un chargement monotone de type traction uniaxiale et pour une vitesse de sollicitation de l'ordre de quelques  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . En effet, à partir du moment où les bandes apparaissent, nous constatons que la localisation de ces dernières n'évolue pas avec le chargement, seul le niveau de déformation augmente avec toutefois certains grains qui restent non déformés. Ces résultats ont par la suite été confirmés par M. Dexet, toujours dans les alliages de zirconium pour des sollicitations monotones, mais étendus aux sollicitations plus complexes de type biaxial (traction/traction circonférentielle) [M. Dexet, 06]. La figure 29 représente ainsi l'évolution du chargement macroscopique imposé sous la forme du graphique contrainte/déformation équivalente au sens de von Mises. Le chargement est donc décomposé en une suite de chargements monotones de type traction suivant la direction de laminage puis pression interne (représentant un essai de traction simple suivant DT).

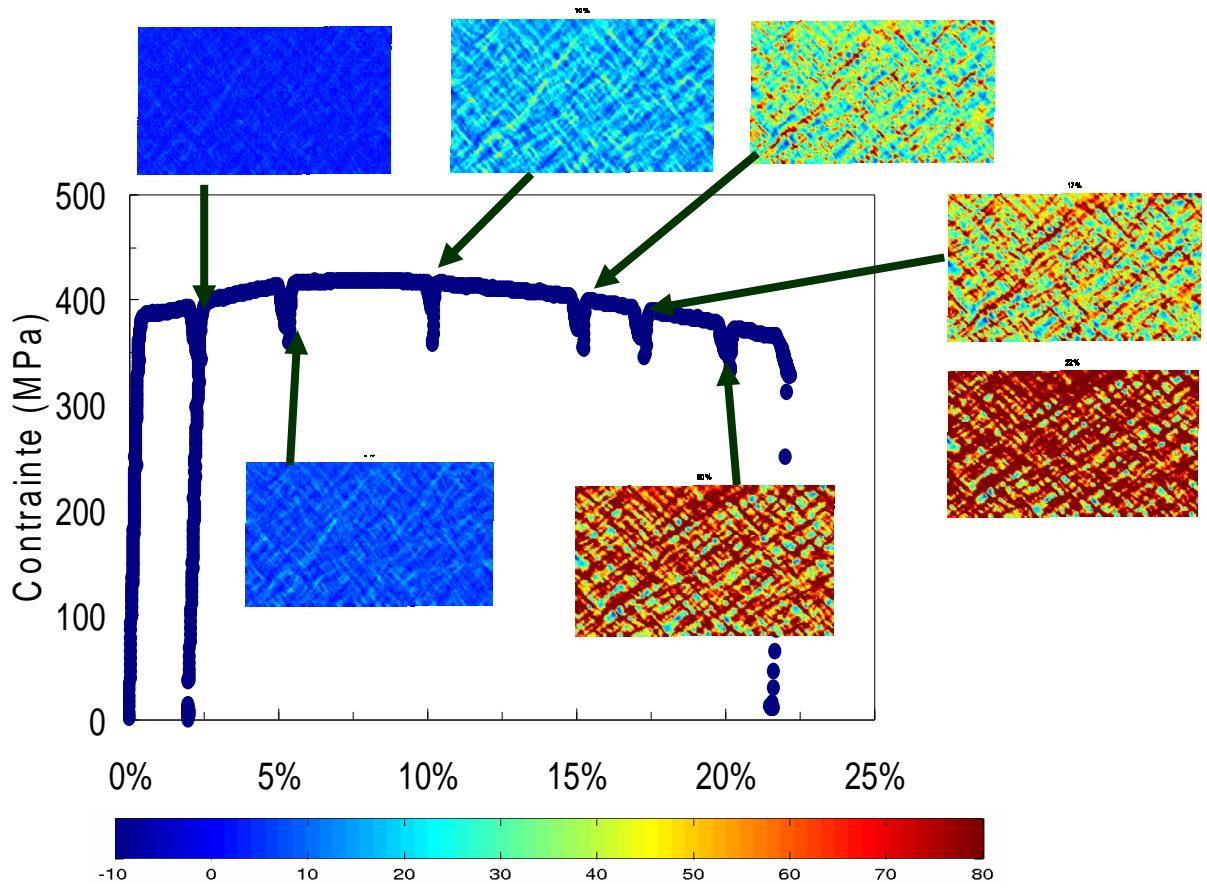


Figure 28 : Evolution de la distribution des bandes de localisation au sein de l'alliage M5<sup>®</sup> en fonction du chargement macroscopique. . [Elbachiri, 07]

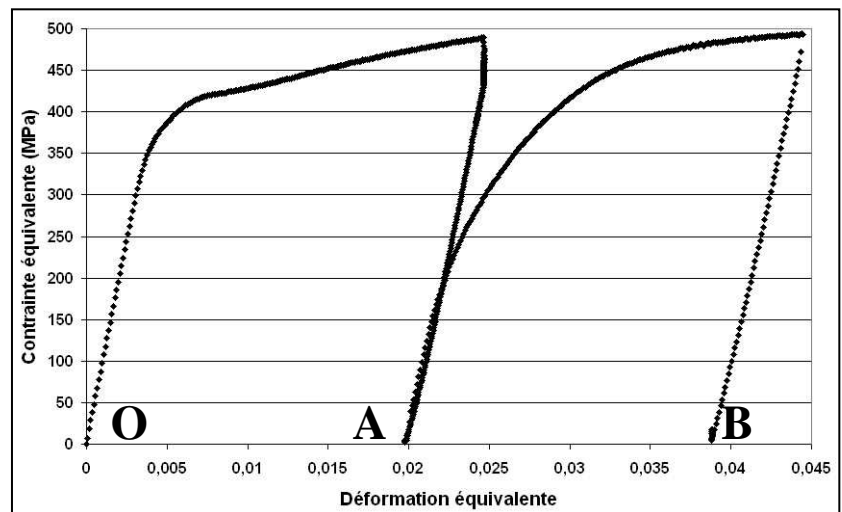


Figure 29 : Trajet de chargement imposé. (OA : traction suivant DL, suivi d'un essai de pression interne, AB) [Dexet, 06]

Si pour chacun de ces chargements pris séparément (OA et AB) nous retrouvons bien les bandes de localisation orientées à environ  $\pm 45^\circ$  (cf. figure 30 a et b) conformément à ce que l'on avait déjà observé pour des chargements uniaxiaux, il n'en va pas de même pour le chargement complet (OB) (figure 30c), nous constatons en effet une disparition du schéma de localisation avec une distribution de la déformation axiale (figure 30d) centrée sur 0 et proche, donc, de l'état initial. Le tableau 5 résume les résultats de cette étude avec un état final de déformation macroscopique

au sens de von Mises proche de 0,6% seulement.

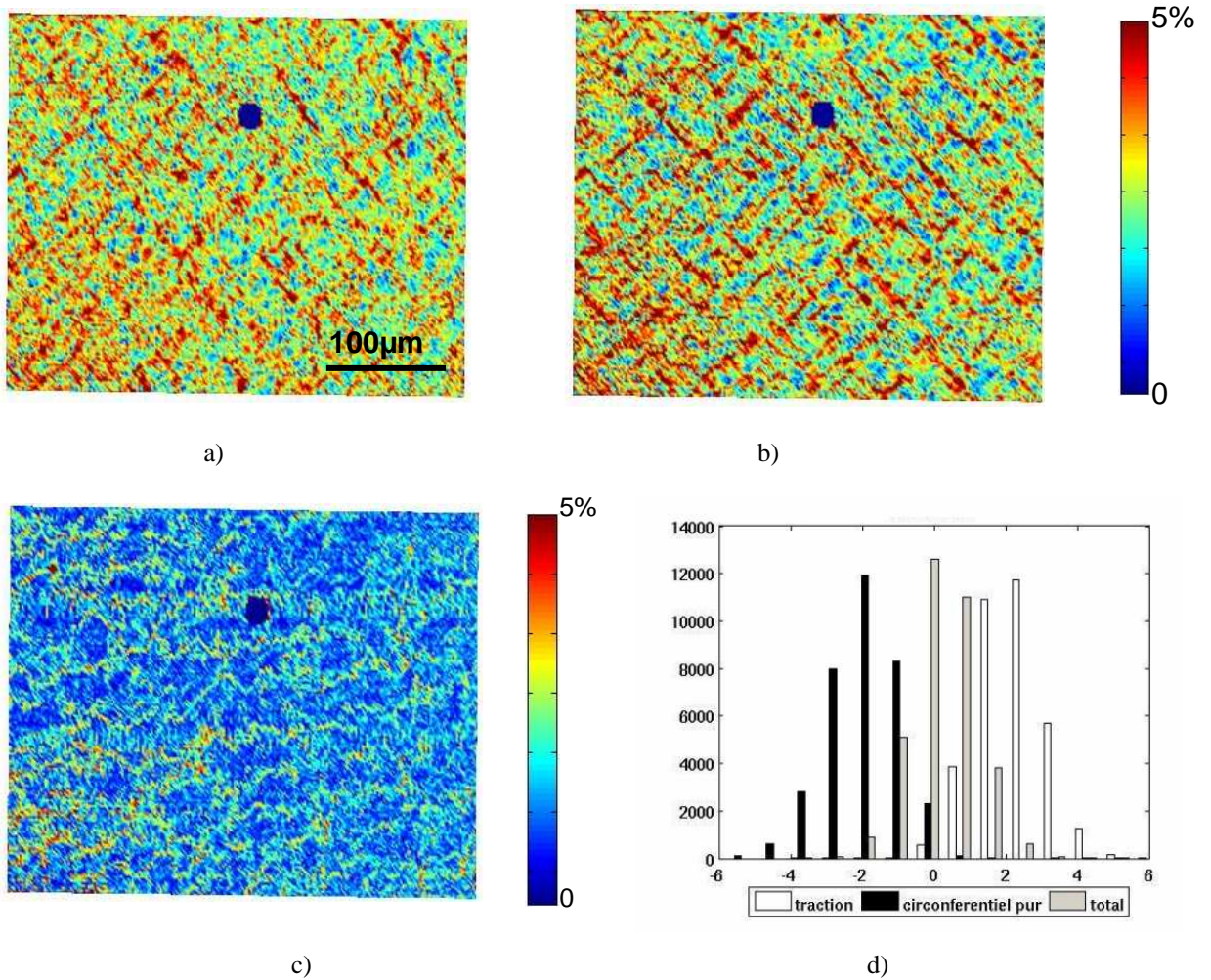


Figure 30 : Distribution des déformations équivalentes au sens de von Mises a) trajet de chargement OA, b) trajet de chargement AB, c) trajet de chargement OB, d) distribution de la déformation axiale déterminée par microextensométrie pour les trajets OA, AB, et OB [Dexet, 06]

	$\varepsilon_{\text{axiale}} (\%)$	$\varepsilon_{\text{diamétrale}} (\%)$
Traction	2	-1.2
Circonférentielle pure	-1.6	2
Global	0.4	0.6

Tableau 5 : Mesures de déformations associées au trajet de chargement OA, AB et OB [Dexet, 06]

Mais où sont donc passées les bandes ? Ce mystère du retour à « presque » l'état initial alors que la sollicitation macroscopique est de l'ordre de 4% en termes de déformation équivalente, ne peut se comprendre que si l'on s'intéresse à la texture du zirconium et au peu de mécanismes de déformation présents, c'est-à-dire (toujours et encore) les systèmes de glissement prismatique. En effet, si l'on s'intéresse à l'évolution du rapport de la déformation transversale à la déformation longitudinale, on constate alors (figure 31) que, pour les alliages de zirconium, ce rapport est compris entre 0,6 et 0,8 soit une valeur plus élevée que la valeur attendue dans le cadre de la plasticité isotrope (0,5) souvent prise comme valeur de référence. Ce résultat peut s'interpréter, pour ces conditions d'essais et de texture particulières, comme une forte contribution aux composantes  $\varepsilon_{11}$  et  $\varepsilon_{22}$  des mécanismes de déformation plastique (les

effets dans l'épaisseur de la tôle étant du second ordre). Ceci entraîne donc une quasi réversibilité des composantes du champ de déformation pour un chargement complexe décomposé sur des trajets orthogonaux. Ce type de chargement n'est donc pas représentatif d'un chargement biaxial proportionnel qui serait piloté simultanément sur les deux déformations principales. Cet exemple illustre, là aussi, la vision complexe que l'on peut avoir d'un polycristal, qui peut par certains aspects être plus proche du comportement d'un monocristal anisotrope que de celui d'un agrégat constitué de grains aléatoirement répartis, vision communément admise dans les matériaux polycristallins.

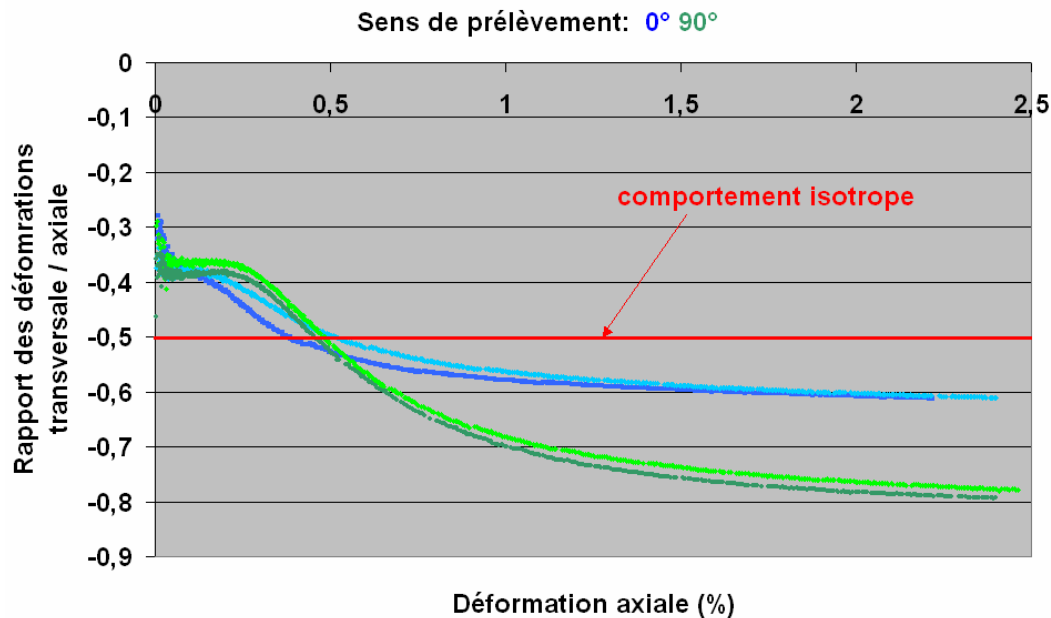
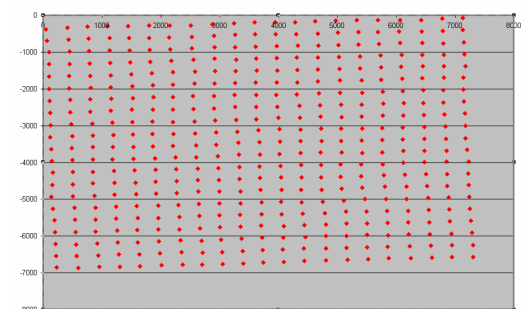
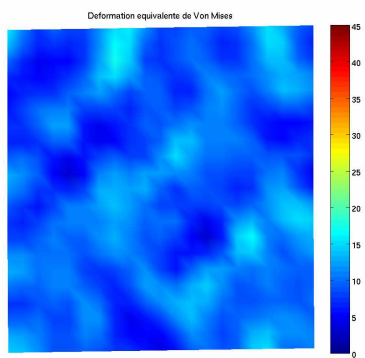
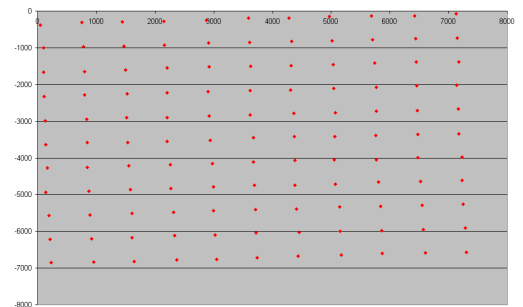
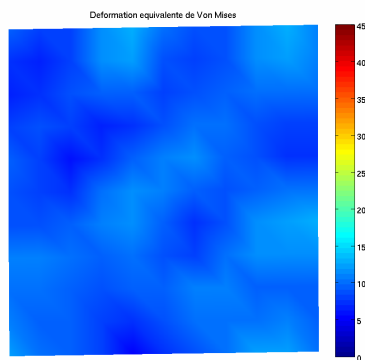
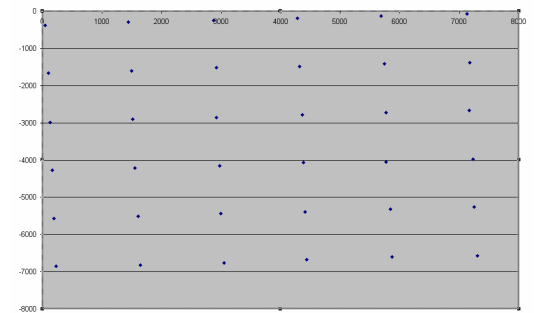
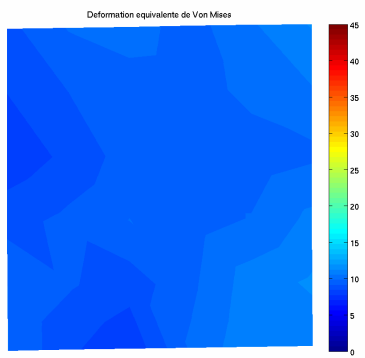
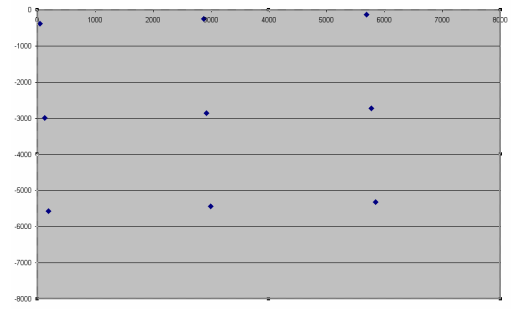
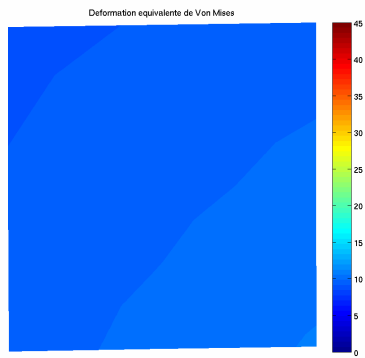


Figure 31 : Evolution du rapport des déformations en fonction de la déformation axiale imposée pour du zirconium grade 702 sollicité en traction simple suivant différentes directions de sollicitation [Dexet, 06]

#### 4.2 Déformation, mais de quoi s'agit-il ? Ou l'effet de la définition de la base de mesure.

Enfin, je ne voudrai pas clore cette partie sans mentionner l'effet du choix de la base de mesure pour représenter les résultats expérimentaux issus de l'approche multiéchelle, car cette dernière est bien trop souvent omise. Si dans le cas d'une déformation homogène cela ne porte pas à conséquence, il n'en est pas de même dans le cas d'un champ de déformation hétérogène. Pour illustrer ce point, l'ensemble des figures 32 représente, pour un même essai de traction et la même zone d'analyse, soit un champ de  $450 \times 450 \mu\text{m}^2$ , différents dépouillements faisant varier la base de mesure utilisée entre  $150 \mu\text{m}$  et  $4 \mu\text{m}$ . Il apparaît très clairement que plus la base de mesure est grande et plus la déformation s'homogénéise autour de la déformation moyenne (5%) permettant ainsi de définir une borne inférieure pour les dimensions du volume élémentaire représentatif. Sur notre exemple, nous pourrions ainsi fixer la valeur de  $300 \times 300 \mu\text{m}^2$ , ce qui correspond à 20 fois la taille de grain. Par contre dès que la base de mesure diminue, le schéma de localisation du champ de déformation apparaît. Tout d'abord de façon très lissée sous la forme de fluctuation, puis assez nettement avec la valeur des maximum d'amplitude de déformation qui va dépendre de la base de mesure choisie, ce qui donne toute son importance à sa définition dès lors que l'objectif sera de comparer des résultats expérimentaux entre eux (différents essais pour en vérifier la représentativité) ou avec des simulations numériques comme nous le verrons par la suite pour lesquelles apparaît la définition de la finesse du maillage.





a

b)

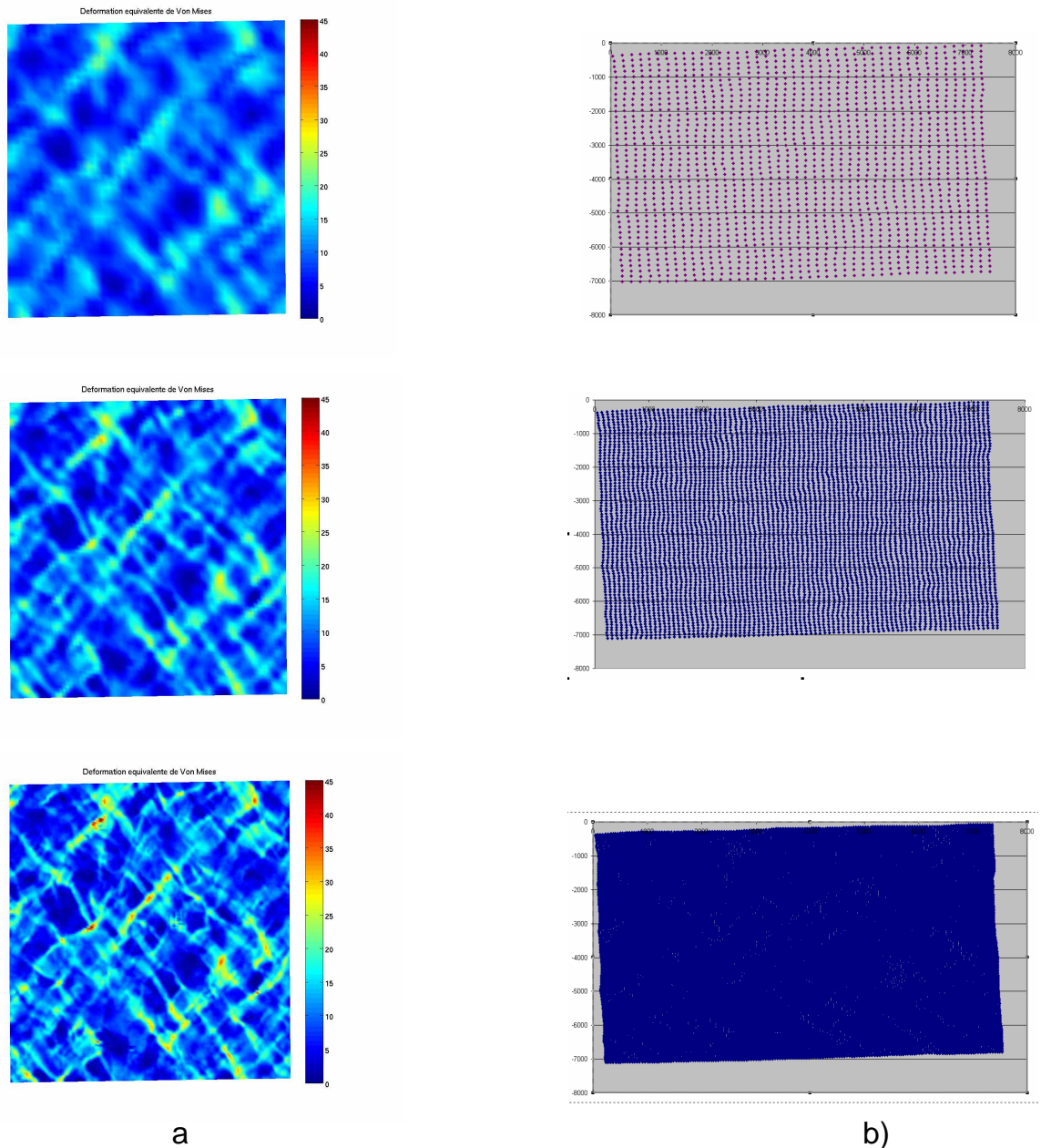


Figure 32 : Etude du zirconium grade 702 soumis à un essai de traction à température ambiante. Visualisation du champ de déformation ( $450 \times 450 \mu\text{m}^2$ ) associé à la composante principale de déformation a) pour différentes bases de mesure b) (Variation d'un facteur  $\cong 2$  entre chaque base de mesure).

D'autre part, la définition de la base de mesure voire les mesures elles-mêmes dépendent des outils utilisés pour les déterminer. Ainsi, pour la grande classe des matériaux cristallins, la mesure dite des « champs de contrainte » s'effectue par mesure du déplacement (au premier ordre) et de l'élargissement (au second ordre) des raies caractéristiques de familles de plans cristallins en condition de diffraction (c'est-à-dire des plans qui vérifient la loi de Bragg). Ces mesures sont des mesures volumiques et le volume diffractant,  $\Omega$ , concerne l'ensemble des grains qui présentent une famille de plans en condition de diffraction (figure 33). Ce volume regroupe donc forcément plusieurs grains voire plusieurs orientations cristallographiques, et ses dimensions vont directement dépendre de la taille des grains, de la texture du matériau et du vecteur d'onde utilisé.  $\Omega$  ne peut donc être associé de façon directe aux grains jaunes, bleus ou verts, comme pour l'exemple présenté sur la figure 33. Il s'agit d'informations moyennées sur  $\Omega$ , avec éventuellement des informations sur les fluctuations intraphases (ordre 2). Si l'on souhaite corrélérer ces mesures avec

celles issues des mesures de grilles, il ne faudra donc pas seulement adapter le pas de la grille, mais aussi regrouper les grains par familles, définies alors au sens de la diffraction.

Toutefois afin d'illustrer l'intérêt de mesures de champs de déformation élastique dans le but d'une comparaison avec les mesures de grilles et les modèles numériques, nous avons adapté nos moyens de sollicitation in situ sous MEB pour des mesures sous rayonnement (neutronique ou rayons X). La figure 16a) représente la machine d'essai in situ du laboratoire non pas installée dans sa configuration traditionnelle pour la réalisation d'essais in situ dans le MEB, mais placée sur un berceau d'Euler 4 cercles de la ligne G5.2 du laboratoire Léon Brillouin (UMR 12 CEA-CNRS). Grâce à ses nombreux degrés de liberté (notamment la rotation de l'échantillon) et à sa configuration « ouverte » facilitant l'accessibilité à l'échantillon des faisceaux incident et diffracté, cette machine est particulièrement bien adaptée (merci Daniel Caldemaïson) pour effectuer des mesures de diffraction. En effet, le plus difficile dans les techniques de diffraction est certes de disposer d'un faisceau incident suffisamment performant (quand vous disposez d'un réacteur nucléaire ou d'un synchrotron, alors tout devient possible...), mais surtout de pouvoir placer l'échantillon dans des conditions de diffraction pour lesquelles les plans cristallins sont intéressants vis-à-vis de la mesure des composantes principales du tenseur des déformations élastiques. J'ai ainsi proposé en collaboration avec O. Castelneau et M. Ceretti [Castelneau., 03], la réalisation d'une série d'essais de traction in situ, dans le domaine d'élasticité, pour un matériau biphasé dont le comportement élastique est anisotrope permettant ainsi la mesure directe de différents pics de diffraction des raies de la famille (110) et ce, pour plusieurs étapes de chargement (figure 34).

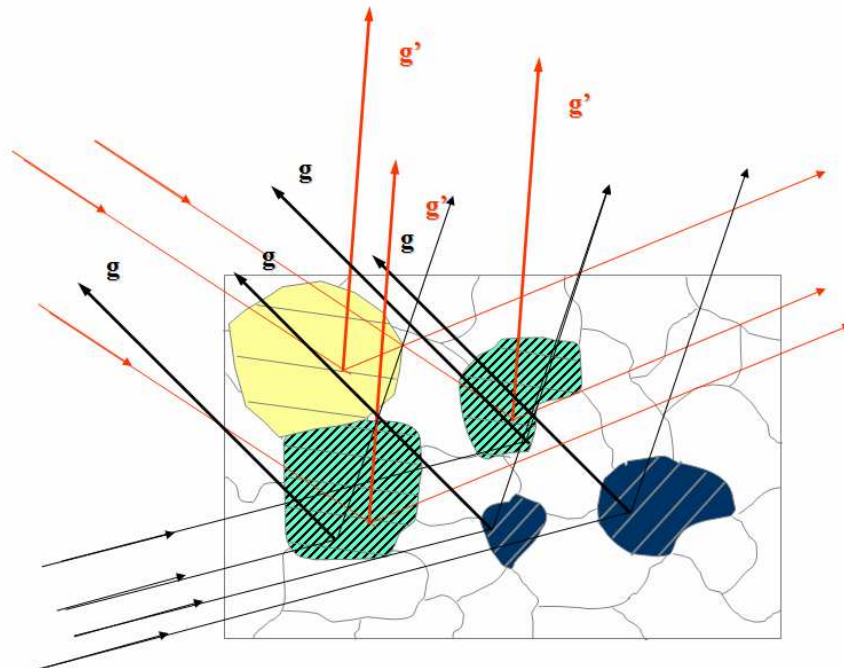


Figure 33 : Définition du volume diffractant  $\Omega$  en fonction des faisceaux incidents ( $g'$  ou  $g$ ).

Le matériau choisi est un acier dual phase, composé essentiellement de ferrite (>95%), à haute limite élastique (>500MPa) pour utiliser au mieux la résolution des appareils. Sa microstructure est constituée de grains de taille de quelques micromètres, soit bien inférieure au volume diffractant et dont la texture est représentée sur la figure 34a avec en rouge les orientations cristallographiques associées aux pics de diffraction analysés. L'axe de sollicitation est parallèle à la direction 2 de la texture ce qui correspond à la direction transverse de la tôle d'acier.

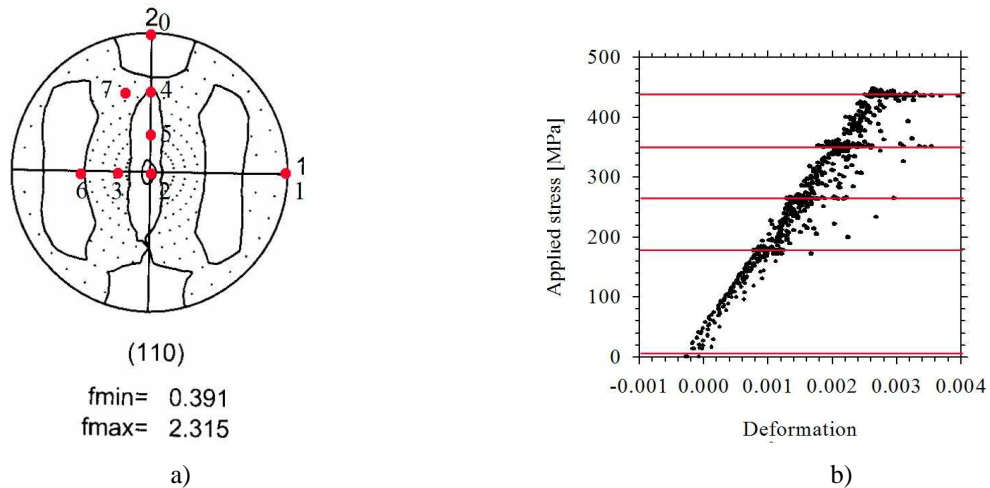


Figure 34 : Essai de traction in situ sous faisceau neutronique. Acier dual phase.

a) Les points rouges représentent la configuration des orientations cristallographiques mesurées au cours de l'essai in situ. b) étapes imposées du chargement macroscopique. [Castelnaud, 03]

Les figures 35 présentent une confrontation entre quelques mesures de déformations élastiques effectuées pour différentes orientations du polycristal et les résultats issus de modèles d'homogénéisation utilisés. Il apparaît clairement une évolution linéaire de la déformation moyenne sur les volumes diffractants en fonction de l'état de contrainte macroscopique appliqué. De plus nous constatons que suivant l'orientation des plans cristallins vis-à-vis de la sollicitation macroscopique, ces derniers sont soumis à des efforts de traction (orientation 0) ou de compression (orientation 1) illustrant ainsi la nécessité d'effectuer des mesures correspondant à plusieurs composantes du tenseur des déformations. Si les résultats expérimentaux concernant l'évolution de la déformation élastique moyenne de chacune des phases semblent bien être reproduits par les différents estimations des modèles d'homogénéisation utilisés, à savoir modèles de Voigt, de Reuss ou modèle autocohérent, il en est tout autrement de leurs fluctuations au sein des phases. Pour le modèle de Voigt, l'écart type des fluctuations des déformations ne peut être que nul car ce dernier fait l'hypothèse d'une déformation intraphase homogène, ce qui ne correspond pas aux fluctuations mesurées expérimentalement. Cependant, le manque de précision sur les mesures concernant l'élargissement des raies, qui s'explique par une fonction de transfert très bruitée de la chaîne de mesure, associée à G5.2, ne nous permet pas de développer l'analyse critique des modèles utilisés. Nous pouvons toutefois espérer à l'avenir et sur des lignes de lumière en partie dédiées à ce type de mesure, que les résultats pourront être améliorés. C'est en ce sens que je souhaite participer à l'élaboration de moyens d'essais mécaniques in situ dédiés sur une ligne de lumière du synchrotron Soleil, en plus de la ligne dédiée à la caractérisation tomographique des microstructures.

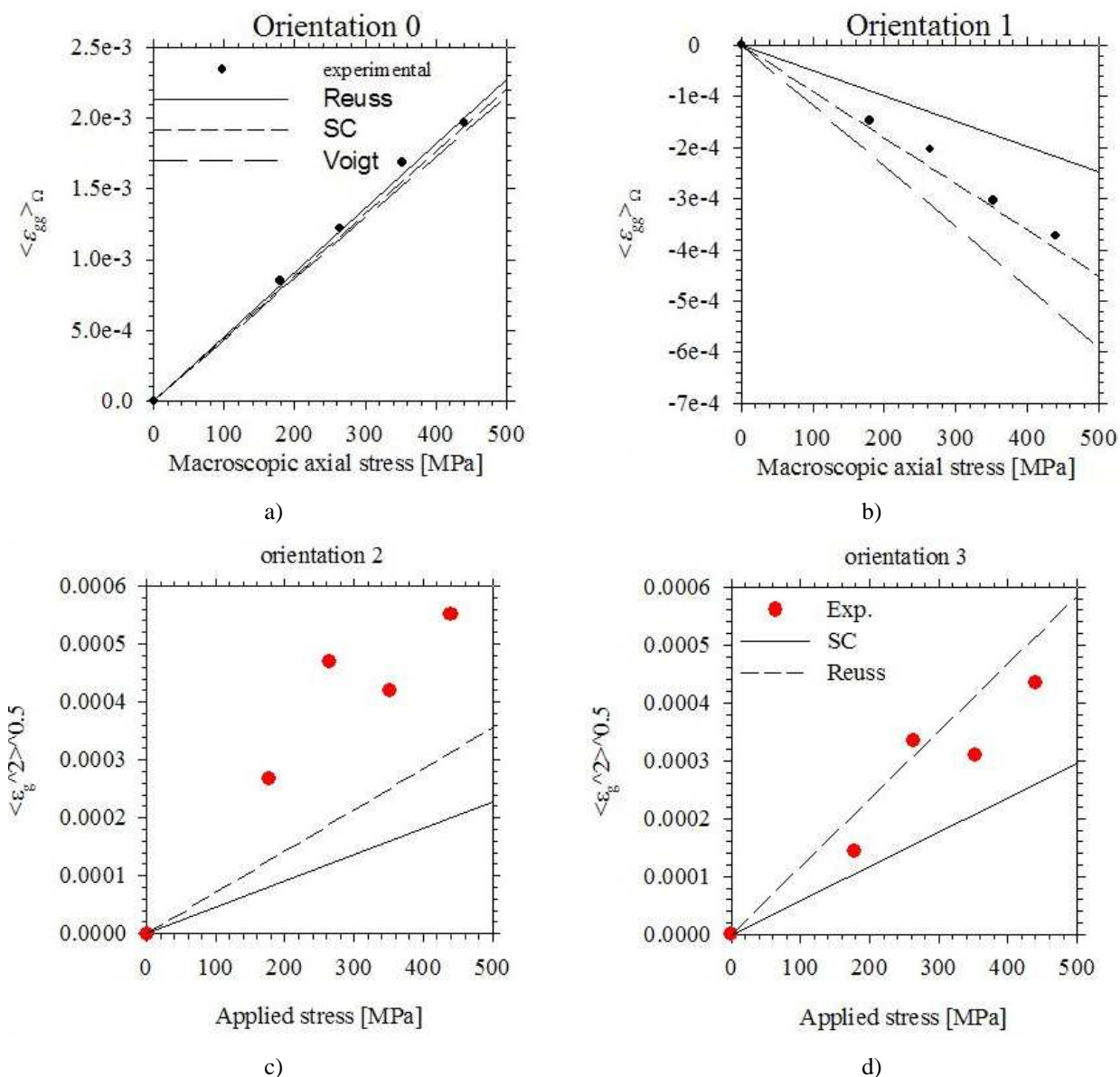


Figure : 35 Déformations élastiques moyennes a) et b) et écarts type c) et d) des déformations élastiques sur le volume diffractant comparés aux estimations de déformation de Reuss, Voigt ainsi qu'à l'estimation autocohérente (SC) [Castelnau, 03].

#### 4.3. Couplage microstructure/mécanismes/comportement mécanique.

Nous avons vu jusqu'à présent différents aspects multidisciplinaires découplés ou partiellement couplés de l'approche expérimentale multiéchelle, à savoir la caractérisation des microstructures, celle des mécanismes de déformation ou d'endommagement et celle du comportement mécanique à l'échelle du VER ou à l'échelle des constituants microstructuraux. Toutefois, notre objectif est bien de proposer une démarche intégrée comme illustrée par la figure 36, couplant à la fois les caractérisations expérimentales et les méthodes numériques associées dans le but d'identifier et d'optimiser les paramètres des lois de comportement des matériaux étudiés par minimisation d'une fonctionnelle construite à partir de la comparaison des champs mécaniques expérimentaux et simulés mais aussi à partir de la réponse mécanique du VER. Cette démarche proposée dans Hoc et al. [Hoc, 03] a été approfondie dans les thèses de M. Dexet [Dexet, 06] et E. Héripré [Héripré, 06]. Il s'agit en plus de l'intérêt porté à l'étude des matériaux, de mettre en place les outils nécessaires au dialogue entre mesures expérimentales et calculs d'agrégats multiéchelles.

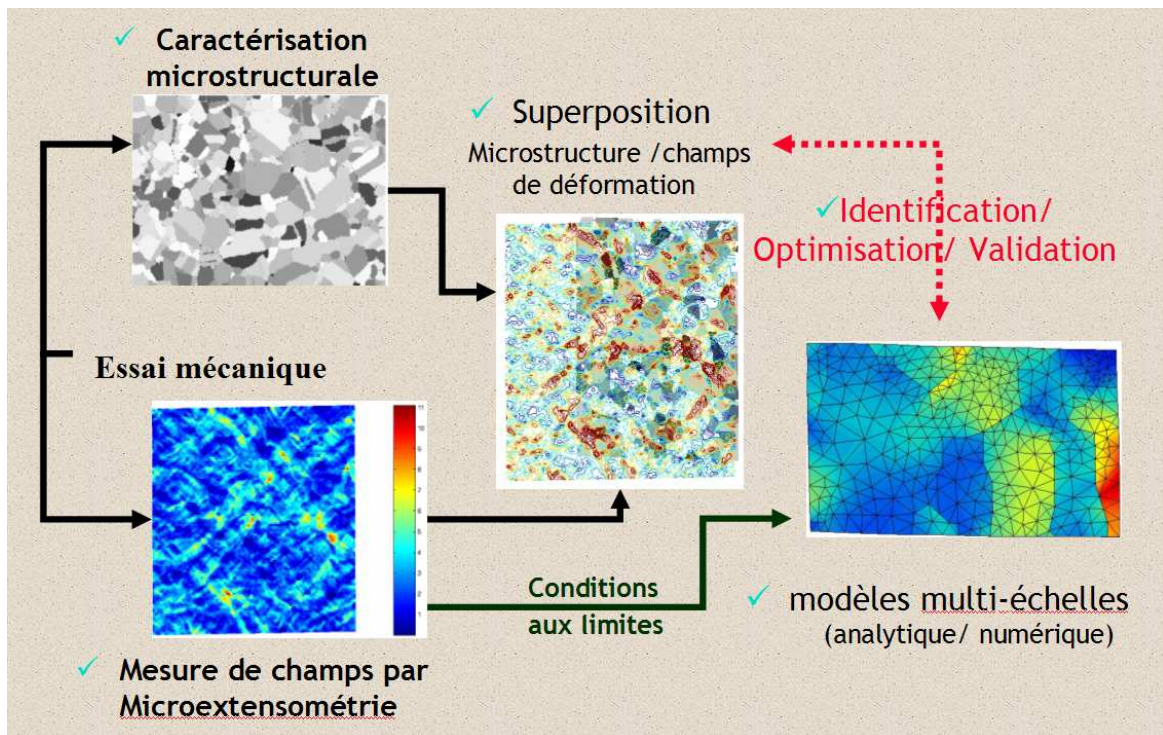


Figure 36 : Présentation d'une démarche micromécanique intégrée.

La première démarche consiste à associer les mesures de champs cinématiques intragranulaires effectuées sur une zone A, aux mesures de champs microstructuraux obtenues sur la même zone. Cette question n'est pas triviale dès lors que l'on s'intéresse à des champs obtenus à la résolution micronique sur des zones millimétriques. Elle pose en effet le délicat problème de la précision de la mesure, de sa reproductibilité, et de la capacité que l'on a à corriger les défauts d'imagerie des moyens d'acquisition. Pour ce faire, il a fallu mettre en place une méthodologie de repérage de la zone d'étude au moyen de marqueurs (plots d'or) déposés avant la réalisation de l'EBSD, puis une procédure de recalage entre les champs EBSD (obtenus en configuration inclinée, donc sur une image distordue) et les champs cinématiques (figure 37). Cette procédure a d'ailleurs pu être étendue aux mesures hors-plan, obtenues par AFM (collaboration Ingrid Serre du LMPGM UMR 8517) (figure 38). Ces mesures complémentaires ont permis d'accéder aux composantes  $\epsilon_{13}$  et  $\epsilon_{23}$  du tenseur de déformation associées à la mesure de champs effectuée dans le plan ( $\epsilon_{11}$ ,  $\epsilon_{22}$ ,  $\epsilon_{12}$ ) et obtenue traditionnellement par corrélation d'images.

Une fois ce travail de recalage terminé, il nous est alors possible d'effectuer des corrélations non plus de façon statistique mais en tout point de mesure entre les paramètres microstructuraux et les mesures cinématiques. La figure 39 permet ainsi de mettre en évidence le rôle particulier que semblent jouer certains joints de grains dans la distribution des hétérogénéités intragranulaires au sein d'un polycristal de zirconium. On retrouve bien une longueur de bandes supérieure à la taille de grains, mais une localisation de ces dernières proche des joints de grains, traduisant ainsi les incompatibilités de déformation entre les grains et un fort effet de voisinage. Bien évidemment, cette corrélation n'a de sens qu'à partir du moment où la base de mesures choisie pour le calcul du champ de déformation est de dimension inférieure à la taille de grains comme illustré précédemment.

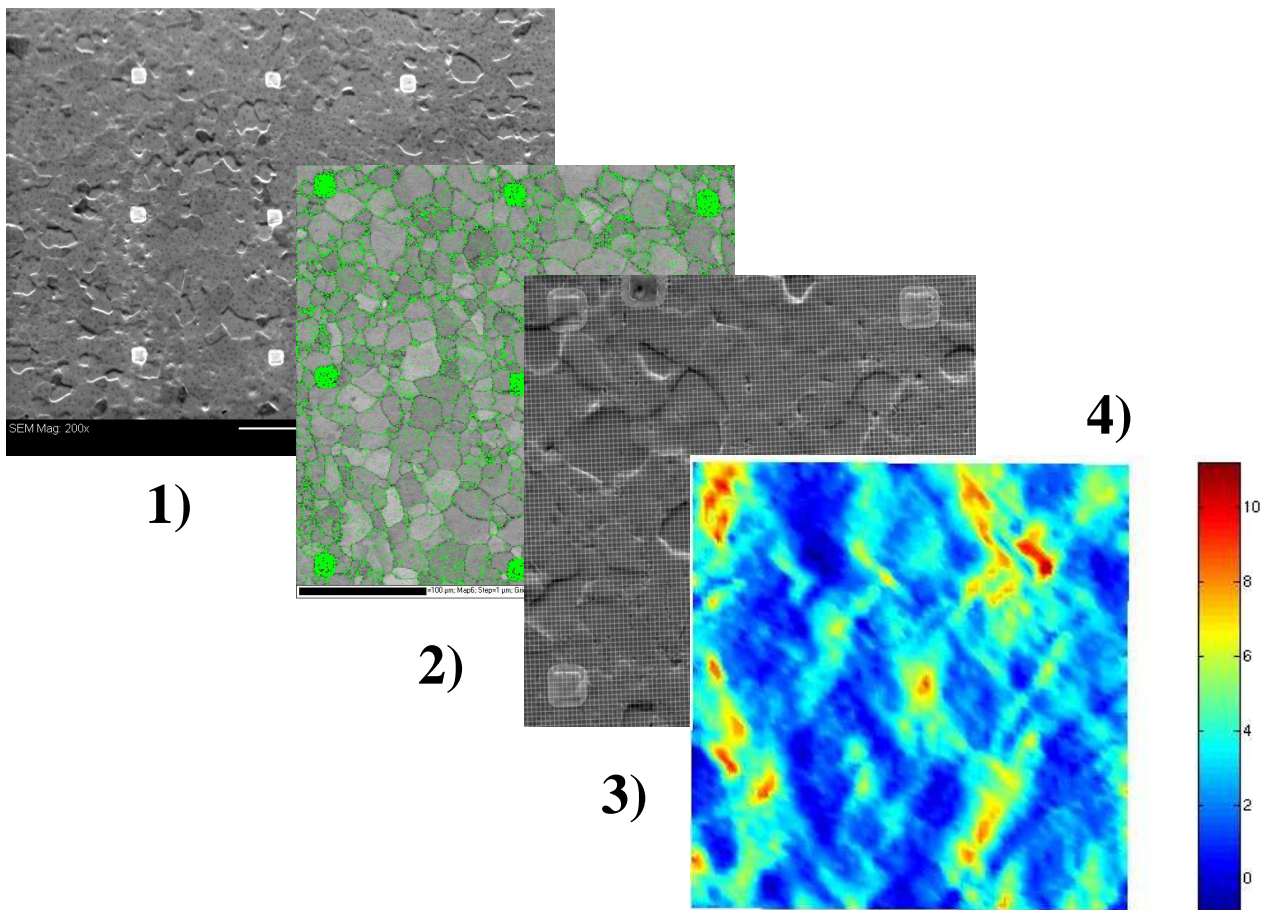


Figure 37 : Présentation de la procédure mise en place pour l'association des champs microstructuraux et cinématiques [Héripré, 07]. 1) après polissage électrolytique, dépôt de plots d'or. 2) Réalisation de la mesure de champ microstructurale par EBSD (pas de  $1\mu\text{m}$ ), 3) Dépôt de la microgrille d'or (pas de  $2\mu\text{m}$ ). 4) Mesure du champ cinématique associé (base de mesure de  $4\mu\text{m}$ ).

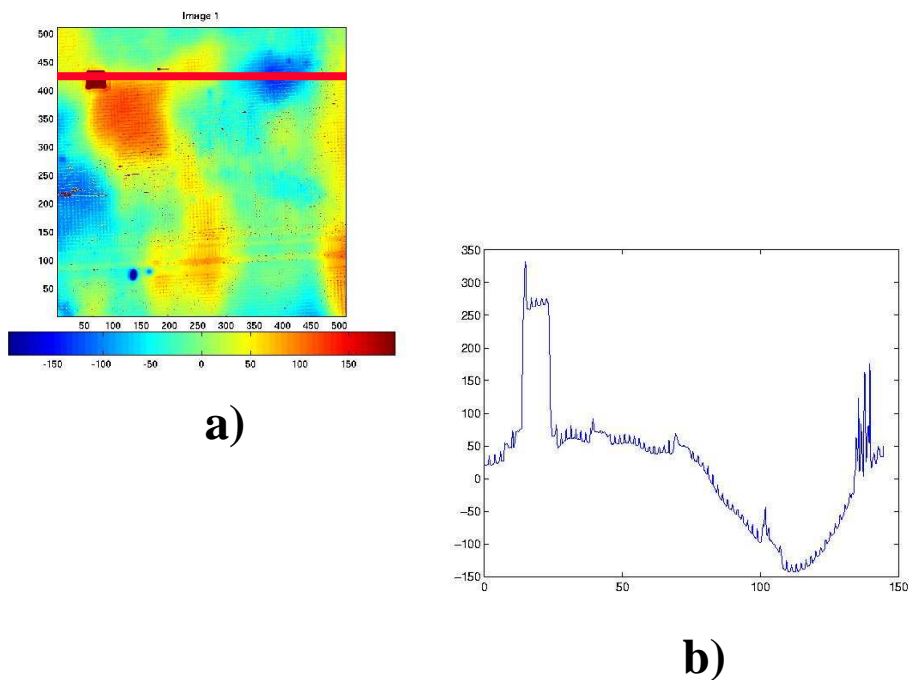


Figure 38 : a) Mesure par AFM de la topologie de surface de l'échantillon sur un champ de  $150 \times 150 \mu\text{m}^2$ . b) Profil de mesure suivant la ligne rouge de la figure a). Chaque sération correspond à la mesure de la hauteur d'un barreau de la grille d'or. Observation d'un plot d'or.

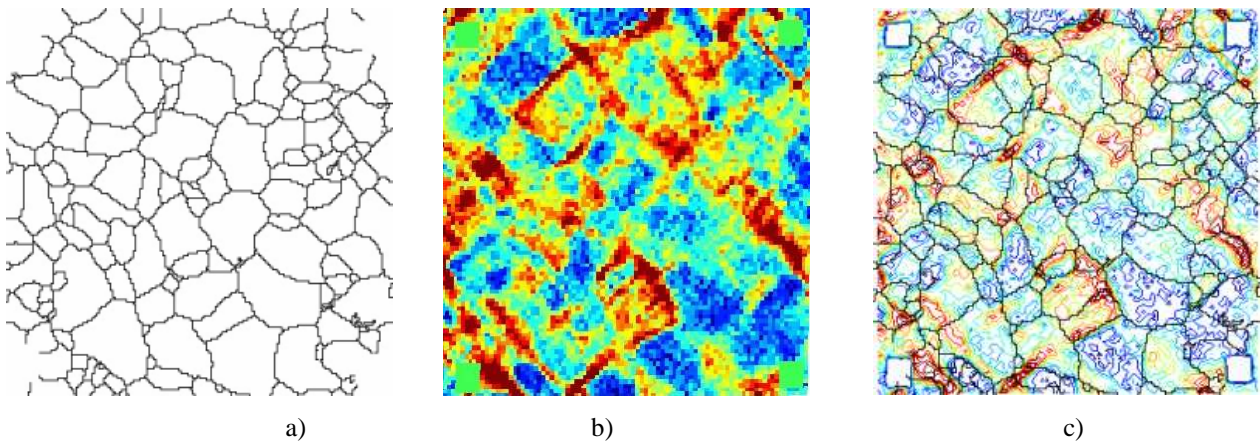


Figure 39 : a) Visualisation obtenue par EBSD des joints de grains. b) cartographie de la déformation équivalente obtenue par corrélation d'image Les carrés verts représentent la position des plots d'or. c) superposition des deux informations. [Dexet, 06]

## 5. Simulation de comportement

Même si nous avons vu qu'il était, dans certaines configurations, possible de comparer les résultats issus de calcul d'homogénéisation avec les mesures de champ de déformation, il nous paraît naturel d'opter pour une confrontation en champs complets entre les résultats expérimentaux et ceux issus de simulations numériques afin de profiter de la richesse d'informations associée aux mesures de champs. C'est pourquoi, nous retenons comme outil de modélisation du comportement des matériaux la méthode des éléments finis. Il s'agit donc d'effectuer des calculs d'agrégats, supposés représenter l'état de déformation et de contrainte de certaines sous-zones représentatives du comportement des matériaux étudiés. Ces calculs impliquent la définition d'un maillage représentant la microstructure du polycristal étudié, le choix d'une loi de comportement ainsi que la valeur des paramètres associés et enfin la définition de conditions aux limites et du chargement imposé au cours de l'essai modélisé. L'objectif affiché est de détourner l'utilisation habituelle du calcul de structure dans le but d'optimiser, par approche inverse, les paramètres de la loi de comportement retenue comme nous le verrons par la suite.

### 5.1 Mesures surfaciques versus comportement volumique.

Mais la seule connaissance des champs surfaciques (microstructuraux et cinématiques) (figure 42) permet-elle la résolution d'un tel problème inverse, ou doit-on tenir compte des effets du volume? Zeghadi [Zeghadi, 05] a en effet montré, pour des calculs d'agrégats soumis à un même chargement et dont les microstructures présentent une même surface mais des sous-volumes différents que les champs cinématiques observés sur la surface dépendaient de la réponse des sous-volumes. La figure 43, issue de la thèse d'Eva Héipré [Héipré, 06] illustre ce résultat en comparant les champs surfaciques de déformation obtenus pour trois sous-microstructures différentes. Nous noterons que la microstructure 3 a été obtenue par une simple translation dans la profondeur des éléments constituant la surface.

Ces résultats tendent donc à prouver qu'il est impossible d'appliquer notre méthodologie à l'identification des paramètres de lois de comportement puisque les champs mécaniques observés dépendent de la microstructure sous-jacente dont la caractérisation nous est expérimentalement hors d'atteinte sans pratiquer une analyse destructive de



l'échantillon, rendant par la suite difficile les mesures de champs cinématiques puisque l'échantillon aura disparu.

Nous nous sommes donc attachés à approfondir cette question fondamentale. Pour ce faire, nous avons élaboré une procédure originale basée sur l'étude d'un matériau virtuel soumis à un essai mécanique tout aussi virtuel. Cette démarche nous donne accès à la caractérisation complète 3D de la microstructure, à la connaissance de la loi de comportement choisie et à ses paramètres, à la connaissance des conditions aux limites et au chargement imposé au cours de l'essai et enfin aux champs de déformation (et de contrainte) mesurés au sein de l'agrégat virtuel, notamment les composantes planes du tenseur des déformations correspondant ainsi aux mesures cinématiques expérimentales, qui sont obtenues par corrélation d'images numériques. Nous pourrions alors discriminer les effets venant de la microstructure sous-volumique de ceux provenant de l'application des conditions aux limites, ces deux effets étant jusqu'à présent toujours couplés [Zeghadi, 05].

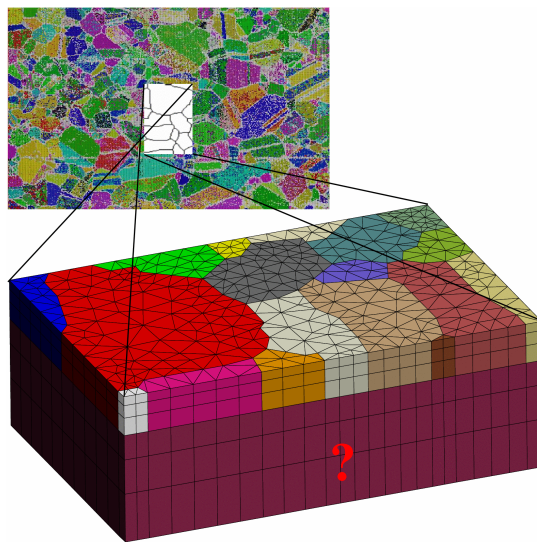


Figure 42 : Représentation d'un volume à partir de la connaissance d'un champ surfacique

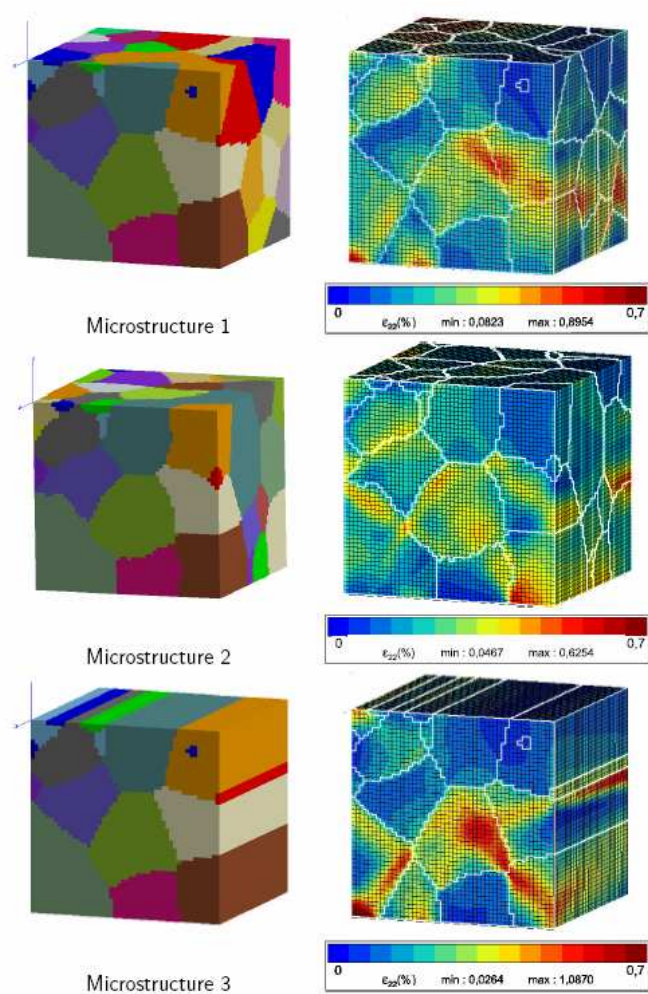


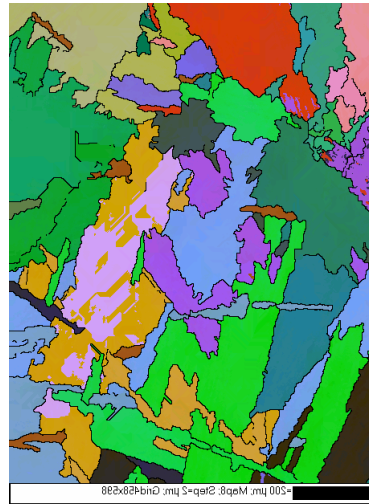
Figure 43 : Influence de la microstructure sous la surface sur le champ de déformation surfacique  $\epsilon_{22}$  –Simulation d’essais de traction (axe vertical, 2) sur microstructures à maille HCP - 397953 degrés de liberté [Héripuré, 06].

## 5.2 Génération de Microstructure virtuelle

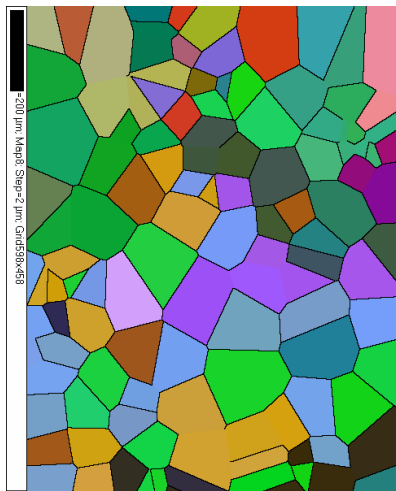
La première partie de cette démarche consiste donc à développer des outils de simulation de microstructures (micro3D) [St Pierre, 07], compatibles avec les informations statistiques obtenues expérimentalement par EBSD, à savoir les paramètres morphologiques ainsi que les paramètres d’orientation cristallographique. Le développement de cet outil s’inspire de celui développé par Bilger [Bilger, 03], et basé sur la définition de distances d’interaction caractéristiques de la microstructure et non plus sur une statistique aléatoire d’implantation de germes suivie d’une croissance isotrope des grains basée sur la théorie de la ligne de partage des eaux, aboutissant à une génération de microstructure dite de Voronoï. La figure 44 représente en 2D le champ d’orientations cristallographiques caractérisant la microstructure du zirconium traité  $\beta$  obtenue par EBSD et ceux obtenus par les deux techniques de simulation (Voronoi et notre programme micro3D). Les paramètres morphologiques de ces trois microstructures sont récapitulés dans le tableau 6.

Microstructure	Taille de grain moyenne ( $\mu\text{m}$ )	Ecart type sur la taille de grain ( $\mu\text{m}$ )	Facteur de forme (moyen)	Ecart type sur le facteur de forme
Expérimentale	113	108	2,5	1,58
Voronoi	131	55	1,7	0,58
Micro3D	101	94	2,7	2,00

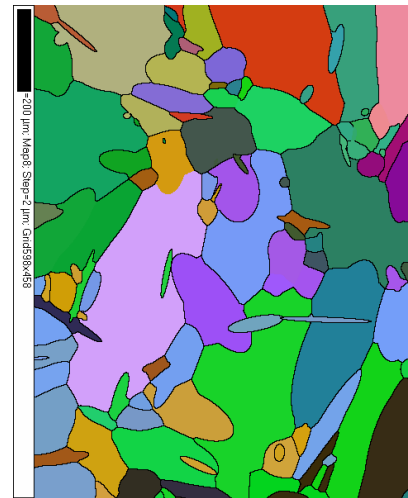
Tableau 6 : Caractéristique des microstructures représentées sur la figure 44.



a)



b)



c)

Figure 44 :a) Cartographie d'orientation cristalline du zirconium traité  $\beta$ . b) Simulation de la microstructure précédente au moyen de cellules de Voronoi. c) Simulation de la microstructure au moyen de micro3D. [Bertolino, 07]

Il s'avère que la reconstruction par technique de Voronoï conduit à une microstructure statistiquement trop homogène, car les écarts types tant vis-à-vis de la taille de grains que de la forme des grains sont trop faibles en regard des valeurs expérimentales, ce qui représente moins bien la morphologie des grains par opposition à celle issue de Micro3D. Toutefois, pour la grande majorité des microstructures étudiées qui sont constituées de grains recristallisés à morphologie équiaxe, la simulation par cellules de Voronoï est suffisante à condition d'intégrer une texture cristallographique réaliste. Cependant, dès lors que l'on s'intéresse à des microstructures plus complexes, issues de traitements thermomécaniques conférant aux grains une morphologie non équiaxe (comme par exemple le laminage, l'extrusion, les transformations de phases...) ou une microstructure présentant une forte proportion de macles de recuit,

dont le facteur de forme peut être bien supérieur à 1, une telle limitation peut s'avérer rédhibitoire pour l'objectif fixé et seule une description basée sur la mesure de champs microstructuraux comme ceux fournis par l'EBSDB permettra de reproduire une microstructure réaliste, puisque enrichie par les paramètres morphologiques obtenus expérimentalement. L'étude de leur distributions statistiques, voire de leur portée au moyen d'une analyse de type covariance à deux points d'appui [Bornert, 96], [Choi, 06] permettra d'améliorer encore cette description. Une extension à la représentation volumique a été proposée. L'originalité de la démarche consiste à conserver la surface d'observation et à construire un volume statistiquement représentatif de la microstructure à partir de l'analyse statistique expérimentale réalisée en EBSD. Les figures 45A représentent plusieurs sections d'une microstructure virtuelle de zirconium  $\alpha$  grade 702, simulée à l'aide de données statistiques recueillies à partir de la surface expérimentale (figure 45Aa). Les figures 45B présentent une analyse d'une série de sections de cette microstructure virtuelle. Cette dernière couplée à celle des textures cristallographiques (figure 46) permet de valider du point de vue statistique la microstructure virtuelle ainsi formée.

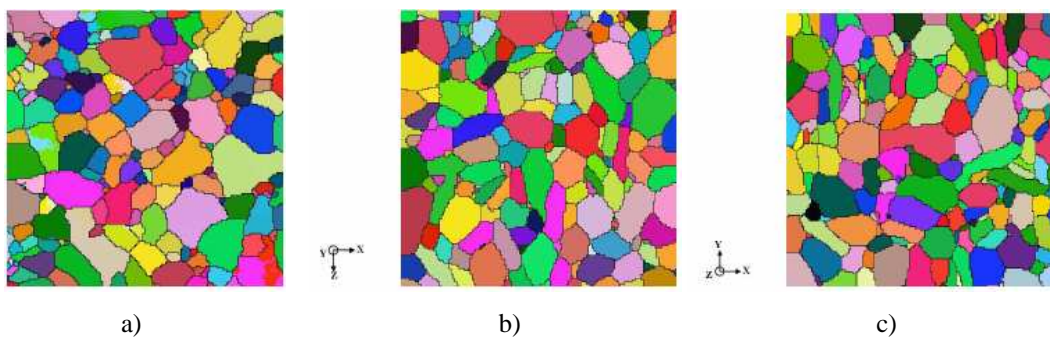


Figure 45A. Coupes d'une microstructure 3D virtuelle reconstruite à partir des données statistique issues de a). a) surface expérimentale, b) coupe à  $z=90$  c) coupe à  $y=30$  [St Pierre, 07]

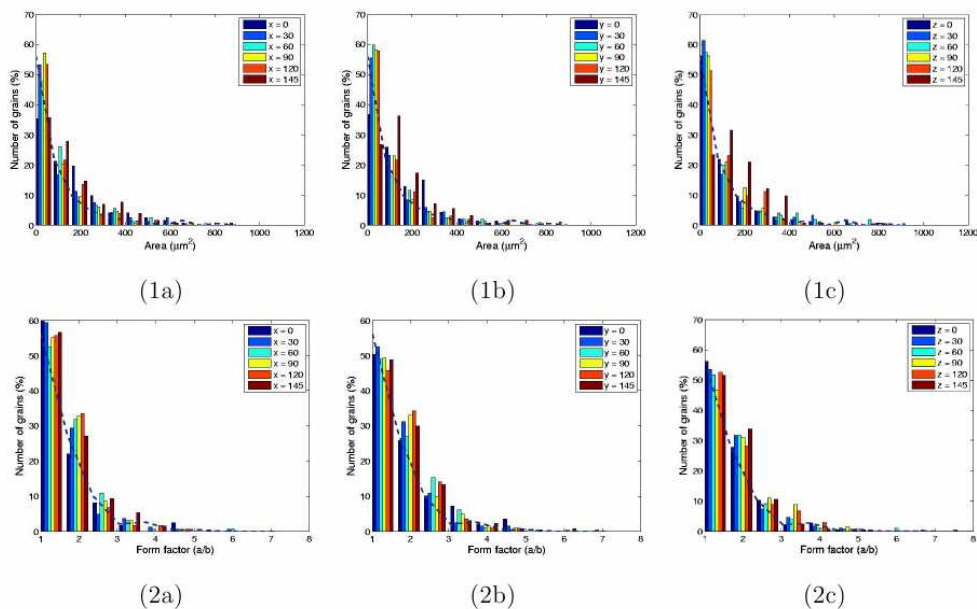


Figure 45B : Distribution de la taille de grains (1) et du facteur de forme (2) pour différentes sections prélevées suivant les trois directions a) x, b) y, c) z. [St Pierre, 07]

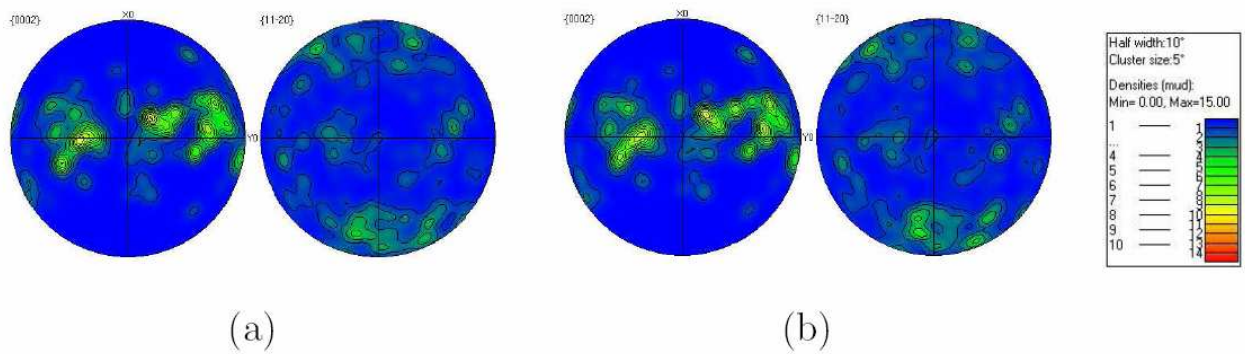


Figure 46 : a) Texture expérimentale surfacique obtenue par EBSD.  
b) Texture associée à la microstructure 3D de la figure 44 [St Pierre, 07].

### 5.3. Essais virtuels et calculs numériques<sup>1</sup>

Après avoir validé la microstructure, il nous faut choisir une loi de comportement. Nous avons donc opté pour une loi élasto-plastique cristalline à écrouissage linéaire au sens de Cailletaud [Cailletaud, 88], appliquée à un matériau de structure hexagonale compacte et dont la microstructure virtuelle est représentée figure 47a), soit un volume texturé de  $100 \times 100 \times 50 \mu\text{m}^3$  constitué d'un millier de grains. Le comportement élastique du matériau sera considéré comme isotrope et seule une famille de systèmes de glissement sera considérée comme activable. Il s'agit du glissement prismatique défini par une cission critique résolue égale à 40 MPa et un écrouissage linéaire de 50 MPa. (Toute ressemblance avec le comportement mécanique d'un matériau réel (zirconium, titane) ne serait que pure coïncidence). Pour des raisons de puissance de calcul (1 560 753 degrés de liberté), nous avons eu recours au calcul parallèle à l'aide des moyens de l'ONERA/DMSE/LCME. Ce travail initié par E. Héripéré [Héripéré, 06] au cours de sa thèse a fait l'objet du stage d'ingénieur de Jérôme Maquet [Maquet, 07] encadré par A. Roos de l'ONERA. Cet agrégat est donc soumis à un essai de traction suivant la direction y, ou notée 2 par la suite, jusqu'à une valeur de 5% de déformation totale. Les résultats de ce calcul (réponse macroscopique, mesure de champ 3D (cf. figure 47b)) seront, par la suite, considérés comme les résultats de référence, équivalents aux résultats expérimentaux avec à la fois la réponse mécanique macroscopique et la mesure du champ cinématique obtenue sur la surface. L'expérimentation virtuelle nous gratifie de plus de la connaissance, en volume, de la microstructure et des champs cinématiques et de contraintes ainsi que leurs évolutions en tout point au cours du chargement imposé.

Afin de reproduire notre démarche expérimentale et de découpler les effets liés à l'application des conditions de chargement à ceux liés aux effets du volume, nous avons prélevé au sein de la figure 47a) un sous-domaine ( $30 \times 30 \times 10 \mu\text{m}^3$ ) sur lequel sont menés de nouveaux calculs d'agrégats, résultats qui sont ensuite comparés aux résultats de référence. Deux types de conditions aux limites sont testés : tout d'abord des conditions macrohomogènes reproduisant le chargement macroscopique de traction uniaxial, puis des conditions dites « expérimentales » obtenues à partir de la mesure du champ de déplacement surfacique, équivalent de ce que peut fournir une analyse par corrélation d'images (figure 49). En parallèle, deux types de microstructure sont étudiés. La microstructure volumique réelle reprenant les caractéristiques morphologiques et cristallographiques du sous-domaine étudié et une microstructure obtenue par translation des éléments de surface du sous-domaine étudié (figure 50).

<sup>1</sup> Cette partie du travail en cours de développement, fait partie d'une collaboration que j'ai entreprise avec, l'ONERA/DMSE/LCME (Arjen Roos) et le CdM (Eva Héripéré) [Maquet, 07].

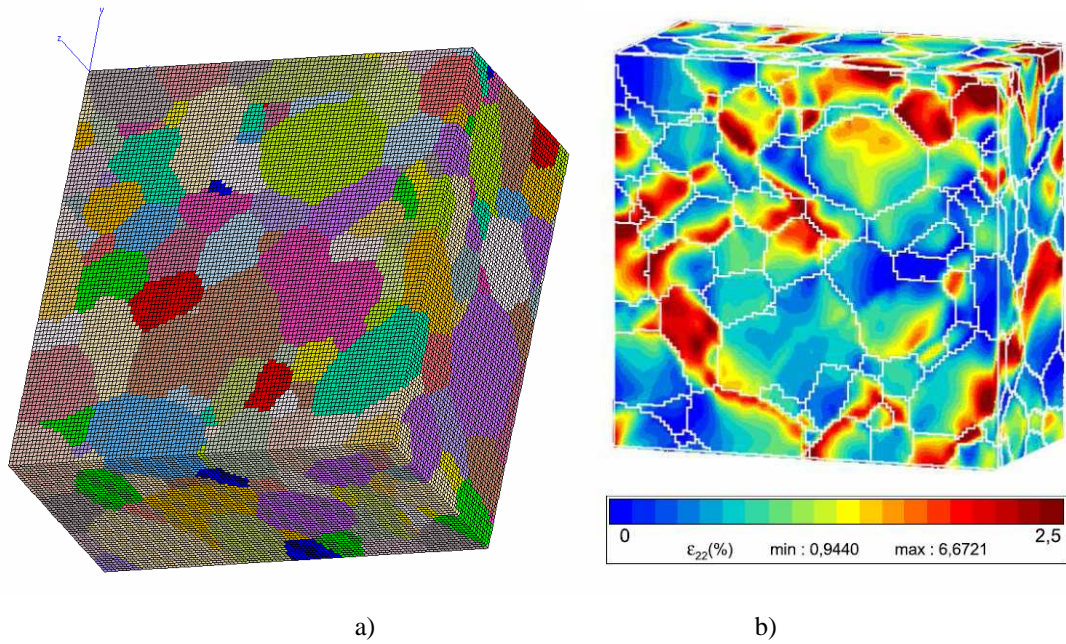


Figure 47 : a) : Polycrystal virtuel servant de référence pour le calcul d'agrégat.  
 b) Champ de déformation  $\epsilon_{22}$  associée pour une étape de chargement [Héripé, 06].

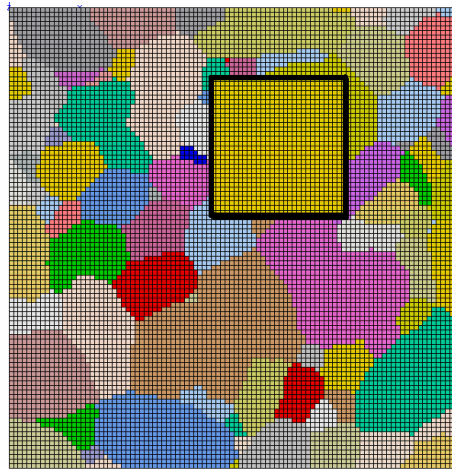


Figure 48 : Exemple de positionnement de la fenêtre d'extraction de la microstructure

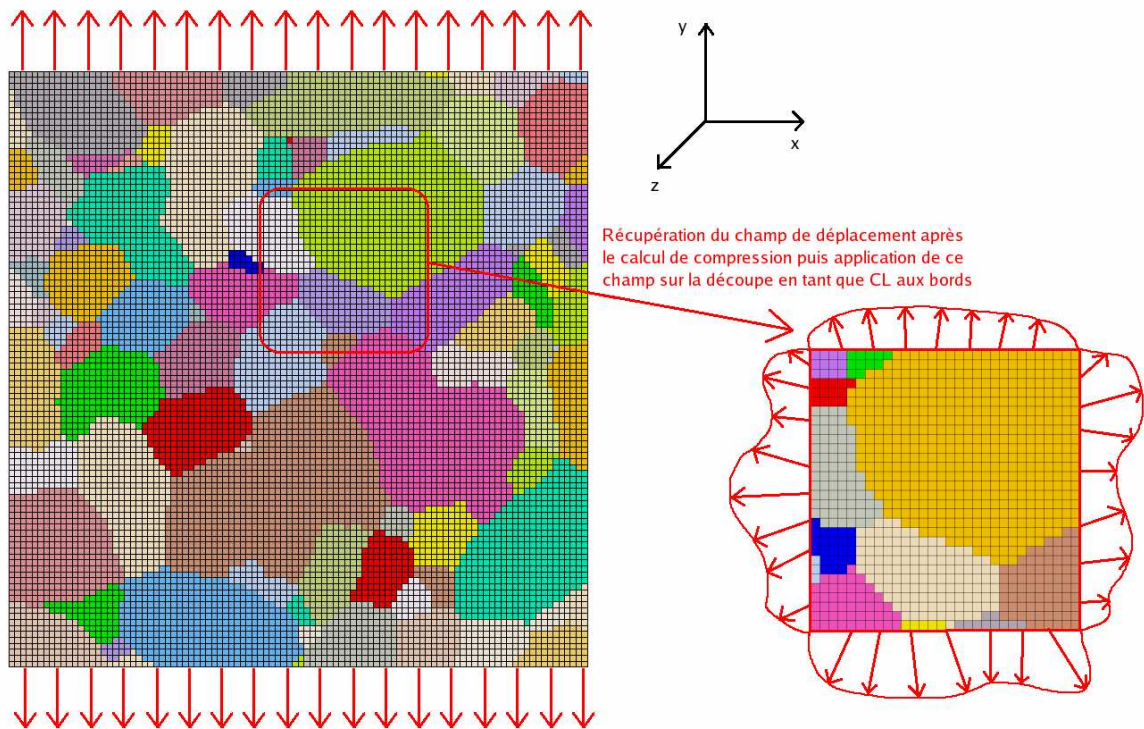


Figure 49 : Exemple d'imposition des conditions aux limites sur le sous-domaine issu du calcul d'agrégat de référence.

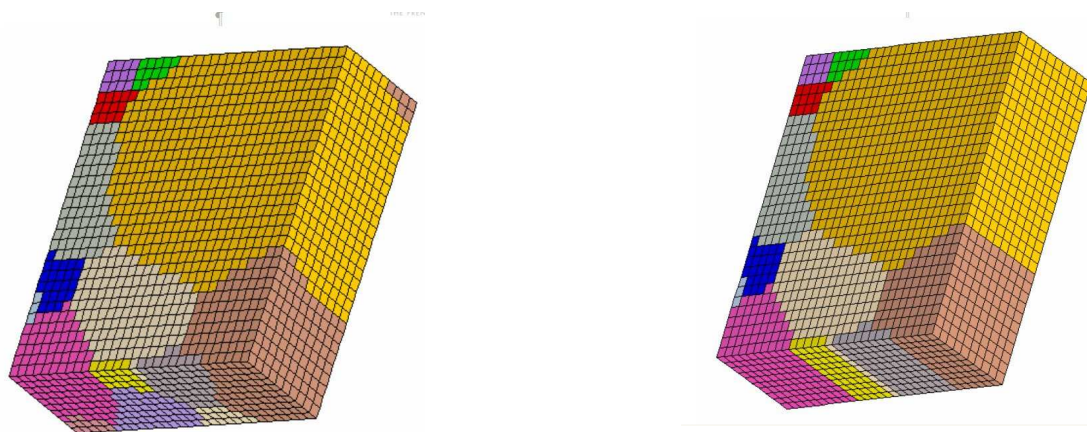


Figure 50 : Microstructure du sous-domaine extrait. a) microstructure réelle  
b) microstructure extrudée à partir du champ de surface (30x30x10 éléments)

La figure 51 représente les résultats obtenus en termes de réponse mécanique de l'agrégat et du sous-domaine extrait. L'écart en contrainte entre les deux courbes obtenu pour un même niveau de déformation (qui peut être supérieur à 20% pour 5% de déformation imposée) permet de mettre en évidence le fait que le sous-domaine étudié n'est pas un volume élémentaire représentatif de l'agrégat ; nous pouvons de plus constater que si la déformation macroscopique appliquée est de 5%, la mesure moyenne de la déformation du sous-domaine est supérieure, ce qui laisse supposer que toutes les comparaisons entre les calculs d'agrégats effectués sur le sous-domaine et la réponse « macroscopique » n'ont pas de sens. Il en va de même de la comparaison des champs locaux. Or ce type de comparaison est monnaie courante (notamment dans des processus d'identification de paramètres à partir de mesures locales) et implique nécessairement de se soucier de la détermination de la taille du VER. Néanmoins, pour la suite de la démonstration, et parce que nous avons réalisé une expérience virtuelle, nous pouvons comparer la réponse mécanique en tout point du sous-domaine avec les réponses mécaniques des futurs calculs d'agrégats.

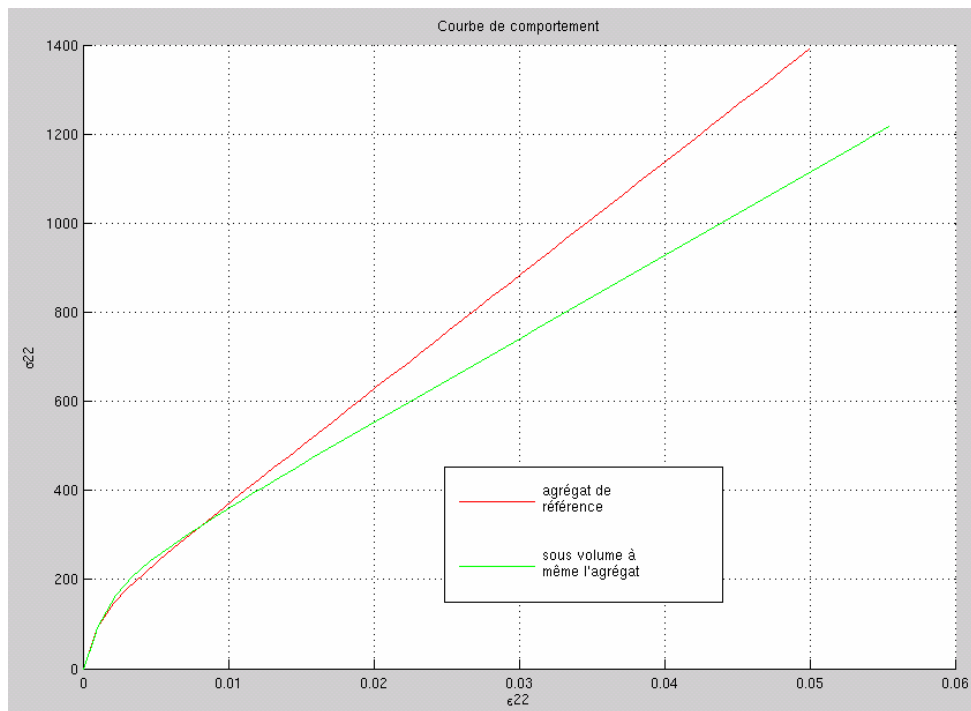


Figure 51 : Réponse mécanique de l'agrégat de référence (rouge) et calcul de la réponse mécanique du sous-domaine extrait (vert)

### 5.3.a) Effet des conditions aux limites macrohomogènes

La figure 52 représente la comparaison des réponses globales des calculs d'agrégats réalisés en imposant les conditions aux limites macroscopiques, à savoir 5% de déformation suivant la direction 2. Il s'avère que les réponses mécaniques des deux sous-domaines sont très éloignées de celle de référence (de l'ordre de 60 à 70%) et encore plus éloignées de la réponse réelle de l'agrégat (courbe rouge de la figure 51). Ce résultat remet donc en cause l'intérêt de notre démarche dès lors que l'on applique des conditions aux limites macrohomogènes et ce même si la microstructure du matériau est correctement décrite (courbe bleue). Je rappelle que, dans notre cas particulier, nous connaissons exactement la forme et les paramètres de la loi de comportement, ce qui rend ce résultat encore plus cruel et confirme les conclusions de Zeghadi [Zeghadi, 05]. Nous avons toutefois mis en évidence qu'il s'agit d'un problème lié à la non représentativité du sous domaine vis-à-vis du VER et des conditions de chargement..



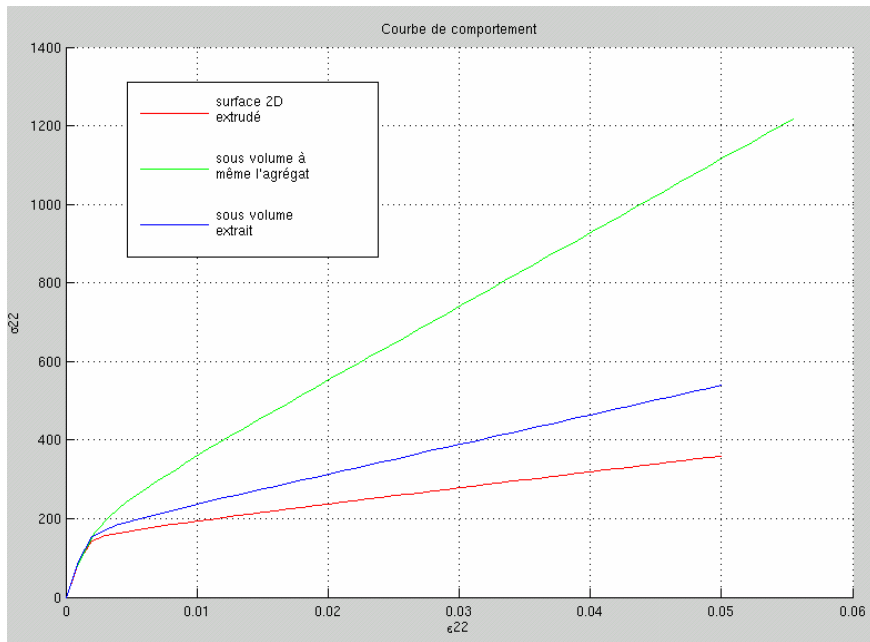


Figure 52 : Comparaison de la réponse mécanique du sous-domaine extrait (vert) avec celle du même sous-domaine soumis au chargement mécanique macroscopique (bleu) et au sous-domaine extrudé soumis au même chargement (rouge)

### 5.3.b) Effet des conditions aux limites expérimentales.

Mais qu'en est-il de l'effet de l'application des conditions expérimentales obtenues, tout du moins partiellement, par mesure du champ de déplacement par corrélation d'images sur la réponse de l'agrégat? Nous avons donc prélevé le champ de déplacement surfacique conformément à la figure 49 [Hériprié, 07], [Hériprié, 06], [Dexet, 06], [Hoc, 03], et nous l'avons appliqué aux différents agrégats en imposant les composantes planes du champ de déplacement ( $u_x, u_y$ ) mesurées en surface au point  $M(x_m, y_m, z_0)$  aux points équivalents  $M'(x_m, y_m, z)$  présent dans l'épaisseur du maillage, la troisième direction (perpendiculaire à la surface de l'échantillon) restant libre ( $\vec{F} = \vec{0}$ ).

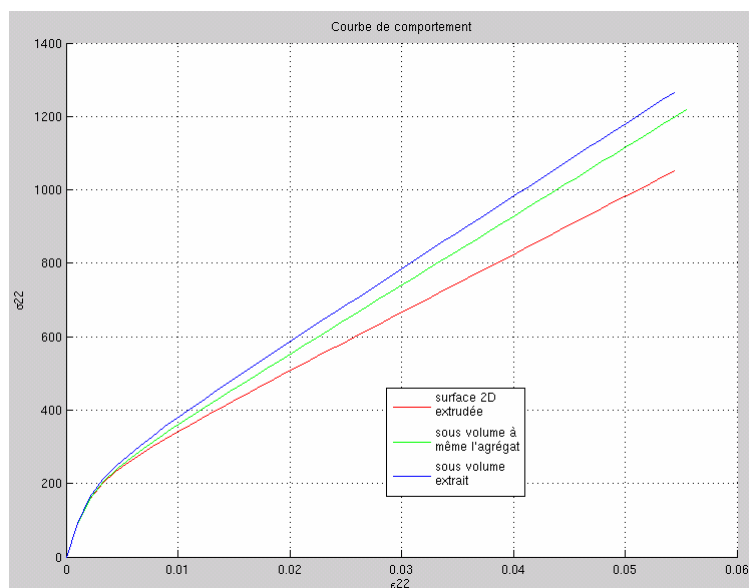


Figure 53 : Réponses mécaniques du sous-domaine extrait (vert) , du même sous-domaine soumis au chargement mécanique prélevé expérimentalement (bleu) du sous-domaine extrudé soumis au même chargement (rouge)

La figure 53 présente les résultats en terme de réponse mécanique globale des deux sous-domaines confrontée à la

réponse de référence. Il s'avère que cette dernière est bien mieux approchée par ce type de calcul (écart en contrainte inférieur à 20%) même si la microstructure est issue d'une surface extrudée que par les précédents, pour lesquels nous imposons des conditions de chargement macrohomogène. La justification d'une telle amélioration est sans doute liée au fait que la mesure du champ cinématique intègre les effets de voisinage (comme nous l'avons vu précédemment), c'est-à-dire notamment les effets de la microstructure sous-jacente. Nous pouvons donc penser que cet effet sera d'autant mieux pris en compte que les conditions aux limites appliquées seront mesurées au plus près de l'agrégat simulé, soit sur une épaisseur faible [Hériprié, 06]. L'écart entre la courbe bleue et la courbe verte reflète, quant à lui, l'erreur associée à l'application de conditions aux limites non réalistes dans l'épaisseur du maillage (je rappelle qu'il s'agit d'une invariance suivant z des conditions de surface). Si dans notre exemple, cet écart est acceptable, et donne donc la meilleure approximation vis-à-vis de la réponse réelle de l'agrégat, la microstructure 3D nous est en principe inconnue et seule la réponse rouge a donc un sens du point de vue de l'expérimentation.

### 5.3.c) Effet de l'évolution des conditions aux limites.

S'il est possible dans le cas de l'expérimentation virtuelle de connaître l'évolution du champ de déplacement en chaque nœud du maillage et pour chaque pas de temps, cette dernière dépendance n'est pas toujours accessible d'un point de vue expérimental, notamment dans le cadre des essais in situ sous MEB pour lesquelles les mesures ne sont effectuées que pour quelques étapes (cf. points en rouge sur la figure 54), voire à l'état déchargé pour les essais macroscopiques interrompus [Dexet, 06]. Or, pour des comportements héréditaires comme celui de l'élasto(visco)plasticité, pour lesquels les simulations numériques doivent être effectuées par un processus pas à pas, il nous faut reconstruire l'évolution du trajet de chargement (figure 55a) à partir de mesures discrètes des composantes du champ de déplacement. Le premier schéma (et le plus simple) de description de l'évolution de ce trajet consiste donc à linéariser le champ de déplacement entre deux étapes consécutives comme illustré par la figure 55b.

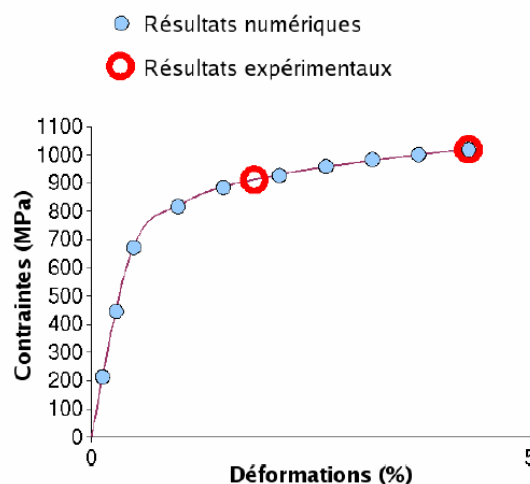
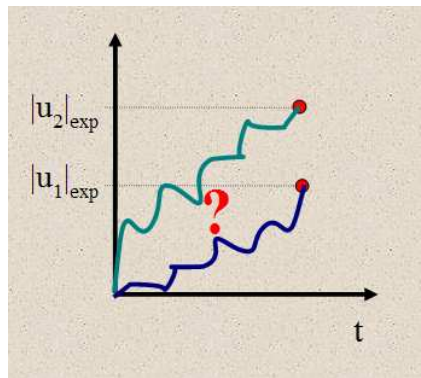
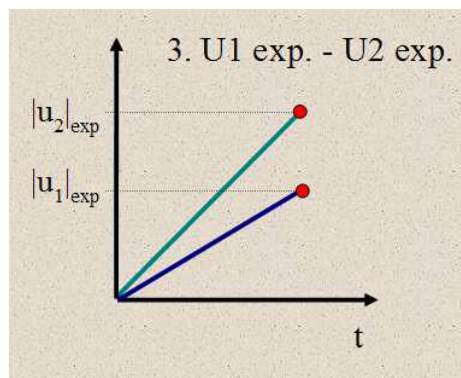


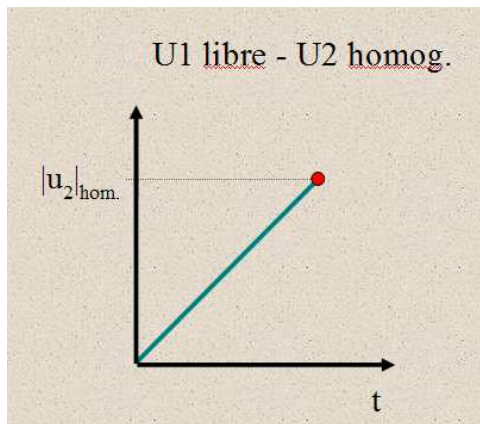
Figure 54 : Illustration de la discrétisation des mesures de champs pour des essais in situ MEB



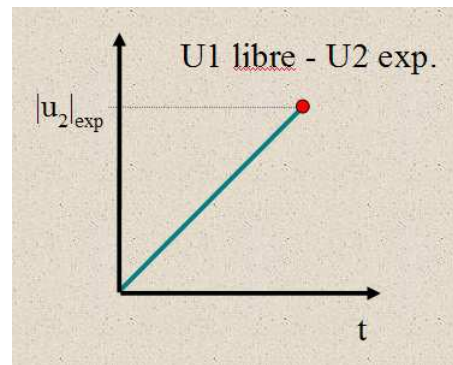
a)



b)



c)



d)

Figure 55 : a) Evolution du champ de déplacement entre deux étapes. b) linéarisation des deux composantes planes  $U_{2\text{exp}}$  et  $U_{1\text{exp}}$ , c) linéarisation d'une seule composante  $U_2 = U_{2\text{macro}}$ ,  $U_1$  libre, d) linéarisation d'une seule composante  $U_2 = U_{2\text{exp}}$ ,  $U_1$  libre

Si ce trajet, appliqué comme illustration au cas d'un alliage TiAl monophasé  $\gamma$  obtenu par métallurgie des poudres et présentant une texture isotrope, permet de reproduire de façon correcte la réponse expérimentale macroscopique (figure 56), il n'en est toutefois pas de même de l'évolution du rapport des déformations transverse/longitudinale (figure 57a) ou de l'évolution de l'état de contrainte transverse (figure 57b), avec notamment l'apparition d'un maximum de la contrainte transverse moyenne au seuil de plasticité traduisant l'existence d'un état mécanique biaxié apparent. Cette mauvaise description de l'état de chargement (contrainte transverse non nulle) est due au fait que la linéarisation des composantes  $U_1$  et  $U_2$  associées aux mesures de champs n'a pas tenu compte de la réalité de la réponse mécanique de l'agrégat entre le domaine élastique et plastique, ignorant ainsi le fait que le rapport des déformations devait évoluer de -0,3 à -0,5, conformément à la mesure expérimentale. (Cette évolution est due aux propriétés élastiques du matériau mais aussi à sa texture cristallographique, en l'occurrence isotrope et liée à son mode d'élaboration, à savoir la métallurgie des poudres [Héripré, 06]. Nous aboutissons à la même conclusion pour les alliages de zirconium [Dexet, 06], avec par exemple, une évolution du rapport des déformations de -0,3 à -0,8 pour une sollicitation suivant la direction transverse. Cette évolution est à mettre sur le compte de l'effet de la texture cristallographique et de la forte anisotropie du comportement plastique du matériau (cf. figure 31).

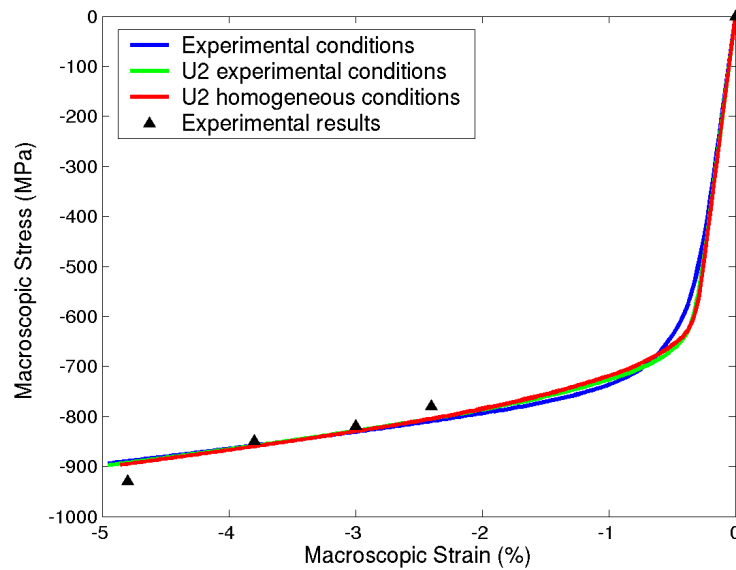


Figure 56 : Réponse macroscopique d'un alliage de TiAl soumis à un essai de compression uniaxial (suivant la direction 2). Comparaison entre simulations numériques représentant des évolutions de chargement différents. Les points correspondent aux mesures expérimentales.

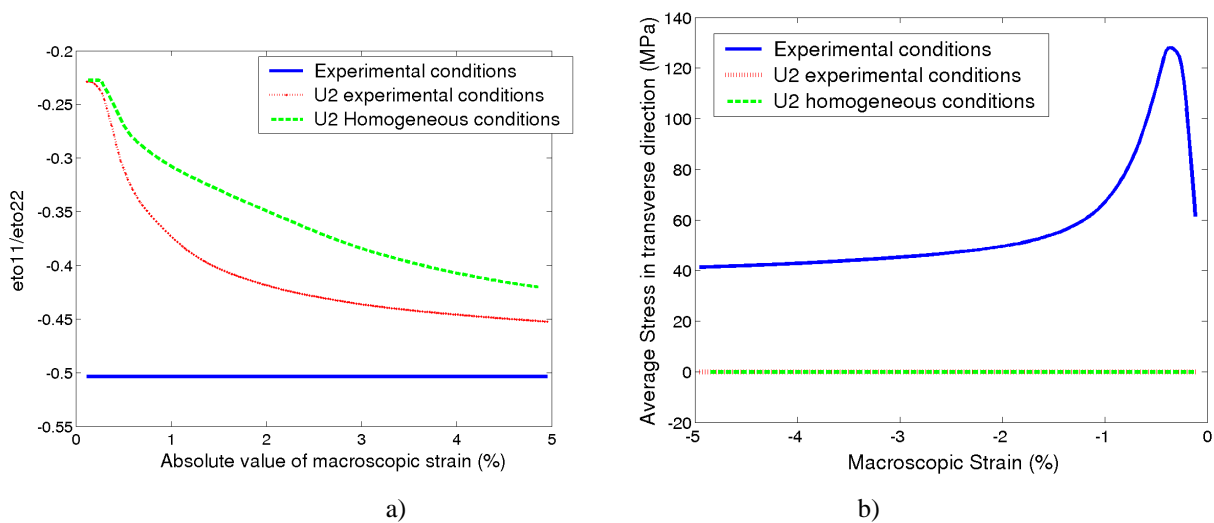


Figure 57: Réponse mécanique d'un alliage de TiAl soumis à un essai de compression uniaxial (suivant la direction 2). a) Evolution du rapport des déformations transversales/ longitudinales issues des simulations numériques pour différentes évolutions de chargement appliqué. b) Evolution de la contrainte transverse moyenne pour différentes simulations numériques présentant différentes évolutions de chargement appliqué.

Afin de palier ces défauts de représentation du comportement mécanique des matériaux, nous avons proposé les schémas d'évolution des composantes de déformation présentés figures 55c et 55d. Nous avons ainsi opté, dans un premier temps, pour la reproduction d'une seule des deux composantes du champ de déplacement (en l'occurrence la composante principale  $U_2$ ) associée à une condition supplémentaire sur l'une des composantes du champ de force (à savoir  $F_1$  devait être nulle sur le pourtour de l'agrégat). Les courbes rouge et verte des figures 57 illustrent les différentes réponses obtenues en choisissant  $U_2$  issue des mesures expérimentales (c'est-à-dire fluctuant en chaque point de mesure associé à la microstructure) ou provenant des conditions macroscopiques. On remarque que si ces deux types de conditions permettent de reproduire la réponse mécanique macroscopique et l'état de chargement uniaxial, (lié au fait que la composante  $F_1$  soit nulle sur le pourtour de l'agrégat), l'application de l'évolution du champ expérimental

décrit mieux l'évolution du rapport des déformations transversales/longitudinales [Héripuré, 06]. Toutefois, un autre schéma de linéarisation a été proposé [Gélébart, 04] et retenu. Il consiste à décomposer chacune des composantes  $U_1$  et  $U_2$  du champ de déplacement mesuré expérimentalement en deux parties, la première respecte la proportionnalité entre les composantes  $U_1$  et  $U_2$  permettant de décrire l'état de déformation élastique (c'est-à-dire permet de retrouver l'évolution du coefficient de Poisson), la seconde linéarise le champ de déplacement complémentaire, défini à partir du seuil de plasticité pour atteindre l'état final. La figure 58 illustre une telle décomposition, soit .

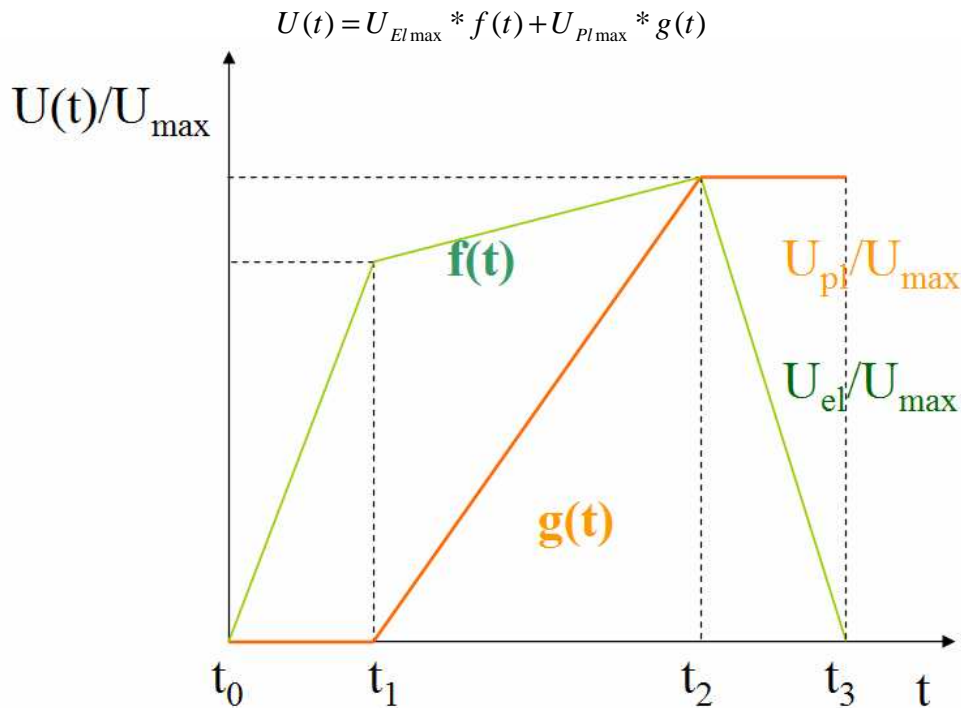


Figure 58 : Représentation de la décomposition du trajet de chargement entre le domaine élastique et plastique [Dexet, 06].

Avec un tel schéma, il nous est alors possible de reproduire le chargement macroscopique tout en respectant la cinématique des champs locaux. Il serait toutefois bien évidemment préférable de pouvoir suivre l'évolution des champs de déplacement au cours du chargement. Si cette fréquence d'échantillonnage des images est à ce jour illusoire pour de l'imagerie MEB haute résolution, il n'en est pas de même pour l'imagerie optique, pour laquelle la fréquence d'acquisition des images peut être de l'ordre de la seconde voire du dixième de seconde, ce qui pour un essai quasi-statique ( $10^{-4}s^{-1}$ ) permet d'effectuer une acquisition quasi-continue. C'est pourquoi, nous avons axé nos développements vers la réalisation d'essais mécaniques in situ sous microscopie optique (figure 59) à imagerie haute résolution. Un tel dispositif permet donc de suivre en temps réel (figure 60) l'évolution des champs de déplacement et de déformation. La figure 60a) représente l'évolution de la déformation axiale mesurée au cours d'un essai de traction réalisé sur du zirconium grade 702. La courbe bleue reprend l'évolution mesurée par extensométrie classique (base de mesure 14,5 mm), les points correspondant à l'analyse d'images réalisée sur une base de mesure millimétrique associée au champ de l'image. Il nous est de plus possible de caractériser la réponse mécanique du VER. La figure 61 représente, pour le même essai, l'évolution de la mesure de la déformation axiale associée à différentes bases de mesures. Cette étude, au cours du temps, confirme d'une part le résultat de la figure 32, à savoir qu'une base de mesure de  $300\mu m$  contient le VER. pour le zirconium grade 702 et d'autre part permet d'en suivre l'évolution en fonction du chargement imposé. Il nous est toutefois difficile de diminuer encore plus la base de mesure avec les moyens optiques, ceci est au premier ordre dû aux objectifs utilisés qui, au-delà d'un certain grandissement, sont trop sensibles au déplacement hors plan, ne permettant plus la mise au point de l'image sur la surface étudiée.

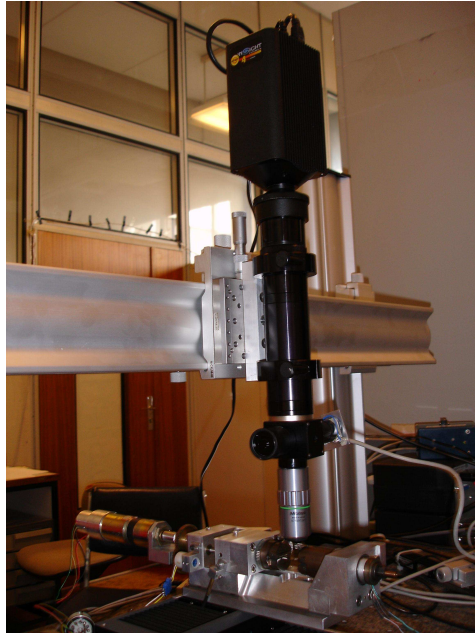


Figure 59 : Montage d'essais in situ sous microscope optique

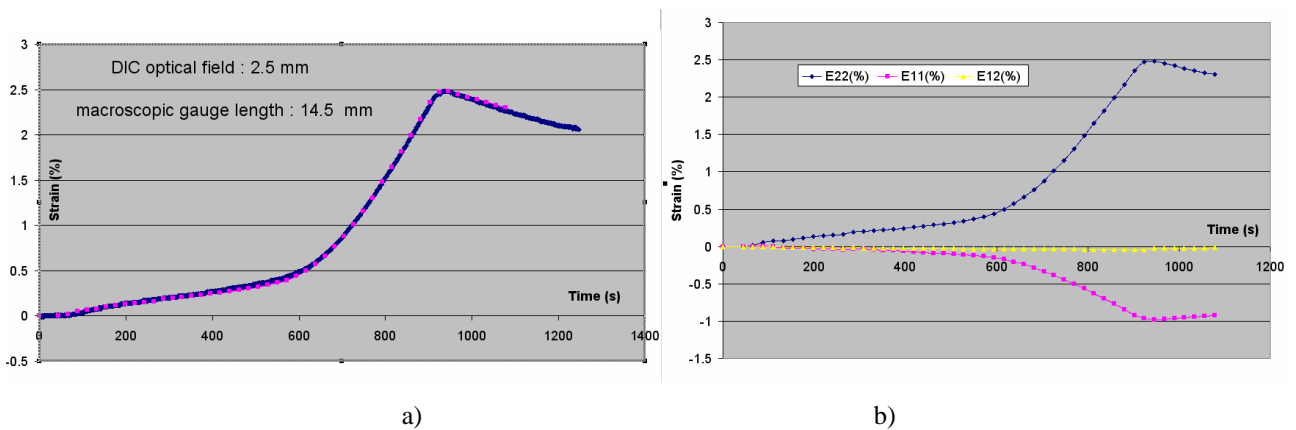


Figure 60 : Zirconium grade 702 soumis à un essai de traction à la température ambiante. a) Evolution de la déformation axiale au cours du temps pour différentes base de mesure. b) Evolution des composantes 11, 22, et 12 (base de mesure millimétrique)

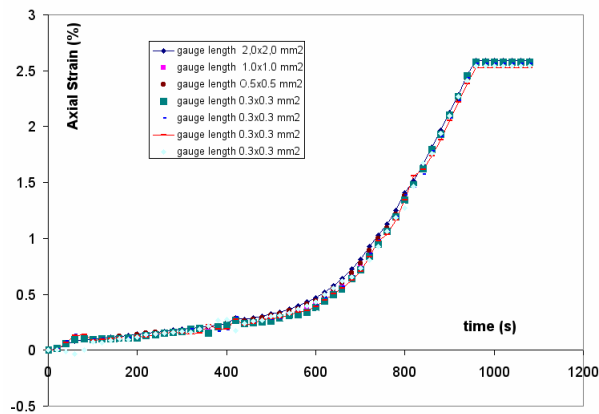


Figure 61 : Evolution de la déformation axiale au cours du temps pour différentes base de mesure obtenue par corrélation d'images numériques.

#### 5.4. Perspectives d'application à l'optimisation des paramètres de loi de comportement

Une fois convaincu du bien fondé de notre démarche méthodologique, nous avons commencé à nous intéresser à l'optimisation des paramètres de la loi de comportement [Geymonat, 02]. Cela consiste à minimiser une fonctionnelle (E) construite sur l'écart entre les réponses expérimentales (multiéchelles) et celles issues des simulations numériques en veillant à ce que les bases de mesure soient là aussi commensurables. Nous avons opté [Héripré, 06], [Dexet, 06] pour une fonction coût construite en deux à partir de l'écart normalisé ( $S^M$ ) entre les réponses macroscopiques simulées et mesurées expérimentalement et l'écart sur les champs locaux ( $E^L$ ), eux aussi normalisés. Les poids  $W^M$  et  $W^L$  traduisent l'intérêt que l'on porte à une meilleure description de la réponse macroscopique ou bien des champs locaux.

$$E = W^M S^M + W^L E^L$$

avec :

$$S^M = \frac{\sum_{k=1}^{k=n} N_1(\Delta\Sigma(t_k))}{\sum_{k=1}^{k=n} N_1(\Sigma^{\text{exp}}(t_k))},$$

où

$$N_1(\Delta\Sigma(t_k)) = \sqrt{\Delta\Sigma_{xx}(t_k)^2 + \Delta\Sigma_{yy}(t_k)^2 + \Delta\Sigma_{xy}(t_k)^2} \text{ et } \Delta\Sigma_{ij}(t_k) = \Sigma_{ij}^{\{\text{exp}\}}(t_k) - \Sigma_{ij}^{\{\text{sim}\}}(t_k).$$

et

$$E^L = \frac{\sum_{n=1}^{n=N_b} N_2(\Delta\varepsilon)}{\sum_{n=1}^{n=N_b} N_2(\varepsilon^{\text{exp}})},$$

où  $N_b$  correspond au nombre total de point de comparaison.

$$N_2(\Delta\varepsilon) = \frac{2}{3} \sqrt{(\Delta\varepsilon_{xx} - \Delta\varepsilon_{yy})^2 + 4\Delta\varepsilon_{xy}^2}, \text{ et } \Delta\varepsilon_{ij} = \varepsilon_{ij}^{\text{exp}} - \varepsilon_{ij}^{\text{sim}}.$$

Dans cet exemple issu de [Héripré, 07] nous avons opté pour une erreur locale construite à partir des mesures de champs de déformation obtenues en chaque point de Gauss. Nous aurions aussi bien pu opter pour une erreur construite à partir des composantes du champ de déplacement obtenues aux nœuds du maillage comme proposé dans [Héripré, 06]. L'utilisation d'algorithmes de minimisation de type gradient conjugué ou génétique [Héripré, 06] permet donc de tracer des surfaces d'évolution de la fonctionnelle choisie et de déterminer le meilleur jeu de paramètres pour la loi de comportement que l'on a préalablement définie. La figure 62 représente, pour un chargement macroscopique appliqué de 0,25%, l'évolution d'une telle fonctionnelle dans le cadre de l'optimisation des paramètres ( $R^\circ$  et  $H$ ) pour notre matériau virtuel, dont les paramètres ont été fixés arbitrairement et dont la configuration de référence joue le rôle de nos mesures expérimentales.

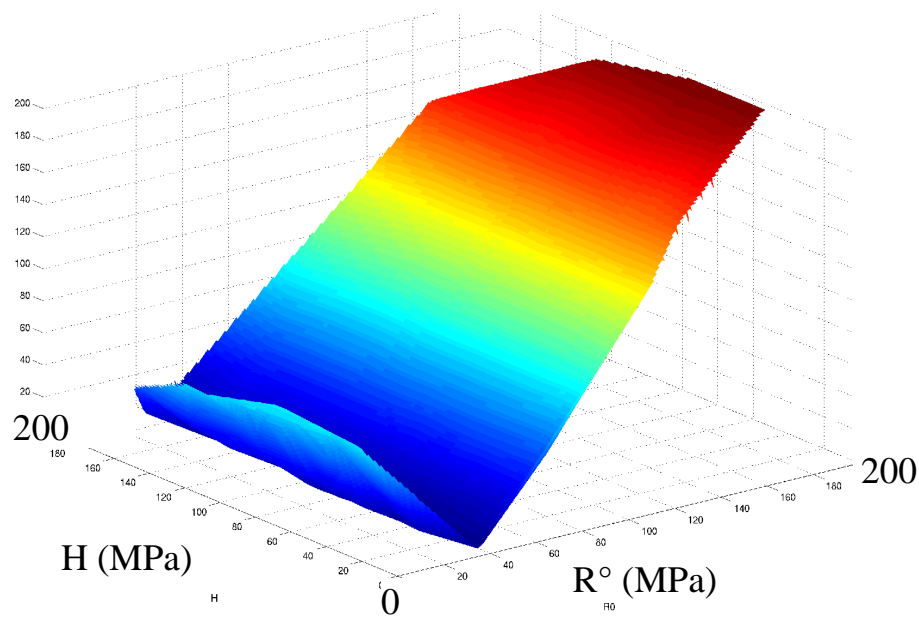


Figure 62. Evolution de la surface d'erreur associée à la fonctionnelle (E) en fonction des paramètres H et  $R^\circ$ .

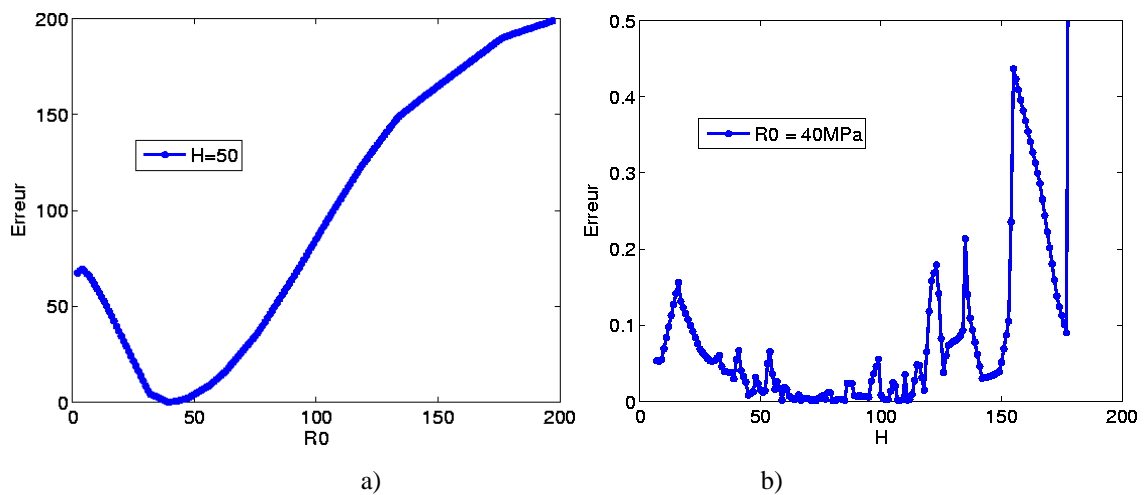


Figure 63 : Coupe de la figure 54 pour a)  $H=50$  MPa, b)  $R^\circ=40$  MPa

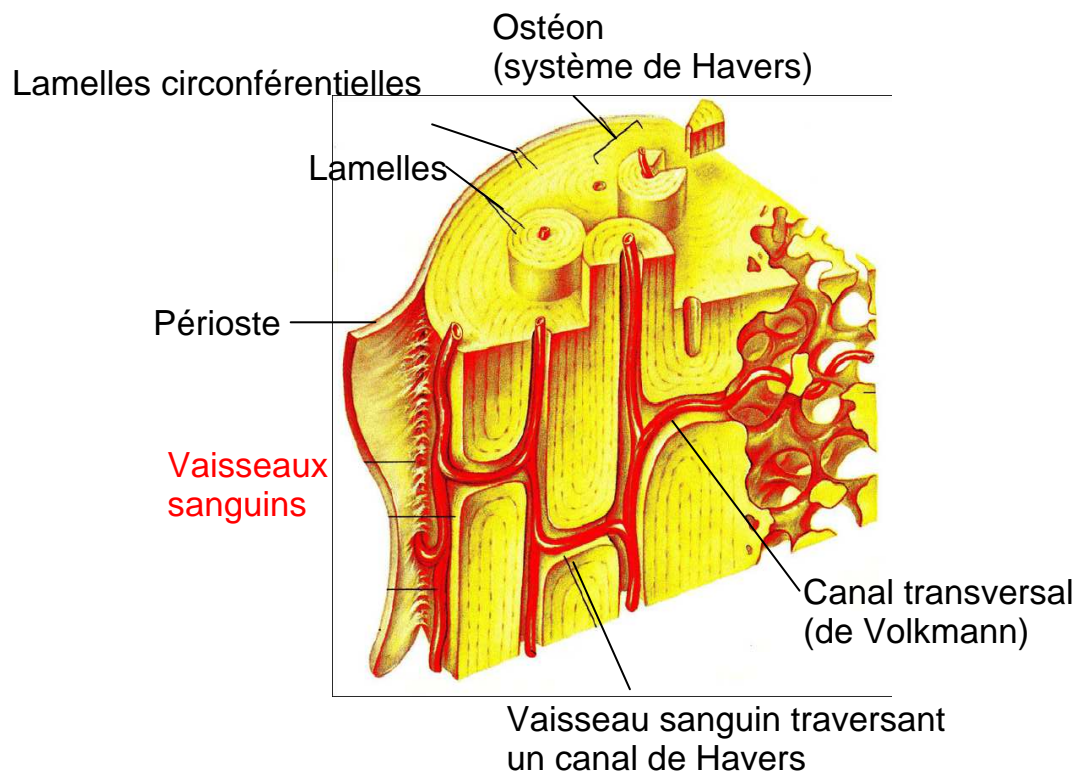
Si le minimum semble bien marqué pour la variable  $R^\circ$  (figure 63a) il n'en est pas de même pour H (figure 63b). Ceci a été mis sur le compte du fait que la procédure d'identification a été réalisée pour un essai interrompu à 0,25% de déformation plastique, soit trop près du seuil de plasticité pour pouvoir déterminer correctement le paramètre d'écroutissage retenu. En effet, si nous avons déjà remarqué que le sous-domaine utilisé ( $30 \times 30 \times 10 \mu\text{m}^3$ ) ne recouvrait pas le volume élémentaire représentatif du matériau virtuel, cela n'affecte pas la partie élastique de son comportement, du fait de son isotropie (cf. fig. 51), d'où la caractérisation correcte de  $R^\circ$ . Il faut toutefois bien avoir à l'esprit que la pertinence du résultat sera nécessairement dépendante du choix de la fonctionnelle et dépendra aussi de l'échelle (des échelles) à laquelle (auxquelles) s'effectuera (ront) l' (les) identification(s). En effet si la limite d'élasticité se définit par l'apparition d'un écart à la linéarité entre la réponse élastique du matériau et son comportement réel, l'identification des cissions critiques résolues dépendra nécessairement de cet écart ( $10^{-5}$ ,  $10^{-3}$ , ???) conduisant à autant de valeurs qu'il y a de critères sans compter les effets de bases de mesure, de fonctionnelles, etc.



## 6. Exemple d'application à d'autres classes de matériaux

J'ai jusqu'à présent illustré la méthodologie développée à partir d'exemples pris majoritairement dans la classe des matériaux polycristallins, avec le zirconium comme matériau fétiche. Toutefois, cette démarche ne doit pas se limiter aux polycristaux, mais a vocation à être utilisée et enrichie par l'étude de toutes les classes de matériaux des métalliques aux polymères en passant par les matériaux composites, géologiques et les biomatériaux. Cette dernière catégorie renferme de surcroît de nombreux matériaux à microstructures emboîtées, voire enchevêtrées comme les os, les fibres musculaires, la peau, etc... Ces matériaux sont donc naturellement attrayant pour un micromécanicien puisque l'ensemble de ces microstructures complexes induisent de très fortes hétérogénéités de comportement entre les différentes phases.

Par exemple, si la microstructure fine de l'os cortical est constituée de fibres de collagène, d'hydroxyapatite et de vaisseaux sanguins (cf. figure 63), à l'échelle de la centaine de micromètres, elle peut être caractérisée par l'étude des ostéons et des canaux de vascularisation (figure 64a). Si l'on effectue une cartographie de composition chimique au moyen d'une sonde EDS de la zone précédente, on peut notamment mettre en évidence l'existence d'un gradient en calcium au sein des ostéons (figure 64b). Ce gradient de composition peut alors être associé à l'âge des ostéons (à leur état de remodelage, puisque l'os est un matériau vivant), avec un degré de minéralisation d'autant plus élevé (zones claires de la figure 64b) que l'ostéon sera plus âgé. Du point de vue de l'étude des champs cinématiques, l'utilisation des essais *in situ* sous microscope optique semble le moyen le plus approprié du fait de la taille de la microstructure (plusieurs centaines de  $\mu\text{m}$ ), et de l'environnement dans lequel doit être placé l'échantillon (atmosphère humide, à température et pression contrôlées). D'autre part, la microstructure est dotée d'un marquage naturel, à savoir les ostéocytes (figure 65b) permettant ainsi de déterminer les hétérogénéités de déformation intra-ostéons (figure 65c) et d'en suivre les évolutions. Pour avoir une vision plus complète de l'intérêt de ce type d'approche vis-à-vis des biomatériaux, je ne peux qu'encourager le lecteur à consulter les travaux d'Henry [Henry, 06] qui a appliqué cette méthodologie à l'étude micromécanique de l'os cortical : mesures de champs et simulations numériques.



Reproduit de E.N. Marieb, *Anatomie et Physiologie Humaines*.  
 Ed. Renouveau Pédagogique et The Benjamin/Cummings Publ. Cy Inc, 1992

Figure 63 : Structure fine de l'os cortical

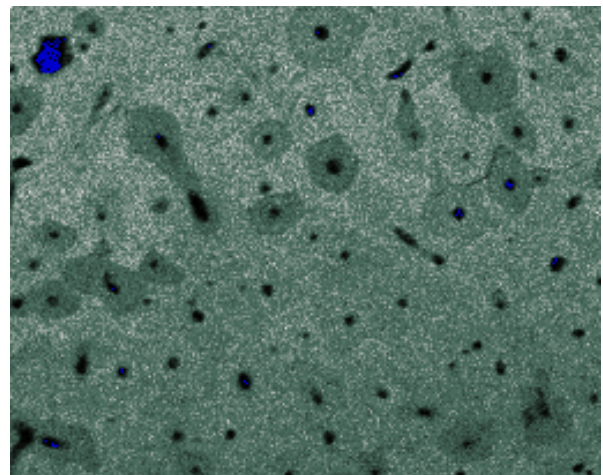
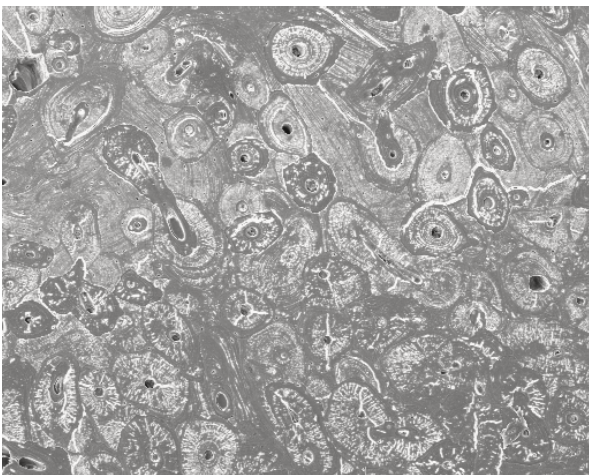


Figure 64 : a) Microstructure de l'os cortical observée en MEB électrons rétrodiffusés, b) Cartographie en calcium

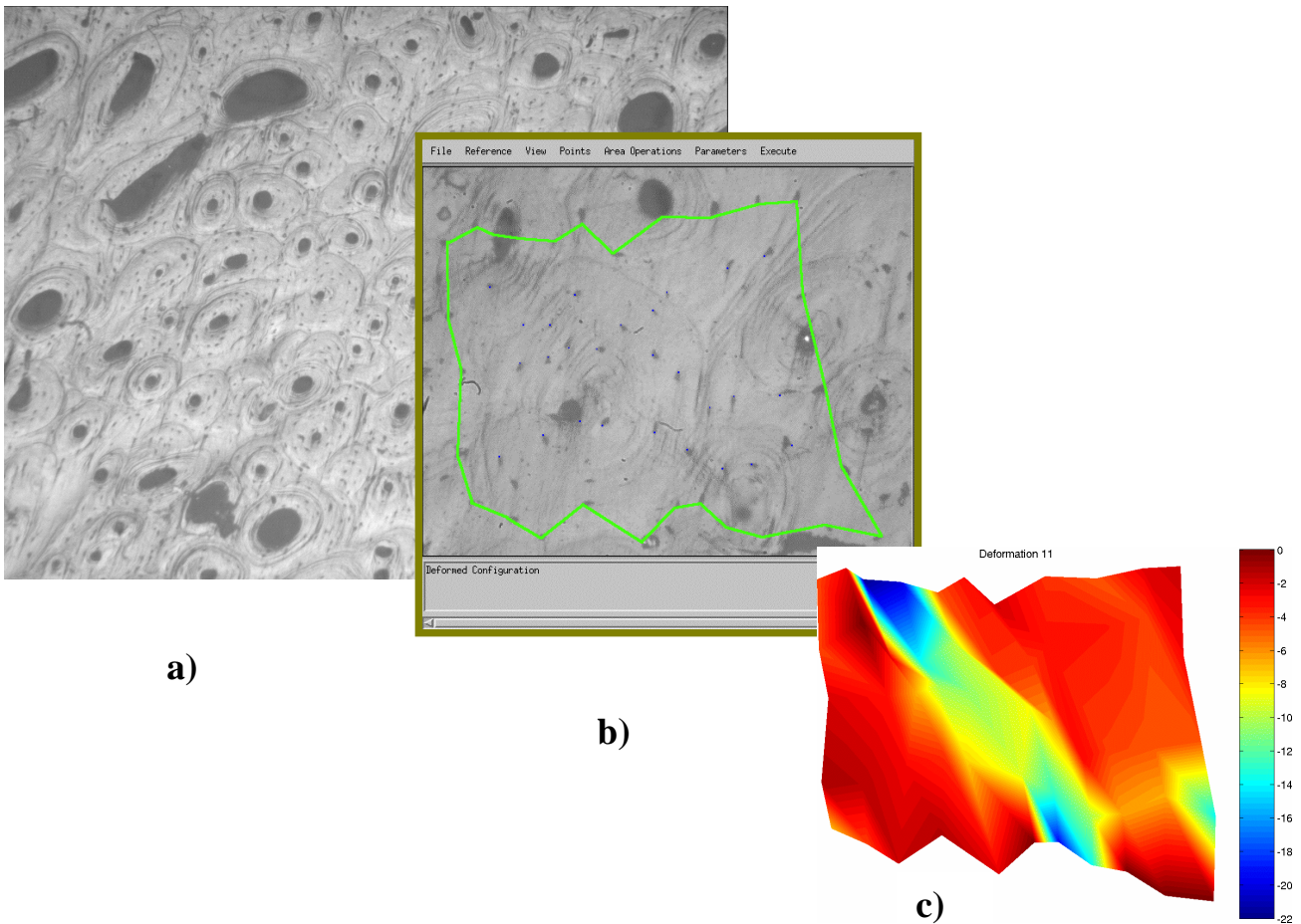


Figure 65 : a) Microstructure de l'os cortical sous microscopie optique, b) définition d'un champ et des points de corrélation (ostéocytes), c) mesure de champ associé.

## 7. Conclusions et perspectives.

L'objet de ce mémoire fut de présenter une démarche méthodologique concernant l'approche micromécanique du comportement des matériaux. J'espère avoir convaincu de sa pertinence mais aussi avoir pointé du doigt quelques questions essentielles qu'il faut bien avoir à l'esprit dès lors que l'on s'intéresse à une approche couplée multiéchelles, notamment les questions relatives à la définition de la base de mesure ou celle concernant le couplage surface/volume et l'effet des conditions aux limites. Si du point de vue expérimental, la démarche semble être assez bien engagée, du point de vue du dialogue avec le calcul numérique de nombreuses zones d'ombre restent encore à éclaircir, notamment la prise en compte du bruit de mesure des composantes du champ cinématique (estimé à une fraction de pixel) sur la robustesse de l'optimisation des paramètres de la loi de comportement, mais aussi, à nombre de degrés de liberté fixé, l'utilisation intelligente de ces DDL pour évaluer le comportement d'un élément volumique de matière tout au long de son histoire de chargement. Pour ce point particulier, l'application des conditions aux limites mesurées expérimentalement pourrait être une solution tout particulièrement élégante lorsque l'on effectue des calculs parallèles puisque l'on est alors obligé de découper le maillage en plusieurs sous domaines (en y associant des conditions cinématiques aux frontières), chaque sous-maillage étant associé à un processeur. Nous pouvons ainsi à l'extrême imposer les composantes cinématiques mesurées dans le plan d'observation à chacun des nœuds du maillage et valider la réponse mécanique de l'agrégat sur les seuls champs de contrainte (réponse macroscopique, et champs de contrainte si nous pouvons y associer des mesures par diffraction X par exemple, mais attention alors à la définition de la base de

mesure associée au volume diffractant). Il ne faudra toutefois pas oublier de valider la démarche par la vérification des mécanismes activés au moyen d'une étude expérimentale adaptée, qui est par essence elle-aussi multiéchelle (couplage MEB/MET par exemple).

D'autre part, ma réflexion scientifique fondée sur l'approche micromécanique présentée ci-dessus, m'amène à m'intéresser à l'étude des matériaux à gradient de microstructures et de propriétés, pour lesquels les notions de séparation des échelles et de volume élémentaire représentatif ne sont pas forcément bien définies. Mon intérêt pour ces matériaux réside dans la nécessité de proposer une méthodologie différente, variante des approches classiques, lesquelles sont fondées sur une caractérisation moyenne d'une partie isolée définie au sein d'un volume élémentaire représentatif de la microstructure. Cette méthodologie a pour ambition de remédier à la séparation artificielle entre matériaux et structures qui est généralement observée. Or, l'élaboration des lois de comportement nécessaires pour le développement d'outils de simulations numériques réalistes vis-à-vis des applications recherchées implique une prise en compte de l'hétérogénéité microstructurale, dans la définition des propriétés mécaniques conduisant à une identification des paramètres de ces dernières à l'échelle des éléments constitutifs.

Ce nouvel intérêt est au cœur de ma démarche scientifique et se traduit actuellement par la direction d'une thèse sur l'effet de la microstructure des joints soudés en alliage base nickel sur le dimensionnement à la corrosion sous contrainte des conduites des circuits primaires des réacteurs des centrales REP. En effet la taille de grains, qui est commensurable avec celle du cordon de soudure ainsi que la texture de la zone soudée qui est fortement marquée, ne permettent plus de considérer les hypothèses de séparations d'échelles, essentielles dans l'approche de la mécanique de la rupture, comme valides vis-à-vis notamment de l'amorçage de la corrosion sous contrainte.

D'autre part, certains matériaux biologiques, comme l'os spongieux, de par son architecture hétérogène, présentent eux aussi des gradients de microstructure se traduisant, là aussi, mais à une autre échelle, par des gradients de propriétés. Les collaborations fructueuses engagées avec l'hôpital Bicêtre (Prof. O. Gagey) débouchent actuellement sur l'encadrement en thèse d'un chirurgien orthopédiste dont l'objectif consiste à définir une nouvelle stratégie d'implant prothétique d'épaule non cimenté, basée sur une stimulation de la repousse osseuse, qui tient compte du gradient des propriétés mécaniques observé expérimentalement. Ce travail fait suite à un stage de master BIOST [Kalouche, 07], projet au cours duquel a été confirmé l'anisotropie des propriétés élastiques de la glène, et mis en évidence un gradient de ces mêmes propriétés ainsi que du seuil de rupture. Ces hétérogénéités de propriétés ont, de plus, pu être reliées à l'hétérogénéité microstructurale au moyen d'une caractérisation volumique 3D réalisée en IRM par l'équipe de G. Guillot de l'U2R2M (UMR CNRS 8081, Paris-Sud) [Guillot, 07]

De plus, mon intérêt pour les matériaux à gradient de propriétés et plus particulièrement pour les nanomatériaux, mûrit au sein du laboratoire par la participation au réseau Stressnet mais aussi par mon implication dans le programme matériaux sur les effets d'échelles au sein du polycristal [Hoc, 01] s'exprimera par ma participation au GDR Mécano. GDR qui concerne plus particulièrement les matériaux métalliques et qui a pour objectif de développer une approche multi-disciplinaire de la mécanique des « nano-objets » associant physicien, chimiste et mécanicien. Cette démarche nécessite toutefois le développement d'outils spécifiques aux nano-objets tant du point de vue expérimental que de la modélisation.

Enfin, je ne voudrais pas finir ce manuscrit sans mentionner le fait que la plupart des études, des outils de caractérisation et de simulation développés ou à développer, nécessitent de pouvoir collaborer avec d'autres laboratoires, d'autres structures voire d'autres cultures à l'heure des programmes de collaborations européennes, ou internationales. Or comme pour les matériaux hétérogènes, le comportement des équipes n'est pas indépendant de leur environnement (scientifique, économique, ...), il faut donc pouvoir se développer en tenant compte des évolutions à venir sans pour autant oublier le caractère héréditaire lié à sa propre culture et à celle de ses partenaires. Je n'oublierai donc pas de remercier l'ensemble des personnes (enseignants comme étudiants) qui ont partagé leur temps et leur énergie à m'enseigner, m'épauler, travailler avec moi, au service je l'espère, de la mécanique des matériaux et de l'approche multiéchelle. Merci à toutes celles et tous ceux qui ont fait l'équipe micromécanique des matériaux hétérogènes du LMS.

## 8. Références bibliographiques

[Allais, 94]

L. Allais, M. Bornert, T. Bretheau, and D. Caldemaison,  
Experimental characterization of the local strain field in a heterogeneous elastoplastic material.  
*Acta Metal. and Mater.*, 42(11), pp 3865-3880. 1994.

[Bertolino, 07]

G. Bertolino, N. Bilger, J. Crépin,  
Modeling microstructures and microstructural effects on macroscopic and intra-granular mechanical behavior  
*Computational Materials Science*, 40, pp 408–416, 2007.

[Bilger, 03]

N. Bilger,  
Etude micromécanique de l'effet de la présence d'amas d'inclusions sur la transition fragile-ductile d'aciers nucléaires.,  
Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique, 2003.

[Bornert, 96]

M. Bornert,  
Morphologie microstructurale et comportement mécanique ; caractérisations expérimentales, approches par bornes et estimations autocohérentes généralisées.  
Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Ponts et Chaussées, 1996.

[Burgers, 34]

[Cailletaud, 88]

G. Cailletaud,  
Une approche micromécanique du comportement des polycristaux.  
*Rev. Phys. App.*, 23, pp 353–363, 1988.

[Castelnaud, 03]

O. Castelnaud, N. Letouzé, J. Crépin, D. Caldemaison, M. Ceretti , R. Brenner,  
Distribution inter et intra-granulaire des déformations élastiques dans un acier chargé élastiquement : anayse par diffraction et homogénéisation  
Réunion du GFAC, Metz, 9-10 avril 2003.

[Choi, 06]

Y. S. Choi, A. D. Rollet and H. Piehler,  
Application of two point Orientation Auto-Correlation Fonction (TP-AOCF), *Materials Transactions*, 47, 5, pp1313-1316, 2006.

[Crépin, 95]

J. Crépin, T. Bretheau, D. Caldemaison,  
Plastic deformation mechanisms of '  $\beta$  treated' zirconium  
*Acta Metallurgica et Materialia*, vol. 43, 10, pp. 3709-3719, 1995.

[Crépinb, 95]

J. Crépin,  
Etude des mécanismes de déformation et d'endommagement du zirconium grade 702 traité  $\beta$ . Application aux cordons de soudure.  
Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique, 1995.

[Crépin, 96]

J. Crépin, T. Bretheau, D. Caldemaïson,  
Damage by cavity growth and rupture of  $\beta$  treated zirconium: a crystallographic model  
Acta Metallurgica et Materialia, vol. 44, 12, pp. 4927-4935, 1996.

[Crepin, 97]

J. Crépin, T. Bretheau, D. Caldemaïson, A. Barbu, G. Jazkierowicz,  
Microstructural study of  $\beta$  treated grade 702 Zirconium. Complementarity of two observation scales -S.E.M - T.E.M.  
Journal of Materials Science, vol. 32, pp. 4841-4846, 1997.

[Crepin, 00]

J. Crépin, T. Bretheau, D. Caldemaïson, F. Ferrer,  
Low cycle fatigue behaviour of  $\beta$  treated zirconium : reversibility of twinning and consequences for damage  
Acta Materialia, vol. 48, pp 505-516, 2000.

[Déprés, 04]

C. Déprés, C. Robertson, M. Fivel,  
Crack initiation in fatigue: experiments and three-dimensional dislocation simulations  
Materials Science and Engineering A 387-389, pp 288-291, 2004.

[Devincre, 06]

B. Devincré, L. Kubin, T. Hoc,  
Physical analyses of crystal plasticity by DD simulations  
Scripta Materialia 54, pp. 741-746, 2006.

[Dexet, 06]

M. Dexet,  
Méthode de couplage entre expérimentations et simulations numériques en vue de l'identification de lois de comportement intracristallin. Application aux alliages de zirconium  
Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique, 2007.

[Dingley, 86]

D.J. Dingley, K. Babakishi,  
Use of electron back scatter diffraction patterns for determination of crystal symmetry elements.  
Scanning Electron Microscopy, part 2, pp 383-391, 1986.

[Doumalin, 00]

P. Doumalin,  
Microextensométrie locale par corrélation d'images numériques.  
Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique, 2000

[Doumalin, 03]

P. Doumalin, M. Bornert, J. Crépin,  
Caractérisation de la répartition de la déformation dans les matériaux hétérogènes.  
Mécanique et Industrie , vol4, 6, pp. 607-617, 2003.

[Doquet, 07]

V. Doquet and G. Bertolino,  
A material and environment-dependent criterion for the prediction of fatigue crack paths in metallic structures  
Eng Fract Mech, doi:10.1016/j.engfracmech.2007.07.004, (2007),

[Elbachiri, 07]

K.Elbachiri, P. Doumalin, J. Crépin, M. Bornert, P. Barberis, V. Rebeyrolle, T. Bretheau,  
Characterization of local strain distribution in Zircaloy4 and M5 alloys  
15th International Symposium on Zirconium in the Nuclear Industry, ASTM, Sunriver Resort, Sunriver, Oregon,  
United States of America, Jun 24-28 2007.

[Ferrer, 00]

F. Ferrer

Etude des mécanismes de déformation du zirconium entre 25°C et 400°C. Influence d'une faible teneur en soufre.  
Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique, 2000.

[Fu, 03]

X. Fu \*, H.F. Poulsen, S. Schmidt, S.F. Nielsen, E.M. Lauridsen, D. Juul Jensen,  
Non-destructive mapping of grains in three dimensions  
Scripta Materialia 49, pp. 1093–1096, 2003.

[Fundenberger, 03]

J. -J. Fundenberger, A. Morawiec, E. Bouzy and J. S. Lecomte,  
Polycrystal orientation maps from TEM  
Ultramicroscopy, vol. 96,(2), pp. 127-137, 2003.

[Ganne, 02]

T. Ganne, J. Crépin, S. Serror, A. Zaoui

Residual stresses and cracking behaviour of PVD tungsten coatings deposited on steel substrates : the influence of film thickness

Acta Mater., 50, pp 4149-4163, 2002

[Gélébart, 04]

L. Gélébart, M. Dexet, M. Sauzay, J. Crépin, A. Roos,

Identification of crystalline behavior on Macroscopic Response and Local Strain Field Analysis,  
Application to Alpha zirconium Alloys.

Zirconium in the Nuclear Industry, 14th International Symposium, ASTM STP 1467, P. Rudling and B. Kammenzind,  
Eds, ASTM International, West Conshohocken, PA, Vol. 1, (9), .pp 585-601, 2004.

[Geymonat, 02]

G. Geymonat, F. Hild, and Pagano,

Identification of elastic parameter by displacement field measurement.

C.R. mecanique, 330, pp 403-408, 2002.

[Guillot, 07]

G. Guillot, S Abdelmoumene, I Kalouche, J Crépin, O Gagey,

Characterization by MRI of glenoid trabecular bone

9th ICMRM Conference, Aachen, Allemagne, Septembre 2007.

[Halphen, 75]

B. Halphen, Q.S. Nguyen,

Sur les matériaux standards généralisés,

J. Méc. 14 (1), pp 39–63, 1975.

[Henry, 06]

L. Henry,

Approche micromécanique de l'os cortical : mesures de champs et simulations numériques  
Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Paris, 2006.

[Hériprié, 06]

E. Hériprié,

Méthode de couplage multi-échelles entre simulations numériques polycristallines et mesures de champs pour l'identification des paramètres de lois de comportement et de fissuration des matériaux métalliques. Application à l'étude des alliages TiAl.

Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique, 2007

[Hériprié, 07]

E. Hériprié, M. Dexet, J. Crépin, L. Gélébart, A. Roos, M. Bornert, D. Caldemaison,

Coupling between Experimental Measurements and Polycrystal Finite Element Calculations for micromechanical study of metallic materials

,International Journal of Plasticity\_Vol 23, (9), pp. 1512-1539, 2007.

[Hoc, 01]

T. Hoc, J. Crépin, B. Devincre, J. Le Coze

Étude des champs mécaniques locaux du polycristal à l'aide d'une loi de comportement fondée sur la dynamique des dislocations.

Programme Matériaux du CNRS,2001

[Hoc, 03]

T. Hoc, J. Crépin, L. Gélébart, A. Zaoui,

A procedure for identifying the plastic behavior of single crystals from the local response of polycrystals.

Acta Mater, vol. 51, (18), pp. 5479-5490, 2003.

[Juul Jensen, 06]

D. Juul Jensen, E.M. Lauridsen, L. Margulies, H.F. Poulsen, S. Schmidt, H.O. Sørensen and G.B.M. Vaughan,  
X-ray microscopy in four dimensions

Materials Today, Vol. 9, (1-2), pp. 18-25, 2006.

[Kalouche, 07]

I. Kalouche,

Caractérisation mécanique de l'os spongieux de la glène

Master de Recherche M2, Mention Biomécanique Ostéoarticulaire et Tissulaire. Biomécanique et modélisation du système ostéoarticulaire. ENSAM Paris, 2007.

[Lefebvre, 05]

S. Lefebvre, B. Devincre, T. Hoc,

Simulation of the Hall-Petch effect in ultra-fine grained copper

Materials Science and Engineering A 400-401, pp 150-153, 2005.

[Maquet, 07]

J. Maquet,

Dialogue calcul-experience et expériences virtuelles.

Stage d'ingénieur, Institut Polytechnique des Sciences Appliquées (IPSA), Octobre 2007.

[Pujol, 94]

C. Pujol,

Etude des mécanismes de déformation en traction et fluage du Zr alpha entre 20 et 300°C

Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1994.



[Randle, 00]

V. Randle and O. Engler,

Introduction to Texture Analysis: Macrotexture, Microtexture and Orientation Mapping,  
ISBN 90-5699-224-4, Harwood Academic, 280 pp. 2000.

[Rupin, 07]

N. Rupin,

Modélisation micromécanique du comportement à chaud de polycristaux biphasés.  
Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique, 2007

[St Pierre, 07]

L. St-Pierre E. Héripré; M. Dexet, J. Crépin, G. Bertolino, N. Bilger,

3D simulations of microstructure and comparison with experimental microstructure coming from O.I.M analysis  
International Journal of Plasticity, Vol 24, (9), pp 1516-1532, 2008.

[Van der Sande, 74]

J.B. Van der Sande and A.L. Bement,

An investigation of second particles in zircaloy-4 alloys.  
Journal of Nuclear Materials, 52, pp 115-118, 1974.

[Venables, 73]

J.A. Venables, C.J. Harland

Electron Backscattering Patterns - A new Technique for Obtaining Crystallographic Information in the Scanning  
Electron microscope,  
Philos. Mag. 27, pp. 1193-1200. 1973.

[Zaefferer, 00]

S. Zaefferer

New developments of computer-aided crystallographic analysis in transmission electron microscopy,  
J. Apply. Cryst. 33,(1), pp 10-25, 2000.

[Zeghadi, 05].

A. Zeghadi,

Effet de la morphologie tri-dimensionnelle et de la taille de grain sur le comportement mécanique d'agrégats  
polycristallins.  
Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris, 2005.

## **Curriculum Vitae et liste de publications**

# Curriculum Vitae

## SITUATION ACTUELLE

- **Chercheur de statut Armines au laboratoire de Mécanique des Solides (UMR 7649), Ecole Polytechnique, Palaiseau**  
Membre des équipes champs, bio.
- **Membre du collège B2 de la section 09 du CN du CNRS**
- **Membre de l'External Research Network (ERN)**  
associé au Réseau d'excellence Européens KMN-NoE (Knowledge based Multifunctional Materials Network)
- **Président de l'association Mecamat**
- **Membre du Conseil d'administration et du Conseil Scientifique de l'Association Française de Mécanique (AFM),**
- **Membre du Conseil d'administration de la Fédération Française des Matériaux**
- **Membre de l' advisory board d'Euromech (European Mechanics Society)**

## FORMATION

- juin 1995      **Docteur en Mécanique de l'Ecole Polytechnique**  
Mention très honorable avec les félicitations du jury  
Sujet : Mécanismes de déformation et d'endommagement du zirconium grade 702 traité  $\beta$ .  
Application aux cordons de soudure.  
Composition du jury  
A. Pineau (président)  
E. Gauthier (rapporteur)  
C. Téodosiu (rapporteur)  
C. Lemaignant(examinateur)  
P. Lemoine (examinateur)  
J.B. Leblond (examinateur)  
T. Bretheau (directeur de thèse)
- juin 1991      **DEA de Mécanique et Matériaux, Université Paris Nord**
- juin 1990      **Ingénieur de l'institut Galilée**  
Spécialité Matériaux

## EXPERIENCE PROFESSIONNELLE

- Depuis 12/1996      **Chercheur Permanent, Laboratoire de Mécanique des Solides, Ecole Polytechnique, Palaiseau**
  - Co-animateur de l'équipe micromécanique des matériaux hétérogènes de novembre 2001 à décembre 2005
  - Responsable du service technique du laboratoire de mai 1999 à décembre 2003
- 10/1995-11/1996      **Laboratoire de Mécanique des Solides, Ecole Polytechnique, Palaiseau / ONERA, Chatillon**  
Stage post-doctoral : Bourse jeune chercheur DRET (collaboration ONERA/DMMP)  
Sujet : Etude du comportement des alliages biphasés à base d'aluminium de titane (TiAl).
- 10/1992-09/1995      **Laboratoire de Mécanique des Solides, Ecole Polytechnique, Palaiseau**  
Stage de thèse dans l'Équipe micromécanique des matériaux hétérogènes  
Allocation MRES avec complément CEA  
Sujet : Mécanismes de déformation et d'endommagement du zirconium grade 702 traité  $\beta$ .  
Application aux cordons de soudure
- 08/1991-06/1992      **Service National, Berlin, Allemagne**  
Médaille de bronze de la Défense Nationale

- 05/1991-06/1991 **Laboratoire de Mécanique des Solides**, Ecole Polytechnique, Palaiseau  
Stage de DEA : Etude de la microstructure, de la déformation et de l'endommagement du zirconium polycristallin en phase alpha
- 05/1990-06/1990 **Laboratoire de Recherche sur les Macromolécules**, Institut Galilée, Université Paris Nord, Villetaneuse  
Stage : Caractérisation mécanique des Polycarbazoles N substitués
- 09/1989-12/1989 **CEA**, Bruyères le Châtel  
Stage : Etude des caractéristiques mécaniques de métaux à grande vitesse de déformation

## ENCADREMENT DE DOCTORANTS, POST-DOCTORANTS ET STAGIAIRES SUR PROJET

- 2007**
- Encadrement de la thèse d'Ibrahim Kalouche, (Directeur de thèse Prof. O. Gagey, Paris XI). (début Septembre 2007).  
Mise au point d'un nouvel implant scapulaire innovant à fixation sans ciment (collaboration équipe « Vieillissement des systèmes articulés », JE 2494, Paris XI)
- Directeur de thèse de Nadir Si Larbi, LMS, Ecole Polytechnique (début Octobre 2007) : Corrosion sous contrainte d'alliages à base de nickel -Facteurs microstructuraux gouvernant l'amorçage (collaboration CEA DEN/SAC/DPC/SCCME/LECA et IRSN)
- Encadrement d'un projet scientifique collectif de l'école polytechnique en biomécanique de l'épaule en collaboration avec l'Hôpital Bicêtre/Paris XI, Centre du Don des Corps/Paris V, (Prof. O. Gagey).  
Participation à l'encadrement de deux élèves de Master BIOST de l'ensam Paris en biomécanique de l'épaule
- 2006**
- Directeur de thèse d'Eva Héripé, LMS, Ecole Polytechnique. (soutenance Septembre 2006)  
Modélisation multi-échelle du comportement mécanique et de la fissuration dans les alliages TiAl, (collaboration ONERA/DMSE J.L. Chaboche, A. Roos).
  - Encadrement de la thèse de Marie Dexet (Directeur A. Zaoui). (Soutenance Octobre 2006)  
Identification de lois de comportement cristallines à partir du couplage EBSD/Micro-extensométrie/Eléments finis. Application au Zirconium grade 702, (collaboration CEA/SRMA, L. Gélébart), Cadre CPR SMIRN (CNRS/CEA/EDF).
  - Participation à l'encadrement d'un projet scientifique collectif (PSC) de l'école polytechnique en biomécanique de la peau en collaboration avec le LOB, Ecole Polytechnique. (lauréat du 2ième prix des PSC)
- 2005**
- Encadrement d'un post-doctorant (bourse CNRS/SPI) en biomécanique des matériaux.  
Etude du comportement mécanique de tissus mous (tendons et ligaments).
  - Participation à l'encadrement d'un projet scientifique collectif de l'école polytechnique en biomécanique de la toile d'araignée Ecole Polytechnique.
  - Encadrement partiel de 5 élèves ingénieurs de l'Ecole Centrale Paris dans le cadre de leur projet scientifique « la Biomécanique de l'épaule ». (collaboration Hôpital Bicêtre/Paris XI, Centre du Don des Corps/Paris V, LMSSMAT/ECP)
- 2003-2004**
- Encadrement d'un stagiaire de DEA (Métallurgie & Matériaux) dans le cadre d'un stage en laboratoire pour une durée de 5 mois (collaboration ONERA/DMSE).
  - Encadrement d'un stagiaire de DEA (Métallurgie & Matériaux) dans le cadre d'un stage en laboratoire pour une durée de 5 mois (collaboration CEA/SRMA).
- 2002**
- Participation à l'encadrement de la thèse d'Aude Racine (Directeur M. Bornert).  
Etude expérimentale et modélisation micromécanique de l'endommagement et de la rupture des alliages à base Zr hydrurés, soutenance prévue en 2005. (collaboration CEA/SEMI).
- 2001**
- Encadrement d'un stagiaire de DEA (Métallurgie & Matériaux) dans le cadre d'un stage en laboratoire pour une durée de 6 mois (collaboration Framatome ANP).
  - Participation à l'encadrement de la thèse de Kamal Elbachiri (Directeur T. Bretheau).  
Influence de la microstructure sur l'initiation de l'endommagement des alliages de zirconium. (collaboration Framatome ANP).
- 1999**
- Encadrement d'un stagiaire de DEA (Métallurgie & Matériaux) dans le cadre d'un stage en laboratoire pour une durée de 3 mois (collaboration Snecma).
  - Participation à l'encadrement de la thèse de Lionel Gélébart (Directeur T. Bretheau).  
Influence de la distribution spatiale et de la morphologie des phases sur le comportement mécanique des alliages biphasés à base TiAl, soutenue en 2002. Cadre CPR TiAl (CNRS/DGA/Snecma/Turboméca)

- 1998
  - Encadrement d'un stagiaire de DEA (Métallurgie & Matériaux) dans le cadre d'un stage en laboratoire pour une durée de 3 mois (collaboration Snecma).
  - Encadrement d'un stagiaire de DEA (Métallurgie & Matériaux) dans le cadre de projets pratiques en laboratoire.
  - Participation à l'encadrement de la thèse de Thomas Ganne (Directeur A. Zaoui).  
Etude de revêtement sous sollicitations thermomécaniques sévères soutenue en 2001 (collaboration DGA/ CTA).
- 1997
  - Encadrement d'un stagiaire d'une école d'ingénieur (Institut Galilée) dans le cadre d'un stage industriel pour une durée de 4 mois (collaboration Giat Industries).
  - Participation à l'encadrement de la thèse de Franck Ferrer (Directeur T. Bretheau).  
Etude des mécanismes de déformation du zirconium entre 25°C et 400°C. Influence d'une faible teneur en soufre, soutenue en 2000. (Collaboration Framatome ANP).
  - Participation à un projet d'un an soutenu par le ministère des affaires étrangères entre l'Université de Galway en Irlande (P. McHugh) et le LMS de l'Ecole Polytechnique (J. Crépin) sur la simulation numérique de croissance de cavité hexagonale dans le zirconium alpha polycristallin.
- 1996
  - Encadrement d'un stagiaire d'une école d'ingénieur dans le cadre d'un stage en laboratoire pour une durée de 6 semaines.
  - Encadrement d'un stagiaire polonais dans le cadre d'un programme d'échange européen.
- 1995
  - Encadrement d'un stagiaire de licence mesure physique sur une durée d'un mois.
  - Encadrement de deux stagiaires de l'Ecole Polytechnique, pour une durée de huit jours, en stage d'approfondissement.
  - Encadrement d'un stagiaire en formation d'ingénieur par alternance (CEFIPA) (durée 6 mois).
- 1994
  - Encadrement d'un stagiaire anglais niveau maîtrise (Université de Cambridge) sur une période de deux mois.
  - Encadrement d'un stagiaire de DEA (M&M) dans le cadre de projets pratiques en laboratoire.
- 1993
  - Encadrement de deux stagiaires de DEA (M&M) dans le cadre de projets pratiques en laboratoire.

#### **PROJETS ET CONTRATS INDUSTRIELS (hors thèses et stages)**

- **Participation aux programmes de la fédération FM2SP (FRE 2609)**  
Groupe d'étude biomécanique/biomatériaux  
Participation aux journées Atelier du Savoirs organisées par le CNRS sur le thème : Biomécanique : Confrontation des approches de la mécanique et de l'ingénierie biomédicale  
Projet 6: Identification et validation par mesures de champs et approches probabilistes (projet MIVA)  
Responsable de l'action d'accompagnement N°2 : rédaction d'un cahier des charges pour l'achat de trois plateformes d'essais micromécaniques sous atmosphère contrôlée  
Projet Sésame accepté et financé partiellement par la région Ile de France, le Département SPI du CNRS, le Conseil Général de l'Essonne (programme ASTRE).
- **Participation au GDR 2519 intitulé Mesures de Champs et identification en mécanique des solides**
- **Participation aux programmes matériaux du CNRS**
  - Approche multi-échelle du comportement du Cuivre. Du monocristal au polycristal  
Collaboration LMSS/MAT-ECP, LMS-X, LEM-ONERA, SMS-ENSMSE
  - Microextensométrie 3-D  
Collaboration LMS-X, LPMTM-IG, GEMPPM-Insa Lyon, LLB-CEA, LMA-CNRS, LTPCM-INPG, CdM-ENSMP
- **Etude du comportement mécanique de monocristaux de zirconium pour Cezus en collaboration avec le LETAM de l'université de Metz.**
- **Etude de tenue mécanique de revêtement pour St-Gobain Recherche**
- **Etude du comportement mécanique de matériaux multiphasés à base polymère pour le CEA le Ripault**
- **Etude du comportement mécanique de tubes d'armes revêtus pour Giat Industries**

## EXPERIENCE D'ENSEIGNEMENT

- 2004-2007** Responsable des stages du Master Recherche Matériaux pour l'Energie (X,ECP,ENSMP,INSTN, Paris XI – XII)  
Enseignement de travaux pratiques dans le cadre d'une formation du collège de l'X (coordinateur A. Zaoui)  
Participation à l'enseignement du module « Experimentation et modelisation multi-echelles » du Master Recherche Matériaux pour l'Energie
- 2006-2007** Encadrement des travaux pratiques de l'ENPC module Propriétés et Comportement des Métaux
- 2001-2004** Responsable du module matériau cristallin du DEA Mécanique et Matériaux  
Responsable des stages du DEA Mécanique et Matériaux (X, ECP, ENSMP, ENSAM, ENS Cachan, Paris XIII)
- 2003 - 2004** Encadrement d'un module expérimental de l'Ecole Polytechnique, Option plasticité cristalline
- 2003** Introduction aux techniques expérimentales, Ecole thématique HMPM du CNRS, La Londe les Maures
- 2002** Enseignement de travaux pratiques dans le cadre d'une formation du collège de l'X (coordinateur A. Zaoui)
- 1998-2001** Eléments de microplasticité : cours d'option de l'ENSTA
- 1997-1998** Encadrement de modex de l'Ecole Polytechnique, Option mécanique de la rupture
- 1995** Cours de mécanique des milieux continus , CEFIPA, Bagnaux

## AUTRES ACTIVITES

- Depuis 03/2005 Président de l'association Mecamat, association de 300 adhérents, dont l'objectif est d'assurer le lien entre la communauté scientifique universitaire et le milieu industriel en mécanique et matériaux.
- Depuis 11/2006 Membre du Conseil d'administration et du Conseil Scientifique de l'Association Française de Mécanique (AFM),
- Depuis 06/2005 Membre du Conseil Scientifique de l'Association Française de Mécanique (AFM)
- Depuis 2007 : Membre de l'Advisory Board d'Euromech (European Mechanics Society)
- 01/2000-02/2005 Trésorier de l'association Mecamat
- 09/1989-09/1998 Président d'ARCANA, association musicale de 10 professeurs salariés et de 180 adhérents.
- Membre du Comité de Pilotage des manifestations « Matériaux 2006 », Dijon, Novembre 2006 et « Matériaux 2002 », Tours 2002

## Liste de publications

### Publications à comité de lecture

---

[1] **Plastic deformation mechanisms of 'β treated' zirconium**

*J. Crépin, T. Bretheau, D. Caldemaison*

*Acta Metallurgica et Materialia*, vol. 43, 10, pp. 3709-3719, 1995

[2] **Mécanismes de déformation et d'endommagement du zirconium 'traité β'**

*J. Crépin, T. Bretheau*

*Le Zirconium, Journées d'Etudes propriétés-microstructures*, Saclay, Avril 1995, *Journal de physique IV*, pp. 35-44

[3] **Damage by cavity growth and rupture of β treated zirconium: a crystallographic model**

*J. Crépin, T. Bretheau, D. Caldemaison*

*Acta Metallurgica et Materialia*, vol. 44, 12, pp. 4927-4935, 1996

[4] **Crystallographic growth of cavities in zirconium**

*J. Crépin, T. Bretheau*

*Symposium IUTAM, Micromechanics of plasticity and damage of multiphase materials*, Kluwer Pub, pp 183-190, 1996

[5] **Microstructural study of β treated grade 702 Zirconium. Complementarity of two observation scales -S.E.M - T.E.M.**

*J. Crépin, T. Bretheau, D. Caldemaison, A. Barbu, G. Jazkierowicz*

*Journal of Materials Science*, vol. 32, pp. 4841-4846, 1997

[6] **Conséquence de la transformation de phase et de la vitesse de refroidissement sur le comportement mécanique du zirconium grade 702 traité β**

*J. Crépin, T. Bretheau, D. Caldemaison, A. Barbu, G. Jazkierowicz*

Saclay, Juin 1998, Editions de physique, *Journal de Physique IV*, vol 9, pr4, pp173-178., 1999

[7] **Influence de la répartition spatiale et de la morphologie des grains monophasés γ et des grains lamellaires biphasés γ/α<sub>2</sub> sur le comportement d'un alliage Ti<sub>48</sub>Al<sub>48</sub>Cr<sub>2</sub>Nb<sub>2</sub>**

*T. Ganne, J. Crépin, D. Caldemaison, T. Bretheau*

Saclay, Juin 1999, Editions de physique, *Journal de Physique IV*, 10, pp 233-238, 2000

[8] **Low cycle fatigue behaviour of β treated zirconium : reversibility of twinning and consequences for damage**

*J. Crépin, T. Bretheau, D. Caldemaison, F. Ferrer*

*Acta Materialia*, vol. 48, pp 505-516, 2000

[9] **Materials mechanics inside the scanning electron microscope**

*T. Bretheau, J. Crépin, M. Bornert*

*Rev. LatinAm. Met. Mat.* 21, 2, 2001.

[10] **Residual stresses and cracking behaviour of PVD tungsten coatings deposited on steel substrates : the influence of film thickness**

*T. Ganne, J. Crépin, S. Serror, A. Zaoui,*

*Acta Mater.*, 50, pp 4149-4163, 2002

[11] **Approche locale de la déformation d'alliages de structure hexagonale.**

*M. Bornert, T. Bretheau, D. Caldemaison, J. Crépin, P. Doumalin,*

*Matériaux & Techniques*, N°5-6, 2002.

[12] **Caractérisation de la répartition de la déformation dans les matériaux hétérogènes.**

*P. Doumalin, M. Bornert, J. Crépin,*

*Mécanique et Industrie*, vol4, 6, p. 607-617, 2003

[13] **The effect of Small Concentrations of Sulfur on the Plasticity of Zirconium Alloys at Intermediate Temperatures**

*F. Ferrer, A. Barbu, T. bretheau, J. Crépin, F. Willaime and D. Charquet,*

*Zirconium in the Nuclear Industry : Thirteenth International Symposium*, ASTM STP 1423, G.D. Moan and P. Rudling, Eds., ASTM International, West Conshohocken, PA, pp. 863-887., 2002

- [14] **A procedure for identifying the plastic behavior of single crystals from the local response of polycrystals.**  
*T. Hoc, J. Crépin, L. Gélébart, A. Zaoui,*  
*Acta Mater*, 51/18 pp. 5479-5490, 2003.
- [15] **Multiscale modelling of titanium aluminides**  
*A. Roos, J.L. Chaboche, L. Gélébart, J. Crépin,*  
*International Journal of Plasticity*, 20, pp 811-830, 2004
- [16] **L'EBSD: un outil pour la micromécanique des matériaux**  
*Daniel Caldemaison, Jérôme Crépin, Marie Dexet, Lionel Gélébart*  
*L'analyse EBSD. Principes et applications*, editeur GNMEBA, EDP Sciences, ISBN : 2-86883-730-1, 2004
- [17] **Lamellar grains distribution and plastic strain heterogeneities in TiAl cast samples. Experiments and modelling - Modélisation du comportement mécanique des alliages TiAl à structure lamellaire,**  
*L. Gelebard, M. Bornert, T. Bretheau, D. Caldemaison, J. Crépin, A. Zaoui*  
*Matériaux et Techniques*, n° 1-2, pp 69-75, 2004
- [18] **Identification of crystalline behavior on Macroscopic Response and Local Strain Field Analysis, Application to Alpha zirconium Alloys.**  
*L. Gélébart, M. Dexet, M. Sauzay, J. Crépin, A. Roos*  
*Zirconium in the Nuclear Industry, 14th International Symposium, ASTM STP 1467, P. Rudling and B. Kammenzind, Eds, ASTM International, West Conshohocken, PA, Vol. 1, 9, pp 585-601. 2004.*
- [19] **Coupling between Experimental Measurements and Polycrystal Finite Element Calculations for micromechanical study of metallic materials**  
*E. Héripéré, M. Dexet, J. Crépin, L. Gélébart, A. Roos, M. Bornert, D. Caldemaison,* *International Journal of Plasticity Vol 23, 9, Pages 1512-1539, 2007.*
- [20] **Modeling microstructures and microstructural effects on macroscopic and intra-granular mechanical behavior**  
*G. Bertolino, N. Bilger, J. Crépin,* *Computational Materials Science*, 40, 408–416, 2007
- [21] **3D simulations of microstructure and comparison with experimental microstructure coming from O.I.M analysis**  
*L. St-Pierre; E. Héripéré; M. Dexet, J. Crépin, G. Bertolino and N. Bilger* *International Journal of Plasticity 2007*, accepted for publication. Available on line 17 Novembre 2007



**[1] Deformation and Damage of  $\beta$  treated zirconium during tensile test at room temperature**

*J. Crépin, T. Bretheau*

Tenth International Conference on the Strength of Materials. ICSMA10, 21-26 Août 1994, Sendai, Japon. Eds Oikawa et al. The Japan Institute of Metals. pp 915-918, 1994,

**[2] Damage mechanisms of  $\beta$  treated zirconium during tensile test at room temperature**

*J. Crépin, T. Bretheau*

Plasticity'95, 17-21 Juillet 1995, Sakai, Japon, pp 759-762, 1995

**[3] Experimental necessities of the micro-macro methods: The example of zirconium and alloys**

*T. Bretheau, A. Zaoui, J. Crépin, R. Masson*

14th International Conference on structural Mechanics in Reactor Technology (SMIRT 14), 17-22 Août 1997, Lyon, vol L01 pp 1-12, 1997

**[4] Effect of sulfur on the deformation mechanisms of zirconium alloy at intermediate temperatures (25-400°C)**

*F. Ferrer, A. Barbu, T. Bretheau, J. Crépin*

145th International Conference on structural Mechanics in Reactor Technology (SMIRT 15), 15-20 Août 1999, Séoul, vol. A II, pp 469-476, 1999,

**[5] Influence of the film thickness on texture, residual stresses and cracking behaviour of PVD tungsten coatings deposited on a ductile substrate**

*T. Ganne, G. Farges, J. Crépin, R.M. Pradeilles Duval, A. Zaoui*

Symp. On Mechanical Properties of Structural Films ASTM, Orlando, USA, 15-16/11/00, 2000

**[6] How sulfur traces can strongly affect the mechanical behavior of zirconium at intermediate temperature**

*F. Ferrer, T. Bretheau, J. Crépin, A. Barbu*

MRS, Fall 2000, Boston, USA, 27/11/00-1/12/00, 2000

**[7] Un outil de la mécanique des matériaux : la microextensométrie**

*T. Bretheau, J. Crépin, P. Doumalin, M. Bornert*

Matériaux et Microscopies, Congrès SF2M, Saint Etienne, 14-14/03/01, 2001

**[8] A new Approach for Hardening Rate Measurements in HCP Materials and Applications in Mechanical Modelling**

*M.J. Philippe, J. Crépin, J.S. Lecomte*

Defect Properties and Mechanical Behavior of H.C.P. Metals and Alloys., 2001 T.M.S. Annual Meeting, Nouvelles Orléans, USA, Février, 2001

**[9] A micromechanical model for the TiAl lamellar grain**

*Gelebart L., Bornert Michel, Crepin Jerome, Bretheau Thierry*

2nd Canadian Conference on Non-linear Solid Mechanics, Vancouver, 2002

**[10] Identification of behavior by inverse method performed on local deformation.**

*T. Hoc, J. Crepin, A. Zaoui*

Dislocations, plasticity and metal forming, proceedings of PLASTICITY'03, editors S. Kahn, R. Kazmi, J. Zhou, pp 433-435, Quebec, 2003.

**[11] Simulations and microstructure's effects on macroscopic mechanical behavior and local strain and stress field heterogeneities. Application to zirconium alloys.**

*G. Bertolino, N. Bilger, J. Crépin, M. Dexet, E. Héripré*

proceedings of International Symposium of PLASTICITY'05, Kauai, Hawaii Jan. 3-9, pp 10-12, 2005

**[12] On the Identification of multiscale crystal plasticity models of Titanium Aluminides.**

*A. Roos, M. Thomas, E. Héripré, J. Crépin, JL Chaboche*

proceedings of International Symposium of PLASTICITY'05, Kauai, Hawaii Jan. 3-9, pp 523 - 525., 2005

**[13] Identification of constitutive laws by inverse method based on ebsd, microextensometry and finite elements simulations. Application to zirconium grade 702.**

*M. Dexet, J. Crépin, L. Gélébart, A. Zaoui,*

18th International conference on Structural Mechanics in Reactor Technology (SMIRT 18), Pékin, Chine, 7 -12 Aout, 2005

[14] **Etude de l'application des conditions aux limites lors d'un couplage EBSD/Microextensométrie/Eléments finis**  
*Marie Dexet, Jérôme Crépin, Lionel Gélébart, Maxime Sauzay, André Zaoui*  
17 ieme Congrès Français de Mécanique, Troyes, Sept. 2005

[15] **Influence de la microstructure sur le chemin de fissuration des TiAl.**  
*E. Heripré, J. Crépin, A. Roos, J.L. Chaboche*  
17 ieme Congrès Français de Mécanique, Troyes, Sept. 2005

[16] **Experimental and numerical study of plastic behaviour and crack propagation in gamma based TiAl microstructures.**  
*E. Heripré, J. Crépin, A. Roos, A. Serre, J.L. Chaboche*  
EMMC8, Cachan, 13-15 Sept. 2005

[17] **Identification of constitutive laws by inverse method based on ebsd, microextensometry and finite elements simulations. Application to zirconium grade 702.**  
*M. Dexet, J. Crépin, L. Gélébart,*  
EMMC8, Cachan, 13-15 Sept. 2005

[18] **Multiscale coupling between experimental measurement and numerical simulations. How to applied experimental boundary conditions to mechanical microstructure simulation.**  
*Graciela Bertolino, Jérôme Crépin, Marie Dexet, Eva Heripré.*  
proceedings of International Symposium of PLASTICITY'06, Halifax, Canada, Juillet, 2006.

[19] **Méthode de couplage entre expérimentation et simulations numériques en vue de l'identification de lois de comportement intracristallin. Application aux alliages de zirconium.**  
*M. Dexet, J. Crépin, L. Gélébart, A. Zaoui*  
Matériaux 2006, Dijon, du 13-17 Novembre, 2006

[20] **Elaboration et croissance de multicristaux à gros grains en Zr .**  
*B. Bacroix, J-L. Béchade, K.Zhu, D. Chaubet, F. Barcelo, J. Crépin*  
Matériaux 2006, Dijon, du 13-17 Novembre, 2006

#### **Communication à congrès ou colloque sans actes**

---

[1] **Mécanismes de déformation et d'endommagement du zirconium traité  $\beta$**   
*J. Crépin, T. Bretheau*  
Plasticité 94, Villeurbanne, Mai 1994

[2] **Mécanismes de déformation et d'endommagement du zirconium 'traité  $\beta$ '**  
*J. Crépin, T. Bretheau*  
Journées d'études Zr95, 25-26 Avril 1995, INSTN, Saclay, 1995

[3] **Crystallographic growth of cavities in zirconium**  
*J. Crépin, T. Bretheau*  
Symposium IUTAM, Micromechanics of plasticity and damage of multiphase materials, 29 Août-1 Septembre, Sèvres, 1995,

[4] **Relation entre les hétérogénéités de microstructure et les mécanismes de déformation et d'endommagement du Zirconium traité Béta.**  
*J. Crépin, T. Bretheau*  
Journées Franco-polonaises sur les hétérogénéités de déformation plastique, 13-15 Novembre,, St Etienne, 1995

[5] **Damage and rupture mechanisms in zirconium under static and cyclic loading**  
*T. Bretheau, J. Crépin*  
1st Israel-France Binational Workshop on Failure of Materials, mai 1998, Kyriat Anavim, Israel, 1998

[6] **The EBSP system: a tool for the identification of the strain mechanisms, and the prediction of the mechanical behaviors in polycrystal material**  
*T. Bretheau, D. Caldemaison, J. Crépin, F. Ferrer, S. Héraud, R. Masson*  
Channel Users Meeting, 8-10 Juin 1998, Hobro, Danemark, 1998

[7] **Conséquence de la transformation de phase et de la vitesse de refroidissement sur le comportement mécanique du zirconium grade 702 traité  $\beta$**   
*J. Crépin, T. Bretheau, D. Caldemaison, A. Barbu, G. Jazkierowicz*  
Journées d'études, 22-24 Juin 1998, INSTN, Saclay, 1998

- [8] **Sulfur effect on the deformation mechanisms of zirconium alloys at intermediate temperatures**  
*F. Ferrer, A. Barbu, T. Bretheau, J. Crépin*  
 UHPM-98, 7-11 Septembre 1998, Annecy, France, 1998
- [9] **Effet du soufre sur les mécanismes de déformation à chaud des alliages de zirconium**  
*F. Ferrer, A. Barbu, T. Bretheau, J. Crépin*  
 In J. Lepinoux (ed.), Plasticité 98, Poitiers, mars 1998
- [10] **Expérimentation micromécanique : le chaînon manquant entre mécanique et physique**  
*J. Crépin, T. Bretheau*  
 3<sup>ème</sup> colloque Paris sud 99, Société française des microscopie, Palaiseau, pp28-29, 1999
- [11] **Influence des contraintes résiduelles sur le comportement à la fissuration de dépôts de chrome élaboré par PVD**  
*T. Ganne, J. Crépin, P. Doumalin, A. Zaoui*  
 MECAMAT 99, Aussois, 25-28/01/99, 1999
- [12] **Cracking behaviour of magnetron sputtered chromium coatings on ductile steel : an experimental approach**  
*T. Ganne, P. Doumalin, J. Crépin, A. Zaoui, R.M. Pradeilles-Duval*  
 Mechanical Properties of films, coatings and interfacial materials, Il Ciocco, 28/06/99-02/07/99, Italie, 1999
- [13] **Influence des contraintes résiduelles sur le comportement à la fissuration de dépôts de chrome élaboré par PVD**  
*T. Ganne, J. Crépin, A. Zaoui*  
 MECAMAT 01, Aussois, 25-28/01/00, 2000
- [14] **Plasticity of zirconium at intermediate temperatures: effect of a small quantity of sulfur**  
*F. Ferrer, T. Bretheau, J. Crépin, A. Barbu*  
 ICTAM 2000, Chicago, USA, 2000
- [15] **Cinétique de fissuration de revêtements sur un substrat ductile. Application à des dépôts de tungstène PVD déposés sur un acier**  
*T. Ganne, S. Serror, J. Crépin, A. Zaoui*  
 MECAMAT 01, Aussois, 28/01/01- 1/02/01, 2001
- [16] **Modélisation micromécanique de la phase lamellaire des alliages TiAl**  
*L. Gélébart, T. Bretheau, J. Crépin, M. Bornert*  
 MECAMAT 01, Aussois, 28/01/01- 1/02/01, 2001
- [17] **Strain localization in two phase materials and polycrystals : Quantitative experimental investigations and modelling attempts**  
*M. Bornert, P. Doumalin, J. Crépin, E. Soppa*  
 IUTAM symposium Material Instabilities and the effect of Microstructures , Austin, Texas, (USA), 7/05/01 11/05/01, 2001
- [18] **Plasticity of zirconium at intermediate temperatures. Effect of a small amount of sulfur**  
*F. Ferrer, A. Barbu, T. Bretheau, J. Crépin, F. Willaime, D. Charquet*  
 ASTM, Annecy 10/06/01-14/06/01, 2001
- [19] **Influence de la microstructure dans l'initiation de l'endommagement des alliages de zirconium**  
*K. Elbachiri, J. Crépin, V. Rebereyrolle, T. Bretheau*  
 Fontevraud 5, 23-27 Sept., 2002
- [20] **Distribution inter et intra-granulaire des déformations élastiques dans un acier chargé élastiquement : anayse par diffraction et homogénéisation**  
*O. Castelnau, N. Letouzé, J. Crépin, D. Caldemaïson, M. Ceretti , R. Brenner.*  
 Réunion du GFAC, Metz, 9-10 avril, 2003
- [21] **Couplage EBSD - micro-extensométrie et identification de lois cristallines**  
*L. Gélébart, J. Crépin, M. Bornert, T. Bretheau, A. Roos, T. Hoc,*  
 Réunion plasticité 2003, Lille, 24-26 Mars, 2003
- [22] **Influence de la microstructure dans l'initiation de l'endommagement des alliages de zirconium non irradiés**  
*K. Elbachiri, J. Crépin, V. Rebereyrolle, T. Bretheau,*  
 Réunion plasticité 2003, Lille, 24-26 Mars, 2003

- [23] **Influence de la microstructure des alliages de zirconium sur leur sensibilité à la vitesse de déformation et à la température**  
*K. Elbachiri, J. Crépin, V. Rebeyrolle, T. Bretheau,*  
 CFM 2003, Nice, 1-5 sept., 2003
- [24] **Microstructure influence on the damage initiation in unirradiated zirconium alloys**  
*K. Elbachiri, J. Crépin, V. Rebeyrolle, T. Bretheau,*  
 EUROMAT 2003, Lausanne, 1-5 Sept., 2003
- [25] **Identification de loi de comportement cristallines à partir du couplage EBSD/Microextensométrie/Eléments Finis. Application au zirconium grade 702.**  
*M. Dexet, J. Crépin, L. Gélébart,*  
 Journées d'Automne, SF2M, Paris, 28-29 Octobre, 2003.
- [26] **Identification de loi de comportement cristallines à partir du couplage EBSD/Microextensométrie/Eléments Finis. Application au zirconium grade 702.**  
*M. Dexet, J. Crépin, L. Gélébart, M. Sauzay*  
 MECAMAT 04, Aussois, 26-30/01/04, 2004
- [27] **Etude expérimentale de la déformation locale d'un tissu osseux cortical : relation avec la microstructure**  
*L. Henry, A. Meunier, D. Aubry, J. Crépin, D. Caldemaison, T. Hoc*  
 MECAMAT 04, Aussois, 26-30/01/04, 2004
- [28] **Etude expérimentale et modélisation du comportement mécanique des alliages TiAl à l'échelle du grain**  
*E. Heripré, J. Crépin, A. Roos, J.L. Chaboche*  
 Réunion plasticité 2004, Metz, Mars 2004, 2004
- [29] **Identification de loi de comportement cristallines à partir du couplage EBSD/Microextensométrie/Eléments Finis. Application au zirconium grade 702.**  
*M. Dexet, J. Crépin, L. Gélébart, M. Sauzay*  
 Réunion plasticité 2004, Metz, Mars, 2004
- [30] **Identification of Crystallographic Constitutive Law's Parameters Using Local Strain Fields**  
*E. Heripré, J. Crépin, A. Roos, J.L. Chaboche*  
 SEM X International Congress & Exposition on Experimental and Applied Mechanics, Costa Mesa, Costa Mesa, California, June 7-10, 2004
- [31] **Characterization of Local Strain Field in Cortical Bone**  
*L. Henry, A. Meunier, D. Aubry, J. Crépin, D. Caldemaison, T. Hoc*  
 SEM X International Congress & Exposition on Experimental and Applied Mechanics, Costa Mesa, Costa Mesa, California, June 7-10, 2004
- [32] **Identification of crystalline behavior on Macroscopic Response and Local Strain Field Analysis, Application to Alpha zirconium Alloys.**  
*L. Gélébart, M. Dexet, M. Sauzay, J. Crépin, A. Roos*  
 14th International Symposium on Zirconium in the Nuclear Industry, ASTM, Stockholm, Sweden, June, 13-17, 2004
- [33] **Microstructure Influence on Damage Initiation in Zirconium Alloys**  
*K. Elbachiri, J. Crépin, T. Bretheau, V. Rebeyrolle,*  
 14th International Symposium on Zirconium in the Nuclear Industry, ASTM, Stockholm, Sweden, June, 13-17, 2004
- [34] **Caractérisation mécanique à l'aide de méthodes de mesure sans contact. Application aux organes biologiques.**  
*C. Brèque, J. Crépin, G. Bertolino, M. Bornert.*  
 Journée CSMA, Saint Etienne, 12-13 Avril, 2005.
- [35] **Identification de lois de comportement cristallines à partir du couplage EBSD/Micro-extensométrie/Eléments finis. Application au zirconium grade 702.**  
*M. Dexet, J. Crépin, L. Gélébart, A. Zaoui,*  
 Réunion plasticité 2005, La Rochelle, Avril, 2005
- [36] **Combination of computational crystal plasticity modelling and microstrain field measurements techniques for the analysis of TiAl behaviour,**  
*J.L. Chaboche, A. Roos, E. Héripéré, J. Crépin,*  
 McMA 2005, Baton Rouge, 2005.

[37] **Biomechanical Characterization of biological materials by Means of Optical Technique : Applications to Tendons**

C. Brèque, J. Crépin, M. Bornert

European Congress on Advanced Materials and Processes, Euromat 2005, Prague, 5-8 Sept. ,2005

[38] **'Experimental study and numerical simulation of non proportional loading paths finite element crystal plasticity models**

Gerard C., Bacroix B., Bornert M., Brenner R., Cailletaud G., Castelnau O., Crepin J., Forest S., Leclercq S.,

16<sup>th</sup> International Workshop of Computational Mechanics of Materials, Lublin (Pologne), 25-26 septembre, 2006

[39] **Identification de paramètres de loi de comportement cristalline à partir de mesures de champs.**

E. Héripéré, J. Crépin, A. Roos,

MECAMAT 07, Aussois, /01/07, 2007

[40] **Microstrains, macrostresses and the role of subsurface fields in the identification of constitutive laws.**

A. Roos, E. Héripéré, J. Crépin, J.L. Chaboche,

Eccomas, Pragues, 25-27 Juin, 2007.

[41] **EBSD : a major device for mechanical characterization of polycrystalline materials.**

G. Bertolino, D. Caldemaison, J. Crépin, M. Dexet, E. Héripéré,

RMS, conference, 26-27 March, 2007, Scotland, 2007

[42] **Characterization of local strain distribution in Zircaloy4 and M5 alloys**

K.Elbachiri, P. Doumalin, J. Crépin, M. Bornert, P. Barberis, V. Rebeyrolle, T. Bretheau.

15th International Symposium on Zirconium in the Nuclear Industry, ASTM Jun 24, 2007 - Jun 28, 2007, Sunriver Resort, Sunriver, Oregon United States, 2007

[43] **Characterization by MRI of glenoid trabecular bone**

G. Guillot, S Abdelmoumene, I Kalouche, J Crépin, O Gagey

9th ICMRM conference, Septembre 2007. Aachen, Allemagne, 2007

[44] **Etude expérimentale et simulation numérique, au moyen de modèles de plasticité cristalline, de chargements non proportionnels'**

Gerard C., Bacroix B., Bornert M., Brenner R., Cailletaud G., Caldemaison D., Chauveau T., Crepin J., Mounoury Y V. et Leclercq S., ,

18e Congrès Français de Mécanique, Grenoble (France), 27-31 août 2007

[45] **Study of non-proportional loading paths : comparison between experimental results and simulations performed by finite element and homogenized models**

Gerard C., Bacroix B., Bornert M., Brenner R., Cailletaud G., Caldemaison D., Chauveau T., Crepin J., Mounoury Y V. et Leclercq S.

17<sup>th</sup> International Workshop of Computational Mechanics of Materials, Paris (France), 22-24 août 2007

[46] **A numerical evaluation of various scale transition rules for uniform field models**

Bouteleux S., Gérard C., Bacroix B., Bornert M., Brenner R., Cailletaud G., Crépin J., Leclercq S.

17<sup>th</sup> International Workshop of Computational Mechanics of Materials, France ,2007]