



HAL
open science

La recristallisation dynamique dans les matériaux anisotropes : caractérisation et modélisation dans la glace polycristalline

Thomas Chauve

► **To cite this version:**

Thomas Chauve. La recristallisation dynamique dans les matériaux anisotropes : caractérisation et modélisation dans la glace polycristalline. Matériaux. Université Grenoble Alpes, 2017. Français. NNT : 2017GREAI001 . tel-01624418

HAL Id: tel-01624418

<https://theses.hal.science/tel-01624418v1>

Submitted on 26 Oct 2017

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.

THÈSE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE LA COMMUNAUTÉ UNIVERSITÉ GRENOBLE ALPES

Spécialité : **Matériaux, Mécanique, Génie Civil, Électrochimie**

Arrêté ministériel : 7 Août 2006

Présentée par

Thomas Chauve

Thèse dirigée par **Maurine Montagnat Rentier**

préparée au sein du **Laboratoire de Glaciologie et Géophysique de l'Environnement**

et de **I-MEP2 : Ingénierie - Matériaux Mécanique - Énergétique Environnement - Procédés Production**

La recristallisation dynamique dans les matériaux anisotropes.

Caractérisation et modélisation dans la glace polycristalline.

Thèse soutenue publiquement le **10 Janvier 2017**,
devant le jury composé de :

M, François Renard

Professeur à l'université Grenoble Alpes, Président

Mme, Brigitte Bacroix

Directrice de recherche, CNRS - Université Paris 13, Rapporteur

M, Patrick Cordier

Professeur, Université des Sciences et Technologies de Lille, Rapporteur

Mme, Andréa Tommasi

Directrice de recherche, CNRS - Université Montpellier 2, Examinatrice

Mme Maurine Montagnat Rentier

Chargée de recherche, CNRS - Université Grenoble Alpes, Directrice de thèse



Remerciements

Et hop ! Trois ans viennent de s'écouler. Trois années qui sont passées très vite, trop vite et cela grâce à toutes les personnes que j'ai pu côtoyer pendant ce temps. Ces quelques mots sont pour vous, bien que le plus important reste les moments partagés en discutant sciences, les baskets aux pieds, la magnésie aux bouts des doigts, ou la tête dans les montagnes.

Un merci particulier à Maurine car une thèse n'est pas un travail solitaire, comme le laisse entendre la page de garde, mais bien le résultat d'un travail collaboratif. Il est donc tout naturel d'associer les chercheurs de l'ANR Dream à ces remerciements, Andréa, Thiebaut, Fabrice, Dave, Baptiste, Karoly, David ... mais aussi Pierre, Sandra, John.

Merci à mes relecteurs qui n'ont pas eu la tâche facile : Laura, mes parents et ma sœur Marie.

Merci à mes compagnons d'aventures toujours prêt pour aller faire un tour dehors : Baptiste, Joris, Charlotte, Lison, Aurélien, Léo, Guillaume, Cyrille, Julien, Margaux, Anne-Laure, mon frère Fabien... Merci aussi à mon mécano que j'aurai préféré rencontrer autrement, Aude.

Merci à vous et au plaisir de partager de nouvelles aventures.

Résumé

La glace est un matériau de structure cristallographique hexagonale ayant une anisotropie plastique très importante. La déformation est principalement accommodée par le glissement des dislocations dans le plan basal. Cette forte anisotropie du monocristal de glace conduit lors de la déformation d'un polycristal, à de fortes hétérogénéités de déformation et de contrainte. Lors de la déformation à haute température, les mécanismes de recristallisation dynamique permettent, par le développement d'une nouvelle microstructure et d'une nouvelle texture, d'augmenter la ductilité du matériau. L'objet de cette étude est de mieux caractériser les mécanismes de recristallisation et leurs liens avec les hétérogénéités de déformation afin de mieux comprendre le développement des nouvelles microstructures et textures ainsi que leurs impacts sur le comportement du matériau.

Ce travail est basé sur des essais de type fluage dans les conditions où la recristallisation dynamique est importante ($T > 0.95T_f$ et $0.5 < \sigma < 1 \text{ MPa}$). Deux types de polycristaux sont étudiés : la glace granulaire, considérée comme un volume élémentaire représentatif, qui permet d'appréhender d'un point de vue statistique l'impact de la recristallisation sur le développement des microstructures et des textures ; et la glace colonnaire, qui permet d'étudier les différents mécanismes de germination et leurs liens avec les hétérogénéités de déformation à l'échelle inter et intra-granulaire. Les outils de caractérisation utilisés sont la mesure *in situ* de l'évolution du champ de déformation par corrélation d'images numériques et la caractérisation des microstructures et des textures *pré-* et *post-* déformation par mesure optique et *Electron BackScatter Diffraction* (EBSD).

Étant donné les fortes hétérogénéités de déformation, les mécanismes de recristallisation dynamique continue et discontinue sont actifs au cours de la déformation. La formation de sous-joints de grains, la germination par gonflement (*bulging*), ou la migration de joints de grains ont été mises en évidence. Des germes fortement désorientés par rapport aux grains parents ont également été observés. Ces observations impliquent un mécanisme de germination différent de ceux mentionnés ci-dessus. De plus, les dislocations géométriquement nécessaires composant les sous-joints de grains ont été caractérisées à l'aide du tenseur de Nye extrait des mesures EBSD. Cela a permis d'observer des sous-structures de dislocations composées de dislocations **c**. Ces dislocations **c** étaient jusqu'alors très rarement observées et seulement dans des conditions très spécifiques.

Une forte corrélation entre les hétérogénéités de déformation et les mécanismes de recristallisation a été mise en évidence grâce aux mesures de champs de déformation. Les mécanismes de recristallisation se concentrent dans les zones où la déformation est importante et ont tendance à réduire les hétérogénéités de déformation. De plus, ces bandes de déformation, où la recristallisation est active, sont orientées à environ $\pm 45^\circ$ et ont une dimension supérieure à la taille moyenne des grains, ce qui montre une organisation des hétérogénéités de déformation et de contrainte à grande distance.

Un modèle théorique pouvant contraindre l'orientation des germes créés par la germination spontanée est proposé. Ce modèle, basé sur la relaxation de l'énergie élastique, du fait de l'anisotropie élastique du mono-cristal de glace, permettrait de favoriser les cristaux dont l'axe **c** est aligné avec la direction de la contrainte principale locale. Cette étude a été complétée par des expériences numériques, basées sur un modèle à champ complet et une loi de plasticité cristalline élasto-viscoplastique qui permet de reproduire les hétérogénéités de déformation et de contrainte. Ces expériences numériques ont montré que ce mécanisme de germination orienté pourrait permettre d'expliquer le développement des textures de recristallisation.

Abstract

Ice is an hexagonal material in which deformation mainly occurs by dislocation glide along the basal plane conferring a strong viscoplastic anisotropy to the single crystal. Hence, during polycrystalline ice deformation the incompatibility between grains lead to highly heterogeneous strain. During ice creep at high temperature, dynamic recrystallisation occurs, leading to the development of a new microstructure and strong recrystallisation textures. These new microstructure and texture increase the ductility of the material. The aims of this study is to investigate dynamic recrystallisation mechanisms and their links with strain heterogeneities to better understand the development of these microstructure and texture.

Creep experiments are carried out in conditions where dynamic recrystallisation is important ($T > 0.95T_f$ and $0.5 < \sigma < 1 \text{ MPa}$). Two kinds of polycrystalline samples are used: granular ice, which can be considered as a representative elementary volume and enable to understand the global impact of dynamic recrystallisation mechanisms on texture and microstructure; and columnar ice which enable to better constrain the dynamic recrystallisation mechanism such as nucleation and their link with the strain heterogeneities down to the intra and inter-granular scales. Strain field evolution is measured *in situ* using digital images correlation and *pre-* and *post-* deformation microstructures and textures are measured using optical imaging and *Electron BackScatter Diffraction (EBSD)*.

Due to the strong strain heterogeneities, both continuous and discontinuous recrystallisation mechanisms occurred. Sub-grain boundary formation, nucleation by bulging and grain boundary migration are mechanisms very active during dynamic recrystallisation in ice. On top of that, we also observed new grains with orientations highly disoriented compared to the neighbouring grains. This observation implies a nucleation mechanism different compare to the one mentioned above. Using Nye theory on *EBSD* measurements constrains the geometrically necessary dislocations of the sub-grain boundaries. Tilt sub-grain boundaries made of non-basal **c** dislocations have been observed. Only few observations of **c** dislocations existed so far, all of them made in very specific conditions.

A strong correlation between recrystallisation mechanisms and strain field heterogeneities have been observed. Recrystallisation mechanisms lead to a decrease and spread of strain heterogeneities. The strain localise into bands of deformation oriented at around $\pm 45^\circ$ from the compression axis and with a typical length higher than the mean grain size. These bands of high deformation localise most of the dynamic recrystallisation mechanisms. This observation shows that the long range interaction of the strain and stress heterogeneities.

We propose a new model which could be able to constrain the nucleus orientation for spontaneous nucleation. This model, based on the elastic energy relaxation during nucleation tanks to the elastic anisotropy of ice single crystal, should constrain the **c** axis to be aligned with the locale principal stress direction. To investigate the impact of such oriented nucleation mechanism on the texture development, a numerical experiment has been proposed using full field simulation with an elasto-viscoplastic law able to simulate the strain and stress fields heterogeneities. These numerical experiments show that the oriented nucleation mechanism might be able to explain the development of recrystallisation texture.

Table des matières

Remerciements	iv
Résumé	v
Abstract	vi
Liste des figures	xii
Liste des tableaux	xiii
Liste des acronymes	xiv
Liste des symboles	xv
Introduction	1
1 Revue bibliographique	5
1.1 La glace : un matériau cristallin	6
1.2 La recristallisation dynamique	23
1.3 Plan de la thèse	39
Références	39
2 Les outils expérimentaux	47
2.1 Essai mécanique : compression uniaxiale	48
2.2 La mesure des champs de déformation	49
2.3 La mesure des orientations cristallographiques	59
2.4 Expériences numériques	68
Références	70
I Développement des textures et mécanismes de germination lors de la recristallisation dynamique	75
3 Développement des textures lors de la recristallisation dynamique	77
Abstract	78
3.1 Introduction	78
3.2 Methods	80
3.3 Microstructure and texture evolution during DRX	81
3.4 Discussion	92
3.5 Conclusions	94
Acknowledgements	95
References	95
4 Les processus de germination	101
Abstract	102
4.1 Introduction	102

4.2	Experimental set-up	104
4.3	Nucleation processes	107
4.4	Discussion	115
4.5	Conclusions	118
	Acknowledgements	118
	Supplementary data	119
	References	121
5	Les dislocations impliquées lors de la germination	131
	Abstract	132
5.1	Introduction	132
5.2	Results	135
5.3	Discussion	138
5.4	Conclusion	139
	References	140
II Hétérogénéités de déformation et de contrainte : lien avec la germination		145
6	L'évolution des hétérogénéités de déformation lors de la germination	147
	Abstract	148
6.1	Introduction	148
6.2	Experimental procedure	150
6.3	Result analyses	151
6.4	Discussion	159
6.5	Summary	160
	Acknowledgements	161
	Appendix A. Supplementary data	161
	References	161
7	Étude expérimentale de l'évolution du champ de déformation lors de la recristallisation	167
7.1	Évolution du champ de déformation lors du fluage de la glace colonnaire	168
7.2	Évolution du champ de déformation lors d'un essai sur de la glace granulaire	172
7.3	Évolution du champ de déformation à la transition ductile-fragile	176
7.4	Conclusion	183
	Références	184
8	De la germination au développement de texture	187
8.1	Le développement des textures lors de la recristallisation	188
8.2	Des germes "bien orientés" pour la déformation plastique	192
8.3	Un modèle de germination orientée	198
8.4	Conclusion	203
	Références	203
Conclusions et perspectives		208
	Conclusions	209
	Perspectives	213

Liste des figures

1.1	Photos de cristaux de neige montrant une symétrie hexagonale.	6
1.2	Structure cristallographique de la glace Ih	6
1.3	Plan basal (0001) de la glace Ih	7
1.4	Représentation schématique d'une dislocation coin et d'une dislocation vis.	8
1.5	Distorsion de réseau associée à une dislocation coin	8
1.6	Plans de glissement des dislocations parfaites théoriques	9
1.7	Dislocations observées par diffraction X.	10
1.8	Tenseur d'élasticité C du monocristal de glace.	12
1.9	Propagation d'une dislocation coin soumise à un cisaillement.	12
1.10	Résultat d'essai de fluage sur mono- et poly-cristaux de glace à $-10^{\circ}C$. D'après Duval et collab. [1983]	13
1.11	Exemple de montée d'une dislocation coin grâce à une lacune.	14
1.12	Création de <i>jog</i> par la montée d'une dislocation coin	14
1.13	Double glissement dévié (<i>Double cross-slip</i>) de dislocation qui permet à la dislocation de changer de plan de glissement.	15
1.14	Création de dislocations utilisant le mécanisme de <i>Frank-Read</i>	15
1.15	Création de dislocations à un joint de grains dans la glace	16
1.16	Champ de déformation équivalent mesuré du fluage de la glace	17
1.17	Représentation schématique d'un joint de grains.	17
1.18	Macle $\Sigma 5$ pour un réseau cubique	18
1.19	<i>Coincidence Site Lattice</i> (CSL) Σ_i théorique pour la glace Ih ($i < 50$)	18
1.20	Évolution de la vitesse de déformation en fonction de la déformation lors d'un essai de fluage	20
1.21	Évolution de la texture et de la microstructure de la glace lors d'un essai de fluage	21
1.22	Échantillons de quartz déformés expérimentalement	21
1.23	Évolution des textures de différent alliage de $Mg - Y$	22
1.24	Texture de déformation observée le long du forage Vostok	23
1.25	Représentation schématique de la migration de joints de grains	24
1.26	Image montrant la germination par SIBM dans l'aluminium	24
1.27	Développement de joints de grains en dents de scie lors de la recristallisation dynamique dans l'aluminium	25
1.28	Interaction entre un joint de grains et des sous-joints de grains dans la glace	26
1.29	Formation d'un sous-joint de flexion composé de dislocation coin.	26
1.30	Exemple de germination par rotation de sous-grains dans une roche de sel	28
1.31	Caractérisation de la déformation associée à la formation d'une <i>kink band</i>	28
1.32	Caractérisation d'un sous-joint de flexion dans la glace	29
1.33	Représentation schématique de la nucléation spontanée d'un nouveau grain	30
1.34	Exemple de germe avec une orientation différente de celle des grains parents	33

1.35	Apparition d'un germe avec une nouvelle orientation lors du recuit d'un échantillon de cuivre	34
1.36	Exemple de recristallisation lors d'un recuit dans une roche d'olivine	35
1.37	Observation d'un grain dont l'orientation est hors de la texture principale observée le long du forage <i>Talos Dome</i> en Antarctique	36
1.38	Germination par <i>bulging</i> et maclage	36
1.39	Nucléation par <i>bulging</i> dans un alliage de Ni_3Al	37
2.1	Dispositif expérimental pour les expériences de fluage	48
2.2	Schéma des échantillons de glaces utilisés lors des essais de fluage.	49
2.3	Principe de base de la DIC	50
2.4	Principe de la mesure du champ de déplacement par DIC	50
2.5	Caractérisation du mouchetis, essai décrit dans le chapitre 6	53
2.6	Caractérisation du mouchetis, essai avec l'appareil photo Phase One	54
2.7	Influence du séchage du mouchetis	55
2.8	Comportement du mouchetis en déformation	56
2.9	Évaluation du bruit de mesure sur la composante ε_{yy}	57
2.10	Influence de la taille de fenêtre $p=n$ sur le bruit de mesure	57
2.11	Exemple de champs de déformation mesurés par DIC	59
2.12	Mesure de l'axe c utilisant l'AITA	61
2.13	Définition des angles d'Euler dans la convention de Bunge.	61
2.14	Schéma de principe de la mesure EBSD	62
2.15	Microscope électronique CrystalProbe pour l'EBSD de Géosciences Montpellier	63
2.16	Principe de calcul du KAM	64
2.17	Mise en garde pour l'interprétation du GOS	64
2.18	Caractérisation d'un sous-joint de grains	65
3.1	Strain rate evolution during the deformation of polycrystalline ice	82
3.2	Evolution of microstructures and textures during polycrystalline ice creep	83
3.3	Grain size evolution during polycrystalline ice creep	84
3.4	Grain shape evolution during polycrystalline ice creep	84
3.5	Microstructure and texture evolution measured by EBSD	86
3.6	High resolution EBSD map to highlight intra-granular sub-structure such as tilt sub-boundaries and kink bands	87
3.7	High resolution EBSD map to characterized sub-grain boundaries	88
3.8	Distribution of misorientations measured between adjacent pixels, extracted from the 50 μm resolution EBSD data	89
3.9	Map of the norm of the Nye tensor after 2 %, 7 % and 13% strain	91
3.10	Evolution with deformation of averaged observable norm of the Nye tensor	91
4.1	AITA analysis of the deformed sample	105
4.2	Kink band analysis from EBSD data	108
4.3	Mosaic sub-structures characterized using EBSD data	110
4.4	Serrated grain boundary characterized using EBSD data	111
4.5	Serrated grain boundary with nuclei characterized using EBSD data	112
4.6	Necklace of nuclei close to grain boundaries formed by bulging	112
4.7	Nuclei with "new" orientation characterized using EBSD data	114
4.8	Tilt sub-grains boundaries characterization using EBSD data	120
4.9	Tilt sub-grains characterization using EBSD data	120
4.10	Transition between sub-grain boundary and grain boundary	122

5.1	Weighted Burgers Vectors analysis on a high resolution EBSD map showing the evidence of dislocation with c Burgers vector	136
5.2	Sub-structure composition during torsion experiment using WBV analysis	137
5.3	Distribution evolution of the sub-structure composition during torsion experiment	138
6.1	Macroscopic strain response for the creep test	150
6.2	Microstructure and texture (c -axis orientation) obtained by the AITA	152
6.3	Misorientation angle profile along the P1 line from figure 6.2.	152
6.4	Increment of equivalent strain field during the deformation	153
6.5	Global ε_{yy} strain field	154
6.6	Evolution of the <i>strained area fraction</i> parameter	155
6.7	Strain field increment between 0 and 0.1%	156
6.8	Strain field increment between 0.7 and 0.8%	157
6.9	Strain field increment between 1.4 and 1.5%	158
6.10	Strain field increment between 2.1 and 2.2%	158
7.1	Microstructure de l'essai #C01 de fluage sur de la glace polycristalline colonnaire	168
7.2	Déformation macroscopique mesurée au cours de l'essai #C01	169
7.3	Évolution des incréments de champ de déformation équivalente lors de l'essai #C01, zoom sur une zone de germination	169
7.4	Évolution du champ de déformation équivalente lors de l'essai #C01	171
7.5	Déformation macroscopique mesurée au cours de l'essai #G01	173
7.6	Évolution du champ de déformation équivalente lors de l'essai #G01	174
7.7	Significativité de l'auto-corrélation d'image sur l'essai #G01	175
7.8	Évolution de la déformation macroscopique lors de l'essai #C02 et champ de déformation équivalente après 2% de déformation	176
7.9	Évolution de la microstructure lors de l'essai #C02 à plus forte contrainte proche de la transition ductile-fragile	177
7.10	Microstructure après la déformation de l'échantillon #C02 dans la zone d'intérêt pour l'étude de la fracturation.	179
7.11	Évolution du champ de déformation avant l'apparition des fissures lors de l'essai #C02	179
7.12	Évolution du champ de déformation lors de l'apparition des fissures lors de l'essai #C02	180
7.13	Évolution du champ de déformation lors de la germination des grains à l'extrémité de la fracture pour l'essai #C02	181
7.14	Évolution du champ de déformation lors de la formation de <i>kink bands</i> à la fin de l'essai #C02	182
7.15	Observation de la formation de <i>wing cracks</i> dans la glace	182
8.1	Évolution de la texture des axes c lors des essais sur de la glace polycristalline granulaire	188
8.2	Texture des grains recristallisés lors des essais de fluage sur les échantillons de glace colonnaire	190
8.3	Développement des textures de recristallisation lors du cisaillement de la glace	191
8.4	Microstructure et texture de l'échantillon <i>Sample 1</i> , avant et après 3% de déformation. Les cercles noirs montrent les points triples testés comme zones de germination.	193

8.5	Comparaison de la simulation CraFT de référence, après 0.93% de déformation, avec les mesures DIC pour l'essai <i>Sample 1</i>	194
8.6	Activités relatives des différents systèmes de glissement simulées par CraFT après 0.93% de déformation.	194
8.7	Comparaison entre la simulation de référence et les simulations avec les nouveaux grains	196
8.8	Comparaison entre la simulation de référence et la simulation avec l'insertion d'un grain circulaire au point triple #1.	197
8.9	Impact de la germination sur le champ de contrainte équivalente	198
8.10	Tenseur d'élasticité C du monocristal de glace.	200
8.11	Variation de l'énergie nécessaire pour la création d'un germe pour la germination conventionnelle	201
8.12	Résultat d'une simulation CraFT 3D sur une microstructure granulaire (256^3 pixels ³) avec une texture aléatoire. La figure de pôle à droite représente l'orientation théorique des germes.	202

Liste des tableaux

1.1	Dislocations et systèmes de glissement pour le monocristal de glace [HONDOH, 2000].	9
1.2	Propriétés du monocristal de glace à -16°C	11
1.3	Paramètres utilisés par DUVAL et collab. [2012] pour le modèle de germination spontanée.	32
2.1	Caractérisation globale et locale du mouchetis	54
5.1	Integral WBV projections over the four non-independent axes of the hexagonal crystal symmetry, calculated for the areas selected in figure 5.1a) and 5.1b).	136
8.1	Valeurs utilisées par DUVAL et collab. [2012, figure 2] et pour les calculs d'énergies de la figure 8.11.	201
8.2	Valeurs utilisées pour le calcul de l'énergie élastique	201

Liste des acronymes

AITA analyseur automatique de texture –ou *Automatic Ice Texture Analyser* –. xv, 60–62, 177, 192, 195, 196, 209

CPO *Crytallographic Preffered Orientation*. 15

CSL *Coincidence Site Lattice*. ix, 17, 18

DIC corrélation d’images numériques –ou *Digital Images Correlations*–. xv, 1, 49, 50, 52, 55, 56, 58, 59, 169, 172, 173, 176, 178–183, 193, 194, 209, 214

EBSD *Electron BackScatter Diffraction*. v, vi, 1, 2, 29, 60, 62–67, 209, 210

FFT transformée de Fourier rapide –*Fast Fourier Transfom*–. 16, 27, 29, 68, 70, 191

GND dislocations géométriquement nécessaires –ou *Geometrically Necessary Dislocations*–. 64, 66, 67, 209

GOS *Grain Orientation Spread*. 64

KAM *Kernel Average Misorientation*. 64

MEB Microscope Électronique à Balayage. 60, 62, 63

SIBM *Strain Induced Grain boundary Migration*. 24, 30, 36, 210

VER *Volume Élémentaire Représentatif*. 2, 70, 168, 189

WBV *Weighted Burger Vector* . 27, 29, 66, 67, 210

Liste des symboles

- Φ azimuth mesuré par analyseur automatique de texture –ou *Automatic Ice Texture Analyser* – (AITA). 60, 61
- Θ colatitude mesurée par AITA. 60, 61
- a** Axe **a** du cristal de glace $\langle 1-210 \rangle$. 6, 8, 9, 29, 122, 209, 210
- c** Axe **c** du cristal de glace $\langle 0001 \rangle$. v, vi, x, xi, 6, 8–11, 15, 29, 38, 48, 60–62, 122, 188, 190, 191, 195, 196, 199–203, 209–211, 213
- ε_{eqVM} Déformation équivalente de Von Mises calculée d’après l’équation 2.10. 17, 58, 168–171, 174, 176, 180–182
- ε_{xx} Composante ε_{xx} du tenseur de déformation.. 57–59, 179–182
- ε_{xy} Composante ε_{xy} du tenseur de déformation.. 57–59, 179–182
- ε_{yy} Composante ε_{yy} du tenseur de déformation. x, xi, 55–59, 179–182
- n Taille de la grille de mesure lors de la *corrélation d’images numériques* –ou *Digital Images Correlations*– (DIC) en pixel.. x, 51, 52, 56, 57
- Ω Tenseur de rotation solide. xv, 58
- ω_{xy} Composante ω_{xy} du tenseur de rotation solide Ω . Calculé en hypothèse des petites rotations par l’équation 2.12. 58, 59
- p Taille de la fenêtre du motif lors de la DIC en pixel.. x, 50, 53, 56, 57
- E** Tenseur des déformations de Green-Lagrange.. 51, 58
- u Déplacement selon la direction \vec{x} mesuré par DIC. 47, 49–51, 58
- v Déplacement selon la direction \vec{y} mesuré par DIC. 47, 49–51, 55, 58
- ϕ Second angle d’Euler (ϕ_1, ϕ, ϕ_2), Bunge convention. xv, 60
- ϕ_1 Premier angle d’Euler (ϕ_1, ϕ, ϕ_2), Bunge convention. xv, 60
- ϕ_2 Troisième angle d’Euler (ϕ_1, ϕ, ϕ_2), Bunge convention. xv, 60
- σ_m décrit la valeur de la valeur macroscopique de la contrainte lors des essais de fluage. 168, 176, 177, 199
- α Tenseur de Nye, défini dans le paragraphe 2.3.2.2.b. 65–67

Introduction

La glace est un matériau polycristallin pour lequel les mécanismes de recristallisation dynamique, qui ont lieu principalement à chaud même dans les conditions naturelles des calottes polaires ($\frac{T}{T_f} > 0.8$), ont un rôle important lors de sa déformation. La recristallisation dynamique permet de réduire l'énergie interne stockée lors de la déformation par l'accumulation de dislocations. Pour se faire, différents mécanismes modifiant la microstructure permettent de réduire l'énergie interne au cours de la déformation. La migration de joints de grains, la formation de sous-joints de grains et la germination de nouveaux grains sont les mécanismes fondamentaux de la recristallisation dynamique. Dans le cas de glace, comme pour d'autres matériaux (quartz [STIPP et KUNZE, 2008], magnésium [COTTAM et collab., 2008] entre autres), la recristallisation dynamique a un impact important sur le développement des microstructures [DE LA CHAPELLE et collab., 1998] et des textures (orientations préférentielles des cristaux) [JACKA et MACCAGNAN, 1984]. Ces réorganisations microstructurales permettent en général de modifier les propriétés mécaniques du matériau, conduisant le plus souvent à une ductilité augmentée. Afin de mieux comprendre le développement des microstructures et des textures, ainsi que leurs liens avec le comportement macroscopique du matériau, il est nécessaire de bien comprendre les mécanismes de recristallisation dynamique. La recristallisation dynamique qui se produit pendant la déformation à haute température est un sujet intéressant dans différentes branches de la science des matériaux. En métallurgie, lors de la mise en forme d'alliages afin de mieux contrôler les propriétés mécaniques du matériau. En géologie, la texture impacte l'anisotropie sismique et mécanique des roches composant le manteau terrestre. Enfin en glaciologie, cela est intéressant pour mieux contraindre les lois d'écoulement implémentées dans les modèles de calotte polaire, afin de reproduire l'impact de l'évolution de la microstructure et de la texture sur l'écoulement et d'améliorer l'interprétation des enregistrements climatiques extraits des forages profonds. Dans le contexte du réchauffement climatique avéré, mieux prévoir l'évolution des calottes polaires et des glaciers de montagne sont des enjeux sociétaux importants (élévation du niveau des mers, ressource en eau douce,...).

Les mécanismes de recristallisation dynamique sont favorisés à haute température et à grande déformation. Les hétérogénéités de déformation ayant également un rôle important pour la migration de joints de grains et la germination, la glace est un matériau idéal pour les étudier. En effet, du fait de la très forte anisotropie plastique du mono-cristal de glace [DUVAL et collab., 1983], permettant principalement le glissement des dislocations dans le plan basal, lors de la déformation, le polycristal de glace développe de fortes hétérogénéités de déformation [GRENNERAT et collab., 2012]. Grâce aux développements expérimentaux récents qui permettant de faire de la mesure de champ de déformation *in situ* par DIC [GRENNERAT, 2011] ainsi que des cartes d'orientations cristallines hautes résolutions par *Electron BackScatter Diffraction* (EBSD) [PIAZOLO et collab., 2008; WEIKUSAT et collab., 2011], il est possible d'investiguer expérimentalement les mécanismes de recristallisation dans la glace. En particulier, ces outils expérimentaux font de la glace un matériau idéal pour mieux investiguer le lien entre les hétérogénéités de déformation et les mécanismes de

recristallisation dynamique.

Nous proposons d'étudier les mécanismes de recristallisation dynamique ayant lieu lors du fluage de la glace polycristalline à haute température ($T/T_m \sim 0.98$) à partir de la caractérisation *post*-déformation de microstructures déformées et de mesure *in situ* du champ de déformation. Pour cela deux types d'échantillons de glaces polycristallines sont déformés, la glace granulaire similaire à celle des calottes polaires pouvant être considérée comme un *Volume Élémentaire Représentatif* (VER) et la glace colonnaire permettant de coupler l'évolution du champ de déformation directement avec les mécanismes de recristallisation grâce à sa microstructure $2D - 1/2$ ayant une taille des grains importante ($\sim cm$).

Cette étude expérimentale des mécanismes de recristallisation est complétée par une étude théorique d'un mécanisme de germination orientée, à partir d'un outil de simulation du comportement mécanique permettant la prise en compte et la représentation des champs de déformation et de contrainte (CraFT).

Nous commencerons dans le chapitre 1 par une revue bibliographique des mécanismes de déformation et de recristallisation dynamique axée sur la glace. Nous poursuivrons dans le chapitre 2 par une description des outils expérimentaux et numériques utilisés pendant cette thèse. L'analyse des résultats est décomposée en deux parties.

Une première partie intitulée *Développement des textures et mécanismes de germination lors de la recristallisation dynamique*, qui est basée sur les résultats expérimentaux provenant de l'analyse des microstructures à partir des cartes d'orientations. Cette partie est composée de trois articles (1 publié, 1 accepté et 1 soumis). Le chapitre 3 se focalise sur la caractérisation de l'impact de la recristallisation sur la microstructure et le développement des textures lors d'essais de fluage en laboratoire [MONTAGNAT et collab., 2015]. Le chapitre 4 décrit les différents mécanismes de recristallisation dynamique que l'on rencontre dans la glace [CHAUVE et collab., 2017]. Dans le chapitre 5, nous recentrons le propos sur le développement des sous-structures cristallines telles que les sous-joints de grain, en étudiant les dislocations impliquées à partir de cartes EBSD à haute résolution [CHAUVE et collab., in prep.].

La seconde partie intitulée *Hétérogénéités de déformation et de contrainte : lien avec la germination* est axée sur l'étude du lien entre les hétérogénéités de déformation, de contrainte et les mécanismes de recristallisation. Cette étude est basée sur la caractérisation de l'évolution du champ de déformation lors d'essais sur de la glace polycristalline colonnaire, mais également sur la comparaison des résultats expérimentaux avec un modèle à champ complet. Cette partie est décomposée en trois chapitres dont un article publié. Le chapitre 6 se focalise sur le lien entre la déformation et les mécanismes de recristallisation à l'échelle d'un point triple où la germination a lieu, afin d'avoir une résolution spatiale suffisante pour discuter les mécanismes [CHAUVE et collab., 2015]. Le chapitre 7 généralise les observations faites à l'échelle locale au comportement d'un polycristal colonnaire puis granulaire. Pour finir, le chapitre 8 discute de l'impact théorique de la germination sur le champ de déformation et sur le développement des textures. Un modèle de germination conventionnelle orientée est proposé afin de mieux expliquer le développement des textures de recristallisation observées pour la glace.

Nous terminerons dans la dernière partie par une synthèse des résultats.

- CHAUVE, T., M. MONTAGNAT, F. BAROU, K. HIDAS, A. TOMMASI et D. MAINPRICE. 2017, «Investigation of nucleation processes during dynamic recrystallization of ice using cryo-EBSD», *Phil. Trans. R. Soc. A*, vol. 375, n° 2086, doi: 10.1098/rsta.2015.0345, p. 20150 345, ISSN 1364-503X, 1471-2962. [2](#)
- CHAUVE, T., M. MONTAGNAT, S. PIAZZOLO, B. JOURNAUX, J. WHEELER, F. BAROU, A. TOMMASI et D. MAINPRICE. in prep., «Non-basal dislocations in ice revealed by ebsd and weighted burgers vector analysis», . [2](#)
- CHAUVE, T., M. MONTAGNAT et P. VACHER. 2015, «Strain field evolution during dynamic recrystallization nucleation ; A case study on ice», *Acta Materialia*, vol. 101, doi: 10.1016/j.actamat.2015.08.033, p. 116–124, ISSN 1359-6454. [2](#)
- COTTAM, R., J. ROBSON, G. LORIMER et B. DAVIS. 2008, «Dynamic recrystallization of Mg and Mg–Y alloys : Crystallographic texture development», *Materials Science and Engineering : A*, vol. 485, n° 1–2, doi: 10.1016/j.msea.2007.08.016, p. 375–382, ISSN 0921-5093. [1](#)
- DE LA CHAPELLE, S., O. CASTELNAU, V. LIPENKOV et P. DUVAL. 1998, «Dynamic recrystallization and texture development in ice as revealed by the study of deep ice cores in Antarctica and Greenland», *Journal of Geophysical Research : Solid Earth*, vol. 103, n° B3, doi: 10.1029/97JB02621, p. 5091–5105, ISSN 2156-2202. [1](#)
- DUVAL, P., M. F. ASHBY et I. ANDERMAN. 1983, «Rate-controlling processes in the creep of polycrystalline ice», *The Journal of Physical Chemistry*, vol. 87, n° 21, p. 4066–4074. [1](#)
- GRENNERAT, F. 2011, *Hétérogénéités de déformation au cours du fluage transitoire de la glace polycristalline. Mesures par corrélation d'images numériques et modélisation*, thèse de doctorat, Grenoble. [1](#)
- GRENNERAT, F., M. MONTAGNAT, O. CASTELNAU, P. VACHER, H. MOULINEC, P. SUQUET et P. DUVAL. 2012, «Experimental characterization of the intragranular strain field in columnar ice during transient creep», *Acta Materialia*, vol. 60, n° 8, doi: 10.1016/j.actamat.2012.03.025, p. 3655–3666, ISSN 1359-6454. [1](#)
- JACKA, T. et M. MACCAGNAN. 1984, «Ice crystallographic and strain rate changes with strain in compression and extension», *Cold Regions Science and Technology*, vol. 8, n° 3, doi: 10.1016/0165-232X(84)90058-2, p. 269–286, ISSN 0165-232X. [1](#)
- MONTAGNAT, M., T. CHAUVE, F. BAROU, A. TOMMASI, B. BEAUSIR et C. FRESSENCEAS. 2015, «Analysis of dynamic recrystallization of ice from ebsd orientation mapping», *Cryospheric Sciences*, doi: 10.3389/feart.2015.00081, p. 81. [2](#)
- PIAZOLO, S., M. MONTAGNAT et J. R. BLACKFORD. 2008, «Sub-structure characterization of experimentally and naturally deformed ice using cryo-EBSD», *Journal of Microscopy*, vol. 230, n° 3, doi: 10.1111/j.1365-2818.2008.02014.x, p. 509–519, ISSN 1365-2818. [1](#)
- STIPP, M. et K. KUNZE. 2008, «Dynamic recrystallization near the brittle-plastic transition in naturally and experimentally deformed quartz aggregates», *Tectonophysics*, vol. 448, n° 1–4, doi: 10.1016/j.tecto.2007.11.041, p. 77–97, ISSN 0040-1951. [1](#)
- WEIKUSAT, I., D. A. M. DE WINTER, G. M. PENNOCK, M. HAYLES, C. SCHNEIJDENBERG et M. R. DRURY. 2011, «Cryogenic EBSD on ice : preserving a stable surface in a low pressure SEM», *Journal of Microscopy*, vol. 242, n° 3, p. 295–310. [1](#)

Chapitre 1

Revue bibliographique

Sommaire

1.1	La glace : un matériau cristallin	6
1.1.1	Le monocristal	6
1.1.1.1	Les défauts cristallins	7
1.1.1.1.a	Les défauts ponctuels	7
1.1.1.1.b	Les dislocations	7
1.1.2	Les modes de déformation	10
1.1.2.1	L'élasticité	10
1.1.2.2	La plasticité	11
1.1.3	Les polycristaux	15
1.1.3.1	Les joints de grains	16
1.1.3.2	Le fluage de la glace polycristalline	19
1.2	La recristallisation dynamique	23
1.2.1	Définition de la recristallisation	23
1.2.2	Les mécanismes de la recristallisation dynamique	23
1.2.2.1	La migration de joints de grains	23
1.2.2.2	La formation du sous-joint de grains	25
1.2.2.3	La germination de nouveaux grains	29
1.2.2.3.a	La germination conventionnelle et spontanée	30
1.2.2.3.b	La germination par "bloc"	34
1.2.2.3.c	La germination par <i>bulging</i>	34
1.2.2.4	La recristallisation dynamique continue ou discontinue	37
1.2.3	Le développement des textures de recristallisation	38
1.3	Plan de la thèse	39
	Références	39

1.1 La glace : un matériau cristallin

1.1.1 Le monocristal

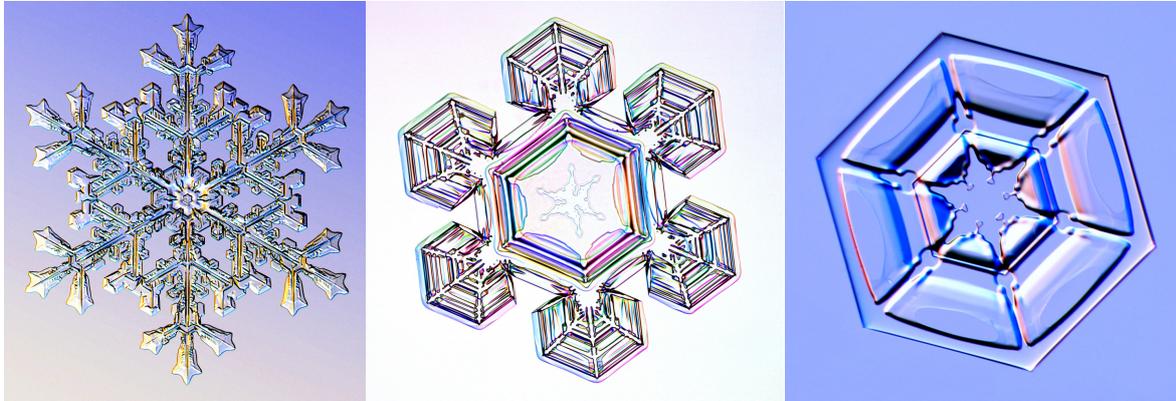


FIGURE 1.1 – Photos de cristaux de neige montrant une symétrie hexagonale.

La structure cristallographique de la glace dépend des conditions de température et de pression. Dans les conditions naturelles des calottes polaires ou des glaciers de montagne, la glace présente une structure cristallographique hexagonale, c'est la glace Ih (figure 1.2). Son réseau cristallographique est à l'origine de la symétrie 6 observée dans les cristaux de neige (figure 1.1).

Les molécules d'eau sont liées par des liaisons hydrogènes, ce qui confère au monocristal de glace des propriétés "intermédiaires" entre un solide ionique et un solide à liaison métallique. Le plan de plus forte densité d'atomes d'oxygène est le plan de basal ((*c*) - indice de Miller-Bravais (0001), figure 1.3). Les paramètres de maille de la glace hexagonale sont $a = 4.51 \text{ \AA}$ et $c = 7.36 \text{ \AA}$, donnant un rapport des modules des axes cristallographiques $c/a = 1.629$, ce qui est proche d'une structure hexagonale compacte (1.633).

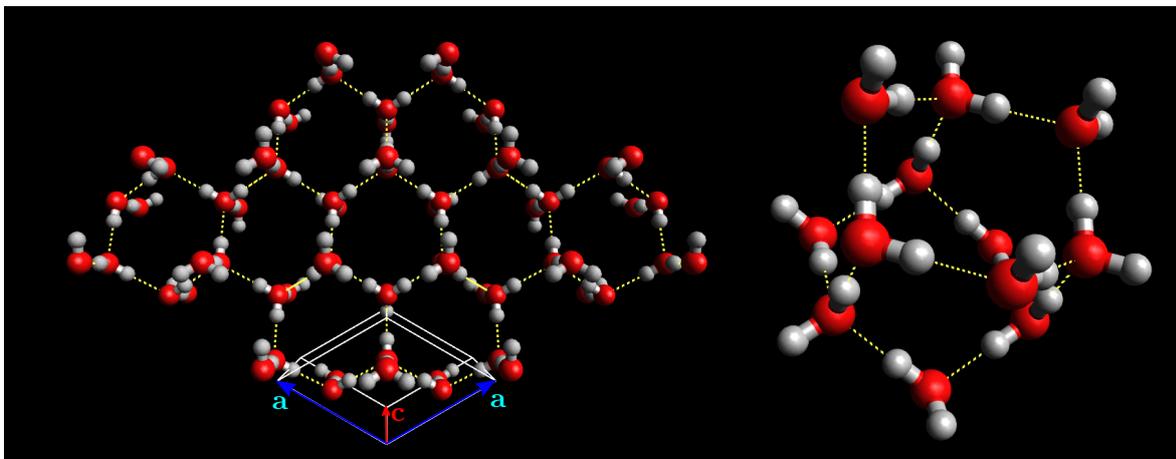


FIGURE 1.2 – Structure cristallographique de la glace Ih. Les atomes oxygène sont représentés en rouge, les atomes d'hydrogène en blanc et les liaisons hydrogènes en jaune. La maille conventionnelle est représentée en blanc.

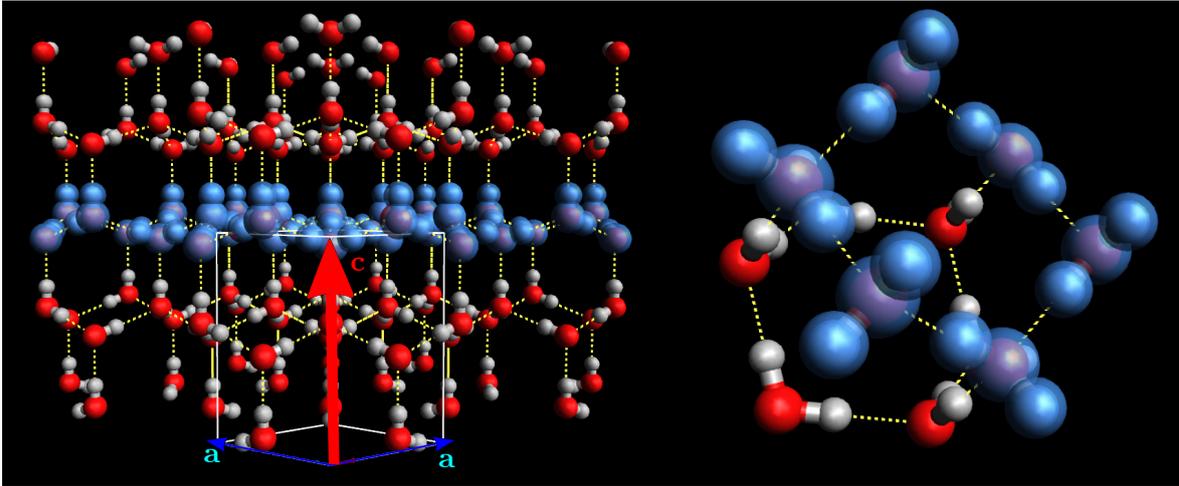


FIGURE 1.3 – Les molécules d'eau colorées en bleu appartiennent au même plan basal (Indice de Miller-Bravais (0001)).

1.1.1.1 Les défauts cristallins

1.1.1.1.a Les défauts ponctuels

Les défauts ponctuels sont des défauts dans l'organisation d'un cristal parfait. Ces défauts concernent seulement des nœuds isolés du réseau cristallin. Il existe différents types de défauts ponctuels comme les lacunes, les atomes interstitiels, ou le remplacement d'un atome par un autre atome. Ces défauts sont classiques pour tous les matériaux cristallins. Cependant, la glace possède d'autres types de défauts que sont les défauts de positions des protons.

Dans un cristal de glace parfait, un atome d'oxygène doit être entouré de deux protons et une liaison $O - O$ doit comporter un seul proton. Les défauts ioniques sont créés par le déplacement d'un proton d'une molécule à une autre, créant un couple d'ions H_3O^+ et HO^- . Un défaut de Bjerrum de type L (Leer, pas de proton dans un liaison $O - O$) ou D (Doppelt, deux protons dans un liaison $O - O$) peut être créé par une rotation d'une molécule de $2\pi/3$.

1.1.1.1.b Les dislocations

Les dislocations sont des défauts linéaires qui correspondent à une discontinuité du réseau cristallin. Une dislocation est caractérisée par un vecteur de Burgers b et la direction de la ligne de dislocation (figure 1.4). Il existe différents types de dislocation, les dislocations coins caractérisées par un vecteur de Burgers perpendiculaire à la ligne de dislocation et les dislocations vis caractérisées par un vecteur de Burgers parallèle à la ligne de dislocation. En réalité, la majorité des dislocations sont des dislocations mixtes dont le vecteur de Burgers fait un angle α avec la ligne de dislocation. La direction du vecteur de Burgers et de la ligne de la dislocation contraignent le système de glissement de la dislocation car une dislocation peut seulement glisser dans le plan défini par le vecteur de Burgers et la direction de la ligne de dislocation. Dans le cas d'une dislocation vis pure, elle peut glisser dans tous les plans contenant le vecteur de Burgers car celui-ci est aligné avec la direction de la dislocation. Il existe d'autres mécanismes de propagation des dislocations détaillés dans la partie 1.1.2.2.

L'énergie associée à une dislocation est stockée par la distorsion du réseau cristallin. Par exemple, une dislocation coin peut être vue comme l'insertion d'un demi-plan d'atomes dans un cristal parfait (atomes en noir, figure 1.5). L'insertion de ce plan change la position d'équilibre des atomes créant une zone en compression et une zone en tension (figure

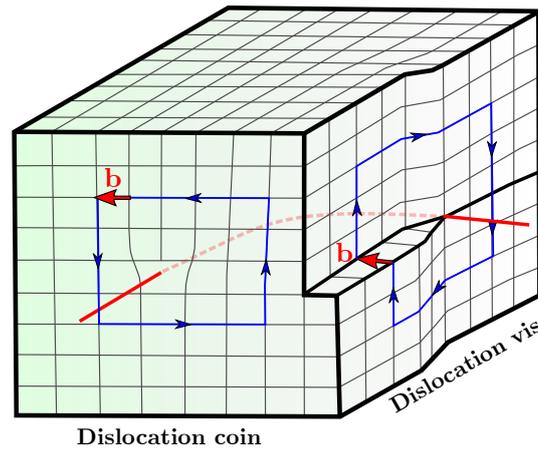


FIGURE 1.4 – Représentation schématique d’une dislocation coin et d’une dislocation vis. Le vecteur de Burgers et la ligne de dislocation sont représentés en rouge. La ligne de dislocation en pointillée correspond à une dislocation mixte.

1.5). L’énergie associée à une dislocation dépend du type de dislocation considéré et de la taille du vecteur de Burgers. Plus celui-ci est grand, plus l’énergie va être importante. Le champ de contrainte est très fortement perturbé proche de la ligne de dislocation. Cette zone correspond au cœur de la dislocation dont la dimension est comprise entre 1 et 5 b . Au delà du cœur de la dislocation, le champ de contrainte peut être calculé de manière élastique.

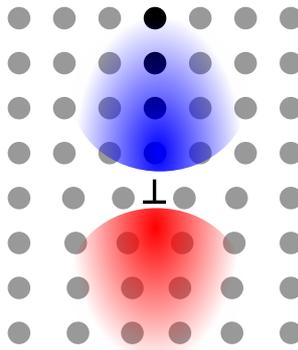


FIGURE 1.5 – Distorsion de réseau associée à une dislocation coin. Les atomes représentés en noir correspondent au plan supplémentaire introduit. La zone en bleu (rouge) correspond à la partie du cristal qui est en compression (tension).

Dans le cas de glace Ih, [HONDOH \[2000\]](#) a étudié les dislocations théoriques dans le monocristal de glace. La liste des dislocations et des systèmes de glissement associés sont présentées dans le tableau 1.1. Les schémas associés aux dislocations parfaites sont visibles sur la figure 1.6.

La majorité des dislocations observées dans la glace sont les dislocations $\mathbf{a} = 1/3 \langle 11\bar{2}0 \rangle$ qui peuvent se dissocier en dislocations partielles $\mathbf{p} = 1/3 \langle 10\bar{1}0 \rangle$. Un exemple de dislocations dissociées \mathbf{p} dans le plan basal, observé par diffraction X, est montré sur la figure 1.7a. Il a également été observé des dislocations ayant un vecteur de Burgers \mathbf{a} mais glissant dans un plan prismatique (figure 1.7b). Pour finir, des observations de dislocations ayant un vecteur de Burgers avec une composante \mathbf{c} ont été faites en présence de faute d’empilement, dont la formation est favorisée par le refroidissement lent de l’échantillon. Ces dislocations sont souvent dissociées. Par exemple, la figure 1.7c montre la dissociation d’une dislocation $1/3 [11\bar{2}3]$ en deux dislocations partielles $1/6 [02\bar{2}3]$ et $1/6 [20\bar{2}3]$. Ces dislocations \mathbf{c} ont seulement été observées par [[HIGASHI, 1988](#)] dans des conditions où les contraintes

Type de dislocation	Vecteur de Burgers		d/b^*				
			(0001)	{10 $\bar{1}$ 0}	{11 $\bar{2}$ 0}	{10 $\bar{1}$ 1}	{11 $\bar{2}$ 2}
Parfaite	a	4.52 Å	0.61	0.58	0.35	0.31	0.61
	c	7.36 Å					
	a+c	8.63 Å					
Partiel	p	2.61 Å	1.06	0.71	0.87	0.61	0.92
	c/2	3.68 Å					
	p+c/2	4.51 Å					

$\mathbf{a} = 1/3 \langle 11\bar{2}0 \rangle$, $\mathbf{c} = \langle 0001 \rangle$, $\mathbf{a} + \mathbf{c} = 1/3 \langle 11\bar{2}3 \rangle$, $\mathbf{p} = 1/3 \langle 10\bar{1}0 \rangle$, et $\mathbf{p} + \mathbf{c}/2 = 1/6 \langle 20\bar{2}3 \rangle$

TABLEAU 1.1 – Dislocations et systèmes de glissement pour le monocristal de glace [HONDOH, 2000].
 * La ratio d/b est la rapport entre l'espacement entre les plans de glissement d et la longueur du vecteur de Burgers b . Les valeurs de d/b en gras représentent les systèmes de glissement actif dans la glace.

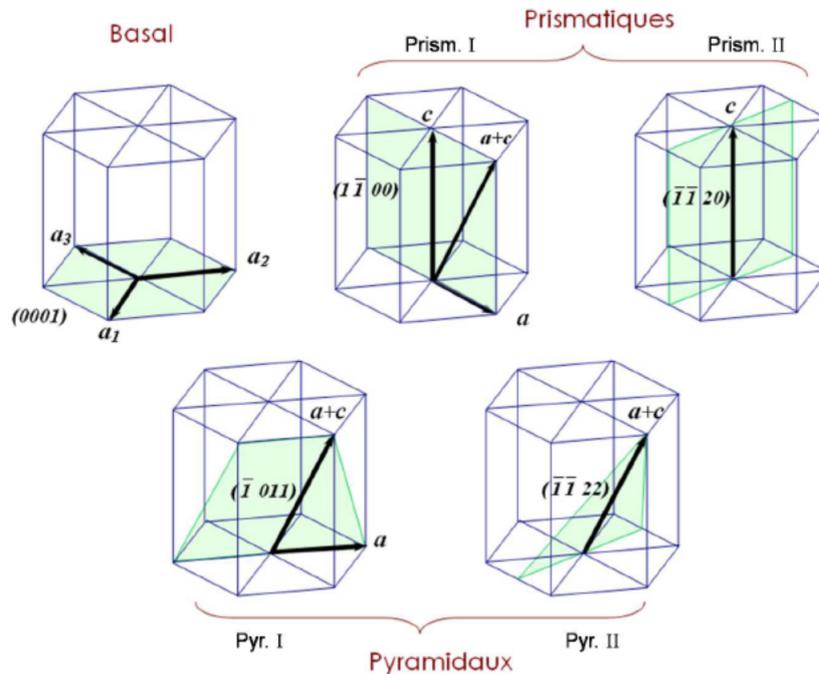
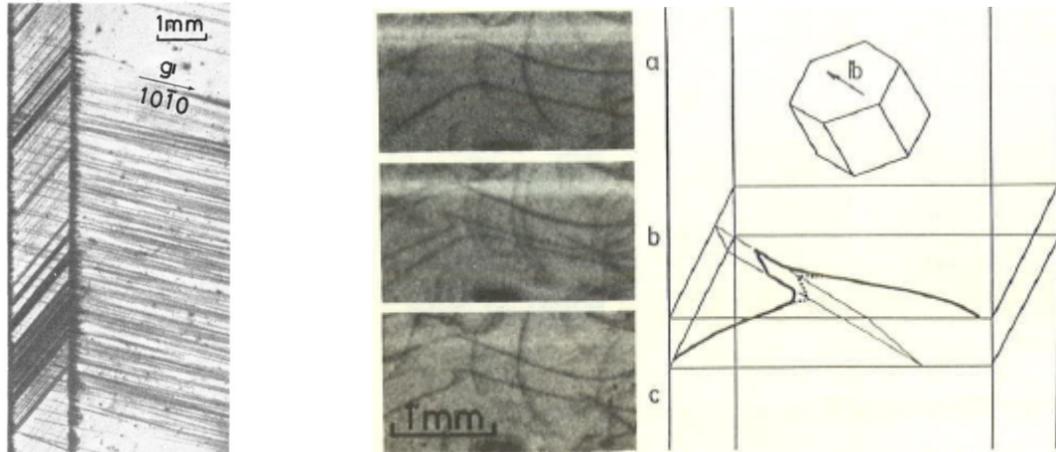
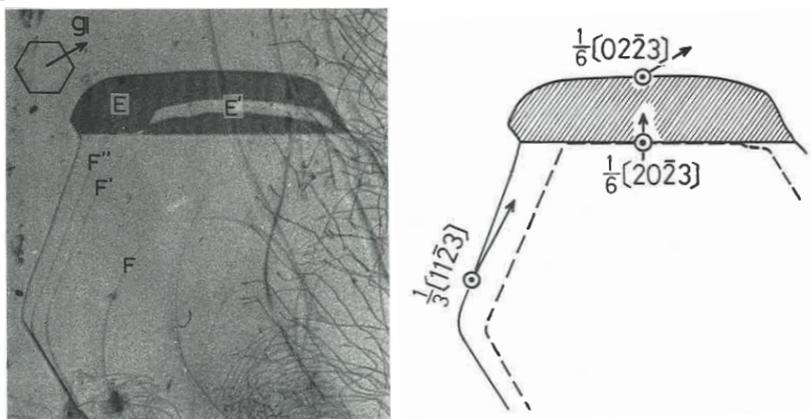


FIGURE 1.6 – Plans de glissement des dislocations parfaites théoriques pour la glace I_h énumérés dans le tableau 1.1. Les vecteurs en gras représentent les vecteurs de Burgers et les surfaces en jaune les plans de glissement associés. Cette figure est adaptée de HONDOH [2000].

thermiques sont importantes et jamais au cours d'essai de déformation contrairement aux dislocations glissant sur des plans non basaux [SHEARWOOD et WHITWORTH, 1989]. Les dislocations les plus usuelles lors de la déformation de la glace sont les dislocations basales rendant l'anisotropie plastique du cristal de glace très importante (voir paragraphe 1.1.2.2).



(a) Visualisation de dislocations basales dans un bi-cristal de glace [HONDOH et HIGASHI, 1979]. (b) Visualisation de segment de dislocation sur des plans prismatiques [HIGASHI et collab., 1985].



(c) Dislocation avec un vecteur de Burgers parallèle à l'axe c observée par diffraction X proche d'une faute d'empilement anormalement large obtenue par refroidissement lent d'un monocristal [HIGASHI, 1988].

FIGURE 1.7 – Dislocations observées par diffraction X.

1.1.2 Les modes de déformation

1.1.2.1 L'élasticité

La déformation élastique est une déformation réversible. Elle est accommodée par le déplacement de la position d'équilibre des atomes du cristal sous l'effet d'une contrainte. Lorsque la contrainte est relâchée, les atomes reviennent à leur position d'équilibre, ce qui explique la réversibilité de la déformation. La relation entre le tenseur des contraintes σ et le tenseur des déformations élastiques ϵ^e est donnée par la loi de Hooke :

$$\epsilon^e = S : \sigma \quad (1.1)$$

où S est le tenseur de souplesse élastique.

Le tenseur de raideur $C = S^{-1}$ du monocristal de glace est isotrope transverse. Il est donné en notation de Kelvin où l'axe 3 correspond à la direction de l'axe \mathbf{c} :

$$\begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{23} \\ \sigma_{13} \\ \sigma_{12} \end{pmatrix} = C_{ij} \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ 2 \varepsilon_{23} \\ 2 \varepsilon_{13} \\ 2 \varepsilon_{12} \end{pmatrix} \quad (1.2)$$

$$\mathbf{C} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{13} & 0 & 0 & 0 \\ C_{13} & C_{13} & C_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{C_{11}-C_{12}}{2} \end{pmatrix} \quad (1.3)$$

Les coefficients d'élasticité du monocristal de glace, mesurés à $-16^\circ C$ par **GAMMON et collab. [1983]** par spectroscopie Brillouin, sont donnés dans le tableau 1.2.

Coefficients élastiques de \mathbf{C}	$C_{11} = 13930 \text{ MPa}$ $C_{12} = 7082 \text{ MPa}$ $C_{13} = 5765 \text{ MPa}$ $C_{33} = 15010 \text{ MPa}$ $C_{44} = 3014 \text{ MPa}$
Module de compressibilité isostatique	$K = 8900 \text{ MPa}$
Coefficients de Poisson	$\nu_{12} = 0.415$ $\nu_{13} = 0.224$ $\nu_{31} = 0.274$

TABLEAU 1.2 – Propriétés du monocristal de glace à $-16^\circ C$ [**GAMMON et collab., 1983**]. La direction 3 correspond à la direction de l'axe \mathbf{c} et les directions 1 et 2 aux directions dans le plan basal.

La dépendance en température de ces paramètres \mathbf{X} suit approximativement la loi [**GAMMON et collab., 1983**] :

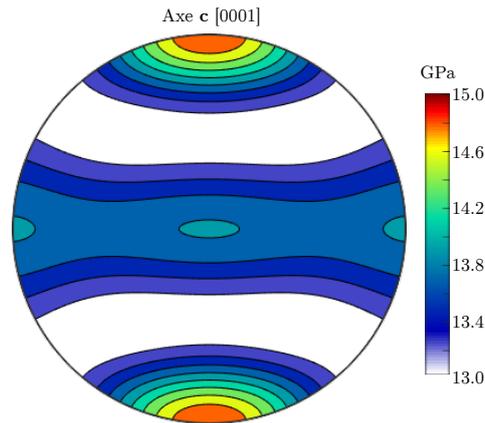
$$\mathbf{X}(T) = \mathbf{X}(T_0) [1 \pm a\Delta T] \quad (1.4)$$

avec $a = 1.42 \times 10^{-3} \text{ K}^{-1}$. La sensibilité des constantes élastiques est donc de 0.7% pour une différence de température de $5^\circ C$.

Le monocristal de glace présente une faible élasticité avec une anisotropie élastique de l'ordre de 15%. La valeur minimale du module de Young est pour une contrainte orientée à $\sim 45^\circ$ de l'axe \mathbf{c} ($\sim 13 \text{ GPa}$, figure 1.8). Pour une contrainte appliquée de 0.5 MPa , qui est l'ordre de grandeur des contraintes macroscopiques appliquées lors de nos études, la déformation élastique est de 3.8×10^{-5} pour une sollicitation à $\sim 45^\circ$ de l'axe \mathbf{c} et 3.3×10^{-5} pour une sollicitation alignée avec l'axe \mathbf{c} .

1.1.2.2 La plasticité

La plasticité est un mode de déformation irréversible. La déformation est accommodée par le déplacement des atomes dans une nouvelle position. Il y a plusieurs mécanismes

FIGURE 1.8 – Tenseur d'élasticité C du monocristal de glace.

permettant ce déplacement, comme la diffusion individuelle d'atomes et le glissement de dislocations.

Ce dernier est le mécanisme le plus important pour la déformation plastique. Par conséquent, les dislocations jouent un rôle important en plasticité. La figure 1.9 montre la propagation d'une dislocation coin lorsque le cristal est sollicité par un cisaillement. Pour que la dislocation se déplace, il est nécessaire d'atteindre un cisaillement critique τ_c , propre à chaque système de glissement. Il est donc plus facile d'activer certains systèmes de glissement que d'autres.

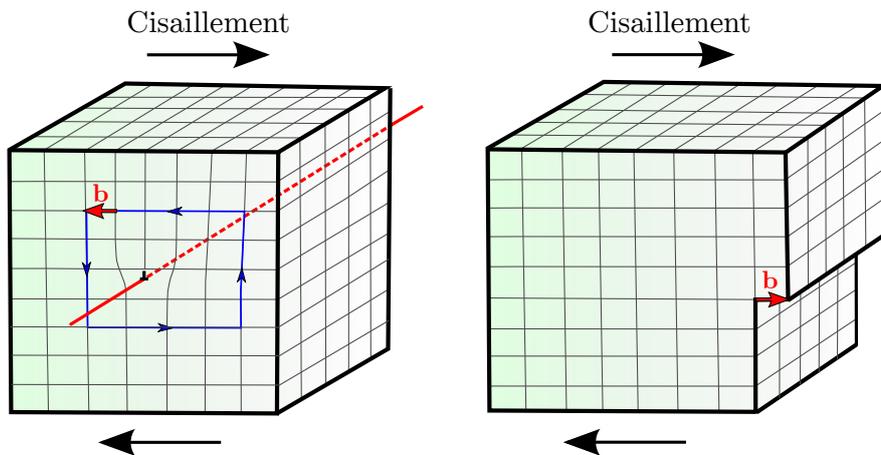


FIGURE 1.9 – Propagation d'une dislocation coin soumise à un cisaillement.

Le glissement des dislocations est le principal mécanisme de la déformation plastique. Dans le cas de la glace, se sont principalement les dislocations basales, qui en se propageant, accommodent la déformation [DUVAL et collab., 1983]. La figure 1.10 montre les résultats de différents essais de fluage sur des mono-cristaux de glace, soit bien orientés pour l'activation des dislocations basales, soit orientés de façon à limiter au maximum l'activation des dislocations basales. Les résultats montrent plusieurs ordres de grandeur (de 3 à 5) entre la vitesse de déformation d'un mono-cristal "bien" orienté (pour l'activation des dislocations basales) et un mono-cristal "mal" orienté. De plus, les essais sur les mono-cristaux mal orientés donnent seulement une limite supérieure de la vitesse de déformation car dès que le mono-cristal se désoriente un peu, on commence à activer des dislocations basales. La difficulté de créer et de propager des dislocations non-basales dans la glace rend la déformation plastique très anisotrope. La glace est l'un des matériaux dont l'anisotropie plastique est la plus importante.

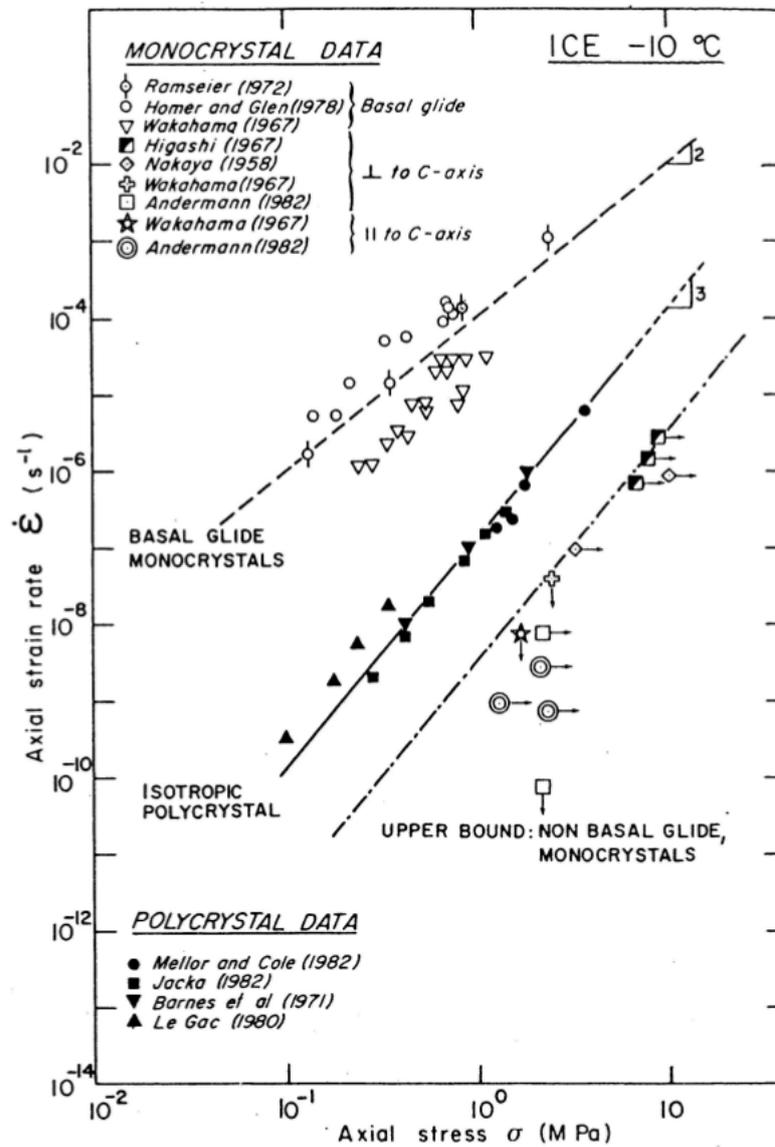


FIGURE 1.10 – Résultat d’essai de fluage sur mono- et poly-cristaux de glace à $-10^{\circ}C$. D’après DUVAL et collab. [1983].

La présence d'impuretés, de précipités ou de crans (*jog*) peut bloquer la propagation de la dislocation dans le plan considéré. Il existe des mécanismes permettant de changer le plan de glissement des dislocations ce qui permet de multiplier le nombre de plan de glissement actif.

Un premier mécanisme est la montée de dislocations. La montée de dislocations se fait par diffusion atomique et nécessite l'aide de défauts ponctuels. Par exemple, la figure 1.11 montre la montée d'une dislocation coin dans un autre plan de glissement grâce à la diffusion d'un atome dans une lacune. Ce mécanisme implique la diffusion des défauts ponctuels et est par conséquent dépendant de la température. La montée de dislocation est toujours accompagnée de la formation de crans qui correspond à une marche de dimension atomique hors du plan de glissement (figure 1.12). La création de crans a aussi lieu lorsque deux dislocations se croisent. Chaque dislocation acquiert un cran égal à la direction du vecteur de Burgers de la dislocation qu'elle croise. D'après HONDOH [2000], la montée de dislocation est lente dans la glace, près de deux ordres de grandeur plus lente que la mobilité des dislocations dans le plan basal, à cause du coût énergétique de la fabrication des lacunes. Néanmoins, ce mécanisme peut être invoqué pour satisfaire la compatibilité de déformation dans un polycristal [SCHULSON et DUVAL, 2009, Chapitre 6].

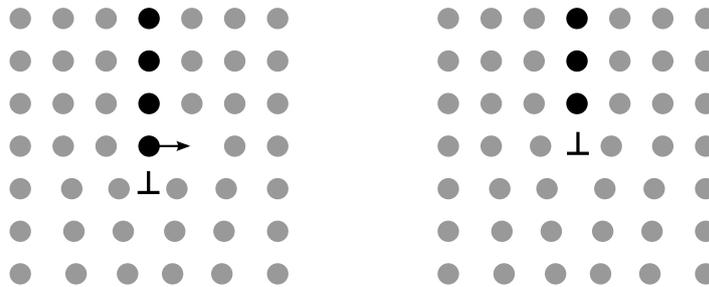


FIGURE 1.11 – Exemple de montée d'une dislocation coin grâce à une lacune.

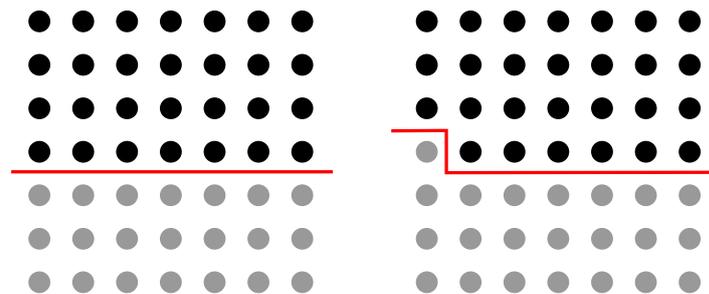


FIGURE 1.12 – Création de *jog* par la montée d'une dislocation coin. Le trait rouge représente la ligne de la dislocation. Cette figure montre la montée d'une dislocation comme sur la figure 1.11 mais vue de côté.

Un second mécanisme permettant la multiplication des plans de glissement actifs est le glissement dévié (*cross-slip*). La figure 1.13 montre comment une boucle de dislocation peut changer de plan de glissement. Pour cela, considérons une boucle de dislocation dans son plan de glissement. Le segment de cette boucle, pour lequel la dislocation est une dislocation vis, peut glisser dans un autre plan qui est différent du plan initial. Ce segment vis peut alors se remettre à glisser de nouveau dans un autre plan parallèle au plan initial, on parle alors de double glissement dévié.

Le glissement dévié a été observé dans la glace par diffraction X [FUKUDA et collab., 1987]. Il a également été montré, à l'aide de simulation de dynamique des dislocations, que ce

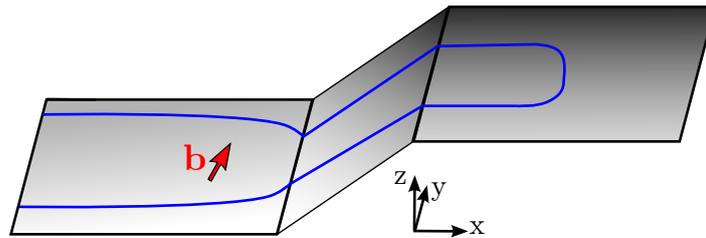


FIGURE 1.13 – Double glissement dévié (*Double cross-slip*) de dislocation qui permet à la dislocation de changer de plan de glissement.

mécanisme est important pour modéliser le comportement de glace, notamment lors d’essais de torsion d’un mono-cristal de glace [CHEVY et collab., 2012].

Il existe également des sources de dislocation permettant d’augmenter la densité de dislocation facilitant ainsi la déformation. Différents mécanismes permettent de créer des dislocations, certains sont basés sur des configurations faisant intervenir des surfaces libres, ou l’immobilisation par des obstacles [AHMAD et collab., 1987; AHMAD et WHITWORTH, 1988; SHEARWOOD et WHITWORTH, 1989, 1991, 1993]. D’autres, plus classiques ont lieu dans le cristal, comme par exemple le mécanisme du moulin de *Frank-Read* qui permet la multiplication des dislocations dans un cristal (figure 1.14) [AHMAD et collab., 1986, 1992]. Pour cela, considérons une dislocation fixée en deux points et soumise à un cisaillement constant. La dislocation se tord jusqu’à former une boucle de dislocation en laissant une nouvelle dislocation entre les deux points qui peut à son tour se tordre pour former une nouvelle boucle. Dans la glace, la création de dislocations aux joints de grains et aux interfaces a été observée par diffraction X (figure 1.15).

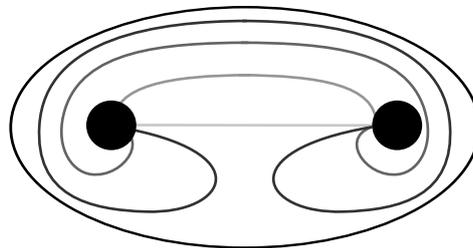


FIGURE 1.14 – Création de dislocations utilisant le mécanisme de *Frank-Read*.

Pour conclure, le système de glissement basal est plus favorable et semble être le seul vraiment actif dans la glace. Les quelques dislocations non-basales observées dans la glace semblent favoriser la multiplication des dislocations dans les plans basaux, mais ne semblent pas suffisamment nombreuses pour permettre d’accommoder réellement de la déformation le long de l’axe **c**. Des mécanismes comme le glissement dévié [CHEVY et collab., 2012; MONTAGNAT et collab., 2003] ou la montée de dislocation [SCHULSON et DUVAL, 2009, chapitre 6] ont été utilisés pour expliquer la déformation dans la glace, mais peuvent-ils suffire pour accommoder une déformation importante selon l’axe **c** ?

1.1.3 Les polycristaux

Les paramètres importants d’un polycristal sont :

- l’orientation cristallographique préférentielle des grains d’une même phase appelée texture ou *Crystallographic Preferred Orientation (CPO)*

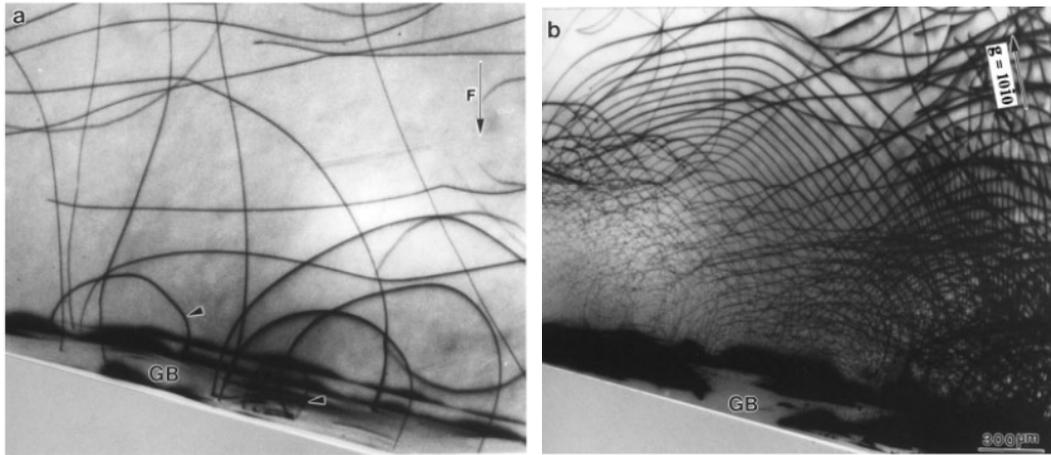


FIGURE 1.15 – Création de dislocations à un joint de grains dans la glace. (a) Boucle de dislocation accrochée au joint de grains avant chargement. (b) Création de dislocations à partir de cette boucle de dislocation lors du chargement. D’après [BAKER \[2003\]](#).

- la taille et la forme des grains, qui constituent la microstructure

Du fait de la très forte anisotropie plastique du mono-cristal de glace, les hétérogénéités du champ de déformation sont importantes. Des essais de déformation sur de la glace polycristalline ont été menés au cours du fluage primaire (ou transitoire), c’est à dire jusqu’à environ un pourcent de déformation afin de caractériser la mise en place des hétérogénéités de déformation [[GRENNERAT, 2011](#); [GRENNERAT et collab., 2012](#)]. La figure 1.16(a) montre le champ de déformation équivalent mesuré après -0.85% de déformation lors d’un essai de fluage en compression uniaxial. Le champ de déformation est très hétérogène entre les grains et à l’intérieur même des grains. Des simulations à champ complet de la réponse élasto-viscoplastique (en plasticité cristalline), utilisant une méthode de [transformée de Fourier rapide –Fast Fourier Transform– \(FFT\)](#) [[MOULINEC et SUQUET, 1998](#)] (similaire aux éléments finis), ont été utilisées afin de reproduire les hétérogénéités du champ de déformation. Ces simulations permettent d’utiliser directement les microstructures des échantillons déformés expérimentalement. La loi de comportement utilisée est une loi élasto-viscoplastique écrite pour la glace [[CASTELNAU et collab., 2008](#)]. La simulation FFT montre un bon accord avec les mesures expérimentales sur le développement et la localisation de la déformation (figures 1.16(a) et (b)). La figure 1.16(c) montre que l’amplitude de la déformation mesurée et simulée ne sont pas corrélées avec l’orientation des grains caractérisée par le facteur de Schmid. Ceci montre que les hétérogénéités de déformation sont importantes et qu’il est nécessaire de prendre en compte les interactions inter-granulaires afin de bien les reproduire.

1.1.3.1 Les joints de grains

Un élément important des polycristaux sont les joints de grains. On a vu dans la partie 1.1.2.2 que les joints de grains peuvent servir à la création et/ou l’annihilation de dislocations. Ils sont aussi des obstacles à la propagation des dislocations comme le montre les hétérogénéités de déformation observées. Le comportement d’un joint de grains peut varier en fonction de sa structure.

Un joint de grains est défini comme l’interface entre deux orientations cristallographiques. Il est caractérisé par la rotation qui permet de passer d’un cristal A au cristal B (angle Θ et un axe cristallographique $[uvw]$) et par le plan de l’interface de normal \mathbf{n} , soit 5 paramètres. La rotation pour passer du cristal A au cristal B n’étant pas unique à cause de la symétrie du

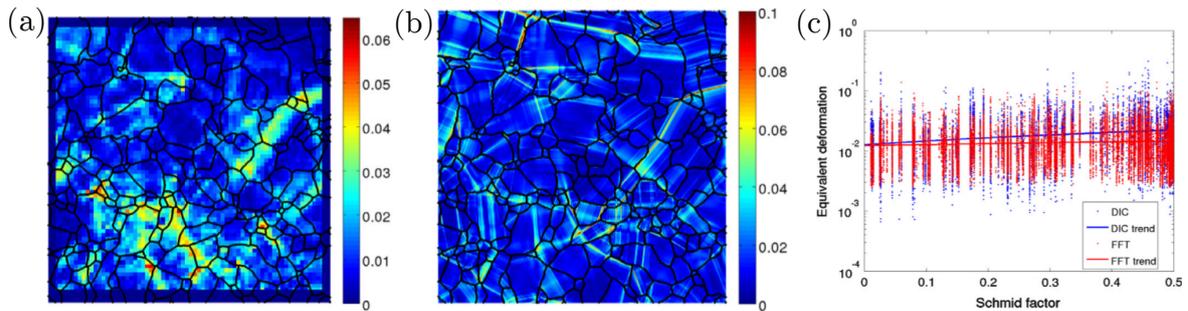


FIGURE 1.16 – (a) Champ de déformation équivalente ε_{eqVM} mesuré par corrélation d’images numériques lors du fluage d’un échantillon de glace polycristalline (déformation macroscopique : -0.85%). (b) Champ de déformation équivalente simulé à l’aide d’un code FFT et d’un loi élasto-viscoplastique (c) Répartition des déformations en fonction du facteur de Schmid. Les résultats des simulations FFT (rouge) sont superposés aux mesures expérimentales (bleu). D’après **GRENNERAT et collab. [2012]**.

crystal, on choisit, par convention, la rotation ayant le plus petit angle Θ . Dans une structure hexagonale comme la glace, l’angle Θ est compris dans l’intervalle $[0^\circ 93.8^\circ]$.

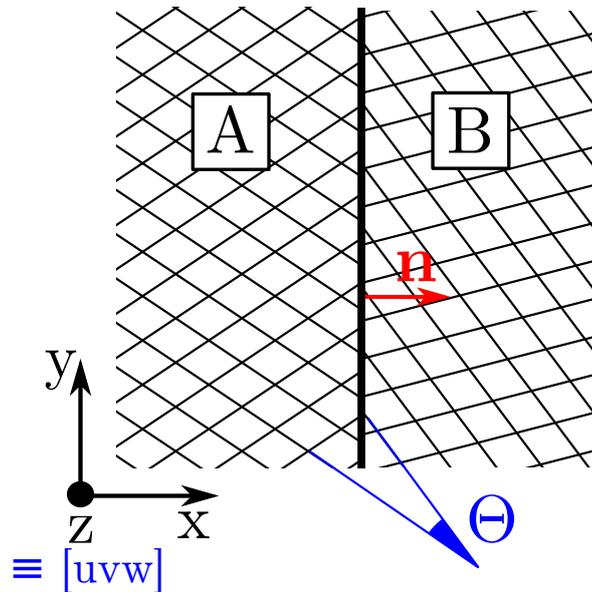


FIGURE 1.17 – Représentation schématique d’un joint de grains.

La description physique d’un joint de grains accommodant cette rotation entre les deux cristaux est une question complexe.

Il existe des joints de grains particuliers comme les macles (ou **CSL**) notés Σi , les joints de flexion et les joints de torsion. Dans le cas d’une macle, le réseau d’atomes appartenant au joint de grains possède une périodicité (figure 1.18). Le nombre i correspond au ratio entre la surface de la maille associée aux atomes du joint de grains et la surface de maille cristallographique du cristal. Une faible valeur correspond à une densité importante d’atomes du joint de grains communs aux deux cristaux.

GONZALEZ KRIEGLER et collab. [1997] ont listé les **CSLs** théoriques dans la glace (figure 1.19). Cependant aucune évidence expérimentale de joints de grains **CSLs** dans la glace n’existe. Ceci est probablement dû au fait que les **CSLs** dans la glace ne sont pas parfaites et créent un défaut pour le positionnement des protons.

D’autres sous-structures séparant deux orientations, ayant une structure particulière, comme les joints de flexion ou torsion de faible désorientation, peuvent être décrits en

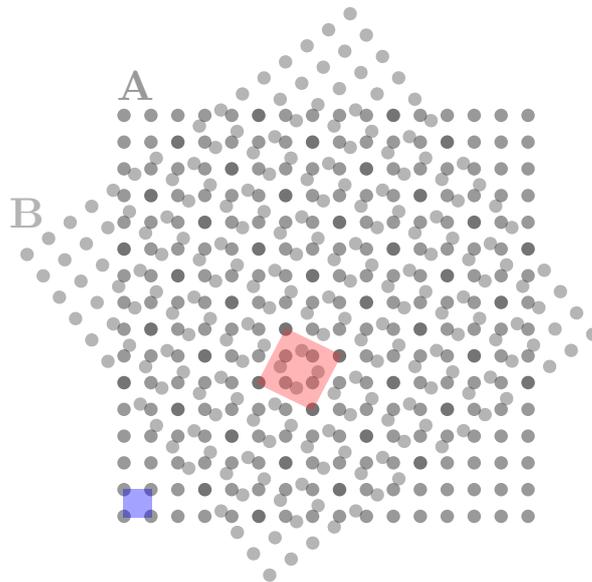


FIGURE 1.18 – Exemple d’une macle entre deux cristaux A et B ayant une maille cubique (bleu). Les atomes les plus sombres représentent les atomes communs aux deux cristaux. La surface en rouge montre la maille associée au joint de grains. Ce schéma correspond à une macle $\Sigma 5$ formée par deux mailles cubiques ayant pour axe de rotation $\langle 001 \rangle$ et désorientation 36.9° .

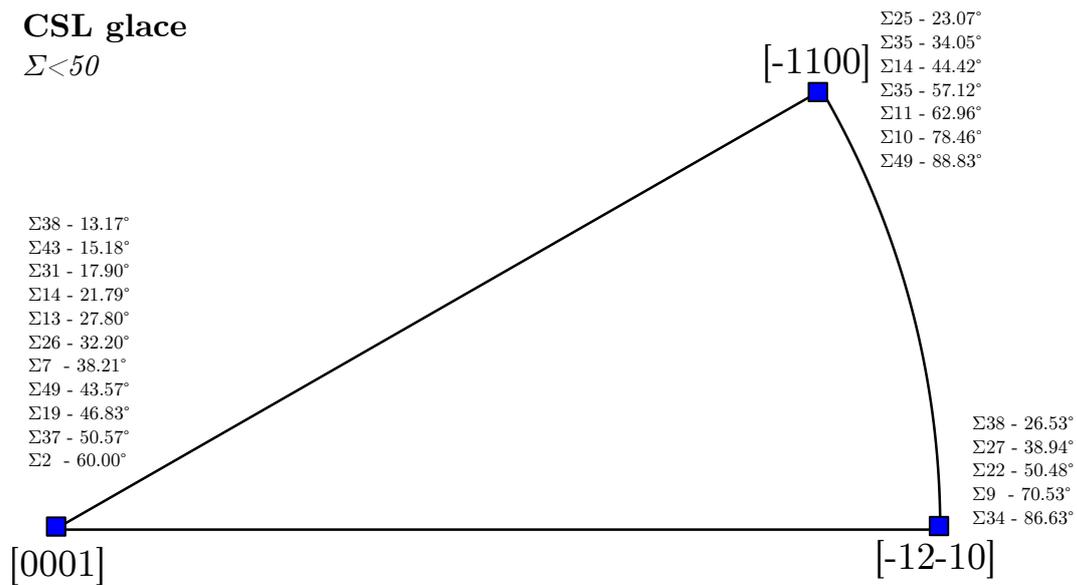


FIGURE 1.19 – CSL Σ_i théorique pour la glace Ih ($i < 50$). D’après GONZALEZ KRIEGEL et collab. [1997]

utilisant les dislocations. Un joint de flexion est caractérisé par un axe de rotation contenu dans le plan du joint de grains. Ce type de sous-structure est constitué de dislocations coins lorsque la désorientation est faible. Pour des désorientations plus importantes, lorsque les cœurs des dislocations se superposent, il n'est plus possible d'utiliser cette description. **READ et SHOCKLEY [1950]** ont proposé un modèle permettant de calculer l'énergie des joints de flexion faiblement désorientés.

Un joint de torsion est caractérisé par un axe de rotation perpendiculaire au plan du joint. Ce type de joints est accommodé par au moins deux types de dislocation vis, lors de faibles désorientations. De la même manière que pour les joints de flexion, ce type de description n'est plus valable lorsque les cœurs des dislocations se superposent.

Ces sous-structures sont souvent décrites comme un sous-joint de grains dans la littérature. Cependant, la distinction entre un joint de grains et un sous-joint de grains n'est pas toujours facile. Les deux correspondent à une interface entre deux orientations cristallographiques. Cette distinction repose sur leurs comportements mécaniques différents ainsi que sur leurs énergies associées. La transition entre un sous-joint de grains et un joint de grains faiblement désorienté n'est pas toujours claire. Un critère énergétique peut être utilisé en comparant l'énergie des joints de grains mesurée avec l'énergie d'un sous-joint de grains décrite avec le modèle proposé par **READ et SHOCKLEY [1950]** dans le cas d'un joint de flexion. Ceci dans le but de définir l'angle à partir duquel un sous-joint de grains se comporte comme un joint de grains. Cependant, cet angle est dépendant du type de sous-joint considéré et par conséquent définir la transition en utilisant uniquement la désorientation angulaire est probablement réducteur.

Pour la glace, différentes valeurs pour l'énergie des joints de grains peuvent être trouvées dans la littérature (42 mJ.m^{-2} dans **PETRENKO et WHITWORTH [1999]**, entre 60 et 100 mJ.m^{-2} dans **SUZUKI [1970]**). Un angle de transition entre 5 et 10° est souvent utilisé dans la glace pour fixer la transition entre un sous-joint et un joint de grains [**SCHULSON et DUVAL, 2009**]. Le choix de cette valeur provient de l'étude des forages profonds qui présentent de fortes textures en maximum simple. Ceci explique le choix historique d'un angle faible pour décrire la transition entre un sous-joint et un joint de grains dans la glace.

Les comparaisons énergétiques mentionnées ci-dessus, appliquées à la glace, donneraient plutôt une transition entre un sous-joint de flexion et un joint de grains située entre 5 et 8° selon le type de dislocation considéré (Chapitre 4, page 119, figure 4.10)

1.1.3.2 Le fluage de la glace polycristalline

Le fluage de la glace polycristalline, avec une texture initiale isotrope, a été étudié, entre autre, par **DUVAL [1976]**; **DUVAL et collab. [1983]**; **JACKA et MACCAGNAN [1984]** dans les conditions de laboratoire ($\dot{\epsilon} > 10^{-10} \text{ s}^{-1}$ et $\sigma \simeq 0.1$ à 1 MPa). La figure 1.20 montre l'évolution d'une courbe typique obtenue lors d'un essai de fluage de la glace. Le fluage de la glace peut alors se décomposer en trois phases.

Le fluage primaire ou transitoire correspond, après le chargement élastique, à une diminution de la vitesse de déformation de plusieurs ordres de grandeur, jusqu'à 1% de déformation. Il est associé à la mise en place des hétérogénéités de déformation [**GRENNERAT et collab., 2012**] (figure 1.16) liées à l'accumulation des dislocations près des joints de grains (durcissement) et à l'établissement d'un champ de contraintes internes à grande distance [**DUVAL et collab., 1983**]. L'importance de l'écroissage cinématique est due à la forte anisotropie plastique de la glace.

Le fluage secondaire correspond à la zone où la vitesse de déformation est proche de son minimum. Celui-ci arrive autour de 1% de déformation et ce quelque soit la température et la contrainte appliquée [**DUVAL et collab., 1983**; **JACKA, 1984**]. La vitesse minimale de la

déformation décroît avec la contrainte. La relation entre la vitesse de déformation minimale et la contrainte constitue la loi de Glen ($\dot{\epsilon} = B\sigma^n$) utilisée dans les modèles numériques d'écoulement de calotte polaire, où l'exposant n est égal à trois (figure 1.10).

Le fluage tertiaire correspond à l'augmentation de la vitesse de déformation jusqu'à atteindre une vitesse de déformation stationnaire autour de $\sim 10\%$. L'apparition de fissure et/ou la recristallisation dynamique peuvent expliquer cette accélération du fluage en fonction des conditions de déformation. A faible contrainte ($\sigma < 1 \text{ MPa}$) et haute température ($T > -20^\circ\text{C}$), la recristallisation dynamique est à l'origine de cette augmentation de la vitesse de déformation. Le fluage tertiaire est caractérisé par le développement d'une "texture de recristallisation" caractéristique [ALLEY, 1992; DUVAL, 1981]. La figure 1.21 montre l'évolution de la microstructure et de la texture lors d'un essai de fluage. La texture initialement isotrope se concentre autour de l'axe de compression sous la forme d'un anneau. Ces orientations sont favorables à l'activation des dislocations basales vis à vis de la contrainte macroscopique (facteur de Schmid élevé) ce qui explique l'accélération associée au fluage tertiaire. Cependant, elles ne sont pas les orientations les plus favorables, qui se trouvent théoriquement à 45° de l'axe de compression.

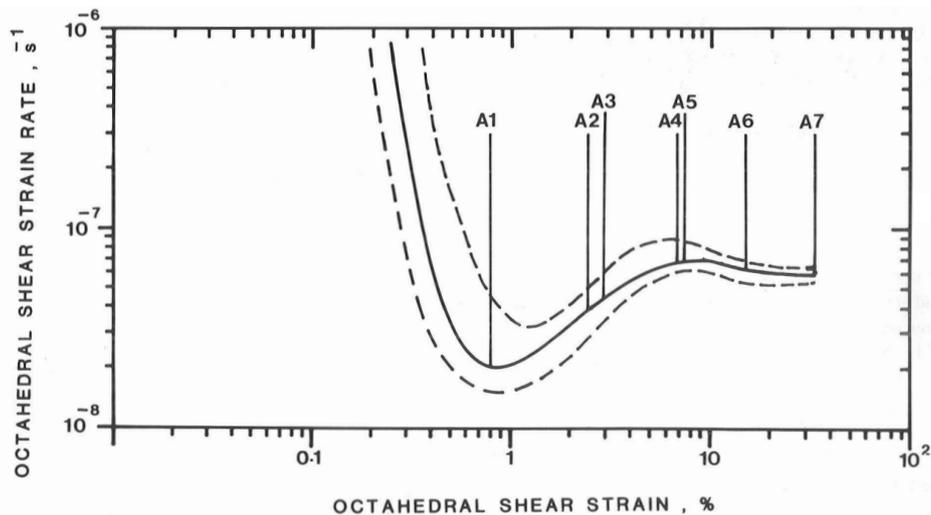


FIGURE 1.20 – Évolution de la vitesse de déformation en fonction de la déformation lors d'un essai de fluage sur un échantillon de glace polycristalline isotrope ($T = -3^\circ\text{C}$, $\sigma = 0.2 \text{ MPa}$). Cette courbe est une synthèse de différents essais A_i dont les textures finales sont données dans la figure 1.21. D'après JACKA et MACCAGNAN [1984].

Dans le cas des matériaux hexagonaux, qui exhibent généralement une forte anisotropie plastique, les textures développées sont fortes. Par exemple, la figure 1.22 montre, lors de la déformation de polycristaux de quartz (de structure hexagonale à haute température), le développement d'une forte texture pour les grains recristallisés, similaire aux textures obtenues lors du fluage de la glace.

Dans les métaux, les alliages à base de magnésium sont également un bon analogue à la glace. La figure 1.23 montre, pour différente composition de l'alliage $Mg - Y$, l'évolution des textures lors de la recristallisation.

Dans le cas de la glace, la texture de déformation est très différente des textures de recristallisation. Du fait de la forte anisotropie plastique, la déformation est principalement accommodée par le glissement des dislocations dans le plan basal, conduisant au développement d'une texture en maximum simple alignée avec l'axe de compression. Bien qu'il soit difficile de ne pas activer la recristallisation dynamique expérimentalement, de telles textures sont observées le long des forages profonds dans les calottes polaires, où les

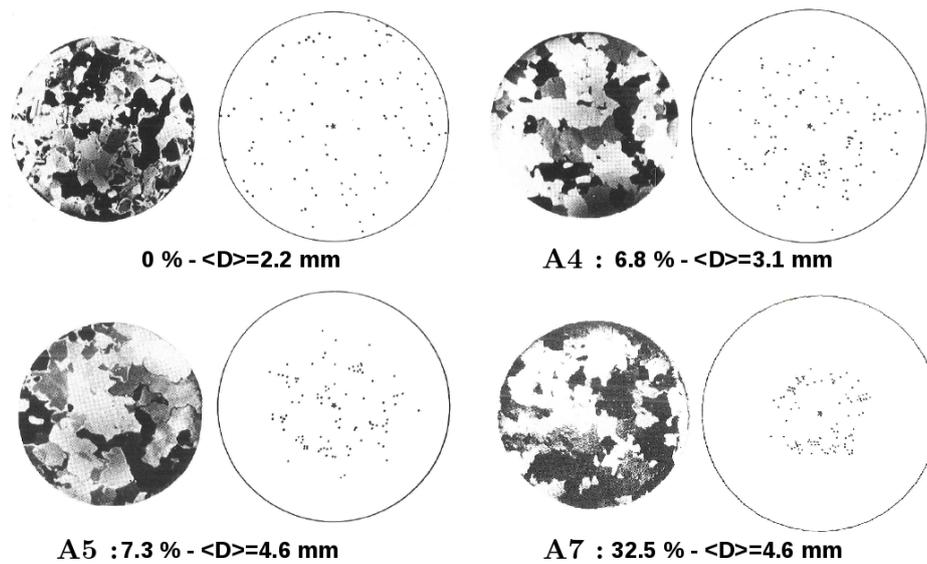


FIGURE 1.21 – Évolution de la microstructure et de la texture lors des essais de fluage réalisés sur de la glace granulaire à $T = -3.0^{\circ}\text{C}$ et $\sigma = 0.2 \text{ MPa}$ (figure 1.20). L'axe de compression est au centre des figures pôles. D'après JACKA et MACCAGNAN [1984].

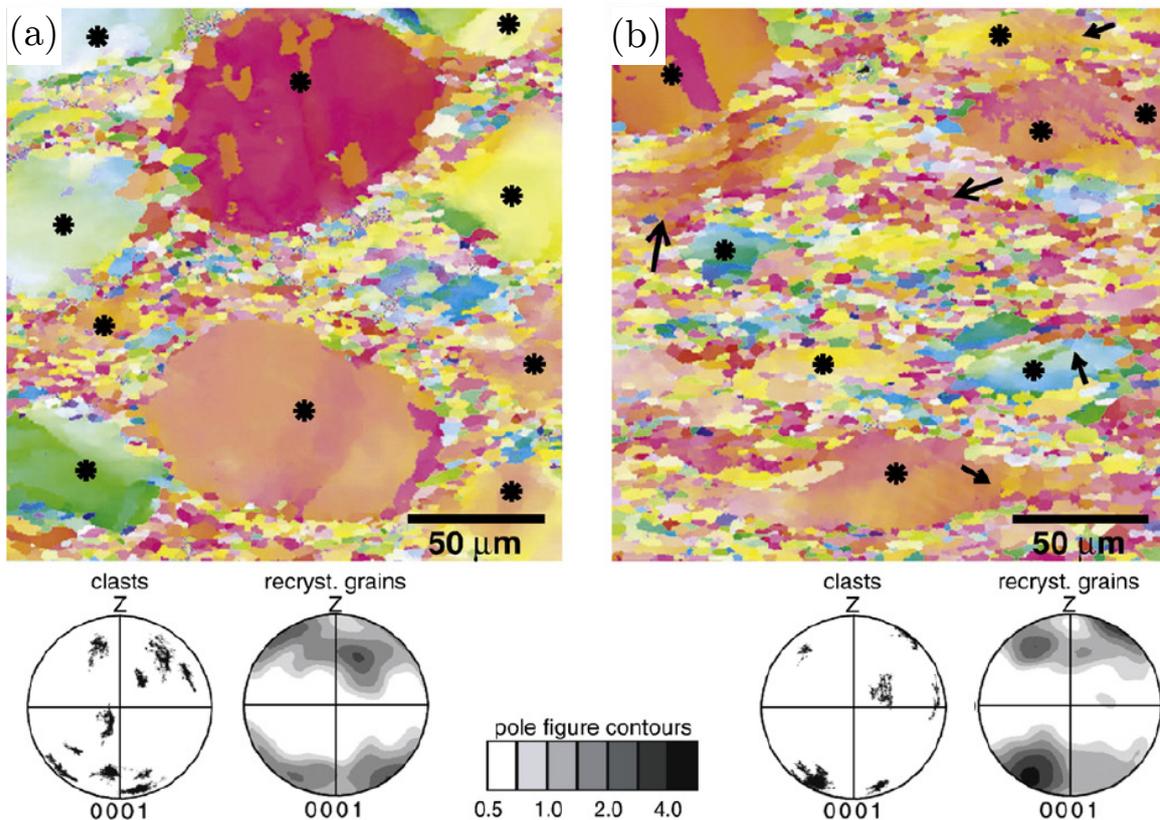


FIGURE 1.22 – Échantillons de quartz déformés expérimentalement. L'axe de compression correspond à la direction verticale. Les figures de pôle pour les grains initialement présents (*) et pour les grains recristallisés sont tracées sous les cartes d'orientations. D'après STIPP et KUNZE [2008].

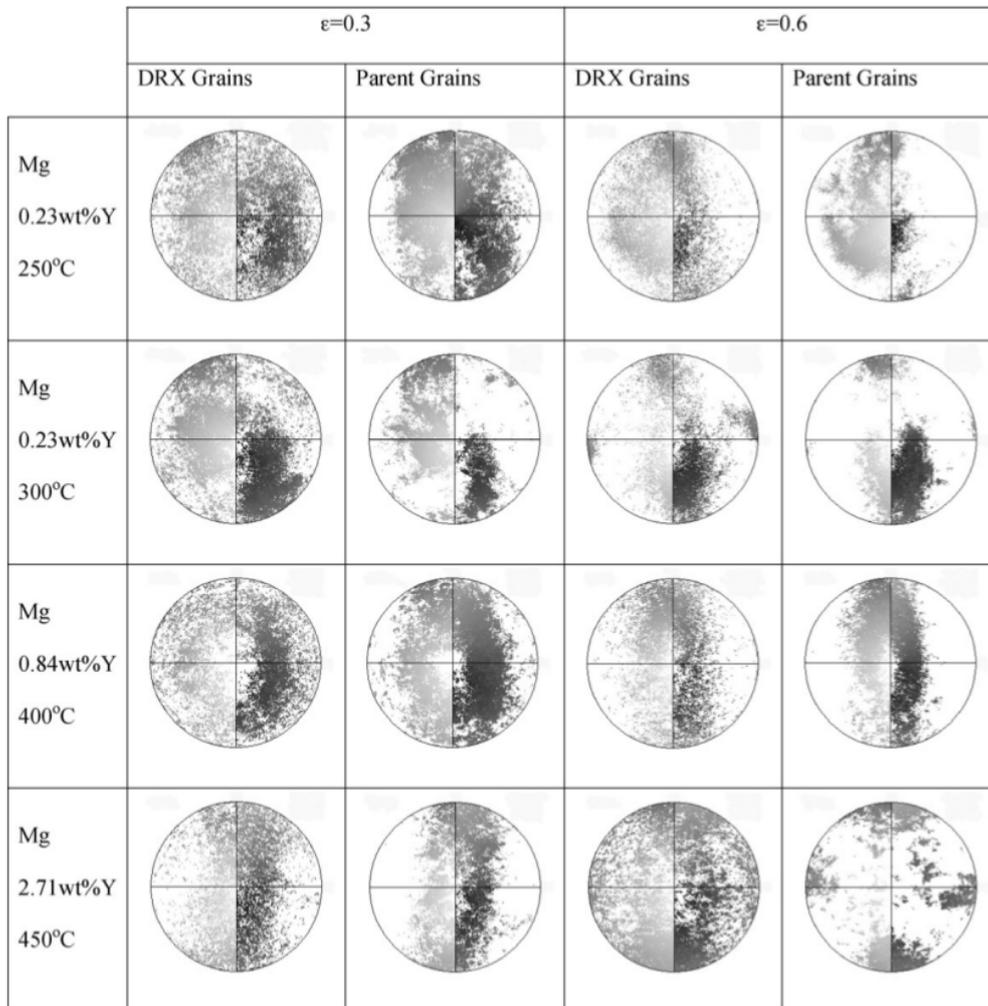


FIGURE 1.23 – Évolution des textures de différents alliages de $Mg - Y$. Les textures des axes $[0001]$ des grains parents et des grains recristallisés sont tracées pour deux niveaux de déformation $\varepsilon = 0.3$ et 0.6 . Augmenter la proportion de yttrium Y permet de diminuer l'importance du maillage et induit un changement dans les textures développées. D'après [COTTAM et collab. \[2008\]](#).

faibles contraintes et faibles vitesses de déformation diminuent l'impact des mécanismes de recristallisation (figure 1.24) [ALLEY, 1992; AZUMA et HIGASHI, 1985; DURAND et collab., 2009; THORSTEINSSON et collab., 1997; VAN DER VEEN et WHILLANS, 1994]. Le développement des textures, ainsi que le lien avec les mécanismes de recristallisation dynamique reste une question importante et ouverte.

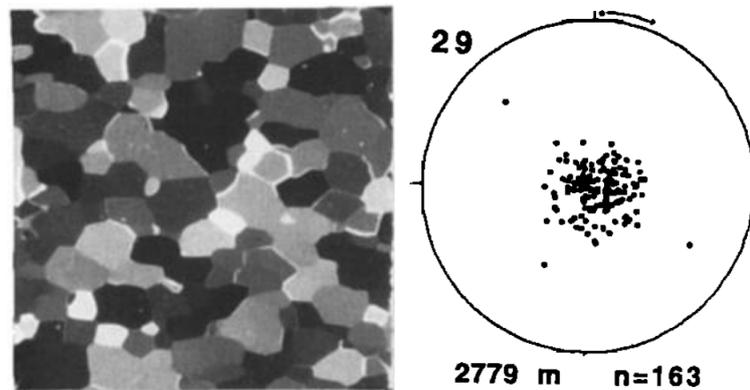


FIGURE 1.24 – Texture typique observée à 2779 m de profondeur dans le forage Vostok. Ce type de texture correspond aux textures de déformation attendues dans la glace. D'après THORSTEINSSON et collab. [1997].

1.2 La recristallisation dynamique

1.2.1 Définition de la recristallisation

La déformation plastique des matériaux cristallins est due à la propagation des dislocations. Lors de celle-ci, la densité de dislocations dans le matériau augmente. La force motrice des mécanismes de recristallisation est l'énergie stockée sous la forme de dislocations. On distingue différents types de recristallisation comme la recristallisation statique, qui se produit post-déformation lors de recuits par exemple, et la recristallisation dynamique qui a lieu au cours de la déformation. Les mécanismes de base de la recristallisation sont la migration de joints de grains et la création de nouveaux joints de grains via la formation et rotation progressive de sous-joints de grains (recristallisation continue) ou par des mécanismes de germination plus discontinus comme le *bulging* (recristallisation discontinue). Ces mécanismes conduisent à un réarrangement cristallin, associé à une réduction de l'énergie stockée sous la forme de dislocations, et au développement de textures de recristallisation qui peuvent être très différentes en fonction des mécanismes, dynamiques ou statiques, continus ou discontinus.

Dans la suite, nous nous intéressons plus particulièrement à la recristallisation dynamique à haute température, qui a lieu au cours de la déformation de la glace dans des conditions de laboratoire, mais aussi lors de la mise en forme des métaux ou dans les conditions de déformation du manteau terrestre.

1.2.2 Les mécanismes de la recristallisation dynamique

1.2.2.1 La migration de joints de grains

La migration du joint de grains est un processus atomistique qui se passe proche ou dans le joint de grains. Lors de la migration de joints de grains, l'orientation cristallographique

du cristal est modifiée. La mobilité du joint de grains dépend fortement de la température mais aussi de sa structure (plan, désorientation) et des forces auxquelles il est soumis.

Dans le cas de la recristallisation dynamique, l'énergie stockée sous la forme de dislocation est la principale force motrice pour la migration. Au cours de la déformation, les joints de grains sont à la fois des sources pour la création de dislocation et des obstacles pour le glissement de celles-ci. Les dislocations ont tendance à s'accumuler proche des joints de grains. Les hétérogénéités de déformation intra-granulaire pouvant être importantes, la différence de densité de dislocations de chaque côté du joint de grains peut varier. Ainsi la différence d'énergie stockée de part et d'autre du joint de grains, qui est la force motrice pour la migration, peut faire migrer le joint de grains selon des directions différentes, développant ainsi des joints de grains en dents de scie (*serrated grain boundary*, figure 1.26). Lors de la migration du joint de grains, le cristal créé, derrière le joint qui migre, possède une faible densité de dislocations (figure 1.25).

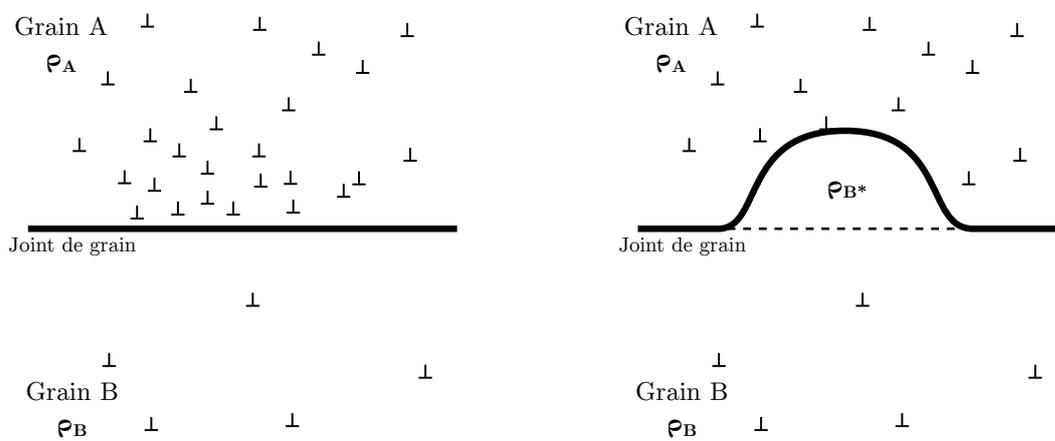


FIGURE 1.25 – Représentation schématique de la migration de joints de grains. ρ_A (ρ_B) est la densité de dislocation dans le grain A (B) proche du joint de grains. Le joint de grains migre dans le grain A car l'énergie stockée est plus importante dans A ($\rho_A > \rho_B$). En migrant, le joint de grains laisse un cristal avec une très faible densité de dislocation ($\rho_{B^*} \ll \rho_B$).

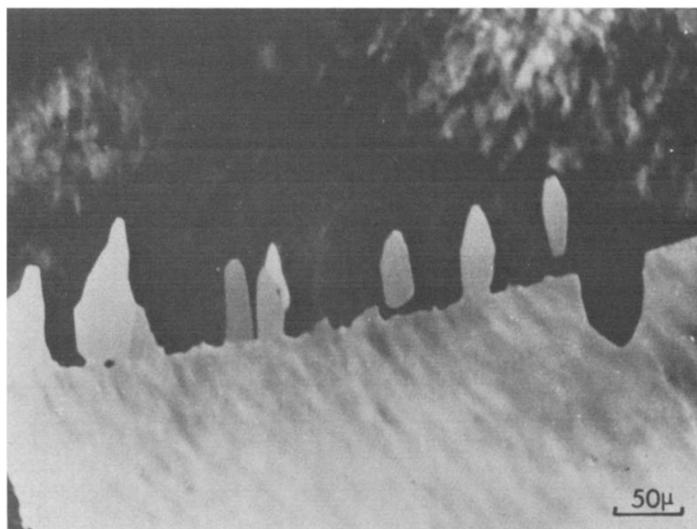


FIGURE 1.26 – Image montrant la germination par *Strain Induced Grain boundary Migration* (SIBM) dans l'aluminium [BELLIER et DOHERTY, 1977].

L'interaction des joints de grains avec les défauts du cristal peut aussi influencer sa migration et permettre le développement de joints de grains en dents de scie [SMITH, 1948].

Plus récemment, SUN et collab. [2017] ont mis en évidence que l'interaction entre les joints de grains et les sous-joints de grains peut avoir une influence sur leur migration. La figure 1.27 montre que la rugosité des joints de grains recrystallisés est similaire à la taille caractéristique des sous-grains observés. Dans le cas de la glace, des interactions entre les joints de grains et les sous-joints de grains ont également été mis en évidence. La figure 1.28 montre l'effet d'ancrage que peut avoir un sous-joint de grains lors de la migration.

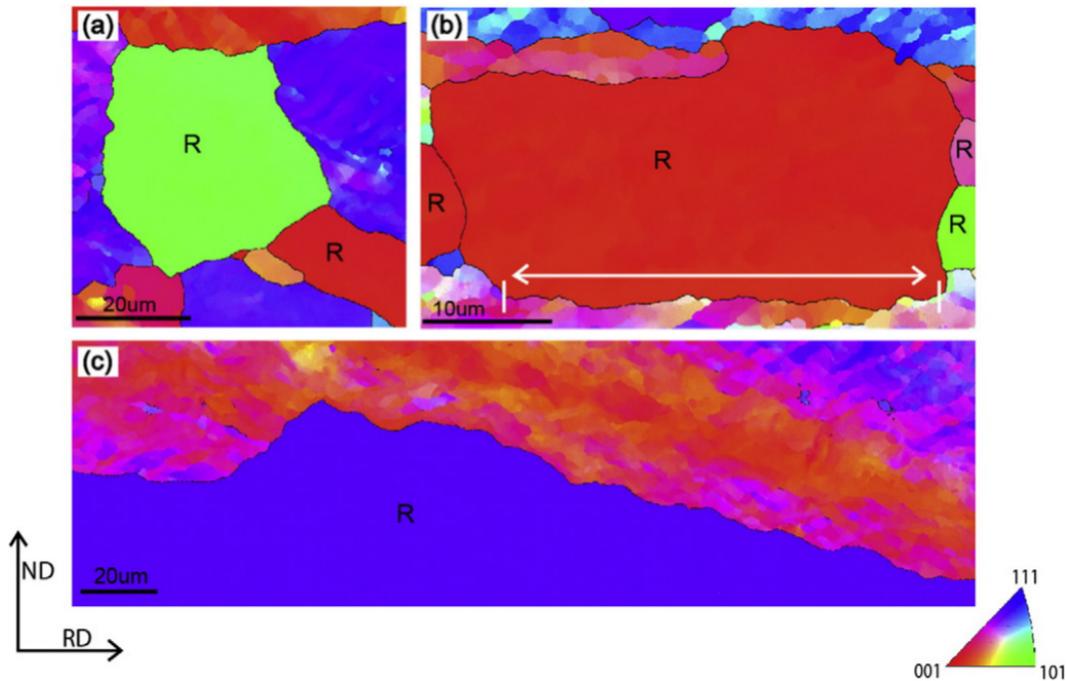


FIGURE 1.27 – Développement de joints de grains en dents de scie lors de la recrystallisation dynamique dans l'aluminium. La rugosité du joint de grains entre le grain recrystallisé (R) et les grains déformés est liée à la taille des sous-structures observées dans le grain déformé. D'après SUN et collab. [2017].

Pour conclure, la migration de joint est très influencée par les hétérogénéités de déformation qui sont à l'origine de la force motrice de la migration. Cependant, les interactions entre le joint de grains et les défauts du cristal ou les sous-joints de grains peuvent avoir une influence importante lors de la migration et agir comme ancrage pour le joint de grains. Ceci peut conduire à une migration très hétérogène et au développement de joints de grains en dents de scie qui sont à l'origine de la germination par *bulging* (paragraphe 1.2.2.3.c).

1.2.2.2 La formation du sous-joint de grains

Au delà d'une certaine densité de dislocations, l'énergie associée à l'ensemble des dislocations réparties aléatoirement est plus importante que lorsque les dislocations s'arrangent sous la forme d'un sous-joint de grains. Par conséquent, la formation de sous-joints de grains permet de réduire l'énergie individuelle de l'ensemble des dislocations.

Dans le cas d'un sous-joint de flexion, les dislocations impliquées sont des dislocations coins. Le champ de déformation élastique associé aux dislocations coins (figure 1.5) est un dipôle avec une partie en compression et une partie en tension. L'alignement de ces dipôles diminue l'énergie par dislocation. Par conséquent, les dislocations s'arrangent pour former un sous-joint de flexion (figure 1.29) [CHANG et collab., 2012]. L'énergie γ_s associée au sous-joint de flexion désorienté d'un angle θ peut être calculée en utilisant le modèle proposé par READ et SHOCKLEY [1950] :

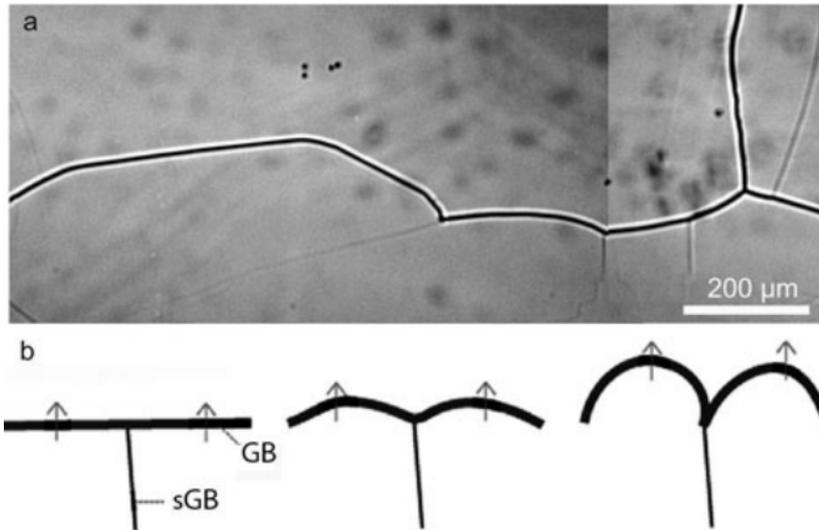


FIGURE 1.28 – Interaction entre un joint de grains et des sous-joints de grains dans la glace. (a) Image optique d'un échantillon de glace, les lignes épaisses sont les joints de grains, les lignes fines sont les sous-joints de grains. (b) Modèle conceptuel de l'effet d'ancrage lors de la migration de joint de grains. D'après [HAMANN et collab. \[2007\]](#).

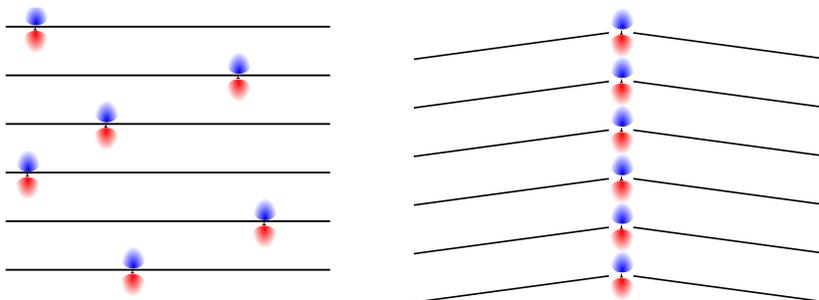


FIGURE 1.29 – Formation d'un sous-joint de flexion composé de dislocation coin.

$$\gamma_s = \gamma_0 \theta (A - \ln \theta) \quad (1.5)$$

avec $\gamma_0 = \frac{Gb}{4\pi(1-\nu)}$ et $A = 1 + \ln\left(\frac{b}{2\pi r_0}\right)$,

où G est le module de cisaillement, ν le coefficient de poisson, b la longueur du vecteur de Burgers des dislocations impliquées dans le sous-joint de grains, et r_0 la taille du cœur de la dislocation.

Cette formule est valable tant que les cœurs des dislocations ne se chevauchent pas.

Au cours de la déformation, le sous-joint va stocker de plus en plus de dislocations ayant pour effet d'augmenter la désorientation de celui-ci créant ainsi deux domaines avec des orientations cristallographiques différentes. Ce type de recristallisation est appelé recristallisation continue, ou par rotation dans les minéraux. Les nouveaux grains formés ainsi sont faiblement désorientés entre eux.

La formation de sous-joint est le mécanisme fondamental de la recristallisation continue. La figure 1.30 montre un échantillon de roche de sel déformé dans les conditions favorables à la recristallisation continue. Les cartes d'orientations des échantillons faiblement déformés (figure 1.30(a,b)) montrent le développement de sous-grains qui se désorientent de plus en plus les uns par rapport aux autres au fur et à mesure de la déformation. La figure 1.30(d) montre que l'orientation des nouveaux grains est fortement liée à celle des grains parents et qu'il y a une organisation sous la forme de clusters de "nouvelles" orientations issues d'un même parent. Ce mécanisme conduit à une diminution de la taille des grains.

Ce mécanisme de recristallisation n'est pas observé dans la glace de manière aussi géométrique que présenté dans la figure 1.30. Ceci est principalement dû à la forte anisotropie plastique du cristal qui permet principalement la formation de sous-joints de flexion constitués de dislocations basales. Par conséquent, il n'est pas possible avec uniquement ce type de sous-joints de créer un quadrillage similaire à celui observé dans les roches de sel, qui ont une structure cristallographique cubique faces centrées. L'organisation la plus répandue de sous-joints est la formation de *kink bands* (bandes en genou) qui se composent de deux sous-joints de flexion de direction opposée. La formation de *kink band* est un mécanisme très étudié dans la glace [BURG et collab., 1986; MANLEY et SCHULSON, 1997; MANSUY et collab., 2002; MONTAGNAT et collab., 2011; PIAZOLO et collab., 2015; WILSON et collab., 1986].

GRENNERAT [2011] a mis en évidence dans la glace, en utilisant la corrélation d'images numériques, le lien entre l'accommodation de la déformation et la formation des *kinks bands*. La création d'une *kink band* permet d'accommoder un cisaillement important à l'intérieur de celle-ci comme le montre la composante de déformation dans le repère du cristal $\frac{\partial u_3^{loc}}{\partial x_1^{loc}}$, où (u_1, u_2, u_3) est le champ de déplacement (figure 1.31). L'accommodation de la déformation par les *kink bands* est similaire à celle observée lors du maclage dans le magnésium [AYDINER et TELEMZ, 2014]. Ces mécanismes, très présents dans les matériaux dont l'anisotropie plastique est importante (roches [BARSOUM et collab., 2004; BASU et collab., 2009; BURNLEY et collab., 2013; NISHIKAWA et TAKESHITA, 1999], métaux [BARKIA et collab., 2015; JIN et collab., 2016; YAMASAKI et collab., 2013; ZHOU et collab., 2008]), permettent de désorienter le cristal, ce qui a pour conséquence de faciliter le glissement des dislocations "faciles" dans la nouvelle orientation créée.

De récents travaux menés par PIAZOLO et collab. [2015], couplant la mesure d'orientation et des simulations en plasticité cristalline, et en champ complet, par FFT, ont permis de mieux comprendre la formation des sous-joints de flexion. Les dislocations basales, constituant ces sous-joints de flexion, ont été mises en évidence en utilisant une méthode basée sur le calcul du tenseur de Nye (*Weighted Burger Vector* (WBV) [WHEELER et collab., 2009]) (figure 1.32). De plus, à partir des simulations numériques, il a été montré que la formation des sous-joints

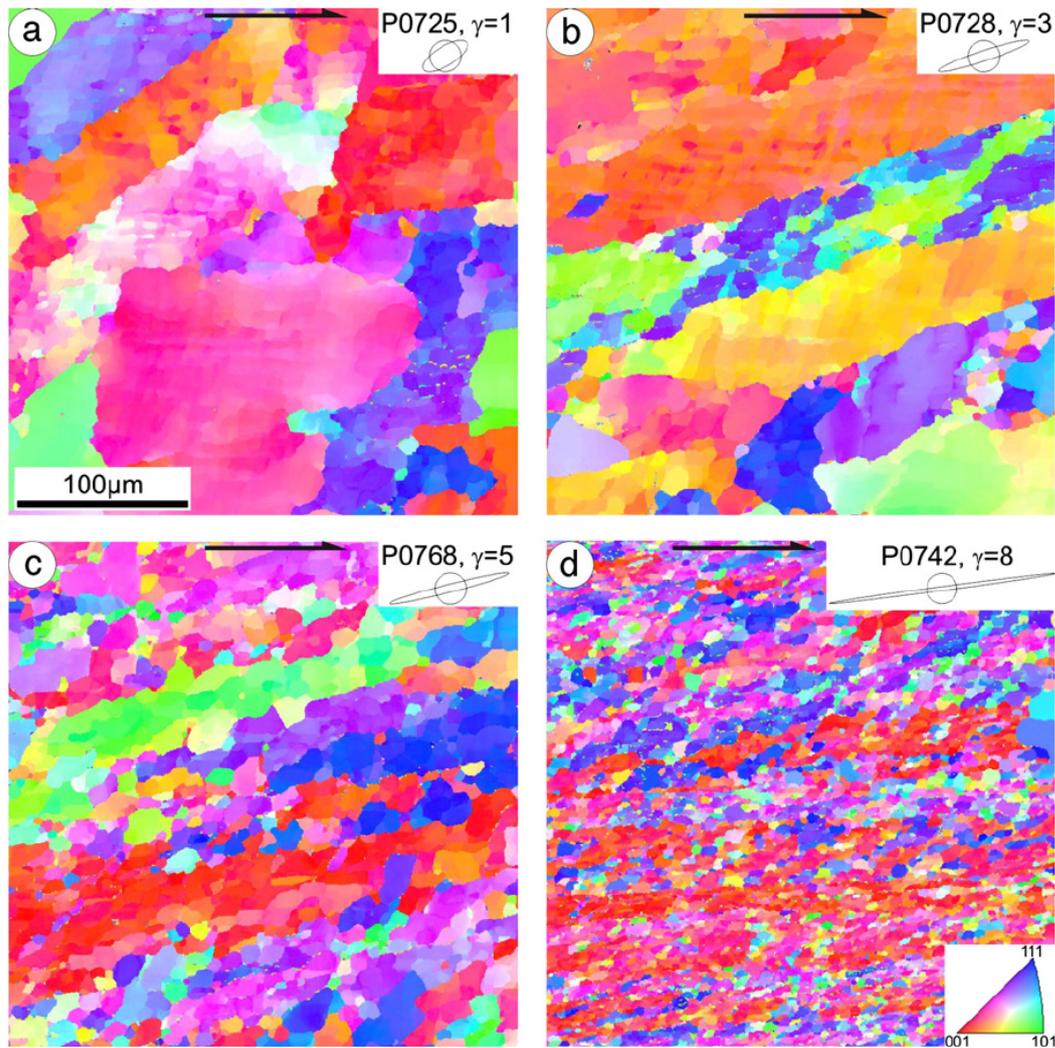


FIGURE 1.30 – Germination par rotation de sous-grains progressive observée lors de la déformation d’une roche de sel par cisaillement. Les figures montrent des cartes d’orientations d’échantillons cisailés à différents taux de déformation γ . Le développement de telles sous-structures est caractéristique de la recristallisation continue. D’après WENK et collab. [2009].

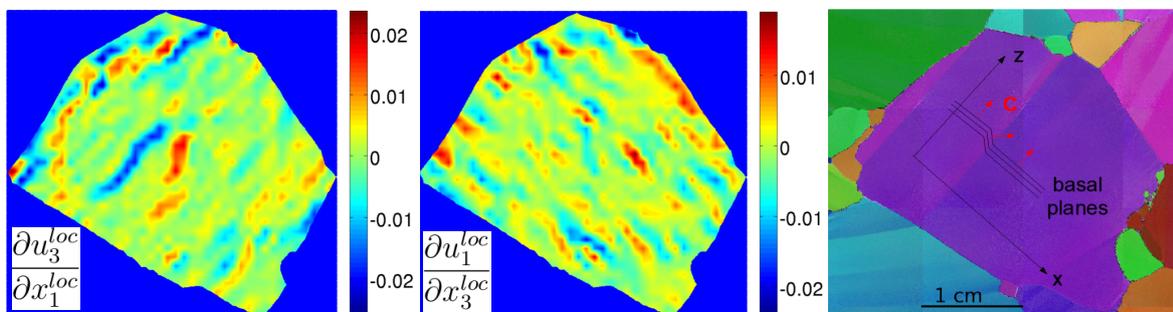


FIGURE 1.31 – Caractérisation de la déformation associée à la formation d’une *kink band*. Gauche : Cartographies des composantes de la déformation associées à la formation de *kink band*. La corrélation d’image est réalisée après -0.36% de déformation macroscopique. Droite : Carte d’orientation cristalline et le repère local utilisé pour le calcul des déformations. D’après GRENNERAT [2011].

de flexion est localisée dans les zones où les contraintes simulées sont importantes.

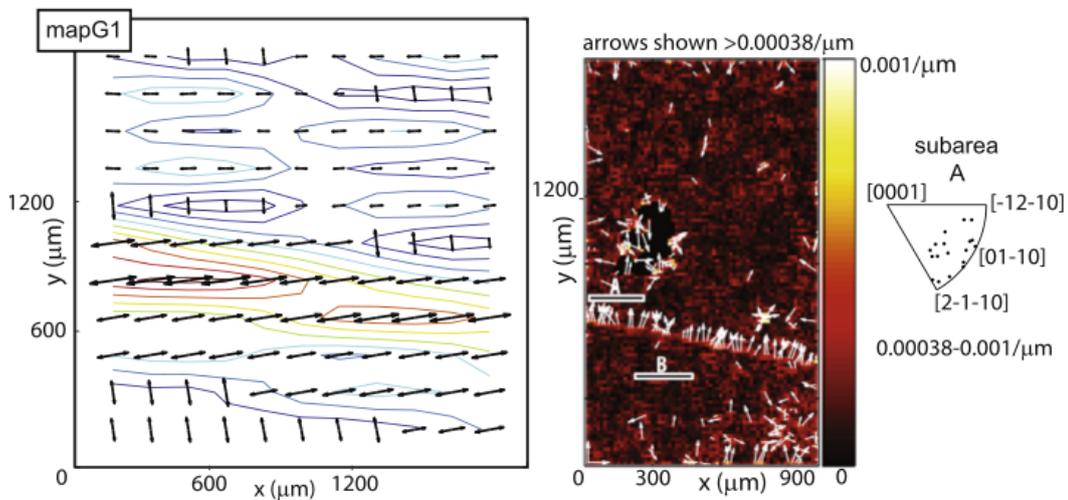


FIGURE 1.32 – Caractérisation d'un sous-joint de flexion dans la glace. *Gauche* : Contraintes principales simulées à l'aide d'un modèle FFT adapté à la glace. Le modèle n'inclut pas de recristallisation. *Droite* : Directions des vecteurs de Burgers, contraints par le calcul du tenseur de Nye sur une carte d'orientation mesurée par EBSD (WBV). D'après PIAZOLO et collab. [2015].

Néanmoins, bien que l'anisotropie plastique de la glace soit importante, certains sous-joints de grains ne sont pas forcément rectilignes [WEIKUSAT et collab., 2009a,b, 2011b], laissant présager l'existence de sous-joints de grains autre que des sous-joints de flexion composés de dislocations basales. De plus, ils ont également observé des sous-joints dont la trace est perpendiculaire à l'axe **c** et ayant un axe de rotation **a** [WEIKUSAT et collab., 2011a]. Ce type d'observation est cohérent avec soit un sous-joint de torsion composé de dislocations basales vis soit avec un sous-joint de flexion composé de dislocations coins ayant un vecteur de Burgers **c**. Ces résultats montrent que sous certaines conditions d'autres types de sous-joints moins fréquents peuvent être formés.

Pour conclure, dans des conditions de laboratoire, le mécanisme de recristallisation continue dans la glace semble se caractériser principalement par la formation de *kink bands* puisque les dislocations basales sont les plus actives. Dans les conditions naturelles [WEIKUSAT et collab., 2009a,b, 2011b], les sous-structures de réseau peuvent être plus complexes proche des joints de grains, et se rapprocher de sous-structures observées dans d'autres matériaux (olivine, quartz...). Ces *kink band* permettent d'accommoder beaucoup de cisaillement grâce à la désorientation du cristal dans la *kink band*. Malgré les nombreuses études menées, la cinétique de formation, leur répartition, leur interaction avec les joints de grains, restent des questions importantes pour mieux appréhender leur comportement. De plus, d'autres types de sous-joints ont été observés mais pas complètement caractérisés.

1.2.2.3 La germination de nouveaux grains

Il existe plusieurs mécanismes permettant la germination de nouveaux grains. Le premier nommé *conventional nucleation theory* suppose que les fluctuations thermiques aléatoires à l'échelle atomique permettent de créer un nouveau cristal qui peut être fortement désorienté par rapport aux cristaux voisins BURKE et TURNBULL [1952, page 254, Theory of Recrystallization Nuclei]. Ce mécanisme est considéré comme ayant une probabilité nulle de se produire du fait de la barrière d'énergie trop importante à franchir [CHRISTIAN, 2002; HUMPHREYS et HATHERLY, 2004]. Néanmoins, DUVAL et collab. [2012] ont proposé de prendre

en compte l'énergie associée aux contraintes internes qui permet dans certaines conditions de supprimer toute barrière énergétique et donc de faire de la germination "spontanée". Le second processus suppose que les germes sont des petits "blocs" ou cristallites qui sont présents dans le cristal déformé. Ces blocs résultent soit de cristallites ayant reçu moins de déformation (hypothèse de bloc de basse énergie) ou plus de déformation (hypothèse de bloc de haute énergie) que la matrice voisine BURKE et TURNBULL [1952, page 254, Theory of Recrystallization Nuclei]. Un autre mécanisme proposé par BAILEY et HIRSCH [1962] est la germination par gonflement ou *bulging*. Ce mécanisme implique la migration de joints de grains par SIBM. Ces trois mécanismes sont décrits ci-dessous.

1.2.2.3.a La germination conventionnelle et spontanée

La germination conventionnelle telle que proposée par BURKE et TURNBULL [1952] considère la germination comme un changement de phase thermodynamiquement activé. Dans le cas de la recristallisation dans les matériaux cristallins, le terme "phase" n'est pas utilisé dans le sens classique du terme (solide, liquide, vapeur) et ne correspond pas non plus à un changement de phase solide par modification de la structure cristallographique. Ici, une phase correspond à une orientation cristallographique donnée. Le changement de phase est donc la transition d'une orientation cristallographique à une autre.

La modification locale du réseau cristallin est activée par les fluctuations thermiques aléatoires qui peuvent créer un cristallite fortement désorienté par rapport à la matrice. Afin d'avoir un cristallite stable, il faut que la différence entre l'énergie stockée sous forme de dislocations dans la zone de germination soit plus grande que l'énergie du joint de grains formé lors de la germination [BURKE et TURNBULL, 1952; CHRISTIAN, 2002; HUMPHREYS et HATHERLY, 2004].

Considérons le cas d'un germe modélisé par une demi-sphère de rayon r dans un cristal ayant une densité de dislocations ρ_s (figure 1.33).

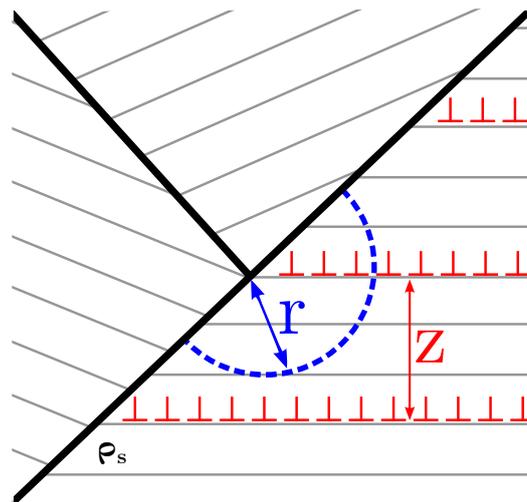


FIGURE 1.33 – Représentation schématique de la germination d'un nouveau grain. Les joints de grains sont représentés en noir, un système de glissement du cristal est représenté en gris, le germe (nouveau cristallite) est représenté en bleu. ρ_s est densité de dislocations dans le grain où il y a germination. En rouge sont représentés des empilements de dislocations (*piles-up*) espacés d'une distance z .

Lors de la création d'un cristallite parfait (sans dislocation) la réduction locale d'énergie ΔW_{bulk} du à la réduction de la densité de dislocations est donnée par :

$$\Delta W_{bulk} = -\frac{2}{3}\pi\rho_s\mu b^2 r^3 \quad (1.6)$$

où μ est le module de cisaillement et b la longueur du vecteur de Burgers des dislocations. En contre partie, la création du cristallite est associée à la formation d'un nouveau joint de grains dont l'énergie ΔW_{gb} est donnée par :

$$\Delta W_{gb} = 2\pi\gamma r^2 \quad (1.7)$$

où γ est l'énergie du joint de grains.

Pour que le cristallite créé soit stable, il faut franchir une énergie critique ΔW^* associée à un rayon critique r^* correspondant au maximum du bilan énergétique $\Delta W_{tot} = \Delta W_{bulk} + \Delta W_{gb}$. En prenant en compte seulement ces deux composantes, **CHRISTIAN [2002]** a montré que, dans les métaux, le rayon critique pour avoir un germe stable est de l'ordre de $0.1 \mu m$. Ce rayon étant très important, la probabilité de germer un tel grain est négligeable. A partir de cette observation, **CHRISTIAN [2002]** et **HUMPHREYS et HATHERLY [2004]** concluent que ce type de germination ne peut pas être considéré pour la recristallisation dans les matériaux cristallins.

“ It is now accepted that the 'nuclei' from which recrystallization originates are therefore not nuclei in the strict thermodynamic sense, but small volumes which pre-exist in the deformed microstructure.

HUMPHREYS et HATHERLY [2004, page 251, paragraphe 7.6.1]

”

DUVAL et collab. [2012] ont récemment proposé de prendre en compte la contribution d'arrangements spéciaux de dislocations comme, par exemple, les empilements de dislocations dont l'énergie est supérieure à celle de dislocations désordonnées. L'énergie associée à un empilement de dislocations est donnée par :

$$w_{pu} = \frac{\pi(1-\nu)}{4\mu} L^2 \tau^2 \quad (1.8)$$

où L est la longueur caractéristique de l'empilement des dislocations et τ la contrainte résolue sur le système de glissement considéré.

Lors de la germination d'un germe de rayon r , l'empilement de dislocations passe d'une longueur caractéristique L à $L - r$. Par conséquent la contribution de l'empilement de dislocations au bilan énergétique de la germination est donnée par :

$$\Delta W_{pu} = -\frac{\pi(1-\nu)}{2\mu} \tau^2 (2L - r)r^2 \quad (1.9)$$

Le bilan énergétique de la germination est alors donné par :

$$\Delta W_{tot} = \Delta W_{bulk} + \Delta W_{gb} + \Delta W_{pu} \quad (1.10)$$

$$\Delta W_{tot} = -(A - D)r^3 + (B - C)r^2 \quad (1.11)$$

avec

$$\begin{aligned} A &= \frac{2}{3}\pi\beta\rho_s\mu b^2 \\ B &= 2\pi\gamma \\ C &= \alpha \frac{\pi(1-\nu)}{2\mu} \tau^2 L \\ D &= \alpha \frac{\pi(1-\nu)}{2\mu} \tau^2 \end{aligned} \quad (1.12)$$

Le rayon critique r^* ainsi que l'énergie critique ΔW^* peuvent être obtenus à partir de l'équation 1.11. Pour cela, il faut résoudre $d\Delta W_{tot}/dr = 0$, ce qui donne :

$$r^* = \frac{2B - C}{3A - D}, \quad \Delta W^* = \frac{4(B - C)^3}{27(A - D)^2} \quad (1.13)$$

La prise en compte d'empilements de dislocations dans le bilan énergétique de la germination permet de réduire le rayon critique et l'énergie critique rendant plus favorable la germination. De plus, sous certaines conditions le rayon critique et l'énergie critique peuvent disparaître, rendant alors la germination "spontanée". Pour cela il faut que $B \leq C$, ce qui est obtenu pour une contrainte critique résolue sur le système considéré pour l'empilement de dislocations de :

$$\tau_c = \sqrt{\frac{2\mu\gamma}{\alpha(1-\nu)L}} \quad (1.14)$$

Ce modèle a été appliqué dans le cas de la glace en utilisant les paramètres donnés dans le tableau 1.3. Dans le cas classique sans empilement de dislocations (C et D valent zéro dans l'équation 1.11), le rayon critique vaut $r^* = 0.2 \text{ mm}$ et l'énergie critique $\Delta W^* = 0.65 \times 10^{-8} \text{ J}$. Par contre, dans le cas où un empilement de dislocations est considéré, le rayon critique et l'énergie critique diminuent ($r^* = 2 \mu\text{m}$ et $\Delta W^* 2 \times 10^{-15}$). La contrainte critique τ_c pour laquelle le rayon critique et l'énergie critique disparaissent, rendant alors la germination spontanée, vaut 0.35 MPa , ce qui correspond à un niveau de contrainte fréquemment rencontré dans la glace, dans les conditions naturelles et de laboratoire.

μ	3 GPa	ν	0.33
γ	0.065 J.m^{-2}	b	$4.5 \times 10^{-10} \text{ m}$
ρ_s	10^{10} m^{-2}	L	5 mm
τ	0.34 MPa	β	100
α	1		

TABLEAU 1.3 – Paramètres utilisés par **DUVAL et collab. [2012]** pour le modèle de germination spontanée.

Une version de ce modèle (détaillée dans **DUVAL et collab. [2012]**) considérant plusieurs empilements de dislocations montre que le rayon et l'énergie critique peuvent être encore diminués. Pour cela, le modèle considère plusieurs empilements de dislocations espacés d'une distance z . Lorsque le rayon du germe r est supérieur à $z/2$, l'énergie relâchée par les empilements de dislocations est plus importante. De plus, les empilements de dislocations étant possiblement distribués de manière fractale [**DIMIDUK et collab., 2006; MONTAGNAT et collab., 2006; WEISS et MONTAGNAT, 2007**] et étant donné que le modèle considère seulement une distribution homogène des empilements de dislocations, celui-ci sous-estime l'énergie relâchée et par conséquent sur-estime le rayon et l'énergie critique.

Pour conclure, ce modèle montre que les sites de germination sont plus favorables lorsque :

- la concentration des dislocations proche des joints de grains est importante (β élevé)
- la scission résolue sur le plan de l'empilement des dislocations est importante (τ) et par conséquent lorsque la contrainte locale est importante
- la déformation locale est importante, ce qui signifie que les empilements de dislocations sont proches (z petit)

Ce modèle de germination ne privilégie aucune orientation pour le germe et peut être ainsi utilisé pour expliquer la présence de germes dont l'orientation est très éloignée de celle des grains voisins (et qui ne sont pas des macles). Ce type de germes très désorientés par rapport aux grains parents est observé dans quelques matériaux. Par exemple, la figure 1.34 montre la germination d'un grain lors d'un recuit sur un échantillon de Nickel préalablement déformé. La figure de pôle montre clairement que l'orientation du nouveau grain *N1* n'est pas corrélée aux grains parents. Une critique fréquente, lors de l'observation de ces germes, est le fait que la mesure est souvent une mesure *2D* et par conséquent il n'est pas possible de savoir si l'on observe un germe ou un grain qui croit depuis l'intérieur de l'échantillon. Dans le cas discuté par **WU et JUUL JENSEN [2007]**, l'échantillon initial est formé de grains colonnaires. Il est donc très peu probable que le grain *N1* provienne de la microstructure non-déformée.

Un autre exemple de germination d'une nouvelle orientation est montré sur la figure 1.35. Dans ce cas, la mesure faite par diffraction X est une mesure volumique. Elle montre l'apparition, lors du recuit d'un échantillon de cuivre préalablement déformé, d'un nouveau grain avec une orientation nouvelle. Un dernier exemple de germination de grains ayant des orientations très dispersées le long d'un joint de grains est montré pour un échantillon d'olivine (figure 1.36). Ces germes forment un collier de grains le long d'un ancien joint de grains.

Des grains très désorientés par rapport aux grains parents sont aussi observés dans la glace. Ces observations ont principalement été faites le long de forages dans les calottes polaires. La texture qui se développe le long de la plupart de ces forages est un maximum simple aligné avec l'axe de compression. Cependant, dans les couches profondes des forages, où la température et les niveaux de déformation sont plus favorables à la recristallisation dynamique [**MONTAGNAT et collab., 2009**], des grains hors de la texture principale sont visibles (figure 1.37).

De part la rareté de leurs observations, peu de théories existent afin d'expliquer la formation de ces grains. Le modèle proposé par **DUVAL et collab. [2012]** peut être utilisé pour prédire la localisation de tels germes. Cependant celui-ci ne contraint pas l'orientation du nouveau grain.

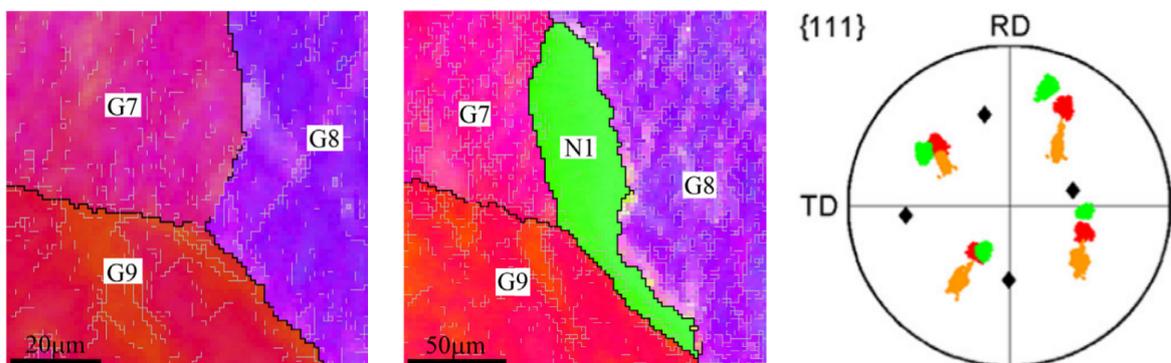


FIGURE 1.34 – Exemple de germe avec une orientation différente de celle des grains parents. Cartes d'orientations proches d'un joint triple avant (gauche) et après (milieu) un recuit sur un échantillon de Nickel. La figure de pôle montre l'orientation des grains *G7*, *G8*, *G9* en rouge, vert, orange et l'orientation du nouveau grain *N1* en noir. D'après **WU et JUUL JENSEN [2007]**.

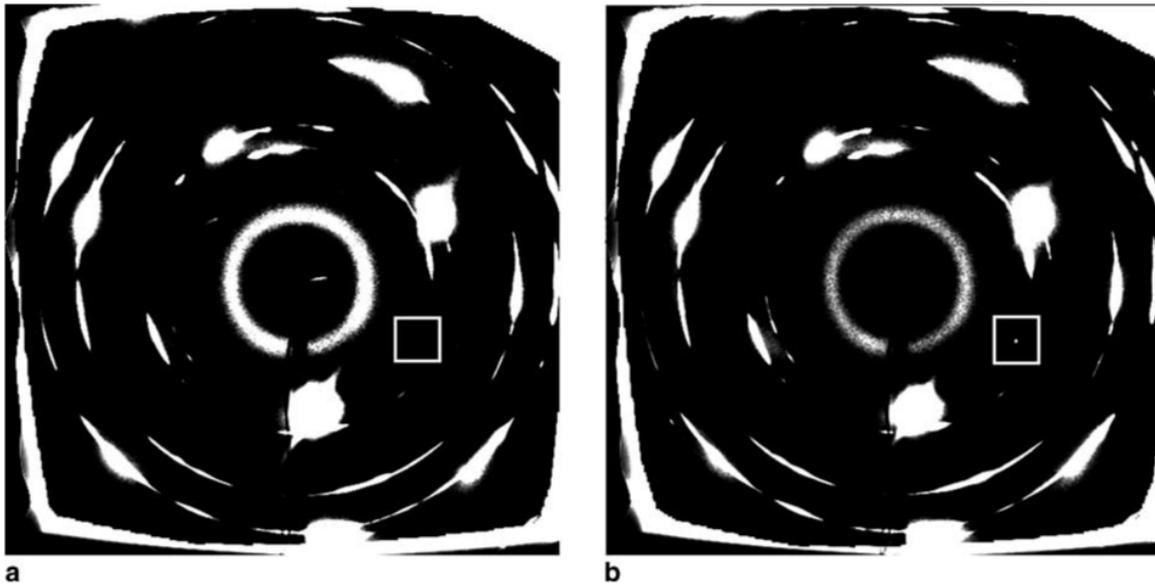


FIGURE 1.35 – Apparition d’une nouvelle orientation lors du recuit d’un échantillon de cuivre déformé. Les figures montrent des clichés de diffraction X avant et après le recuit. Le carré blanc montre l’apparition d’une nouvelle orientation. D’après [LARSEN et collab. \[2005\]](#).

1.2.2.3.b La germination par "bloc"

La germination par "bloc" décrite par [BURKE et TURNBULL \[1952\]](#) considère le germe comme un cristallite qui est déjà présent dans l’échantillon déformé. L’orientation de celui-ci est par conséquent proche de celle de son grain parent. Deux mécanismes peuvent être à l’origine de la présence d’un cristallite qui est désorienté par rapport à son grain parent : soit celui-ci a reçu moins de déformation que le grain parent (hypothèse de bloc de basse énergie) ou plus de déformation (hypothèse de bloc de haute énergie).

Afin de créer un nouveau grain, il est nécessaire de former un joint de grains. Pour cela, un gradient d’orientation peut se réorganiser pour former des sous-joints ou joints de grains. Dans le cas où il n’y a pas de gradient d’orientation global, il résulte de la réorganisation cristallographique seulement des sous-joints de grains de faible désorientation. Au contraire, dans le cas où il y a un gradient d’orientation global, les sous-joints de grains formés peuvent avoir une désorientation importante et ainsi être assimilés à des joints de grains. De ce mécanisme de germination résulte des nouveaux grains qui ont une orientation qui pré-existait dans le cristal initial.

Ce mécanisme favorise la germination dans les zones où le gradient de déformation est élevé. La formation de sous-joint de flexion peut être assimilée à ce type de mécanisme.

1.2.2.3.c La germination par *bulging*

Une alternative à la recristallisation par bloc et à la recristallisation conventionnelle a été proposée par [BAILEY et HIRSCH \[1962\]](#). Elle est décrite comme la migration d’une partie d’un joint de grains dont la force motrice est la différence d’énergie stockée sous la forme de dislocations entre les deux cotés de l’interface. Lors de cette migration du joint de grains, l’énergie gagnée par la réduction de la densité de dislocations peut compenser l’énergie associée à la création du joint de grains lors de la migration. Afin d’être capable de créer un germe, il est nécessaire que l’énergie gagnée par la réduction de la densité de dislocations soit supérieure à celle nécessaire pour créer la nouvelle interface. Ceci conduit à la définition d’un rayon critique à partir duquel un nouveau grain peut être formé.

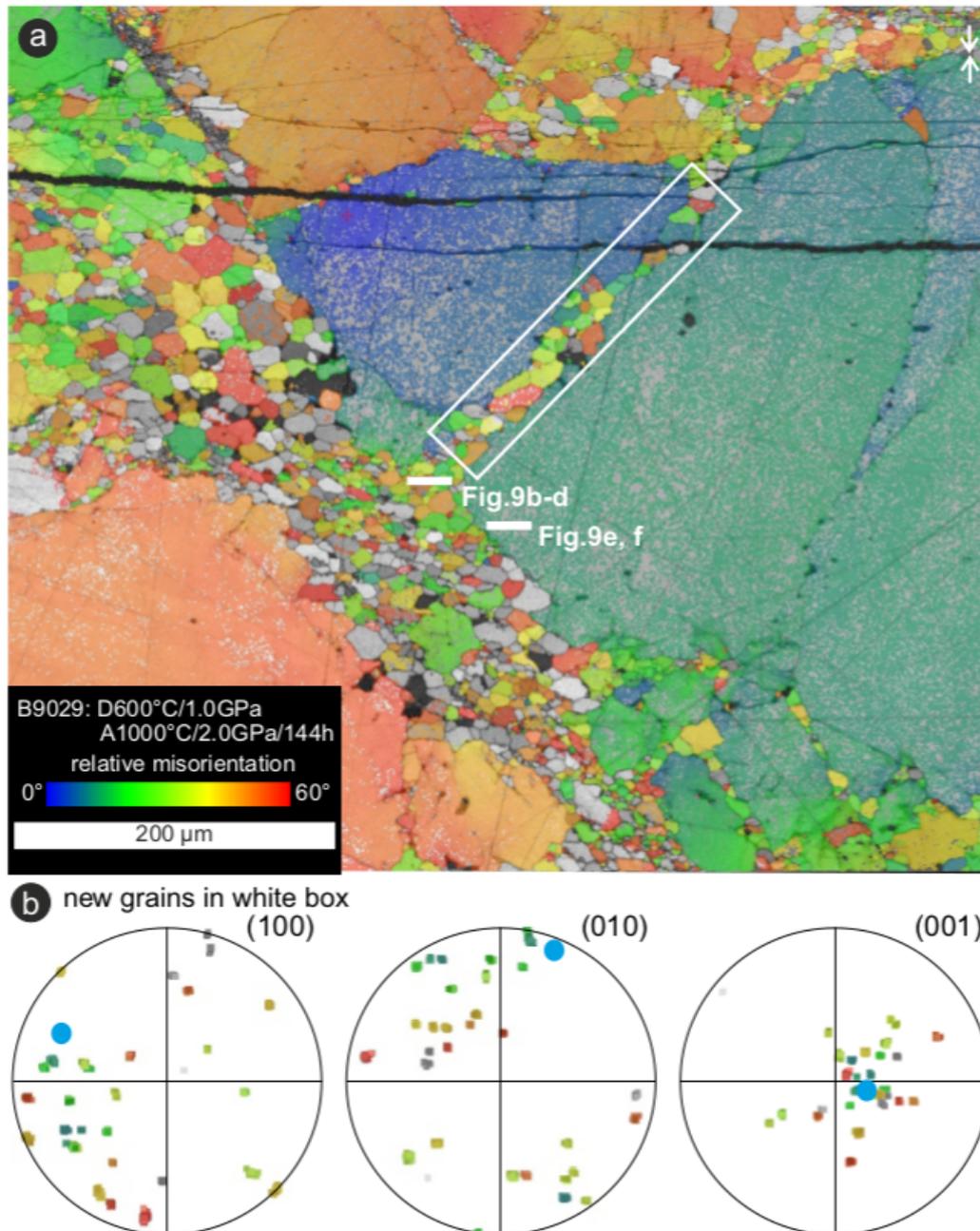


FIGURE 1.36 – Exemple de recristallisation lors d'un recuit dans une roche d'olivine. Le rectangle blanc montre une zone de nouveaux grains germés proche d'un joint grain. Les nouveaux grains forment un collier de grains sur l'ancien joint de grains. L'orientation de ces grains est tracée sur les figures de pôle où l'orientation du grain parent est tracée en bleu. Les figures de pôle montrent une large dispersion des orientations associées aux nouveaux grains. D'après [TREPMMANN et collab. \[2013\]](#)

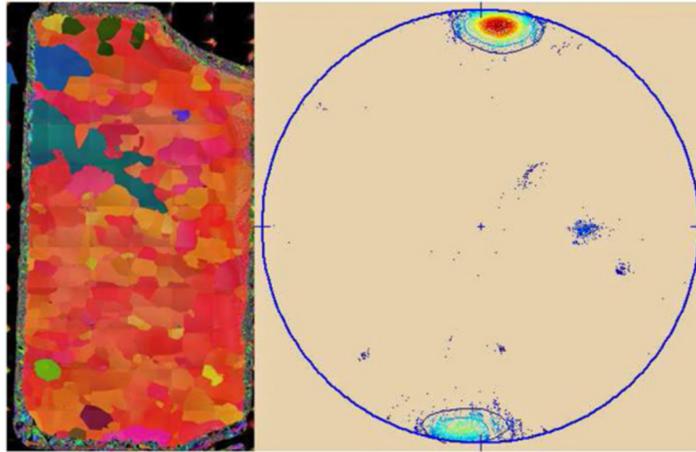


FIGURE 1.37 – Observation d'un grain dont l'orientation est hors de la texture principale observée le long du forage *Talos Dome* en Antarctique (profondeur 1171 m). D'après MONTAGNAT et collab. [2012].

$$r^* = \frac{4\gamma}{\rho\mu b^2} \quad (1.15)$$

où γ est l'énergie du joint de grains, ρ la densité de dislocation, μ le module de cisaillement et b la longueur de vecteur de Burgers des dislocations.

Ce processus peut être favorisé par la formation de sous-structures proches des joints de grains. Lorsque ces sous-structures atteignent une taille suffisante ($> r^*$), le joint de grains peut alors migrer pour former un nouveau grain [BRÉCHET et MARTIN, 2006; FAVRE et collab., 2013]. Il implique le mécanisme de SIBM et conduit à la germination dit par *bulging* qui est très commune dans les métaux (figure 1.26, [HUMPHREYS et HATHERLY, 2004, paragraphe 7.6.2]) et les roches [DRURY et URAI, 1990; HALFPENNY et collab., 2006; RUTTER, 1995]. Le *bulge* ainsi créé peut alors se désorienter par rapport à son grain parent soit par la rotation du sous-grain (figure 1.39) soit par le maclage (figure 1.39). Le germe ainsi formé a une orientation proche de celle du grain parent ou une relation particulière dans le cas du maclage. Ce type de germination conduit au développement de "collier" (*necklace*) de nouveaux grains aux anciens joints de grains (figure 1.39).

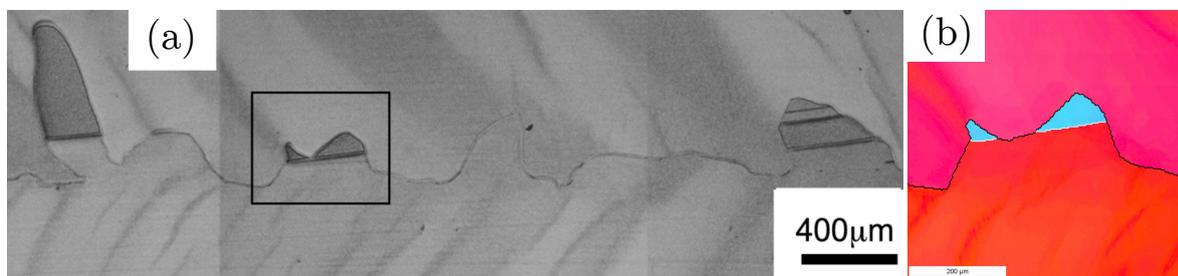


FIGURE 1.38 – Germination par *bulging* et maclage lors de la déformation d'un bi-cristal de cuivre. (a) Joint de grains observé par microscopie électronique. (b) Carte d'orientations sur la surface délimitée par le carré. D'après MIURA et collab. [2007].

Dans le cas de la glace, la germination par *bulging* a souvent été évoquée comme mécanisme actif [DE LA CHAPELLE et collab., 1998; DUVAL et CASTELNAU, 1995; WEIKUSAT et collab., 2009b], à partir d'observations de joints de grains irréguliers.

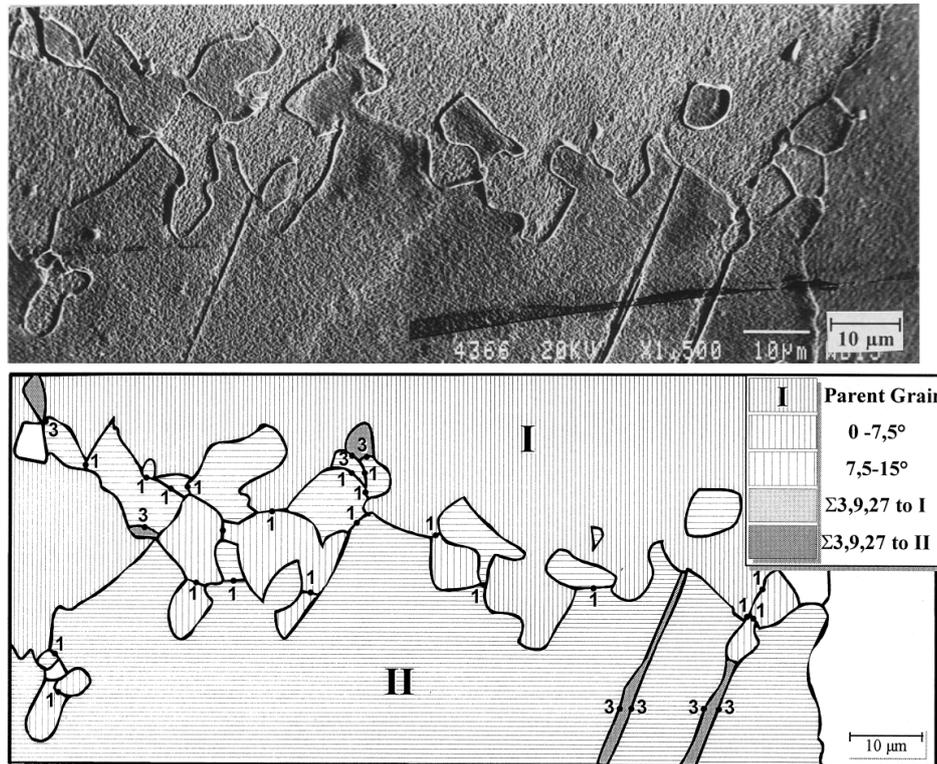


FIGURE 1.39 – Nucléation par *bulging* dans un alliage de Ni_3Al sans maillage. La microstructure forme un collier de grains recrystallisés le long de l'ancien joint de grains I – II. D'après PONGE et GOTTSTEIN [1998].

1.2.2.4 La recristallisation dynamique continue ou discontinue

Les différents mécanismes de recristallisation dynamique décrits ci-dessus ont tous pour force motrice l'énergie stockée sous forme de dislocations. Tous ces mécanismes sont associés à une modification de l'orientation cristallographique. Cependant, une distinction est historiquement faite entre les mécanismes dit continu ou discontinu. Les termes continu et discontinu peuvent avoir différentes significations. Ils peuvent décrire soit une transformation dont la continuité est temporelle ou cristallographique.

DRURY et URAI [1990] ont proposé de faire la distinction entre la continuité temporelle et cristallographique en utilisant le terme *continual* (*discontinual*) pour se référer à la temporalité et *continuous* (*discontinuous*) pour la continuité cristallographique.

D'un autre côté, HUMPHREYS et HATHERLY [2004, Chapitre 13.3] définissent la recristallisation dynamique discontinue comme un processus ayant deux étapes distinctes, la germination de nouveaux grains aux joints de grains et la migration de joints de grains permettant le grossissement des germes. La recristallisation dynamique continue est définie comme une rotation progressive de sous-grains [HUMPHREYS et HATHERLY, 2004, chapitre 13.4].

La formation de sous-joint de grains et la germination par "bloc" sont donc des mécanismes qui se réfèrent à de la recristallisation dynamique continue de manière spatiale et temporelle. La désorientation des sous-grains se fait de manière progressive en accumulant des dislocations dans les sous-joints de grains.

La germination spontanée implique l'apparition du nouveau germe à partir du moment où celui-ci est énergétiquement favorable. Le terme "spontanée" marque une discontinuité dans le temps et l'orientation de ce nouveau germe n'étant pas contrainte, il se forme d'une façon que l'on peut qualifier de discontinue du point de vue de la transition cristallographique.

La migration de joints de grains est généralement associée à un mécanisme de la recristalli-

sation discontinue car elle induit le passage des atomes d'une orientation cristalline à une autre.

Cette distinction entre les mécanismes de recristallisation continue et discontinue provient également de la différence du domaine de sollicitation associée à chaque type de recristallisation. Les mécanismes associés à la recristallisation continue sont dominants à faible contrainte et basse température alors que les mécanismes discontinus sont dominants à forte contrainte et haute température. Dans la littérature géologique, les termes recristallisation par migration et recristallisation par rotation sont utilisés à la place de discontinue et continue.

1.2.3 Le développement des textures de recristallisation

Lors de la déformation de la glace polycristalline dans des conditions de laboratoire, celle-ci développe une forte texture (figure 1.21) qui est très différente de la texture de déformation composée d'un maximum simple (§1.1.3.2) mais observée uniquement dans les conditions très lentes des déformations naturelles. Le développement de la texture de recristallisation est très rapide, dès 7.3% l'orientation préférentielle des axes c est forte.

Les textures, issues de la recristallisation, peuvent résulter soit de la germination d'orientation préférentielle (*oriented nucleation theory*), soit d'une migration des joints de grains ayant une orientation préférentielle (*oriented growth theory*), ou d'un équilibre entre les deux. Cependant, le développement de fortes textures de recristallisation est possible seulement si les mécanismes de germination ne donnent pas des orientations aléatoires.

“ It is generally accepted that the development of a strong recrystallization texture will only occur if the orientation of the nuclei is non-random. It has been convincingly demonstrated that oriented growth after random nucleation results in weak textures, even if there is strong growth selection.

HUMPHREYS [2004]

”

Par conséquent, les mécanismes de germination jouent un rôle fondamental pour le développement des textures. L'ensemble des mécanismes de germination décrit dans le paragraphe 1.2.2.3 sont des mécanismes qui induisent des germes dont l'orientation est proche de celle des grains voisins (*bulging*, germination par block). À partir de ces mécanismes, le seul moyen d'avoir une germination orientée est de germer plus pour certaines orientations. Or, dans la glace aucune orientation ne se déforme plus qu'une autre ([GRENNERAT et collab., 2012], figure 1.16), donc aucune orientation ne possède, à priori, une force motrice pour la germination. Par conséquent, toutes les orientations cristallines ont la même probabilité pour être des sites de germination et comme les mécanismes de germination décrits ci-dessus donnent une orientation proche des grains parents, la texture de l'ensemble des germes ne peut pas être drastiquement différente de celle des grains parents. Or, le développement de fortes textures implique que la texture des germes soit différente de celle des grains parents [HUMPHREYS, 2004], ceci indique qu'il manque probablement un mécanisme de germination permettant le développement de fortes textures de recristallisation.

La recristallisation spontanée ne contraignant pas l'orientation du germe, elle peut être soit assimilée à un mécanisme donnant des orientations aléatoires, soit non-aléatoire. Cependant, dans ce dernier cas, le mécanisme contraignant l'orientation est manquant.

1.3 Plan de la thèse

La glace est un matériau dont l'anisotropie plastique est très importante. Lors de sa déformation, à haute température et à des vitesses de déformation relativement rapide ($\sim 10^{-7} \text{ s}^{-1}$), les mécanismes de recristallisation dynamique ont un effet important sur son comportement et conduisent au développement de fortes textures. Une meilleure connaissance des mécanismes de recristallisation lors de la déformation de la glace est nécessaire afin de mieux comprendre la formation des textures. Du fait de sa forte anisotropie plastique, mais également des facilités de mise en place expérimentales, la glace est un matériau idéal afin de mieux comprendre le lien entre les mécanismes de germination et les hétérogénéités de déformation.

Après une description des outils utilisés, la présentation des résultats se décompose en deux parties. Une première partie qui se focalise sur la caractérisation de l'impact de la recristallisation sur le développement de la microstructure et la texture, ainsi que sur la caractérisation des mécanismes de germination dans la glace. Pour cela, des essais de fluage sur de la glace polycristalline sont menés et les échantillons déformés sont analysés en utilisant les outils de cartographie d'orientations. Dans la seconde partie, le lien entre les hétérogénéités de déformation et les mécanismes de recristallisation est étudié, en utilisant à la fois des mesures *in-situ* du champs de déformation et des simulations numériques plein champs (*full field*) permettant de comparer directement les mesures expérimentales et les simulations numériques.

Références

- AHMAD, S., M. OHTOMO et R. W. WHITWORTH. 1986, «Observation of a dislocation source in ice by synchrotron radiation topography», *Nature*, vol. 319, n° 6055, doi: 10.1038/319659a0, p. 659–660, ISSN 0028-0836. [15](#)
- AHMAD, S., M. OHTOMO et R. W. WHITWORTH. 1987, «The study of dislocation glide in ice by synchrotron radiation X-ray topography», *Le Journal de Physique Colloques*, vol. 48, n° C1, doi: 10.1051/jphyscol:1987125, p. C1–175–C1–181, ISSN 0449-1947. [15](#)
- AHMAD, S., C. SHEARWOOD et R. W. WHITWORTH. 1992, «Dislocation multiplication mechanisms in ice», *Physics and Chemistry of ice*, p. 492–496. [15](#)
- AHMAD, S. et R. W. WHITWORTH. 1988, «Dislocation motion in ice : A study by synchrotron X-ray topography», *Philosophical Magazine A*, vol. 57, n° 5, doi: 10.1080/01418618808209918, p. 749–766, ISSN 0141-8610. [15](#)
- ALLEY, R. B. 1992, «Flow-law hypotheses for ice-sheet modeling», *J. Glaciol*, vol. 38, n° 129, p. 245–256. [20](#), [23](#)
- AYDINER, C. C. et M. A. TELEMEZ. 2014, «Multiscale deformation heterogeneity in twinning magnesium investigated with in situ image correlation», *International Journal of Plasticity*, vol. 56, doi: 10.1016/j.ijplas.2013.12.001, p. 203–218, ISSN 0749-6419. [27](#)
- AZUMA, N. et A. HIGASHI. 1985, «Formation processes of ice fabric pattern in ice sheets», *Ann. Glaciol*, vol. 6, p. 130–134. [23](#)

- BAILEY, J. E. et P. B. HIRSCH. 1962, «The Recrystallization Process in Some Polycrystalline Metals», *Proceedings of the Royal Society of London A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, vol. 267, n° 1328, doi: 10.1098/rspa.1962.0080, p. 11–30, ISSN 1364-5021, 1471-2946. [30](#), [34](#)
- BAKER, I. 2003, «Imaging dislocations in ice», *Microscopy Research and Technique*, vol. 62, n° 1, doi: 10.1002/jemt.10382, p. 70–82, ISSN 1097-0029. [16](#)
- BARKIA, B., V. DOQUET, E. HÉRIPRÉ et I. GUILLOT. 2015, «Characterization and analysis of deformation heterogeneities in commercial purity titanium», *Materials Characterization*, vol. 108, doi: 10.1016/j.matchar.2015.09.001, p. 94–101, ISSN 1044-5803. [27](#)
- BARSOUM, M. W., A. MURUGAIAH, S. R. KALIDINDI et T. ZHEN. 2004, «Kinking Nonlinear Elastic Solids, Nanoindentations, and Geology», *Physical Review Letters*, vol. 92, n° 25, doi: 10.1103/PhysRevLett.92.255508, p. 255 508. [27](#)
- BASU, S., A. ZHOU et M. W. BARSOUM. 2009, «On spherical nanoindentations, kinking nonlinear elasticity of mica single crystals and their geological implications», *Journal of Structural Geology*, vol. 31, n° 8, doi: 10.1016/j.jsg.2009.05.008, p. 791–801, ISSN 0191-8141. [27](#)
- BELLIER, S. P. et R. D. DOHERTY. 1977, «The structure of deformed aluminium and its recrystallization—investigations with transmission Kossel diffraction», *Acta Metallurgica*, vol. 25, n° 5, doi: 10.1016/0001-6160(77)90192-4, p. 521–538, ISSN 0001-6160. [24](#)
- BRÉCHET, Y. et G. MARTIN. 2006, «Nucleation problems in metallurgy of the solid state : recent developments and open questions», *Comptes Rendus Physique*, vol. 7, n° 9–10, doi: 10.1016/j.crhy.2006.10.014, p. 959–976, ISSN 1631-0705. [36](#)
- BURG, J. P., C. J. L. WILSON et J. C. MITCHELL. 1986, «Dynamic recrystallization and fabric development during the simple shear deformation of ice», *Journal of Structural Geology*, vol. 8, n° 8, doi: 10.1016/0191-8141(86)90031-3, p. 857–870, ISSN 0191-8141. [27](#)
- BURKE, J. E. et D. TURNBULL. 1952, «Recrystallization and grain growth», *Progress in Metal Physics*, vol. 3, doi: 10.1016/0502-8205(52)90009-9, p. 220–292, ISSN 0502-8205. [29](#), [30](#), [34](#)
- BURNLEY, P. C., C. J. CLINE II et A. DRUE. 2013, «Kinking in Mg₂geo₄ olivine : An EBSD study† k», *American Mineralogist*, vol. 98, p. 927–931. [27](#)
- CASTELNAU, O., P. DUVAL, M. MONTAGNAT et R. BRENNER. 2008, «Elastoviscoplastic micro-mechanical modeling of the transient creep of ice», *Journal of Geophysical Research : Solid Earth*, vol. 113, n° B11, doi: 10.1029/2008JB005751, p. B11 203, ISSN 2156-2202. [16](#)
- CHANG, H.-J., A. GAUBERT, M. FIVEL, S. BERBENNI, O. BOUAZIZ et S. FOREST. 2012, «Analysis of particle induced dislocation structures using three-dimensional dislocation dynamics and strain gradient plasticity», *Computational Materials Science*, vol. 52, n° 1, doi: 10.1016/j.commatsci.2011.02.014, p. 33–39, ISSN 0927-0256. [25](#)
- CHEVY, J., F. LOUCHET, P. DUVAL et M. FIVEL. 2012, «Creep behaviour of ice single crystals loaded in torsion explained by dislocation cross-slip», *Philosophical Magazine Letters*, vol. 92, n° 6, doi: 10.1080/09500839.2012.658447, p. 262–269, ISSN 0950-0839. [15](#)

- CHRISTIAN, J. W. 2002, «Recovery, Recrystallization and Grain Growth», dans *The Theory of Transformations in Metals and Alloys*, Pergamon, Oxford, ISBN 978-0-08-044019-4, p. 832–858. [29](#), [30](#), [31](#)
- COTTAM, R., J. ROBSON, G. LORIMER et B. DAVIS. 2008, «Dynamic recrystallization of Mg and Mg–Y alloys : Crystallographic texture development», *Materials Science and Engineering : A*, vol. 485, n° 1–2, doi: 10.1016/j.msea.2007.08.016, p. 375–382, ISSN 0921-5093. [22](#)
- DE LA CHAPELLE, S., O. CASTELNAU, V. LIPENKOV et P. DUVAL. 1998, «Dynamic recrystallization and texture development in ice as revealed by the study of deep ice cores in Antarctica and Greenland», *Journal of Geophysical Research : Solid Earth*, vol. 103, n° B3, doi: 10.1029/97JB02621, p. 5091–5105, ISSN 2156-2202. [36](#)
- DIMIDUK, D. M., C. WOODWARD, R. LESAR et M. D. UCHIC. 2006, «Scale-Free Intermittent Flow in Crystal Plasticity», *Science*, vol. 312, n° 5777, doi: 10.1126/science.1123889, p. 1188–1190, ISSN 0036-8075, 1095-9203. [32](#)
- DRURY, M. R. et J. L. URAI. 1990, «Deformation-related recrystallization processes», *Tectonophysics*, vol. 172, n° 3–4, doi: 10.1016/0040-1951(90)90033-5, p. 235–253, ISSN 0040-1951. [36](#), [37](#)
- DURAND, G., A. SVENSSON, A. PERSSON, O. GAGLIARDINI, F. GILLET-CHAULET, J. SJOLTE, M. MONTAGNAT et D. DAHL-JENSEN. 2009, «Evolution of the Texture along the EPICA Dome C Ice Core», *Low Temperature Science*, vol. 68, n° Supplement, p. 91–105, ISSN 1880-7593. [23](#)
- DUVAL, P. 1976, «Lois du fluage transitoire ou permanent de la glace polycristalline pour divers états de contrainte», *Ann. Geophys*, vol. 32, n° 4, p. 335–350. [19](#)
- DUVAL, P. 1981, «Creep and fabrics of polycrystalline ice under shear and compression», *Journal of Glaciology*, vol. 27, p. 129–140, ISSN 0022-1430. [20](#)
- DUVAL, P., M. F. ASHBY et I. ANDERMAN. 1983, «Rate-controlling processes in the creep of polycrystalline ice», *The Journal of Physical Chemistry*, vol. 87, n° 21, p. 4066–4074. [ix](#), [12](#), [13](#), [19](#)
- DUVAL, P. et O. CASTELNAU. 1995, «Dynamic Recrystallization of Ice in Polar Ice Sheets», *Le Journal de Physique IV*, vol. 05, n° C3, doi: 10.1051/jp4:1995317, p. C3–197–C3–205, ISSN 1155-4339. [36](#)
- DUVAL, P., F. LOUCHET, J. WEISS et M. MONTAGNAT. 2012, «On the role of long-range internal stresses on grain nucleation during dynamic discontinuous recrystallization», *Materials Science and Engineering : A*, vol. 546, doi: 10.1016/j.msea.2012.03.052, p. 207–211, ISSN 0921-5093. [xiii](#), [29](#), [31](#), [32](#), [33](#)
- FAVRE, J., D. FABRÈGUE, A. CHIBA et Y. BRÉCHET. 2013, «Nucleation of recrystallization in fine-grained materials : an extension of the Bailey–Hirsch criterion», *Philosophical Magazine Letters*, vol. 93, n° 11, doi: 10.1080/09500839.2013.833352, p. 631–639, ISSN 0950-0839. [36](#)
- FUKUDA, A., T. HONDOH et A. HIGASHI. 1987, «Dislocation mechanisms of plastic deformation of ice», *Le Journal de Physique Colloques*, vol. 48, n° C1, doi: 10.1051/jphyscol:1987124, p. C1–163–C1–173, ISSN 0449-1947. [14](#)

- GAMMON, P. H., H. KIEFTE, M. J. CLOUTER et W. W. DENNER. 1983, «Elastic constants of artificial and natural ice samples by Brillouin spectroscopy», *Journal of Glaciology*, vol. 29, p. 433–460. [11](#)
- GONZALEZ KRIEDEL, B. J., C. L. DI PRINZIO et O. B. NASELLO. 1997, «Exact Coincidence Site Lattice in Ice Ih», *The Journal of Physical Chemistry B*, vol. 101, n° 32, p. 6243–6246. [17](#), [18](#)
- GRENNERAT, F. 2011, *Hétérogénéités de déformation au cours du fluage transitoire de la glace polycristalline. Mesures par corrélation d'images numériques et modélisation*, thèse de doctorat, Grenoble. [16](#), [27](#), [28](#)
- GRENNERAT, F., M. MONTAGNAT, O. CASTELNAU, P. VACHER, H. MOULINEC, P. SUQUET et P. DUVAL. 2012, «Experimental characterization of the intragranular strain field in columnar ice during transient creep», *Acta Materialia*, vol. 60, n° 8, doi: 10.1016/j.actamat.2012.03.025, p. 3655–3666, ISSN 1359-6454. [16](#), [17](#), [19](#), [38](#)
- HALFPENNY, A., D. J. PRIOR et J. WHEELER. 2006, «Analysis of dynamic recrystallization and nucleation in a quartzite mylonite», *Tectonophysics*, vol. 427, n° 1–4, doi: 10.1016/j.tecto.2006.05.016, p. 3–14, ISSN 0040-1951. [36](#)
- HAMANN, I., C. WEIKUSAT, N. AZUMA et S. KIPFSTUHL. 2007, «Evolution of ice crystal microstructure during creep experiments», *Journal of Glaciology*, vol. 53, n° 182, p. 479–489. [26](#)
- HIGASHI, A. 1988, *Lattice defects in ice crystals*, Hokkaido University Press. [8](#), [10](#)
- HIGASHI, A., A. FUKUDA, T. HONDOH, K. GOTO et S. AMAKAI. 1985, «Dynamical dislocation processes in ice crystal», dans *Proceedings of Yamada Conference IX, University of Tokyo Press, Tokyo*, p. 511–515. [10](#)
- HONDOH, T. 2000, «Nature and behavior of dislocations in ice», *Physics of ice core records*, p. 3–24. [xiii](#), [8](#), [9](#), [14](#)
- HONDOH, T. et A. HIGASHI. 1979, «Anisotropy of migration and faceting of large-angle grain boundaries in ice bicrystals», *Philosophical Magazine A*, vol. 39, n° 2, doi: 10.1080/01418617908236888, p. 137–149, ISSN 0141-8610. [10](#)
- HUMPHREYS, F. J. 2004, «Nucleation in Recrystallization», *Materials Science Forum*, vol. 467-470, doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.467-470.107, p. 107–116, ISSN 1662-9752. [38](#)
- HUMPHREYS, F. J. et M. HATHERLY. 2004, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena, Second Edition*, 2^e éd., Pergamon, ISBN 0-08-044164-5. [29](#), [30](#), [31](#), [36](#), [37](#)
- JACKA, T. 1984, «The time and strain required for development of minimum strain rates in ice», *Cold Regions Science and Technology*, vol. 8, n° 3, doi: 10.1016/0165-232X(84)90057-0, p. 261–268, ISSN 0165-232X. [19](#)
- JACKA, T. et M. MACCAGNAN. 1984, «Ice crystallographic and strain rate changes with strain in compression and extension», *Cold Regions Science and Technology*, vol. 8, n° 3, doi: 10.1016/0165-232X(84)90058-2, p. 269–286, ISSN 0165-232X. [19](#), [20](#), [21](#)
- JIN, S., K. MARTHINSEN et Y. LI. 2016, «Formation of twin boundaries in titanium by kinking mechanism through accumulative dislocation slip», *Acta Materialia*, vol. 120, doi: 10.1016/j.actamat.2016.08.042, p. 403–414, ISSN 1359-6454. [27](#)

- LARSEN, A. W., H. F. POULSEN, L. MARGULIES, C. GUNDLACH, Q. XING, X. HUANG et D. J. JENSEN. 2005, «Nucleation of recrystallization observed in situ in the bulk of a deformed metal», *Scripta Materialia*, vol. 53, n° 5, doi: 10.1016/j.scriptamat.2005.04.053, p. 553–557, ISSN 1359-6462. [34](#)
- MANLEY, M. E. et E. M. SCHULSON. 1997, «Kinks and cracks in S1 ice under across-column compression», *Philosophical magazine letters*, vol. 75, n° 2, p. 83–90. [27](#)
- MANSUY, P., J. MEYSSONNIER et A. PHILIP. 2002, «Localization of deformation in polycrystalline ice : experiments and numerical simulations with a simple grain model», *Computational Materials Science*, vol. 25, n° 1–2, doi: 10.1016/S0927-0256(02)00258-6, p. 142–150, ISSN 0927-0256. [27](#)
- MIURA, H., T. SAKAI, R. MOGAWA et J. J. JONAS. 2007, «Nucleation of Dynamic Recrystallization at the Grain Boundaries of Copper Bicrystals», *Materials Science Forum*, vol. 558-559, doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.558-559.457, p. 457–464, ISSN 1662-9752. [36](#)
- MONTAGNAT, M., J. R. BLACKFORD, S. PIAZOLO, L. ARNAUD et R. A. LEBENSOHN. 2011, «Measurements and full-field predictions of deformation heterogeneities in ice», *Earth and Planetary Science Letters*, vol. 305, n° 1, p. 153–160. [27](#)
- MONTAGNAT, M., D. BUIRON, L. ARNAUD, A. BROQUET, P. SCHLITZ, R. JACOB et S. KIPFSTUHL. 2012, «Measurements and numerical simulation of fabric evolution along the Talos Dome ice core, Antarctica», *Earth and Planetary Science Letters*, vol. 357-358, doi: 10.1016/j.epsl.2012.09.025, p. 168–178, ISSN 0012821X. [36](#)
- MONTAGNAT, M., G. DURAND et P. DUVAL. 2009, «Recrystallization Processes in Granular Ice», *Low Temperature Science*, vol. 68, n° Supplement, p. 81–90, ISSN 1880-7593. [33](#)
- MONTAGNAT, M., P. DUVAL, P. BASTIE et B. HAMELIN. 2003, «Strain gradients and geometrically necessary dislocations in deformed ice single crystals», *Scripta Materialia*, vol. 49, n° 5, doi: 10.1016/S1359-6462(03)00303-8, p. 411–415, ISSN 1359-6462. [15](#)
- MONTAGNAT, M., J. WEISS, J. CHEVY, P. DUVAL, H. BRUNJAIL, P. BASTIE et J. GIL SEVILLANO. 2006, «The heterogeneous nature of slip in ice single crystals deformed under torsion», *Philosophical Magazine*, vol. 86, n° 27, p. 4259–4270. [32](#)
- MOULINEC, H. et P. SUQUET. 1998, «A numerical method for computing the overall response of nonlinear composites with complex microstructure», *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, vol. 157, n° 1, doi: 10.1016/S0045-7825(97)00218-1, p. 69–94, ISSN 0045-7825. [16](#)
- NISHIKAWA, O. et T. TAKESHITA. 1999, «Dynamic analysis and two types of kink bands in quartz veins deformed under subgreenschist conditions», *Tectonophysics*, vol. 301, n° 1, p. 21–34. [27](#)
- PETRENKO, V. F. et R. W. WHITWORTH. 1999, *Physics of Ice*, Clarendon Press, ISBN 978-0-19-158134-2. [19](#)
- PIAZOLO, S., M. MONTAGNAT, F. GRENNERAT, H. MOULINEC et J. WHEELER. 2015, «Effect of local stress heterogeneities on dislocation fields : Examples from transient creep in polycrystalline ice», *Acta Materialia*, vol. 90, doi: 10.1016/j.actamat.2015.02.046, p. 303–309, ISSN 1359-6454. [27](#), [29](#)

- PONGE, D. et G. GOTTSTEIN. 1998, «Necklace formation during dynamic recrystallization : mechanisms and impact on flow behavior», *Acta Materialia*, vol. 46, n° 1, doi: 10.1016/S1359-6454(97)00233-4, p. 69–80, ISSN 1359-6454. [37](#)
- READ, W. T. et W. SHOCKLEY. 1950, «Dislocation Models of Crystal Grain Boundaries», *Physical Review*, vol. 78, n° 3, doi: 10.1103/PhysRev.78.275, p. 275–289. [19](#), [25](#)
- RUTTER, E. H. 1995, «Experimental study of the influence of stress, temperature, and strain on the dynamic recrystallization of Carrara marble», *Journal of Geophysical Research : Solid Earth*, vol. 100, n° B12, doi: 10.1029/95JB02500, p. 24 651–24 663, ISSN 2156-2202. [36](#)
- SCHULSON, E. M. et P. DUVAL. 2009, *Creep and Fracture of Ice*, Édition : 1 éd., Cambridge University Press, Cambridge, UK ; New York, ISBN 978-1-107-00637-9. [14](#), [15](#), [19](#)
- SHEARWOOD, C. et R. W. WHITWORTH. 1989, «X-ray topographic observations of edge dislocation glide on non-basal planes in ice», *Journal of Glaciology*, vol. 35, n° 120. [10](#), [15](#)
- SHEARWOOD, C. et R. W. WHITWORTH. 1991, «The velocity of dislocations in ice», *Philosophical Magazine A*, vol. 64, n° 2, doi: 10.1080/01418619108221186, p. 289–302, ISSN 0141-8610. [15](#)
- SHEARWOOD, C. et R. W. WHITWORTH. 1993, «Novel processes of dislocation multiplication observed in ice», *Acta Metallurgica et Materialia*, vol. 41, n° 1, doi: 10.1016/0956-7151(93)90352-S, p. 205–210, ISSN 0956-7151. [15](#)
- SMITH, C. S. 1948, «Grains, phases, and interphases : an interpretation of microstructure», *Trans. Metall. Soc. AIME*, vol. 175, p. 15-51 (1948), vol. 175, p. 15–51. [24](#)
- STIPP, M. et K. KUNZE. 2008, «Dynamic recrystallization near the brittle-plastic transition in naturally and experimentally deformed quartz aggregates», *Tectonophysics*, vol. 448, n° 1–4, doi: 10.1016/j.tecto.2007.11.041, p. 77–97, ISSN 0040-1951. [21](#)
- SUN, J., Y. B. ZHANG et D. JUUL JENSEN. 2017, «Roughness of grain boundaries in partly recrystallized aluminum», *Scripta Materialia*, vol. 126, doi: 10.1016/j.scriptamat.2016.08.014, p. 45–49, ISSN 1359-6462. [25](#)
- SUZUKI, S. 1970, «Grain coarsening of microcrystals of ice (III)», *Low Temp. Sci., Ser. A*, vol. 28, p. 47–61. [19](#)
- THORSTEINSSON, T., J. KIPFSTUHL et H. MILLER. 1997, «Textures and fabrics in the GRIP ice core», *Journal of geophysical research*, vol. 102, n° C12, p. 26 583–26. [23](#)
- TREPMANN, C. A., J. RENNER et A. DRUIVENTAK. 2013, «Experimental deformation and recrystallization of olivine - processes and timescales of damage healing during postseismic relaxation at mantle depths», *Solid Earth*, vol. 4, doi: 10.5194/se-4-423-2013, p. 423–450. [35](#)
- VAN DER VEEN, C. J. et I. M. WHILLANS. 1994, «Development of fabric in ice», *Cold Regions Science and Technology*, vol. 22, n° 2, doi: 10.1016/0165-232X(94)90027-2, p. 171–195, ISSN 0165-232X. [23](#)
- WEIKUSAT, I., D. A. M. DE WINTER, G. M. PENNOCK, M. HAYLES, C. SCHNEIJDENBERG et M. R. DRURY. 2011a, «Cryogenic EBSD on ice : preserving a stable surface in a low pressure SEM», *Journal of Microscopy*, vol. 242, n° 3, p. 295–310. [29](#)

- WEIKUSAT, I., S. KIPFSTUHL, N. AZUMA, S. H. FARIA et A. MIYAMOTO. 2009a, «Deformation Microstructures in an Antarctic Ice Core (EDML) and in Experimentally Deformed Artificial Ice», *Low Temperature Science*, vol. 68, n° Supplement, p. 115–123, ISSN 1880-7593. [29](#)
- WEIKUSAT, I., S. KIPFSTUHL, S. H. FARIA, N. AZUMA et A. MIYAMOTO. 2009b, «Subgrain boundaries and related microstructural features in EDML (Antarctica) deep ice core», *Journal of Glaciology*, vol. 55, n° 191, doi: 10.3189/002214309788816614, p. 461–472. [29](#), [36](#)
- WEIKUSAT, I., A. MIYAMOTO, S. H. FARIA, S. KIPFSTUHL, N. AZUMA et T. HONDOH. 2011b, «Subgrain boundaries in Antarctic ice quantified by X-ray Laue diffraction», *Journal of Glaciology*, vol. 57, n° 201, doi: 10.3189/002214311795306628, p. 111–120, ISSN 00221430, 17275652. [29](#)
- WEISS, J. et M. MONTAGNAT. 2007, «Long-range spatial correlations and scaling in dislocation and slip patterns», *Philosophical Magazine*, vol. 87, n° 8-9, p. 1161–1174. [32](#)
- WENK, H.-R., M. ARMANN, L. BURLINI, K. KUNZE et M. BORTOLOTTI. 2009, «Large strain shearing of halite : Experimental and theoretical evidence for dynamic texture changes», *Earth and Planetary Science Letters*, vol. 280, n° 1–4, doi: 10.1016/j.epsl.2009.01.036, p. 205–210, ISSN 0012-821X. [28](#)
- WHEELER, J., E. MARIANI, S. PIAZOLO, D. PRIOR, P. TRIMBY et M. DRURY. 2009, «The weighted Burgers vector : a new quantity for constraining dislocation densities and types using electron backscatter diffraction on 2d sections through crystalline materials», *Journal of Microscopy*, vol. 233, n° 3, doi: 10.1111/j.1365-2818.2009.03136.x, p. 482–494, ISSN 1365-2818. [27](#)
- WILSON, C. J. L., J. P. BURG et J. C. MITCHELL. 1986, «The origin of kinks in polycrystalline ice», *Tectonophysics*, vol. 127, n° 1–2, doi: 10.1016/0040-1951(86)90077-6, p. 27–48, ISSN 0040-1951. [27](#)
- WU, G. L. et D. JUUL JENSEN. 2007, «Orientations of recrystallization nuclei developed in columnar-grained Ni at triple junctions and a high-angle grain boundary», *Acta Materialia*, vol. 55, n° 15, doi: 10.1016/j.actamat.2007.05.019, p. 4955–4964, ISSN 1359-6454. [33](#)
- YAMASAKI, M., K. HAGIHARA, S.-I. INOUE, J. P. HADORN et Y. KAWAMURA. 2013, «Crystallographic classification of kink bands in an extruded Mg–Zn–Y alloy using intragranular misorientation axis analysis», *Acta Materialia*, vol. 61, n° 6, doi: 10.1016/j.actamat.2012.12.026, p. 2065–2076, ISSN 1359-6454. [27](#)
- ZHOU, A. G., S. BASU et M. W. BARSOUM. 2008, «Kinking nonlinear elasticity, damping and microyielding of hexagonal close-packed metals», *Acta Materialia*, vol. 56, n° 1, doi: 10.1016/j.actamat.2007.08.050, p. 60–67, ISSN 1359-6454. [27](#)

Chapitre 2

Les outils expérimentaux

Sommaire

2.1	Essai mécanique : compression uniaxiale	48
2.2	La mesure des champs de déformation	49
2.2.1	Principe de la DIC	49
2.2.1.1	La mesure du champs de déplacement (u, v)	49
2.2.1.2	Calcul des déformations	51
2.2.2	Application de la DIC sur la glace	52
2.2.2.1	Acquisition des images	52
2.2.2.2	Le mouchetis	52
2.2.2.2.a	Réalisation et caractérisation du mouchetis	52
2.2.2.2.b	Les limites du mouchetis	55
2.2.2.3	Évaluation de l'erreur liée à la mesure de champs	56
2.2.2.3.a	Erreur liée au mouchetis	56
2.2.2.3.b	Les déformations hors plan	57
2.2.3	L'utilisation de la mesure de champs	58
2.2.3.1	La déformation macroscopique	58
2.2.3.2	Le tenseur des déformations	58
2.2.3.3	Le tenseur des rotations solides	58
2.3	La mesure des orientations cristallographiques	59
2.3.1	Mesure optique	60
2.3.1.1	Principe de la mesure optique	60
2.3.1.2	Exploitation des données	60
2.3.2	Mesure par microscopie électronique à balayage : EBSD	62
2.3.2.1	Principe de la mesure EBSD	62
2.3.2.2	Outils pour l'exploitation des données	63
2.3.2.2.a	Caractérisation des sous-joints de grains	64
2.3.2.2.b	Le tenseur Nye	65
2.3.2.2.c	Les "Weighed Burgers Vectors"	66
2.4	Expériences numériques	68
2.4.1	La loi d'écoulement élasto-vicoplastique avec écrouissage cinématique	68
2.4.2	Bilan du système d'équations	69
2.4.3	La méthode de résolution	70
	Références	70

2.1 Essai mécanique : compression uniaxiale

Les expérimentations menées pendant cette thèse reposent sur des essais de compression uniaxiale à charge imposée constante sur de la glace polycristalline. Étant donné les faibles taux de déformation (quelques pourcents), ces essais sont proches d'essai de fluage.

Les essais de fluage sont préférés car dans les conditions naturelles, la glace se déforme sous le poids des couches successives. De plus, pour beaucoup de zones de forages profonds étudiées, la compression est la composante principale du tenseur déviatoire. C'est pourquoi ce type d'essai est le plus étudié dans la littérature [BRETON et collab., 2016; GRENNERAT et collab., 2012; JACKA et MACCAGNAN, 1984; JACKA et JUN, 1994].

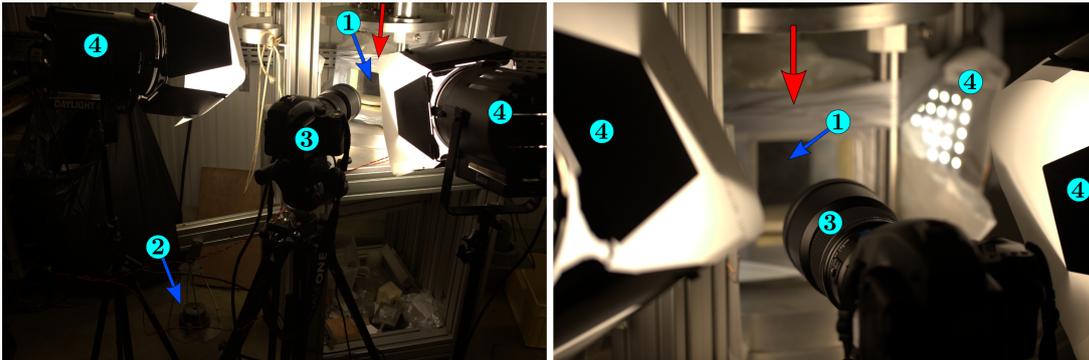


FIGURE 2.1 – Dispositif expérimental pour les expériences de fluage. La flèche rouge représente la direction de la force appliquée sur l'échantillon. (1) Échantillon de glace positionné dans l'enceinte en plastique. (2) Poids positionné sur le bras de levier. (3) Appareil photo (ici un Phase One 80 Mpx) et son objectif (ici un objectif macro 140 mm). (4) Éclairages (ici 2 panneaux LED + 2 spots néon).

Plusieurs types d'échantillons de glace polycristalline ont été étudiés. Dans un premier temps, l'étude a été menée sur des échantillons de glace polycristalline granulaire, ayant une texture initiale isotrope et une taille moyenne de grains de l'ordre du millimètre. Ils sont usinés sous la forme de cylindre de diamètre $\sim 40\text{ mm}$ et de hauteur $\sim 90\text{ mm}$ (figure 2.2a). Les essais ont été réalisés à des températures comprises entre $-5^{\circ}C$ et $-7^{\circ}C$ et pour des contraintes de l'ordre de 0.8 MPa afin de limiter la durée des essais à moins de 5 jours, tout en atteignant des niveaux de déformation suffisant pour activer les mécanismes de recristallisation dynamique.

Dans un second temps, des essais sur des échantillons de glace colonnaire ont été menés. Ces échantillons sont composés de peu de grains ayant une taille variant de 0.5 à 3 cm (dimension perpendiculaire à la direction des colonnes, figure 2.2b). Les axes c sont préférentiellement dans le plan de l'échantillon (xOy , figure 2.2b), donnant une texture initiale. Les échantillons sont usinés sous la forme de parallélépipèdes rectangles de dimensions $90 * 90 * 14\text{ mm}^3$. La contrainte appliquée perpendiculairement à l'axe des colonnes est comprise entre 0.5 et 1 MPa selon les applications souhaitées (figure 2.2b). Les essais sont menés pour des températures similaires aux essais sur la glace granulaire ($T = -7^{\circ}C$). Lors des essais sur la glace colonnaire, la contrainte imposée est plus faible que pour les essais sur de la glace granulaire afin de rester dans le régime ductile de la glace. Le comportement de la glace colonnaire, qui est composée de moins de grains, est très dépendant de sa microstructure et de sa texture.

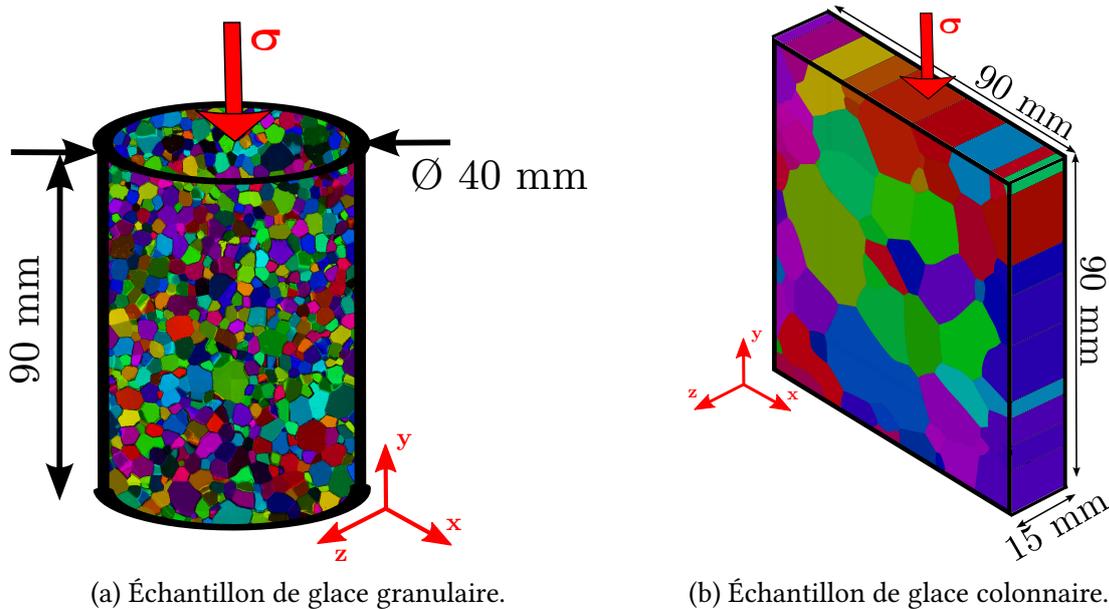


FIGURE 2.2 – Schéma des échantillons de glaces utilisés lors des essais de fluage.

2.2 La mesure des champs de déformation

La mesure des champs de déformation par **DIC** est une technique très utilisée en sciences des matériaux. Le **DIC** permet de mesurer le champ de déplacement qui par dérivation donne accès au champ de déformation. Cette technique est une méthode *in-situ* sans influence sur le comportement du matériau. Différentes variantes de cet outil permettent de mesurer les champs de déformation sur une surface plane avec un seul appareil photo, sur des surfaces non planes en stéréo-corrélation (2 appareils photos) et aussi dans un volume à partir d'images 3D obtenues par tomographie aux rayons X.

Dans le cadre de cette thèse, seule la mesure de champs de déformation sur une surface plane a été utilisée. La configuration expérimentale adaptée pour effectuer des mesures par **DIC** sur la glace a été mise en place lors d'une thèse précédente réalisée au laboratoire par Fanny **GRENNERAT** [2011]. Une description complète de cette configuration, ainsi que les méthodes d'évaluation des résolutions et des erreurs associées aux mesures par **DIC** sur la glace peuvent être trouvées dans **GRENNERAT** [2011]. Ici, une description synthétique de cet outil et des particularités d'application sur la glace va être donnée.

2.2.1 Principe de la **DIC**

Le principe de cette méthode est d'optimiser la ressemblance d'un motif sur une fenêtre de corrélation donnée entre un état de référence et un état déformé (figure 2.3). Ceci permet d'obtenir un champ de déplacement et donc par dérivation un champ de déformation.

Pour réaliser la corrélation d'images, le logiciel 7D développé par **VACHER et collab.** [1999] a été utilisé. Le principe de fonctionnement de ce logiciel va être détaillé ci-dessous.

2.2.1.1 La mesure du champs de déplacement (u, v)

La corrélation d'images numériques s'effectue entre 2 images codées en niveaux de gris. Les niveaux de gris de l'image initiale sont représentés par la fonction discrète f et ceux de l'image finale par g . L'objectif de la corrélation est de trouver pour un point de l'image

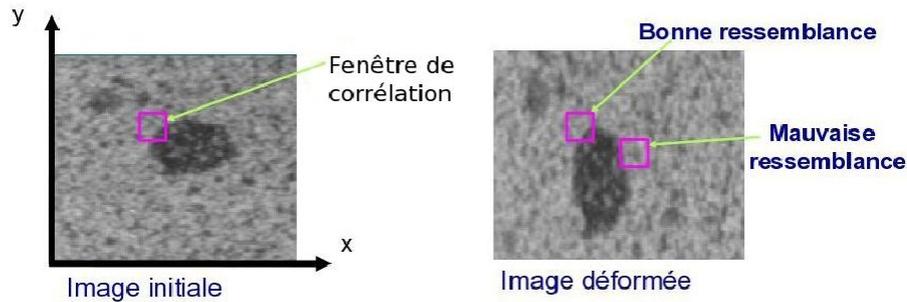


FIGURE 2.3 – Principe de base de la DIC.

initiale (x, y) , le point correspondant sur l'image finale (x^*, y^*) ou de façon équivalente son déplacement (u, v) .

$$\begin{aligned} x^* &= x + u \\ y^* &= y + v \end{aligned} \quad (2.1)$$

On cherche donc (u, v) (ou (x^*, y^*)) tel que :

$$g(x^*, y^*) = f(x, y) \quad (2.2)$$

Le problème ici est mal posé car pour une coordonnée (x, y) (i.e. un seul pixel), plusieurs coordonnées (x^*, y^*) (i.e. pixels) peuvent correspondre. Il est donc nécessaire de travailler sur une fenêtre de corrélation de dimension $p \times p$ pixels autour du point dont on veut mesurer le déplacement (figure 2.4). Maintenant, on recherche la correspondance entre un motif (ensemble de pixels) dans l'image initiale et ce même motif dans l'image finale. Il faut donc utiliser des fonctions de forme qui relient les points de l'image initiale (x, y) à ceux de l'image déformée (x^*, y^*) . Ces fonctions de forme Φ_0 sont définies par un nombre fini de scalaires. Une fonction de forme peut être une translation (2 paramètres), une transformation bilinéaire (8 paramètres), ou une autre transformation géométrique. Le problème revient alors à minimiser l'écart entre $f(x, y)$ et $g(\Phi_0(x, y))$. Dans le cas de 7D, la fonction de forme utilisée est une transformation bilinéaire :

$$\Phi_0(x, y) = \begin{cases} u(x, y) = a_u x + b_u y + c_u xy + d_u \\ v(x, y) = a_v x + b_v y + c_v xy + d_v \end{cases} \quad (2.3)$$

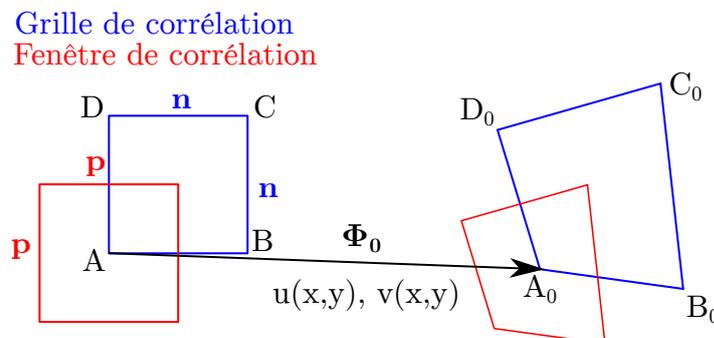


FIGURE 2.4 – Principe de la mesure du champ de déplacement par DIC par le biais du logiciel 7D. Recherche par un processus itératif de la bonne concordance de la fenêtre de corrélation à chaque nœud de la grille de corrélation.

Le champ de déplacement Φ_0 recherché est un champ de déplacement continu alors que les images f et g sont discrètes. Afin d'être capable d'obtenir un champ de déplacement avec une résolution subpixel, il est nécessaire de transformer les fonctions f et g en fonctions continues \tilde{f} et \tilde{g} . Pour cela, plusieurs types d'interpolation sont disponibles dans 7D, l'interpolation bilinéaire ou l'interpolation bicubique des niveaux de gris. L'interpolation bilinéaire est préférée dans cette thèse car elle est numériquement plus rapide et le gain en précision offert par l'interpolation bicubique relativement faible dans notre configuration [VACHER et collab., 1999]. On recherche alors Φ_0 tel que :

$$\tilde{g}(\Phi_0(x, y)) = \tilde{f}(x, y) \quad (2.4)$$

La recherche de Φ_0 se fait via un algorithme itératif. Afin d'avoir un critère d'arrêt et une mesure de la qualité de la corrélation, il est nécessaire de définir un coefficient de corrélation qui mesure la "ressemblance" entre $\tilde{f}(x, y)$ et $\tilde{g}(\Phi_0(x, y))$. Plusieurs critères peuvent être définis [VACHER et collab., 1999]. Dans le cas du logiciel 7D, le critère est défini localement sur chaque fenêtre de corrélation par un produit scalaire normé :

$$C(\Phi_0) = 1 - \frac{|\int_D f(\mathbf{x})g(\Phi_0(\mathbf{x}))d\mathbf{x}|}{\sqrt{\int_D f^2(\mathbf{x})d\mathbf{x}}\sqrt{\int_D g^2(\Phi_0(\mathbf{x}))d\mathbf{x}}} \quad (2.5)$$

Ce paramètre vaut 0 lorsque la ressemblance est parfaite et 1 s'il n'y pas de lien entre les 2 images. Il est insensible à une variation de contraste mais pas à une variation de brillance. Il est donc nécessaire de faire attention à avoir des conditions d'exposition stables lors des essais (éclairage stable, temps d'exposition constant, ...).

La recherche du déplacement est faite en chaque nœud d'une grille espacée de n pixels. On obtient alors un champ de déplacement discret $(u(x, y), v(x, y))$ entre les 2 images corrélées avec une résolution spatiale de n pixels.

2.2.1.2 Calcul des déformations

Le passage des déplacements aux déformations se fait par différenciation du champ de déplacement (u, v) . Dans le logiciel 7D, le schéma de dérivation choisi est un schéma par différences finies. Cette dérivation par différences finies est assez sensible au bruit. D'autres méthodes sont possibles [GRÉDIAC et HILD, 2011, Chapitre 7] mais n'ont pas été retenues pour la glace [GRENNERAT, 2011, Chapitre 2.5.6].

Le champ de déformation calculé dans 7D est exprimé par le tenseur de Green-Lagrange E :

$$E = \mathbf{F}^t \otimes \mathbf{F} - \mathbf{I} \quad (2.6)$$

où \mathbf{F} est le tenseur gradient du déplacement qui est obtenu à partir des champs de déplacement bilinéaires u et v (équation 2.3) :

$$\begin{cases} F_{11} = a_u + 1 + c_u y \\ F_{12} = b_u + c_u x \\ F_{21} = a_v + c_v y \\ F_{22} = b_v + 1 + c_v x \end{cases} \quad (2.7)$$

La fonction de forme étant calculée à partir des déplacements des 4 sommets de l'élément de grille considéré (c.f. figure 2.4), ce calcul est un calcul de différences finies.

La résolution en déformation est dépendante du pas de grille n et de la résolution en déplacement σ_{dep} et vaut $\frac{\sigma_{dep}}{2n}$. Ceci montre que l'on ne peut pas augmenter la résolution spatiale de notre mesure sans en diminuer la résolution en déformation.

2.2.2 Application de la DIC sur la glace

2.2.2.1 Acquisition des images

Le système d'acquisition des images est primordiale en DIC. Deux types de d'instrument ont été utilisés au cours de cette thèse.

Dans un premier temps, nous avons travaillé avec un appareil photo reflex Canon EOS 5D MarkII avec un capteur CMOS ($24 \times 36 \text{ mm}^2$) de 21,1 Mégapixels (3744×5616) soit des photosites de $6,4 \mu\text{m}$. Cet appareil est utilisé avec un objectif macro à focale fixe de 180 mm . Les détails sur la mise en place de cet appareil sont disponibles dans la thèse de Fanny GRENNERAT [2011, chapitre 2.5.1]. Lors des essais sur les échantillons de glace colonnaire dont la surface d'analyse pour la DIC est de $9 \times 9 \text{ cm}^2$, la résolution du pixel est de l'ordre de $25 \mu\text{m}.\text{pix}^{-1}$.

Un autre dispositif optique a été utilisé grâce au service mutualisé de Grenoble INP (IRIS). Il s'agit d'un appareil photo Phase One IQ180 équipé d'un capteur CCD ($40.4 \times 54 \text{ mm}^2$) de 80 Mégapixels (7760×10328) soit des photosites de $5,2 \mu\text{m}$. La taille des photosites étant légèrement plus petite que pour le canon EOS, il est donc nécessaire d'avoir un meilleur éclairage. L'utilisation de cet appareil permet d'avoir une résolution lors des essais sur la glace colonnaire de l'ordre de $12 \mu\text{m}.\text{pix}^{-1}$ sur une surface de dimension $90 \times 90 \text{ mm}$. Cet appareil est utilisé avec un objectif 120 mm et une bague d'allonge afin que la zone utile de l'échantillon occupe un maximum de surface sur l'image. L'utilisation de cette bague diminuant la luminosité, il est donc nécessaire de faire attention à l'éclairage. L'éclairage est constitué de 2 panneaux LED posés sur la presse et 2 lampes néon derrière l'appareil photo (figure 2.1).

Le positionnement de l'appareil photo est aussi crucial pour faire une bonne corrélation d'images. Il faut que l'axe optique de l'appareil photo soit orthogonal à la surface d'analyse. Pour cela, on utilise une ouverture du diaphragme faible (entre $f/4$ et $f/10$) et on fait en sorte d'avoir un focus convenable qui donne un bon piqué sur l'ensemble de l'échantillon.

2.2.2.2 Le mouchetis

2.2.2.2.a Réalisation et caractérisation du mouchetis

Le mouchetis est un élément crucial pour réaliser une bonne corrélation d'images. Il permet de marquer la surface de l'échantillon afin de pouvoir suivre la déformation.

Pour cela, un bon mouchetis doit être bien contrasté sur une petite surface afin d'avoir un motif que l'algorithme de corrélation puisse identifier entre les 2 images [SUTTON et collab., 2009]. Une façon d'évaluer la qualité d'un mouchetis est de regarder l'étendue de l'histogramme de gris et le rayon d'auto-corrélation du mouchetis. Un bon mouchetis utilise toute l'étendue des niveaux de gris disponibles et a un rayon d'auto-corrélation à mi-hauteur de l'ordre de 2.2 à 2.5 pixel [BORNERT et collab., 2008].

La réalisation d'un bon mouchetis sur la glace est compliquée car la surface de la glace sublime au cours des essais. La solution retenue par Fanny GRENNERAT est l'utilisation d'un corps gras : le cirage à chaussure. Le cirage est appliqué sur la surface de l'échantillon préalablement grattée avec du papier de verre afin d'avoir une bonne cohésion entre le cirage et la surface de l'échantillon. Le cirage crée un film continu qui protège la surface de la sublimation.

Les figures 2.5 et 2.6 montrent les caractéristiques des mouchetis pour deux essais, le premier avec l'appareil photo Canon EOS (25 MPx) et le second avec le Phase One (80 MPx). Le Phase One permet de part sa plus haute résolution de mesurer le champ de déformation avec une résolution spatiale plus fine sur une surface donnée si la qualité du mouchetis est suffisante.

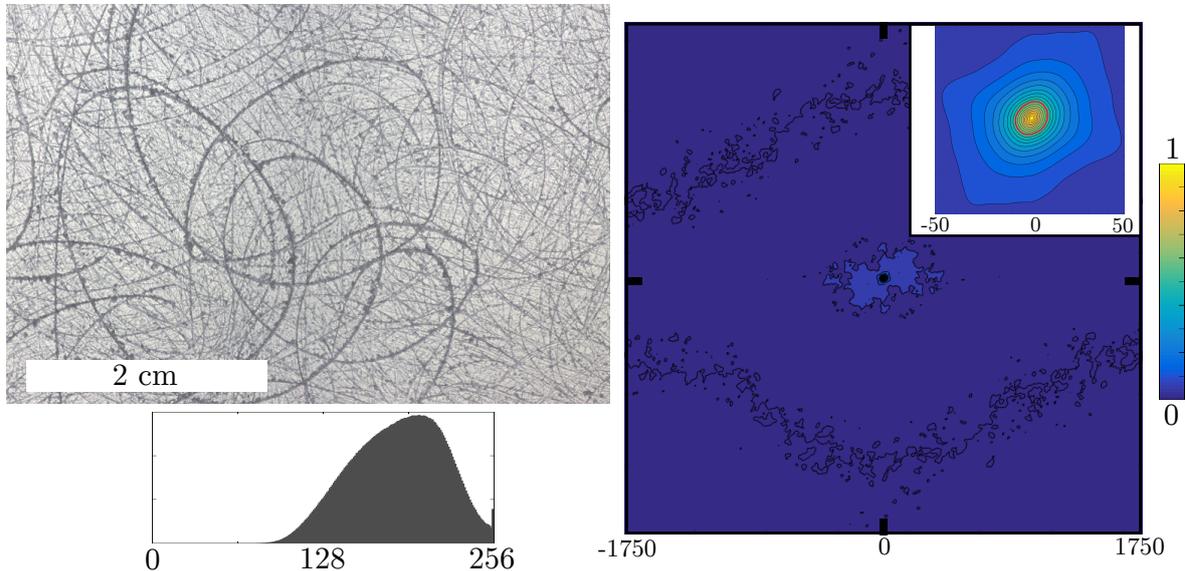


FIGURE 2.5 – Caractérisation du mouchetis pour l’essai décrit dans le chapitre 6 [CHAUVE et collab., 2015] utilisant l’appareil photo Canon EOS 24 MPx. *Gauche* : photo du mouchetis avant déformation et histogramme des niveaux de gris. *Droite* : fonction d’auto-corrélation avec en rouge le rayon d’auto-corrélation à mi-hauteur $\sim 10 px$.

Le mouchetis caractérisé sur la figure 2.5 est issu d’un essai sur une surface restreinte de l’échantillon. La résolution de la photo dans ce cas là est de $9 \mu m \cdot pix^{-1}$. L’histogramme des niveaux de gris est relativement bien étendu mais présente une légère saturation dans les blancs (i.e. 256). La fonction d’auto-corrélation est relativement isotrope et le rayon à mi-hauteur vaut environ $10 px$ soit $90 \mu m$.

Dans le second cas, l’image à une résolution de $12 \mu m \cdot pix^{-1}$ (figure 2.6). L’histogramme des niveaux de gris est moins étendu et plus sombre. De plus, la fonction d’auto-corrélation est plus anisotrope et le rayon à mi-hauteur plus grand $\sim 16 px$ soit $190 \mu m$.

D’après TRICONNET et collab. [2009], la taille de la fenêtre de corrélation p doit être supérieure à 4 fois le rayon d’auto-corrélation afin d’avoir un motif suffisamment contrasté pour trouver le même motif dans l’image déformée. En pratique, il est possible de prendre p plus petit en regardant le rayon d’auto-corrélation local R_p et l’écart-type des niveaux de gris local σ_p . Pour cela, ces paramètres sont calculés sur un ensemble de sous-images de taille $p \times p$. Le tableau 2.1 montre la moyenne (gras) et l’écart type de ces ensembles pour $p = 10, 20, 40$.

Le mouchetis de la figure 2.5 est de meilleure qualité que celui de la figure 2.6 car il a un histogramme des niveaux de gris plus large et un rayon d’auto-corrélation plus petit et ce même localement. De plus, le rayon d’auto-corrélation (figure 2.5) local a une variance relativement faible, ce qui signifie que le mouchetis est globalement de qualité identique sur l’ensemble de l’échantillon.

Il est très difficile expérimentalement de reproduire un mouchetis de la même qualité d’une expérience à l’autre. Cependant, ce type de mouchetis est convenable pour faire de la corrélation d’images même si la résolution spatiale de celle-ci peut être fortement impactée par la qualité de sa réalisation.

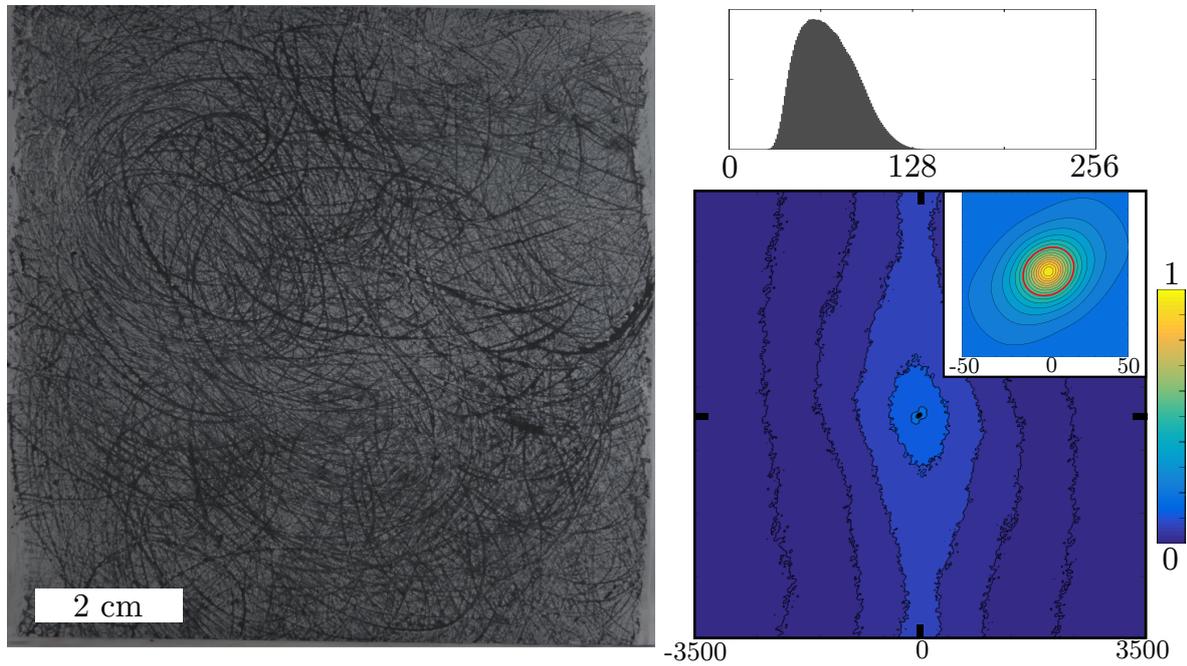


FIGURE 2.6 – Caractérisation du mouchetis pour un essai utilisant l'appareil photo Phase One 80 Mpx . *Gauche* : photo du mouchetis avant déformation. *Droite* : Histogramme des niveaux de gris et fonction d'auto-corrélation avec en rouge le rayon d'auto-corrélation à mi-hauteur $\sim 16 px$.

Échantillon	CI06	CI29
R (global)	9,7 px ($87 \mu m$)	16.4 px ($196 \mu m$)
R_{10}	1,9 px ($17 \mu m$), $0.57 px$	1.9 px ($23 \mu m$), $0.54 px$
R_{20}	3,3 px ($30 \mu m$), $0.81 px$	3,9 px ($47 \mu m$), $0.97 px$
R_{40}	4,3 px ($39 \mu m$), $1.1 px$	6,8 px ($82 \mu m$), $1.1 px$
σ (global)	33	19
σ_{10}	18 , 6,0	5 , 2,1
σ_{20}	21 , 4,5	8 , 2,0
σ_{40}	26 , 2,6	12 , 1,6

TABLEAU 2.1 – Caractérisation des mouchetis : rayon d'auto-corrélation R et écart type des niveaux de gris σ globaux et locaux en gras et écart-type associés.

2.2.2.2.b Les limites du mouchetis

Bien que le mouchetis soit de qualité raisonnable pour faire de la corrélation d'images, celui-ci possède encore quelques défauts.

L'adhésion du mouchetis sur la surface de glace est limitée par la sublimation en surface qui conduit à un décollement du mouchetis. L'utilisation d'une enceinte de confinement (figure 2.1) a permis de limiter les flux d'air en surface de l'échantillon et donc d'augmenter la durée de tenue du mouchetis à plus de 72 heures.

Un second défaut du mouchetis provient du fait que le corps gras sèche au début de l'essai. Un test a été réalisé sans contrainte afin de pouvoir évaluer l'influence du séchage du mouchetis. La figure 2.7 montre l'évolution de la déformation apparente mesurée par la DIC ainsi que l'évolution de l'écart type de ε_{yy} . Le séchage du mouchetis se caractérise par une augmentation de l'écart-type pendant les 10 premières heures alors que la déformation macroscopique apparente reste proche de 0.

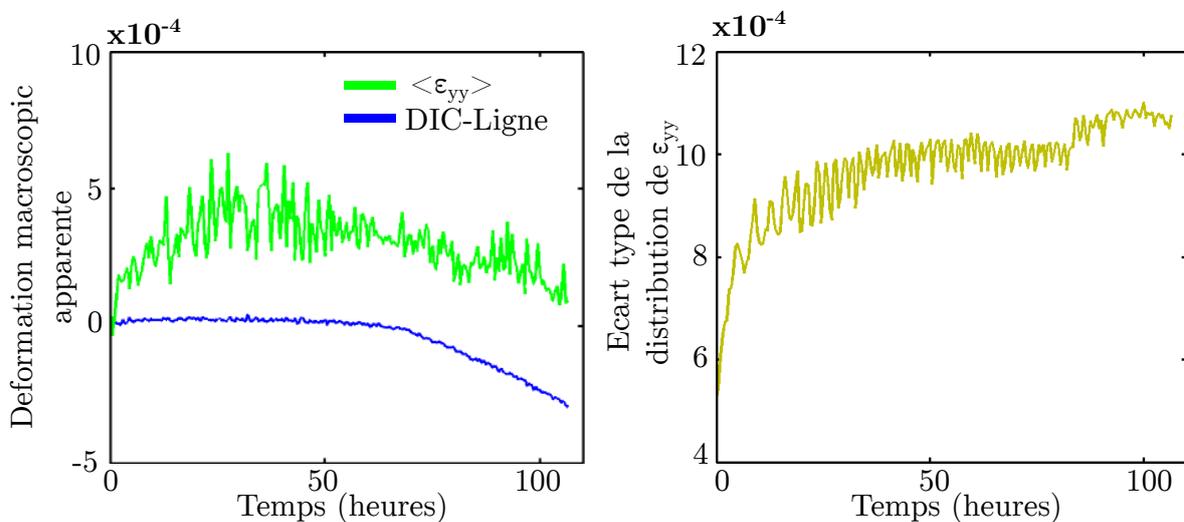


FIGURE 2.7 – Influence de séchage du mouchetis sur la corrélation d'images. *Gauche* : Déformation macroscopique apparente mesurée par DIC calculée de deux façons différentes. $\langle \varepsilon_{yy} \rangle$ est la valeur moyenne des déformations selon y et la DIC-Ligne utilise le champ de déplacement verticale v (§2.2.3.1) *Droite* : Écart type de la distribution de ε_{yy} .

Pour finir, il est important de caractériser le comportement du mouchetis en déformation. La figure 2.8 montre la déformation macroscopique obtenue avec les 2 méthodes issues de la DIC (décrite dans le paragraphe 2.2.3.1) et une mesure utilisant un capteur LVDT (Linear Variable Differential Transformer) qui sert de référence. Comme indiqué ci-dessus, notre mouchetis permet des mesures pendant environ 3 jours. L'utilisation de la méthode DIC-Ligne permet de bien mesurer la déformation macroscopique alors que la moyenne de la déformation ε_{yy} donne un résultat sous-estimé à partir de 4%. Ceci est dû au fait qu'il y a de très fortes hétérogénéités de déformation dans la glace et qu'il est difficile, dans nos conditions, d'avoir une bonne corrélation dans les zones de plus forte déformation. Ceci montre une nouvelle limite de notre mouchetis, qui n'est pas capable de donner une mesure dans les zones de forte déformation.

Tous ces résultats proviennent de corrélations entre 2 images prises aux temps $t = 0$ et t et montrent une erreur sur la mesure de la déformation de l'ordre 10^{-3} (figure 2.7). Il est aussi possible de faire de la corrélation entre 2 images prises aux temps t et $t + \delta t$, que l'on appellera "incrément de déformation". L'utilisation des incréments de déformation permet de se focaliser sur la déformation qui se produit pendant un intervalle de temps δt . Cette

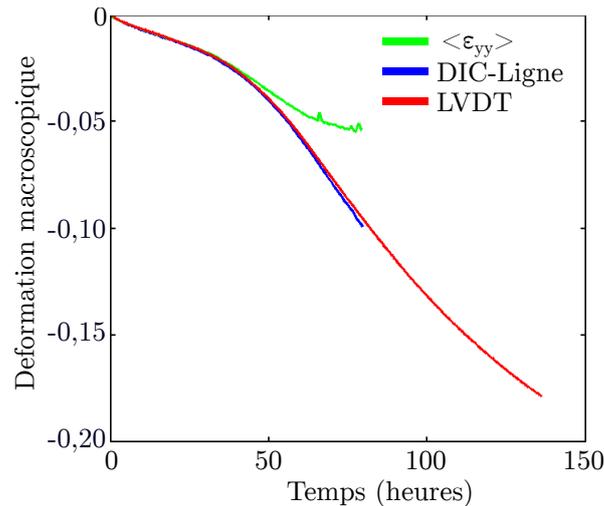


FIGURE 2.8 – Comportement du mouchetis en déformation lors d'un essai de compression jusqu'à 18%.

méthode est moins sensible au séchage du mouchetis car à chaque nouvelle corrélation, on n'est plus concerné par les erreurs précédentes. Elle peut aussi permettre d'obtenir une mesure de la déformation dans les zones de "très forte" déformation en reconstruisant la déformation globale (entre $t=0$ et t) à partir des incréments de déformation. Cependant, une telle reconstruction augmente les erreurs car chaque erreur de corrélation sur chaque intervalle δt se propage lors de la reconstruction.

2.2.2.3 Évaluation de l'erreur liée à la mesure de champs

2.2.2.3.a Erreur liée au mouchetis

Une méthode simple à mettre en œuvre pour évaluer l'erreur liée au mouchetis est de regarder la distribution de la mesure en déformation lors de la corrélation entre deux images sans déplacement ni déformation de l'éprouvette. Pour cela, avant chaque essai, une série d'images (~ 100) est prise. Cela permet de calculer, sur chaque pixel, l'écart type des différentes grandeurs mesurées par DIC. Par exemple, la figure 2.9 montre l'écart type obtenu pour la grandeur ε_{yy} . Il est intéressant de noter que l'écart type est plus élevé dans les zones où le mouchetis est constitué de larges taches noires. Ceci montre que lors de la réalisation du mouchetis, il est important d'essayer de faire un motif fin, ce qui en pratique n'est pas toujours facile.

On peut ensuite calculer la moyenne de l'écart type sur l'ensemble de la carte pour chaque composante. La figure 2.10 montre l'évolution de la moyenne de l'écart type de ε_{yy} en fonction de la taille de fenêtre. Le même jeu d'images a été utilisé 2 fois, une fois en gardant la résolution initiale (bleu) et une seconde fois en diminuant la résolution par 2 (rouge) car cela diminue grandement le temps de corrélation. On constate que la moyenne de l'écart type diminue lorsque la taille de la fenêtre de corrélation p augmente, ce qui était attendu (paragraphe 2.2.1.2). On constate aussi que la différence entre l'incertitude obtenue pour une même taille de fenêtre est similaire que l'on divise ou non la résolution de celle-ci par 2. Ceci s'explique par le fait que le rayon d'auto-corrélation de nos mouchetis est important (tableau 2.1). Par conséquent, on perd peu d'information en réduisant artificiellement la taille de nos images.

Pour conclure, le choix de la taille de la fenêtre de corrélation $p=n$ résulte d'un compromis entre le fait de vouloir la meilleure résolution spatiale possible tout en ayant une erreur

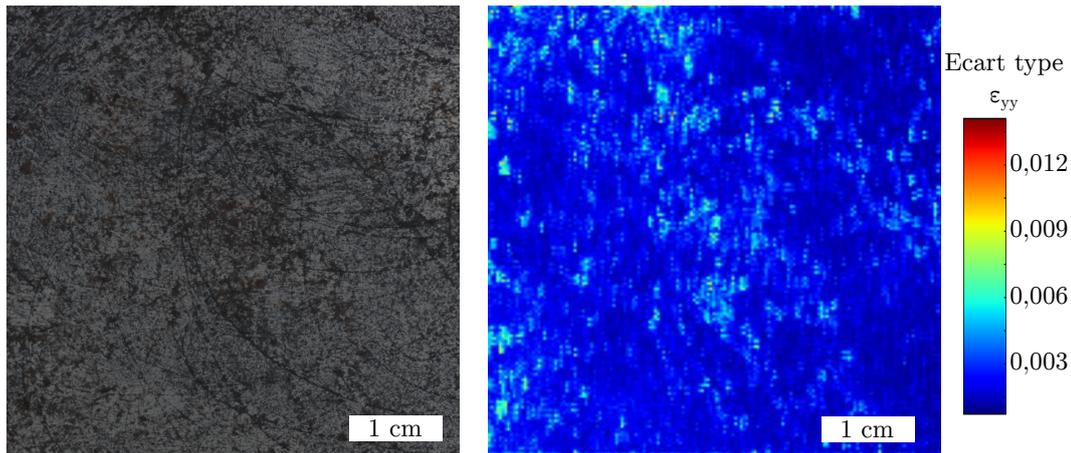


FIGURE 2.9 – Évaluation du bruit de mesure sur la composante ε_{yy} . *Gauche* : Photo du mouchetis. *Droite* : Écart type de ε_{yy} sur l'ensemble des 100 corrélations d'images pour $n=p=24$. La moyenne des déformations mesurées vaut $1,2 \cdot 10^{-5}$ et la moyenne de l'écart type vaut $2,2 \cdot 10^{-3}$.

acceptable. Ici une fenêtre de corrélation entre 0,2 et 0,3 mm qui donne des erreurs sur les champs de déformation de l'ordre de $\sigma_{\varepsilon_{yy}} \sim 2 \times 10^{-3}$, $\sigma_{\varepsilon_{xx}} \sim 2 \times 10^{-3}$ et $\sigma_{\varepsilon_{xy}} \sim 2,5 \times 10^{-3}$, ce qui est acceptable.

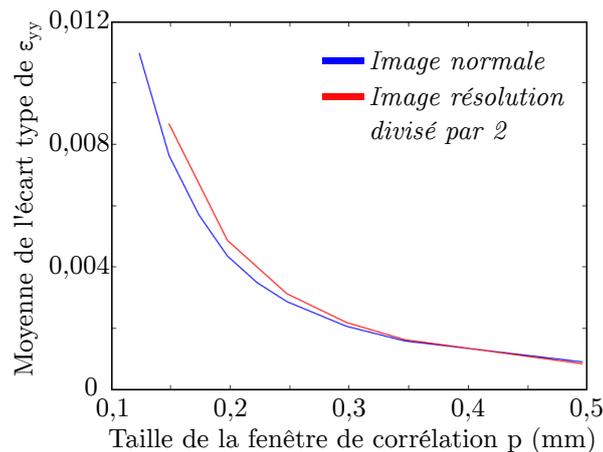


FIGURE 2.10 – Influence de la taille de fenêtre $n=p$ sur le bruit de mesure pour la composante ε_{yy} . Le même jeu d'image a été utilisé 2 fois, une fois en gardant la résolution initiale (bleu) et une seconde fois en diminuant la résolution par 2 (rouge).

2.2.2.3.b Les déformations hors plan

Les déformations hors plan peuvent être une autre source d'erreur importante lors de nos essais.

GRENNERAT [2011, Chapitre 2.5.8.4] a réalisé un essai en utilisant la stéréo-corrélation pour mesurer le champ de déplacement 3D d'une surface 2D. Les résultats montrent pour des échantillons de glace colonnaire que l'écart type du déplacement selon z est de l'ordre de 0,15 mm pour une déformation macroscopique d'environ 1%. Ceci induit une déformation apparente de l'ordre de $2 \cdot 10^{-4}$, ce qui est un ordre de grandeur en dessous par rapport à l'erreur liée au mouchetis (figure 2.10).

L'erreur due à la déformation hors plan peut donc être négligée d'autant plus que nos analyses sont souvent réalisées pour des incréments de déformation de l'ordre de 0,1 ou 0,2% et que nos déformations macroscopiques dépassent rarement 5%.

2.2.3 L'utilisation de la mesure de champs

La DIC permet d'obtenir les champs de déplacement (u, v) ainsi que le tenseur des déformations \mathbf{E} . Dans cette partie, nous décrivons les différentes utilisations qui sont faites de ces données.

2.2.3.1 La déformation macroscopique

Il est possible de calculer la déformation macroscopique selon la direction \mathbf{y} , de deux façons différentes.

La première est d'utiliser le champ ε_{yy} et de calculer sa moyenne sur l'ensemble de l'échantillon que l'on note $\langle \varepsilon_{yy} \rangle$.

La seconde façon est d'utiliser le champ de déplacement vertical v . On prend le déplacement moyen le long d'une ligne en haut de l'image auquel on soustrait le déplacement moyen le long d'une ligne en bas de l'image, puis on divise cette valeur par la distance entre les deux lignes h . Ce calcul nous donne la déformation macroscopique selon \mathbf{y} que l'on appelle DIC-ligne :

$$DIC - ligne = \frac{\langle v \rangle_{ligneduhaut} - \langle v \rangle_{lignedubas}}{h} \quad (2.8)$$

On a vu dans la section 2.2.2.2.b que la DIC-ligne donne un résultat cohérent avec la mesure par LVDT alors que la $\langle \varepsilon_{yy} \rangle$ sous estime la déformation quand la déformation macroscopique devient supérieure à 4%.

2.2.3.2 Le tenseur des déformations

Le tenseur des déformations obtenu grâce à la DIC se limite aux composantes planes :

$$\mathbf{E} = \begin{pmatrix} \varepsilon_{xx} & \varepsilon_{xy} & \# \\ \varepsilon_{xy} & \varepsilon_{yy} & \# \\ \# & \# & \# \end{pmatrix}_{xyz} \quad (2.9)$$

Il est possible de calculer un équivalent plan (2D) de la déformation équivalente de Von Mises via :

$$\varepsilon_{eqVM} = \sqrt{\frac{2}{3} (\varepsilon_{xx}^2 + \varepsilon_{yy}^2 + 2\varepsilon_{xy}^2)} \quad (2.10)$$

Une autre représentation choisie est la représentation des déformations dans le repère des déformations principales décrit par les vecteurs $\mathbf{e}_1\mathbf{e}_2\mathbf{e}_3$. Pour cela il suffit de diagonaliser le tenseur de déformation \mathbf{E} :

$$\mathbf{E} = \begin{pmatrix} \varepsilon_1 & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_2 & 0 \\ 0 & 0 & \# \end{pmatrix}_{\mathbf{e}_1\mathbf{e}_2\mathbf{e}_3} \quad (2.11)$$

2.2.3.3 Le tenseur des rotations solides

Le tenseur des rotations solides Ω a aussi été utilisé. Dans le cas de la DIC, seule la composante ω_{xy} est non nulle. Elle s'obtient dans l'hypothèse des petites rotations par :

$$\omega_{xy} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u}{\partial y} - \frac{\partial v}{\partial x} \right) \quad (2.12)$$

La figure 2.11 montre les différentes composantes du champ de déformation, du champ de rotation solide et les directions principales du champ de déformation obtenues lors de la déformation d'un polycristal de glace colonnaire dans le chapitre 6 [CHAUVE et collab., 2015].

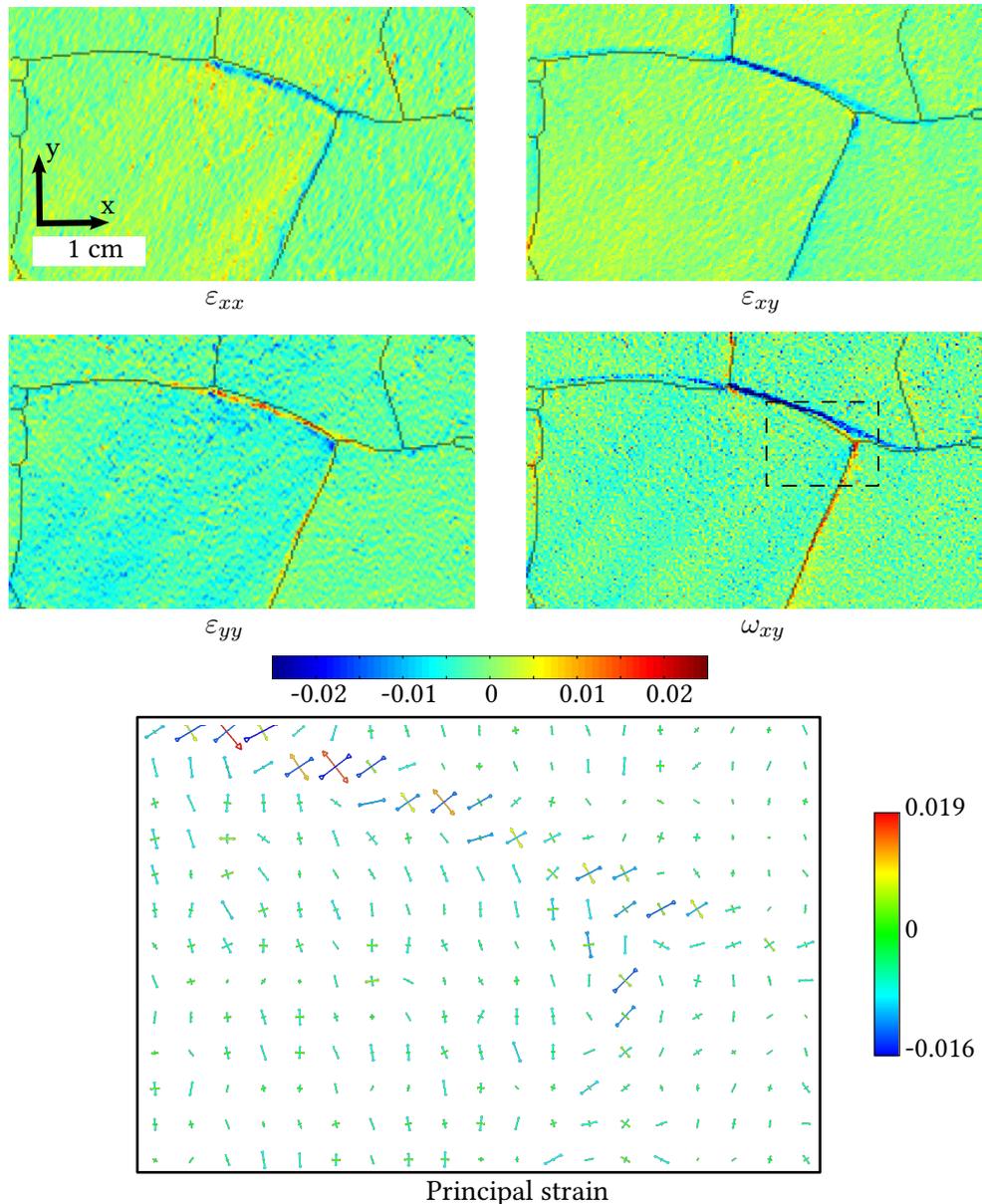


FIGURE 2.11 – Exemple de champs de déformation mesurés par DIC extrait du chapitre 6 [CHAUVE et collab., 2015] Haut : Cartes de déformation pour les composantes ε_{xx} , ε_{yy} , ε_{xy} , et ω_{xy} (en radian - $0.02 \Leftrightarrow 1^\circ$) mesurées entre 0% et 0.1% (résolution spatiale $0.22 \text{ mm}\cdot\text{pix}^{-1}$, résolution en déformation $\sigma_{\varepsilon_{xx}} = 2.2 \times 10^{-3}$, $\sigma_{\varepsilon_{yy}} = 1.6 \times 10^{-3}$, $\sigma_{\varepsilon_{xy}} = 2.6 \times 10^{-3}$ et $\sigma_{\omega_{xy}} = 2.8 \times 10^{-3}$). La microstructure initiale est superposée aux champs obtenus. Bas : Directions principales du champ de déformation pour la surface délimitée par le rectangle en pointillés. Afin de rendre la figure plus claire la résolution spatiale est de $0.66 \text{ mm}\cdot\text{pix}^{-1}$.

2.3 La mesure des orientations cristallographiques

La mesure de l'orientation cristallographique du cristal de glace peut se faire en utilisant différents outils expérimentaux, de la mesure historique utilisant les propriétés optiques de la

glace, aux mesures de diffraction X nécessitant une importante infrastructure, en passant par le **Microscope Électronique à Balayage (MEB)** via la diffraction des électrons retrodiffusés, **EBSD**.

Dans cette thèse, seules les mesures optiques et les mesures **EBSD** ont été utilisées. Dans cette partie, on décrit le fonctionnement de ces deux méthodes ainsi que les outils utilisés pour analyser les données.

2.3.1 Mesure optique

2.3.1.1 Principe de la mesure optique

La mesure optique est la technique historique utilisée pour obtenir l'orientation du cristal de glace. Elle utilise la propriété de biréfringence de celui-ci. Cette propriété permet d'obtenir l'orientation de l'axe cristallographique **c** mais ne permet pas d'obtenir l'orientation complète du cristal car la propagation de la lumière est isotrope dans le plan de base (0001). Cependant, grâce à la simplicité de l'outil (2 polariseurs croisés suffisent) qui est facilement transportable sur les lieux de forage (Antarctique, Groenland) et du fait de l'isotropie des propriétés élastiques et plastiques dans le plan basal [**DUVAL et collab., 1983**], l'orientation de l'axe **c** est l'information de premier ordre nécessaire à la caractérisation des microstructures et des textures.

Pour obtenir l'orientation de l'axe **c**, on mesure successivement l'intensité lumineuse en faisant tourner une lame mince de glace ($\sim 0,3$ à $0,7$ mm d'épaisseur) entre 2 polariseurs croisés. On obtient ainsi une courbe de l'intensité lumineuse en fonction de l'angle de rotation de la lame mince. Cette courbe est caractéristique de l'orientation de l'axe **c** et une régression appropriée de celle-ci permet d'obtenir l'orientation de l'axe **c**. Plus de détails sur la mesure d'orientation utilisant la propriété de biréfringence de la glace peuvent être trouvés dans **PANOZZO-HEILBRONNER et BARRETT [2014]**[chapitre 21].

En pratique, nous utilisons un **AITA** développé par D. Russell-Head et C. Wilson [**WILSON et collab., 2007**] qui permet d'effectuer les mesures d'orientations sur de larges surfaces (jusqu'à 10×10 cm²) avec une résolution spatiale pouvant descendre jusqu'à 5 μ m et une résolution angulaire autour de 3° . On obtient ainsi l'orientation des axes **c** donnée par 2 angles (figure 2.12) :

- colatitude Φ qui est l'angle entre **c** et **z**
- azimuth Θ qui est l'angle entre la projection de **c** sur le plan xOy et **x**

Dans cette thèse, les angles d'Euler sont choisis pour définir l'orientation cristallographique. Les angles d'Euler décrivent le passage du repère fixe $Oxyz$ au repère de l'orientation du cristal $Ox'y'z'$. En cristallographie, la convention de Bunge est la plus usuelle [**BUNGE, 2013**]. Elle se décompose en 3 rotations (figure 2.13) :

- la rotation ϕ_1 , autour de l'axe Oz , fait passer de $Oxyz$ au référentiel $Ouvw$ (bleu)
- la rotation ϕ , autour de l'axe Ou , fait passer de $Ouvw$ à $Ouwz'$ (vert)
- la rotation ϕ_2 , autour de l'axe Oz' , fait passer de $Ouwz'$ au référentiel $Ox'y'z'$ (rouge)

2.3.1.2 Exploitation des données

Les cartes obtenues avec l'**AITA** permettent d'extraire la microstructure de l'échantillon (taille des grains, forme des grains, ...) en effectuant un traitement d'image par le biais d'une toolbox **MATLAB™** développée au laboratoire, suivi d'une reprise manuelle sous ImageJ. Les

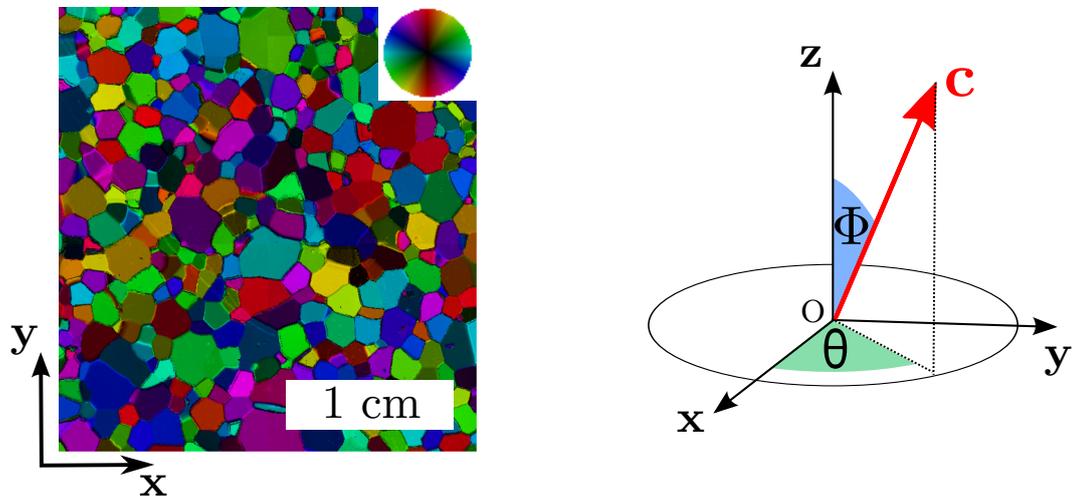


FIGURE 2.12 – *Gauche* : Figure d'orientation obtenue avec l'AITA et l'échelle de couleurs associée qui correspond à la projection stéréographique de l'axe \mathbf{c} dans le plan (xOy) en haut à droite. *Droite* : Définition de l'azimuth θ et de la colatitude Φ mesurés par l'AITA.

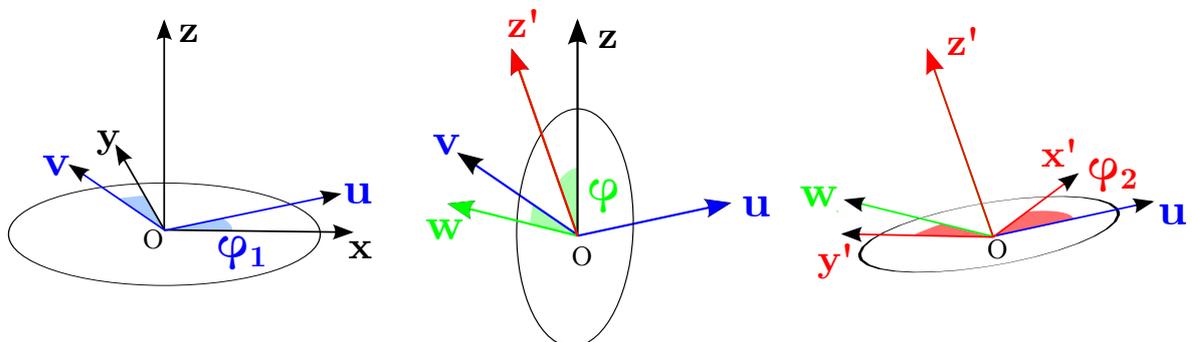


FIGURE 2.13 – Définition des angles d'Euler dans la convention de Bunge.

traitements associés à la microstructure sont principalement réalisés avec la **toolbox PolyLX** développée pour MATLAB™ par **Ondrej Lexa**.

Les mesures **AITA** permettent aussi de travailler sur les orientations en traçant la figure de pôle des axes **c** ou des profils de désorientations par exemple. Pour ce type de traitements, nous utilisons nos propres outils qui permettent dans le cas restreint où l'on connaît seulement un axe cristallographique (2 angles) plutôt qu'une orientation cristallographique (3 angles) de travailler sur ces données. Les outils développés sont écrits en Python et disponibles sur **GitHub** (<https://github.com/ThomasChauve/aita>). Il sont facilement utilisables lorsque l'on connaît seulement un axe cristallographique.

2.3.2 Mesure par microscopie électronique à balayage : EBSD

2.3.2.1 Principe de la mesure EBSD

Les mesures **EBSD** permettent de cartographier l'orientation cristallographique en surface d'un échantillon. Pour cela, l'échantillon préalablement poli est placé dans un **MEB**. Le principe de l'**EBSD** est de regarder le cliché de diffraction produit par les électrons rétro-diffusés sur les premières couches atomiques en surface de l'échantillon. Pour avoir une diffraction efficace, la surface de l'échantillon est inclinée à 70° par rapport au flux des électrons incidents. La diffraction de ces électrons forme les bandes de Kikuchi qui sont caractéristiques du réseau cristallin et de l'orientation de celui-ci (figure 2.14). L'indexation de ces bandes permet d'obtenir la phase du cristal ainsi que l'orientation de celui-ci. Un balayage de l'échantillon sur toute sa surface permet d'avoir une carte d'orientations.

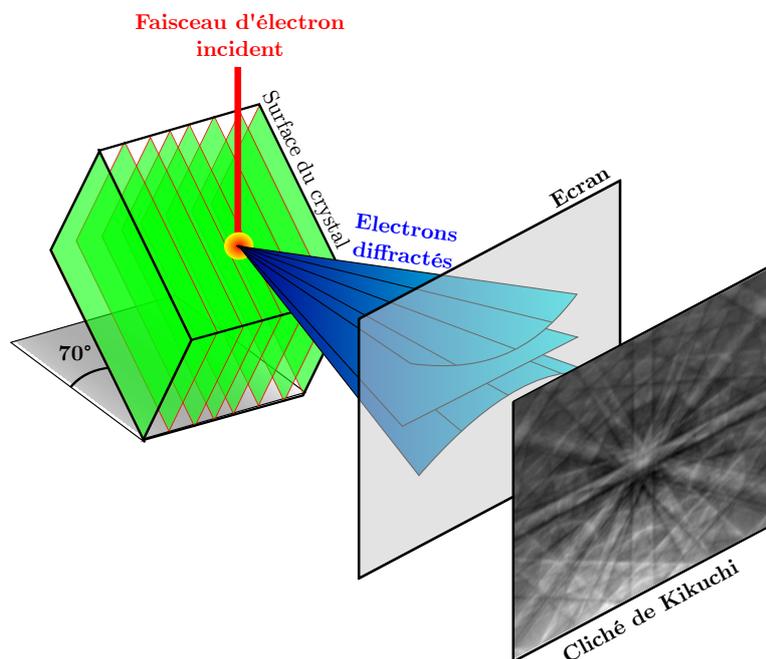


FIGURE 2.14 – Schéma de principe de la mesure **EBSD**.

Les mesures **EBSD** s'effectuent en collaboration avec Géosciences Montpellier. Le **MEB** utilisé est un Crystal Probe qui a la particularité d'avoir le faisceau des électrons incidents incliné et par conséquent l'échantillon est horizontal. Un système de refroidissement a été adapté sur le microscope afin de garder l'échantillon autour de -100°C pendant l'analyse (figure 2.15).

La qualité de l'analyse est très dépendante de la surface de l'échantillon. Dans le cas de la glace, les échantillons sont préalablement préparés avec un microtome en chambre froide



FIGURE 2.15 – Microscope électronique CrystalProbe pour l’EBSD de Géosciences Montpellier. [1] Canon à électron incliné à 70° . [2] Camera pour prendre les clichés de Kikuchi. [3] Porte échantillon refroidi à -100°C . [4] Circuit de refroidissement à l’azote. [5] Échantillon de glace.

à Grenoble puis stockés à -25°C pendant le transport à Montpellier. Pour finir, l’échantillon est précautionneusement raclé avec une lame de microtome dans un congélateur à -60°C juste avant sa mise en place dans le MEB pour l’analyse.

Il est également important de bien ajuster les conditions d’analyses afin de garder une surface de bonne qualité tout au long de la mesure (~ 4 heures). Les conditions d’utilisation sont une tension d’accélération de 15 kV , le courant de la sonde de l’ordre de 3 nA , une distance de travail de 25 mm et un vide de 1 Pa . Un bon ajustement de la température de l’échantillon est nécessaire afin de minimiser la sublimation de l’échantillon. Une température de -100°C donne de bons résultats comme préconisée par WEIKUSAT et collab. [2011a].

Toutes ces précautions permettent d’obtenir des cartes EBSD sur une surface de l’ordre de $2 \times 1\text{ cm}^2$ avec un bon pourcentage de la surface indexée ($> 85\%$). Dans cette thèse, les cartes réalisées ont une résolution spatiale de 20 et $5\ \mu\text{m}$, mais il est techniquement possible d’avoir une résolution de $0.1\ \mu\text{m}$ mais cela augmente considérablement les temps de mesure si l’on veut couvrir une surface suffisante, et donc l’endommagement de la surface. La résolution angulaire obtenue est de l’ordre de 0.7° [RANDLE, 1992] mais la résolution angulaire relative entre deux orientations adjacentes est meilleure.

2.3.2.2 Outils pour l’exploitation des données

MTEX est une toolbox MATLAB™ open source qui permet de traiter les données issues de l’EBSD. Les traitements ont quasiment tous été réalisés avec cette toolbox. Nous donnons ici la définition de quelques grandeurs usuelles et nous nous attardons sur des traitements plus "sophistiqués" des données EBSD.

Kernel Average Misorientation (KAM) est une mesure locale de la désorientation. Il est calculé en prenant la moyenne de la désorientation angulaire entre le pixel de référence et les pixels voisins (figure 2.16). Cette représentation permet de mettre en évidence les sous-joints de grains et peut être considérée comme un proxy à la densité de **dislocations géométriquement nécessaires –ou Geometrically Necessary Dislocations– (GND)**.

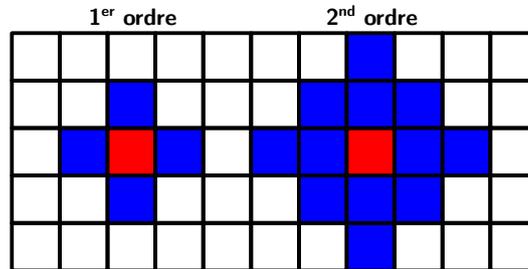


FIGURE 2.16 – Principe de calcul du **KAM** premier ordre (gauche) et second ordre (droite). Le pixel rouge correspond à l'orientation de référence et les pixels bleus correspondent aux orientations voisines.

Grain Orientation Spread (GOS) est calculé comme la moyenne des désorientations dans un grain par rapport à l'orientation moyenne du grain. Un calcul de **GOS** donne une valeur (un angle) par grain. Cette grandeur peut être utilisée comme proxy à la désorientation intra-granulaire. Cependant il est important d'être conscient des erreurs d'interprétation qui peuvent être commises en utilisant cette grandeur. Il est possible d'avoir un **GOS** identique et plus de **GND** dans un cas que dans l'autre (figure 2.17, cas 1 et 2). Il est aussi possible d'avoir un **GOS** différent et la même quantité de **GND** (figure 2.17, cas 1 et 3).

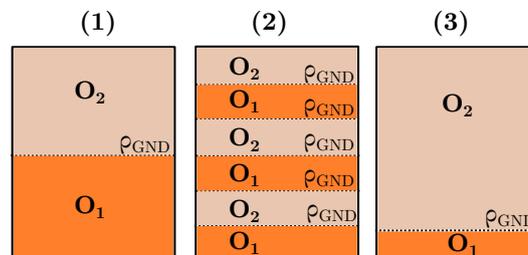


FIGURE 2.17 – Mise en garde pour l'interprétation du **GOS**. On représente 3 grains avec des sous-structures différentes. O_1 et O_2 sont deux orientations différentes dont l'interface nécessite ρ_{GND} dislocations. Les cas (1) et (2) ont la même valeur du **GOS** mais une densité de **GND** différente alors que les cas (1) et (3) ont une valeur différente du **GOS** mais la même densité de **GND**.

2.3.2.2.a Caractérisation des sous-joints de grains

On peut caractériser les sous-joints de grains grâce aux mesures **EBSD**. On peut, par exemple, tracer le long d'un segment orthogonal au sous-joint de grains, le profil de désorientation par rapport à l'orientation initiale et le gradient de désorientation le long du même segment (figure 2.18).

On peut également représenter l'axe de rotation du sous-joint dans une figure de pôle avec la trace du sous-joint et l'orientation cristallographique du grain (figure 2.18). Cette représentation permet, moyennant une hypothèse sur l'orientation du plan du sous-joint de grains, de caractériser le type de sous-joint. Par exemple, pour le sous-joint de grains #P1

(figure 2.18), il est probable que le plan du sous-joint de grains soit orthogonal à la surface de mesure (glace colonnaire). Ce sous-joint est caractéristique d'un sous-joint de flexion. Les sous-joints de flexion sont bien caractérisés dans la glace comme étant constitués de dislocations basales de type coin [MONTAGNAT et collab., 2011; PIAZOLO et collab., 2008; WEIKUSAT et collab., 2011b].

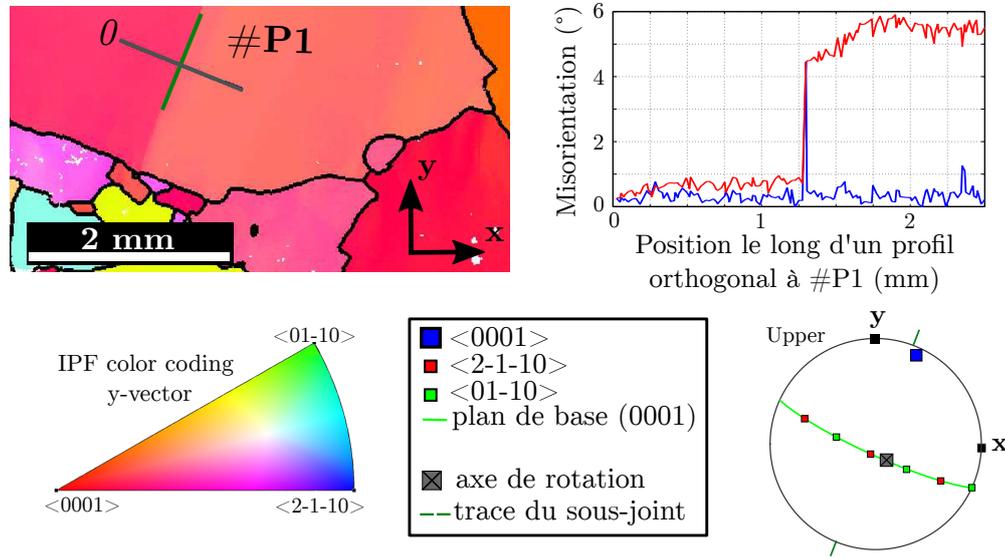


FIGURE 2.18 – Caractérisation du sous-joint de grains #P1. Carte d'orientations : en noir sont représentés les joints de grains (7°), en vert la trace du sous-joint de grains #P1 et en gris un profil orthogonal à la trace. Le profil de désorientation par rapport à l'orientation initiale (rouge) et le gradient de désorientation (bleu) le long du segment gris sont montrés sur les courbes à droite. La figure de pole associée au sous-joint de grains #P1 est tracée en bas à droite avec l'orientation du grain, l'axe de rotation et la trace du sous-joint de grains.

2.3.2.2.b Le tenseur Nye

Dans la théorie des dislocations, le tenseur de la densité de dislocations (tenseur de Nye α , NYE [1953]) est défini comme le rotationnel du tenseur de distorsion élastique U_e (équation 2.13).

$$\alpha = \text{rot}(U_e) \quad (2.13)$$

Si α est non nul, cela signifie que U_e est incompatible et donc que le déplacement élastique est discontinu. Ces discontinuités résultent de la présence de dislocations. Le tenseur de Nye α peut se décomposer en une partie symétrique ε_e (le tenseur des déformations élastiques) et une partie anti-symétrique ω_e (le tenseur des rotations élastiques).

$$\alpha = \text{rot}(\varepsilon_e) + \text{rot}(\omega_e) \quad (2.14)$$

La partie anti-symétrique ω_e s'exprime en fonction du tenseur de courbure élastique $k_e = \text{grad}(\Omega_e)$ ou Ω_e est le vecteur de rotation élastique. L'équation 2.14 devient :

$$\alpha = \text{rot}(\varepsilon_e) + \text{tr}(k_e)\mathbf{I} - k_e^t \quad (2.15)$$

ou $\text{tr}(\mathbf{A})$ et \mathbf{A}^t représentent la trace et la transposée de \mathbf{A} .

En pratique, les cartes EBSD fournissent une mesure discrète de l'orientation cristalline. On peut calculer le tenseur des courbures à partir de ces cartes d'orientations. La différence

entre 2 orientations A et B est équivalente à la rotation permettant de passer du cristal A au cristal B. Cette rotation peut être définie par un angle $\Delta\theta$ et un axe \vec{r} . Le vecteur des désorientations s'écrit alors $\Delta\theta_i = \Delta\theta r_i$. Le tenseur de courbure élastique entre 2 orientations A et B espacées d'un vecteur de Δx s'écrit :

$$k_{ij}^e = \frac{\Delta\theta_i}{\Delta x_j} \quad (2.16)$$

Les cartes 2D d'orientations obtenues par EBSD permettent d'obtenir 6 composantes du tenseur de courbure élastique pour $i = 1, 2, 3$ et $j = 1, 2$. Le tenseur des déformations élastiques ne peut être évalué avec de l'EBSD classique et est par conséquent très souvent négligé [BEAUSIR et FRESSENGEAS, 2013; EL-DASHER et collab., 2003; FIELD et collab., 2005; PANTLEON, 2008]. Il existe des techniques utilisant de l'EBSD haute résolution qui permettent, en mesurant le déplacement entre 2 clichés de Kikuchi, d'accéder au tenseur des déformations élastiques [KACHER et collab., 2009; VILLERT et collab., 2009; WILKINSON et collab., 2006]. Dans le cas des mesures effectuées sur la glace, nous négligeons les déformations élastiques.

$$\alpha \simeq tr(\mathbf{k}_e)\mathbf{I} - \mathbf{k}_e^t \quad (2.17)$$

A partir des 6 composantes du tenseur de courbure élastique k_e , on peut alors obtenir 5 composantes du tenseur de Nye α :

$$\begin{aligned} \alpha_{12} &= k_{21} \\ \alpha_{13} &= k_{31} \\ \alpha_{21} &= k_{12} \\ \alpha_{23} &= k_{32} \\ \alpha_{33} &= -k_{11} - k_{22} \end{aligned} \quad (2.18)$$

Les composantes du tenseur de Nye ainsi obtenues permettent de cartographier en réalité une borne inférieure de la densité de GND. Il est important de noter que cet outil est dépendant du pas de mesure Δx . Il faut donc faire attention à comparer des mesures faites avec la même résolution spatiale.

2.3.2.2.c Les "Weighed Burgers Vectors"

Le WBV est un outil qui permet, à partir de carte d'orientations comme celle obtenue par EBSD, de donner une borne inférieure à la densité de GNDs ainsi que de contraindre la nature des GNDs. Le calcul du WBV est basé sur le calcul des composantes du tenseur de Nye α accessible à partir d'une carte 2D mais propose une représentation de ce résultat sous forme d'un vecteur qui est plus visuelle et facilite l'interprétation de ce tenseur. Cet outil a été développé par WHEELER et collab. [2009].

La construction du WBV est similaire à celle d'un vecteur de Burgers. Le vecteur de Burgers est défini comme le vecteur nécessaire pour fermer un circuit initialement fermé dans un cristal parfait et qui se trouve ouvert lorsqu'il enlace une ligne de dislocation. Cependant, dans le cas du WBV, le contour est réalisé autour d'une partie de l'échantillon, et sur les mesures d'orientations du cristal obtenues par EBSD. Le WBV contraint donc la nature et la densité de ces des GNDs à l'intérieur du contour.

Dans la suite, on conserve les notations utilisées par WHEELER et collab. [2009] afin que le lecteur puisse se référer facilement à l'article. L'orientation du cristal donnée par les angles d'Euler peut s'écrire sous la forme d'une matrice de passage entre le référentiel de l'échantillon R composé des vecteurs e_α et du référentiel associé au cristal R^c composé des vecteurs e_i :

$$\mathbf{e}_i = E_{i\alpha} \mathbf{e}_\alpha \quad (2.19)$$

Ici la notation d'Einstein est utilisée impliquant la sommation sur les indices répétés. De plus, on choisit d'utiliser des indices latins lorsque les vecteurs ou tenseurs sont exprimés dans le référentiel cristallographique et grec pour le référentiel de l'échantillon.

Supposons un contour fermé, dans l'espace réel et un incrément dx_α le long de ce parcours. Cet incrément est relié à un incrément dX_i dans l'espace de l'échantillon par :

$$dX_i = E_{i\alpha} dx_\alpha \quad (2.20)$$

Si en intégrant le long du parcours fermé on ne retourne pas au point de départ, cela traduit la présence de dislocations et le vecteur de Burgers est donné par :

$$B_i = - \oint dX_i = - \oint E_{i\alpha} dx_\alpha \quad (2.21)$$

Cette équation devient en utilisant le théorème de Stokes :

$$B_i = - \int \epsilon_{\gamma\beta\alpha} E_{i\alpha,\beta} dS_\gamma \equiv \int \alpha_{i\gamma} dS_\gamma \quad (2.22)$$

où S est une surface délimitée par le contour fermé, $\epsilon_{\gamma\beta\alpha}$ est le symbole de Levi-Civita (+1 si (i, j, k) est $(1, 2, 3)$, $(2, 3, 1)$ ou $(3, 1, 2)$; -1 si (i, j, k) est $(3, 2, 1)$, $(1, 3, 2)$ ou $(2, 1, 3)$, 0 autrement) et la virgule représente une dérivée partielle.

On note ici que le vecteur de Burgers est relié au tenseur de Nye α . Le tenseur de Nye peut être directement relié au type de dislocations ainsi qu'à la densité de GNDs. Si il y a N types de dislocations, chacune caractérisée par un vecteur de Burgers \mathbf{b} , un vecteur unité \mathbf{l} colinéaire à la ligne de dislocation et une densité ρ , le tenseur de Nye α s'exprime aussi comme :

$$\alpha_{i\gamma} = \sum_N \rho^{(N)} b_i^{(N)} l_\gamma^{(N)} \quad (2.23)$$

Etant donné que les données 2D obtenues en EBSD ne fournissent pas l'intégralité du tenseur de Nye, il n'est pas possible de résoudre intégralement le champ de GNDs. [WHEELER et collab. \[2009\]](#) prennent le parti d'utiliser seulement les composantes α_{i3} , qui sont la projection du tenseur de Nye sur l'axe \mathbf{e}_3 (axe perpendiculaire à la surface de mesure).

$$\alpha_{i3} = \sum_N \left[\rho^{(N)} l_3^{(N)} \right] b_i^{(N)} \quad (2.24)$$

Le terme entre crochets correspond à la densité de dislocations pondérée par l_3 qui est la projection de la ligne de dislocation sur la direction perpendiculaire à la surface de mesure \mathbf{e}_3 (entre 0 et 1). Ceci explique le terme "Weighted" dans [WBV](#).

Le [WBV](#) est alors construit comme :

$$W_i = \alpha_{i3} \quad (2.25)$$

Il est important de noter que dans cette formulation, toute l'information disponible à partir de carte [EBSD](#) 2D n'est pas utilisée [[PANTLEON, 2008](#)] (équation 2.18).

Cependant cette représentation d'une partie du tenseur de Nye sous la forme d'un vecteur qui est directement lié au vecteur de Burgers dans le référentiel cristallographique par l'équation 2.24 permet de contraindre la direction de la partie des GNDs qu'elle caractérise. Ainsi le [WBV](#) peut être utilisé pour déterminer la nature de ces GNDs qui composent les sous-structures comme les sous-joints de grains, sans prétendre caractériser l'ensemble des GNDs présentes.

2.4 Expériences numériques

Les outils de modélisation du comportement de matériau ont été utilisés avec pour objectif de mieux comprendre l'impact de la germination des nouveaux grains sur le comportement mécanique et en particulier les champs de contrainte et de déformation, mais aussi sur le développement des textures de recristallisation au cours des essais de fluage de la glace (chapitre 8). Pour cela des "expériences numériques" ont été imaginées afin de pouvoir explorer le lien entre germination, déformation et développement de textures. Étant donné les fortes hétérogénéités de déformation et de contrainte qui se développent lors de la déformation de la glace polycristalline, il est nécessaire d'utiliser un modèle à *champ complet*, où la microstructure est représentée de façon discrète pour pouvoir discuter de la germination qui va être sensible aux paramètres locaux de la déformation et de la contrainte. Les modèles aux éléments finis ou basés sur les FFT répondent à cette exigence. De plus le très grand nombre de simulations envisagé a logiquement orienté le choix vers les modèles FFT qui sont numériquement plus rapides [PRAKASH et LEBENSOHN, 2009].

Les simulations ont été réalisées avec le modèle CraFT développé par MOULINEC et SUQUET [1998] pour lequel SUQUET et collab. [2012] ont développé une formulation élasto-viscoplastique (EVP) adaptée à la glace. Dans cette partie, nous décrivons la loi de comportement élasto-viscoplastique de la glace et donnons quelques clés sur l'algorithme de résolution implémenté dans CraFT [SUQUET et collab., 2012].

2.4.1 La loi d'écoulement élasto-viscoplastique avec écrouissage cinématique

Le modèle de plasticité cristalline est basé sur le travail de CASTELNAU et collab. [2008]. Il a été adapté par SUQUET et collab. [2012] afin de prendre en compte l'écrouissage cinématique et une répartition satisfaisante des activités des systèmes de glissement, ainsi que leur évolution, en comparaison des mesures expérimentales. Cette loi permet une bonne reproduction du fluage primaire de la glace, jusqu'à 1% de déformation [GRENNERAT et collab., 2012].

La déformation totale est décomposée en sa composante élastique $\boldsymbol{\varepsilon}^e$ et sa composante plastique $\boldsymbol{\varepsilon}^{vp}$. La déformation plastique $\boldsymbol{\varepsilon}^{vp}$ résulte du glissement des dislocations sur différents plans de glissement, qui est modélisé par un taux de cisaillement $\gamma^{(k)}$ associé à chaque système de glissement caractérisé par le tenseur de Schmid $\boldsymbol{\mu}^{(k)}$.

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \boldsymbol{\varepsilon}^e + \boldsymbol{\varepsilon}^{vp}, \quad \boldsymbol{\varepsilon}^e = \mathbf{L} : \boldsymbol{\sigma}, \quad \boldsymbol{\varepsilon}^{vp} = \sum_{k=1}^{n_s} \gamma^{(k)} \boldsymbol{\mu}^{(k)} \quad (2.26)$$

où \mathbf{L} est le tenseur de souplesse élastique (\mathbf{C}^{-1}) et n_s est le nombre de systèmes de glissement. Le tenseur de Schmid $\boldsymbol{\mu}^{(k)}$ associé au système de glissement k s'exprime à partir de la direction du vecteur de Burgers \mathbf{m} et de la normale au plan de glissement \mathbf{n} comme :

$$\boldsymbol{\mu}^{(k)} = \frac{1}{2} (\mathbf{n} \otimes \mathbf{m} + \mathbf{m} \otimes \mathbf{n}) \quad (2.27)$$

Afin de pouvoir permettre la déformation du cristal selon toutes les directions, il est nécessaire d'avoir au moins 5 systèmes de glissement indépendant [HUTCHINSON, 1977]. Dans la glace, le système de glissement basal est le plus actif. Quelques évidences de dislocations se propageant dans le système prismatique ont également été observées. Néanmoins, ces systèmes de glissement ne sont composés que de 4 systèmes indépendants. Par conséquent, le système de glissement pyramidal a été supposé pour fournir un cinquième système

indépendant. Les 12 systèmes de glissement implémentés dans la loi de comportement de la glace sont représentés sur la figure 1.6 :

- 3 systèmes de glissement facile sur le plan basal, dont 2 indépendants
- 6 systèmes de glissement prismatiques, ajoutant 2 systèmes indépendants supplémentaires
- 6 systèmes de glissement pyramidaux, ajoutant un 5^{ième} système indépendant.

La vitesse de glissement dans le système (k) est liée à la cission résolue dans le plan de glissement $\tau^{(k)}$. De plus, la loi de comportement prend en compte l'écroissage cinématique introduit via un terme de contrainte interne directionnelle $X^{(k)}$ [SUQUET et collab., 2012].

$$\dot{\gamma}^{(k)} = \dot{\gamma}_0^{(k)} \left(\frac{|\tau^{(k)} - X^{(k)}|}{\tau_0^{(k)}} \right)^{n^{(k)}} \text{sgn}(\tau^{(k)} - X^{(k)}), \quad \tau^{(k)} = \boldsymbol{\sigma} : \boldsymbol{\mu}^{(k)} \quad (2.28)$$

où cette contrainte directionnelle évolue avec l'activité plastique selon une loi de Armstrong-Frederick dans laquelle un terme de restauration statique est ajouté [CHABOCHE, 2008] :

$$\dot{X}^{(k)} = c^{(k)} \dot{\gamma}^{(k)} - d^{(k)} X^{(k)} |\dot{\gamma}^{(k)}| - e^{(k)} |X^{(k)}|^m \text{sgn}(X^{(k)}) \quad (2.29)$$

et la cission de référence $\tau_0^{(k)}$ est liée à l'activité sur les autres systèmes par la relation d'écroissage isotrope :

$$\dot{\tau}_0^{(k)} = (\tau_{sat}^{(k)} - \tau_0^{(k)}) \dot{p}^{(k)}, \quad \dot{p}^{(k)} = \sum_{l=1}^M h^{(k,l)} |\dot{\gamma}^{(l)}| \quad (2.30)$$

où $\tau_{sat}^{(k)}$ est la valeur stationnaire à saturation et $h^{(k,l)}$ est le coefficient d'interaction entre l'activité plastique d'un système l sur un autre k qui exprime l'écroissage isotrope.

2.4.2 Bilan du système d'équations

Le système d'équations à résoudre s'écrit sous la forme d'un système différentiel :

$$\dot{\mathbf{Y}} = \mathbf{F}(\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}, \mathbf{Y}, t) \quad (2.31)$$

où

$$\mathbf{Y} = \begin{pmatrix} \boldsymbol{\sigma} \\ \tau_0^{(k)}, k = 1, \dots, M \\ X_0^{(k)}, k = 1, \dots, M \end{pmatrix} \quad (2.32)$$

$$\mathbf{F}(\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}, \mathbf{Y}, t) = \begin{pmatrix} \mathbf{L} : \left(\dot{\boldsymbol{\varepsilon}} - \sum_{k=1}^M \dot{\gamma}^{(k)}(\mathbf{Y}) \boldsymbol{\mu}^{(k)} \right) \\ \left(\tau_{sat}^{(k)} - \tau_0^{(k)} \right) \sum_{l=1}^M h^{(k,l)} |\dot{\gamma}^{(l)}(\mathbf{Y})| \\ c^{(k)} \dot{\gamma}^{(k)}(\mathbf{Y}) - d^{(k)} X^{(k)} |\dot{\gamma}^{(k)}(\mathbf{Y})| - e^{(k)} |X^{(k)}|^m \text{sgn}(X^{(k)}) \end{pmatrix} \quad (2.33)$$

où \mathbf{L} est le tenseur de raideur élastique du matériau et

$$\dot{\gamma}^{(k)}(\mathbf{Y}) = \dot{\gamma}_0^{(k)} \left(\frac{|\tau^{(k)} - X^{(k)}|}{\tau_0^{(k)}} \right)^{n^{(k)}} \text{sgn}(\tau^{(k)} - X^{(k)}) \quad (2.34)$$

2.4.3 La méthode de résolution

On cherche à résoudre le comportement d'un polycristal de volume V composé de plusieurs grains avec des orientations différentes, dont chaque grain se déforme suivant la loi élasto-viscoplastique décrite par l'équation 2.31. La résolution du problème se fait sur une grille structurée, contrairement aux éléments finis qui se fait sur un maillage non-structuré. Le problème local à résoudre pour trouver le champ de déformation et de contrainte dans le volume V , est donc le suivant :

$$\begin{cases} (\boldsymbol{\sigma}, \dot{\boldsymbol{\tau}}_0, \dot{\mathbf{X}}) = \mathbf{F}(\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}, \boldsymbol{\sigma}, \boldsymbol{\tau}_0, \mathbf{X}, \mathbf{x}, t), & \text{pour } (\mathbf{x}, t) \in V \times [0, T] \\ \boldsymbol{\varepsilon}(\mathbf{x}, t) = \frac{1}{2}(\nabla \mathbf{u}(\mathbf{x}, t) + {}^T \nabla \mathbf{u}(\mathbf{x}, t)), & \text{pour } (\mathbf{x}, t) \in V \times [0, T] \\ \mathbf{u}(\mathbf{x}, t) - \bar{\boldsymbol{\varepsilon}}(t) \cdot \mathbf{x} \text{ périodique sur } \partial V, & \text{pour } t \in [0, T] \end{cases} \quad (2.35)$$

La méthode numérique utilisée pour résoudre le problème local (équation 2.35) est basée sur des transformées de Fourier rapide FFT, ce qui implique que la périodicité de la microstructure et des champs de déformation et de contrainte. La méthode de résolution repose sur deux points :

- Un schéma d'intégration en temps pour les équations différentielles de la loi de comportement : la durée de simulation $[0, T]$ est découpée en pas de temps. Toutes les quantités sont supposées connues au temps t_n et inconnues au temps t_{n+1} . L'intégration en temps est effectuée en chaque point x séparément et le problème d'évolution est réduit à une relation entre contraintes et déformations au temps t_{n+1} de la forme :

$$\boldsymbol{\sigma}_{n+1}(\mathbf{x}) = \mathcal{F}_{n+1}(\mathbf{x}, \boldsymbol{\varepsilon}_{n+1}(\mathbf{x})) \quad (2.36)$$

- Un schéma global pour la résolution du problème local d'un matériau à comportement non linéaire obéissant à l'équation 2.36.

Les détails de l'algorithme de résolution sont décrits dans [SUQUET et collab. \[2012\]](#). Les points importants de l'utilisation d'un algorithme FFT de résolution sont :

- la résolution du problème numérique est beaucoup plus rapide que pour les simulations éléments finis [[PRAKASH et LEBENSOHN, 2009](#)].
- la microstructure est périodique, ainsi que les champs de déformation et de contrainte obtenus. Cette périodicité n'est pas un problème lors de la simulation d'un polycristal proche d'un VER qui peut facilement être rendu périodique. Mais pour les simulations sur la glace colonnaire ayant de gros grains, la périodicité "parfaite" dans la direction des colonnes est par contre mauvaise selon les autres directions. Du fait de la taille des grains importante, les conditions aux limites de surface libre peuvent avoir une influence. Néanmoins, [[GRENNERAT, 2011](#), chapitre 4.6.4] a montré qu'il y a peu de différences entre une simulation utilisant la microstructure mesurée brute et une microstructure périodique obtenue en insérant latéralement un matériau élastique linéaire isotrope afin de mieux reproduire les conditions aux limites expérimentales.

Références

- BEAUSIR, B. et C. FRESSENGEAS. 2013, «Disclination densities from ebsd orientation mapping», *International Journal of Solids and Structures*, vol. 50, n° 1, doi: 10.1016/j.ijsolstr.2012.09.016, p. 137–146, ISSN 0020-7683. 66
- BORNERT, M., F. BRÉMAND, P. DOUMALIN, J.-C. DUPRÉ, M. FAZZINI, M. GRÉDIAC, F. HILD, S. MISTOU, J. MOLIMARD, J.-J. ORTEU, L. ROBERT, Y. SURREL, P. VACHER et B. WATTRISSE. 2008, «Assessment of Digital Image Correlation Measurement Errors : Methodology and Results», *Experimental Mechanics*, vol. 49, n° 3, doi: 10.1007/s11340-008-9204-7, p. 353–370, ISSN 0014-4851, 1741-2765. 52
- BRETON, D. J., I. BAKER et D. M. COLE. 2016, «Microstructural evolution of polycrystalline ice during confined creep testing», *Cold Regions Science and Technology*, vol. 127, doi: 10.1016/j.coldregions.2016.03.009, p. 25–36, ISSN 0165-232X. 48
- BUNGE, H.-J. 2013, *Texture Analysis in Materials Science : Mathematical Methods*, Elsevier, ISBN 978-1-4832-7839-1. 60
- CASTELNAU, O., P. DUVAL, M. MONTAGNAT et R. BRENNER. 2008, «Elastoviscoplastic micro-mechanical modeling of the transient creep of ice», *Journal of Geophysical Research : Solid Earth*, vol. 113, n° B11, doi: 10.1029/2008JB005751, p. B11 203, ISSN 2156-2202. 68
- CHABOCHE, J. L. 2008, «A review of some plasticity and viscoplasticity constitutive theories», *International Journal of Plasticity*, vol. 24, n° 10, doi: 10.1016/j.ijplas.2008.03.009, p. 1642–1693, ISSN 0749-6419. 69
- CHAUVE, T., M. MONTAGNAT et P. VACHER. 2015, «Strain field evolution during dynamic recrystallization nucleation ; A case study on ice», *Acta Materialia*, vol. 101, doi: 10.1016/j.actamat.2015.08.033, p. 116–124, ISSN 1359-6454. 53, 59
- DUVAL, P., M. F. ASHBY et I. ANDERMAN. 1983, «Rate-controlling processes in the creep of polycrystalline ice», *The Journal of Physical Chemistry*, vol. 87, n° 21, p. 4066–4074. 60
- EL-DASHER, B. S., B. L. ADAMS et A. D. ROLLETT. 2003, «Viewpoint : experimental recovery of geometrically necessary dislocation density in polycrystals», *Scripta Materialia*, vol. 48, n° 2, doi: 10.1016/S1359-6462(02)00340-8, p. 141–145, ISSN 1359-6462. 66
- FIELD, D. P., P. B. TRIVEDI, S. I. WRIGHT et M. KUMAR. 2005, «Analysis of local orientation gradients in deformed single crystals», *Ultramicroscopy*, vol. 103, n° 1, doi: 10.1016/j.ultramicro.2004.11.016, p. 33–39, ISSN 0304-3991. 66
- GRENNERAT, F. 2011, *Hétérogénéités de déformation au cours du fluage transitoire de la glace polycristalline. Mesures par corrélation d'images numériques et modélisation*, thèse de doctorat, Grenoble. 49, 51, 52, 57, 70
- GRENNERAT, F., M. MONTAGNAT, O. CASTELNAU, P. VACHER, H. MOULINEC, P. SUQUET et P. DUVAL. 2012, «Experimental characterization of the intragranular strain field in columnar ice during transient creep», *Acta Materialia*, vol. 60, n° 8, doi: 10.1016/j.actamat.2012.03.025, p. 3655–3666, ISSN 1359-6454. 48, 68
- GRÉDIAC, M. et F. HILD. 2011, *Mesures de champs et identification en mécanique des solides*, Lavoisier, ISBN 978-2-7462-3112-2. 51

- HUTCHINSON, J. W. 1977, «Creep and plasticity of hexagonal polycrystals as related to single crystal slip», *Metallurgical Transactions A*, vol. 8, n° 9, doi: 10.1007/BF02642860, p. 1465–1469, ISSN 0360-2133, 1543-1940. [68](#)
- JACKA, T. et M. MACCAGNAN. 1984, «Ice crystallographic and strain rate changes with strain in compression and extension», *Cold Regions Science and Technology*, vol. 8, n° 3, doi: 10.1016/0165-232X(84)90058-2, p. 269–286, ISSN 0165-232X. [48](#)
- JACKA, T. H. et L. JUN. 1994, «The steady-state crystal size of deforming ice», *Annals of Glaciology*, vol. 20, n° 1, p. 13–18. [48](#)
- KACHER, J., C. LANDON, B. L. ADAMS et D. FULLWOOD. 2009, «Bragg's Law diffraction simulations for electron backscatter diffraction analysis», *Ultramicroscopy*, vol. 109, n° 9, doi: 10.1016/j.ultramic.2009.04.007, p. 1148–1156, ISSN 0304-3991. [66](#)
- MONTAGNAT, M., J. R. BLACKFORD, S. PIAZOLO, L. ARNAUD et R. A. LEBENSOHN. 2011, «Measurements and full-field predictions of deformation heterogeneities in ice», *Earth and Planetary Science Letters*, vol. 305, n° 1, p. 153–160. [65](#)
- MOULINEC, H. et P. SUQUET. 1998, «A numerical method for computing the overall response of nonlinear composites with complex microstructure», *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, vol. 157, n° 1, doi: 10.1016/S0045-7825(97)00218-1, p. 69–94, ISSN 0045-7825. [68](#)
- NYE, J. F. 1953, «Some geometrical relations in dislocated crystals», *Acta Metallurgica*, vol. 1, n° 2, doi: 10.1016/0001-6160(53)90054-6, p. 153–162, ISSN 0001-6160. [65](#)
- PANOZZO-HEILBRONNER, R. et S. BARRETT. 2014, *Image Analysis in Earth Sciences : Microstructures and Textures of Earth Materials*, Springer. [60](#)
- PANTLEON, W. 2008, «Resolving the geometrically necessary dislocation content by conventional electron backscattering diffraction», *Scripta Materialia*, vol. 58, n° 11, doi: 10.1016/j.scriptamat.2008.01.050, p. 994–997, ISSN 1359-6462. [66](#), [67](#)
- PIAZOLO, S., M. MONTAGNAT et J. R. BLACKFORD. 2008, «Sub-structure characterization of experimentally and naturally deformed ice using cryo-EBSD», *Journal of Microscopy*, vol. 230, n° 3, doi: 10.1111/j.1365-2818.2008.02014.x, p. 509–519, ISSN 1365-2818. [65](#)
- PRAKASH, A. et R. A. LEBENSOHN. 2009, «Simulation of micromechanical behavior of polycrystals : finite elements versus fast fourier transforms», *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, vol. 17, n° 6, p. 064 010. [68](#), [70](#)
- RANDLE, V. 1992, «Microtexture determination and its applications», *The Institute of Materials(UK), 1992,*, p. 174. [63](#)
- SUQUET, P., H. MOULINEC, O. CASTELNAU, M. MONTAGNAT, N. LAHELLEC, F. GRENNERAT, P. DUVAL et R. BRENNER. 2012, «Multi-scale modeling of the mechanical behavior of polycrystalline ice under transient creep», *Procedia IUTAM*, vol. 3, doi: 10.1016/j.piutam.2012.03.006, p. 76–90, ISSN 2210-9838. [68](#), [69](#), [70](#)
- SUTTON, O., M. A. SCHREIER et J.-J. HUBERT. 2009, *Image Correlation for Shape, Motion and Deformation Measurements : Basic Concepts, Theory and Applications*, Springer. [52](#)

- TRICONNET, K., K. DERRIEN, F. HILD et D. BAPTISTE. 2009, «Parameter choice for optimized digital image correlation», *Optics and Lasers in Engineering*, vol. 47, n° 6, p. 728–737. 53
- VACHER, P., S. DUMOULIN, F. MORESTIN et S. MGUIL-TOUCHAL. 1999, «Bidimensional strain measurement using digital images», *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part C : Journal of Mechanical Engineering Science*, vol. 213, n° 8, p. 811–817. 49, 51
- VILLERT, S., C. MAURICE, C. WYON et R. FORTUNIER. 2009, «Accuracy assessment of elastic strain measurement by EBSD», *Journal of Microscopy*, vol. 233, n° 2, doi: 10.1111/j.1365-2818.2009.03120.x, p. 290–301, ISSN 1365-2818. 66
- WEIKUSAT, I., D. A. M. DE WINTER, G. M. PENNOCK, M. HAYLES, C. SCHNEIJDENBERG et M. R. DRURY. 2011a, «Cryogenic EBSD on ice : preserving a stable surface in a low pressure SEM», *Journal of Microscopy*, vol. 242, n° 3, p. 295–310. 63
- WEIKUSAT, I., A. MIYAMOTO, S. H. FARIA, S. KIPFSTUHL, N. AZUMA et T. HONDOH. 2011b, «Subgrain boundaries in Antarctic ice quantified by X-ray Laue diffraction», *Journal of Glaciology*, vol. 57, n° 201, doi: 10.3189/002214311795306628, p. 111–120, ISSN 00221430, 17275652. 65
- WHEELER, J., E. MARIANI, S. PIAZOLO, D. PRIOR, P. TRIMBY et M. DRURY. 2009, «The weighted Burgers vector : a new quantity for constraining dislocation densities and types using electron backscatter diffraction on 2d sections through crystalline materials», *Journal of Microscopy*, vol. 233, n° 3, doi: 10.1111/j.1365-2818.2009.03136.x, p. 482–494, ISSN 1365-2818. 66, 67
- WILKINSON, A. J., G. MEADEN et D. J. DINGLEY. 2006, «High-resolution elastic strain measurement from electron backscatter diffraction patterns : New levels of sensitivity», *Ultramicroscopy*, vol. 106, n° 4–5, doi: 10.1016/j.ultramic.2005.10.001, p. 307–313, ISSN 0304-3991. 66
- WILSON, C. J. L., D. RUSSELL-HEAD, K. KUNZE et G. VIOLA. 2007, «The analysis of quartz c-axis fabrics using a modified optical microscope», *Journal of microscopy*, vol. 227, n° 1, p. 30–41. 60

Première partie

Développement des textures et mécanismes de germination lors de la recristallisation dynamique

Chapitre 3

Développement des textures lors de la recristallisation dynamique

Sommaire

Abstract	78
3.1 Introduction	78
3.2 Methods	80
3.3 Microstructure and texture evolution during DRX	81
3.3.1 Optical observations at the sample scale	81
3.3.2 EBSD characterizations	85
3.3.3 Estimation of dislocation density from EBSD maps	89
3.4 Discussion	92
3.5 Conclusions	94
Acknowledgements	95
References	95

D'après :

MONTAGNAT, M., CHAUVE T., BAROU F., TOMMASI A., BEAUSIR B., FRESSENGEAS C. 2015, Analysis of dynamic recrystallization of ice from ebsd orientation mapping, *Cryospheric Sciences*, doi: [10.3389/feart.2015.00081](https://doi.org/10.3389/feart.2015.00081), 81.

Abstract

We present high resolution observations of microstructure and texture evolution during dynamic recrystallization (DRX) of ice polycrystals deformed in the laboratory at high temperature ($\approx 0.98T_m$). Ice possesses a significant viscoplastic anisotropy that induces strong strain heterogeneities, which result in an early occurrence of DRX mechanisms. It is therefore a model material to explore these mechanisms. High resolution *c*-axis measurements at sample scale by optical techniques and full crystallographic orientation measurements by cryo-Electron Back Scattering Diffraction (EBSD) provide a solid database for analyzing the relative impact of the macroscopic imposed stress versus the local and internal stress field on DRX mechanisms. Analysis of misorientation gradients in the EBSD data highlights a heterogeneous dislocation distribution, which is quantified by the Nye tensor estimation. Joint analyses of the dislocation density maps and microstructural observations highlight spatial correlation between high dislocation density sites and the onset of nucleation taking place by grain-boundary bulging, subgrain rotation or by the formation of kink-bands.

3.1 Introduction

Dynamic recrystallization (DRX) strongly affects the evolution of microstructure (grain size and shape) and texture (crystal preferred orientation) during deformation at high temperature. Since texturing leads to anisotropic physical properties, understanding the effects of DRX in metals is essential for industrial applications, in rocks, for interpreting geophysical data and modeling geodynamic flows and in ice, for predicting ice sheet flow and hence coupled evolution of climate and cryosphere.

Along ice cores, evidence for DRX has been observed in terms of microstructure and texture evolution with depth [De La Chapelle et al., 1998; Thorsteinsson et al., 1997]. Two DRX regimes are classically suggested to account for this evolution (see [De La Chapelle et al., 1998; Duval and Castelnau, 1995] for instance). The first one, characterized by progressive polygonization and slow grain boundary migration rates [De La Chapelle et al., 1998; Duval and Castelnau, 1995] is referred to as “continuous” dynamic recrystallization (CDRX), or “rotation” recrystallization [Humphreys and Hatherly, 2004]. In domains where pure shear or compression dominate, this recrystallization regime has relatively low impact on preferred orientations but tends to slow down texture strengthening compared to what would be expected without continuous recrystallization based on modeling estimations [Castelnau et al., 1996; Montagnat et al., 2012; Thorsteinsson, 2002]. The second regime is generally referred to as “discontinuous” dynamic recrystallization (DDRX) or “migration” recrystallization. It is associated with faster grain boundary migration rates (higher temperatures and/or higher strain), which induce the emergence of large grains with irregular shapes and produces textures markedly different from the ones expected from deformation without recrystallization [De La Chapelle et al., 1998; Diprinzio et al., 2005; Thorsteinsson et al., 1997].

Although the second regime (DDRX) was shown not to dominate along ice cores [Alley et al., 1995; De La Chapelle et al., 1998; Montagnat et al., 2012], its impact on the net flow of an ice sheet could be significant because (i) it predominates at the bottom of the ice sheet where most of the flow occurs (due to temperature close to melting temperature T_m , and increased shear stress due to basal conditions) [Cuffey and Paterson, 2010], and (ii) the texture modification associated with DDRX induces an abrupt change in viscosity that is not yet fully considered in ice flow models [Gillet-Chaulet et al., 2006]. While deformation induced texture evolves progressively with strain, DDRX textures are supposed to adapt

rapidly to changes in the stress state and therefore reflect the stress state. Deformation conditions in most areas of an ice sheet are characterized by low strain rates ($\leq 10^{-10}\text{s}^{-1}$) and low deviatoric stresses ($\leq 0.1\text{ MPa}$) that, when reproduced in the laboratory, would lead to unreasonably long durations for experiments trying to deform samples to strains of the order of 1% or more.

Duval [Duval, 1979] and Jacka [Jacka, 1984]; Jacka and Maccagnan [1984] provided complete analyses of the effect of DRX on texture and microstructure during creep tests performed in the laboratory. They showed that DRX induces the initiation of tertiary creep at 1 to 2 % strain in the range of laboratory test conditions ($10^{-6}\text{s}^{-1} \leq \dot{\epsilon} \leq 10^{-8}\text{s}^{-1}$, $0.1\text{ MPa} \leq \sigma \leq 2.5\text{ MPa}$ for reasonable experiment durations at temperatures between -2 to -32°C). The resulting microstructures are characterized by interlocked grains and have an average grain size that depends on the applied stress [Jacka and Jun, 1994]. In compression, at the higher strain studied, the *c*-axes tend to organize in the form of a girdle that forms an angle of about 30° from the compression axis [Jacka, 1984].

More generally, recrystallization mechanisms in plastically deforming materials are associated with a reduction of strain energy (energy accumulated during deformation) that is caused by the nucleation of new grains and grain boundary migration [Humphreys and Hatherly, 2004]. The strain energy is linked to the heterogeneity of dislocation density and dislocation arrangements within the polycrystal and depends on the loading path, annealing conditions, and thermo-mechanical history.

Continuous and discontinuous dynamic recrystallization are classically distinguished both by the type of nucleation mechanisms and by the regime of grain boundary migration [Drury and Urai, 1990]. Nucleation during CDRX is supposed to proceed mainly by continuous arrangement of dislocations into subgrain boundaries, which results in the formation of high angle boundaries, which delimit new grains (also called “polygonization”). During DDRX, strain induced grain boundary migration or bulging is usually considered as the dominant nucleation mechanism [Drury and Humphreys, 1986; Humphreys, 2004], especially at low strain and/or at high temperature, in aluminum and steel for instance [Humphreys and Hatherly, 2004]. In a recent review, Sakai et al. [Sakai et al., 2014] mentioned the role of fluctuations in boundary shape produced by straining, which take the form of corrugations or serrations, and which can act as nucleation sites. In some cases, bulging is accompanied by the presence of nearby subgrain boundaries (see [Wusatowska-Sarnek et al., 2002] for instance). Twinning can also play a significant role in DRX nucleation, as has been observed in magnesium [Al-Samman and Gottstein, 2008], and copper [Miura et al., 2007].

Ice has a hexagonal crystallographic structure, and its viscoplastic anisotropy is known to be strong, with dislocations gliding mostly on the basal plane with three equivalent $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ Burgers vector directions [Hondoh, 2000]. This viscoplastic anisotropy induces strong interactions between neighboring grains and highly heterogeneous strain and stress fields in the grain boundary regions [Duval et al., 1983]. These heterogeneities have recently been evidenced by Digital Image Correlation (DIC) measurements on columnar ice samples [Grennerat et al., 2012]. Since strain heterogeneities are precursors of the recrystallization mechanisms, recrystallization is expected to be more efficient in ice than in less anisotropic materials, as evidenced by the low finite strain level (1%) required for recrystallization to impact the macroscopic response [Duval, 1979; Jacka and Maccagnan, 1984].

In addition, Duval et al. [2012] showed the impact of long-range internal stresses on grain nucleation during dynamic recrystallization in ice. They highlighted the role of dislocation pile-up relaxation as an additional driving force behind “spontaneous” grain nucleation. Although dislocation pile-ups remain difficult to observe directly, Electron Back Scattering Diffraction (EBSD) techniques now enable the detection of local lattice misorientations at

grain boundaries and triple junctions that could result from dislocation accumulations (see among many others, [Al-Samman et al., 2012; Dillien et al., 2010; Mishra et al., 2009; Piazzolo et al., 2008, 2015; Wheeler et al., 2011; Yamasaki et al., 2013]). However, as EBSD images the planar surfaces of samples, the resulting data are two-dimensional (2D) and hence must be interpreted with care for inferring 3D mechanisms such as nucleation [Borthwick et al., 2012]. EBSD data can nevertheless provide useful statistical data and local observations that inform our understanding of strain heterogeneities, grain boundary migration, and their impacts on the macroscopic behavior.

The aim of the present work is to provide new insights on DRX mechanisms in ice at high temperature from high resolution measurements of lattice orientations. We use microstructure observations at the sample scale made by optical methods with a higher resolution than previously available, and EBSD measurements at a fine length-scale that completely characterize all grain orientations and local misorientations related to dislocation substructures. Using these observations we will analyze the correlation between strain heterogeneities and DRX mechanisms.

The manuscript is organized as follows. Section 3.2 describes the experimental procedures. Section 3.3 presents the microstructure and texture measurements, as well as an analysis of the misorientation gradients, which provide a proxy of dislocation density via the Nye tensor estimation. These results are discussed in section 3.4 in terms of the contrasting impact of macroscopic stress and local (and internal) stress on DRX mechanisms and on texture development. The role of frequently-observed kink bands and subgrain boundaries in nucleation mechanisms are examined.

3.2 Methods

Creep tests were performed on cylindrical samples of polycrystalline ice made in the laboratory. The ice polycrystals were made from sieved seeds within a controlled size range, in a mold from which air was removed by pumping before adding distilled dionized and degassed water. Ice was gently frozen under a controlled temperature gradient and was kept at -5°C for more than 24 hours to relax the microstructure after removal from the mold. Remaining bubbles were small and hardly visible. The samples were machined to cylinders about 8 cm long and 4 cm in diameter. The initial average grain area was 1 to 4 mm^2 .

The experimental set up is a classical creep apparatus, placed in a cold room, with the load applied via a level arm in order to impose low levels of stress. Two Teflon sheets were placed between the sample and the press in order to minimize friction at the specimen contact surfaces. At the end of the test, samples were still cylindrical, with no apparent shear localization. Constant stress of 0.7, 0.75 or 0.8 MPa was applied under temperatures of -5°C or $-7^{\circ}\text{C} \pm 0.1^{\circ}\text{C}$ (0.98 or $0.97T_m$). Similar results were obtained for both temperature conditions. Ten tests were performed up to finite strains of 2 to 18%, with the larger strain implying 10-day long experiments. The minimum strain rates are close to 10^{-7} s^{-1} , in a range where cracks are not expected to occur [Schulson and Duval, 2009], and indeed no crack was observed. Optical fabric analyses were performed at -15°C immediately at the end of the tests, and samples were maintained at -40°C prior to EBSD observations to limit the effect of post-dynamic recrystallization or annealing.

The **c**-axis (or optical axis) orientations were first measured using the optical Automatic Ice Texture Analyzer (AITA) [Peternell et al., 2011] on a thin section of each sample (about $8 \times 3\text{ cm}^2$) cut parallel to the cylindrical axis. In the chosen configuration, the analyzer provides the **c**-axis ($\langle 0001 \rangle$) orientations with a spatial resolution of $20\text{ }\mu\text{m}$ and an angular resolution of about 3° . Grain boundary extraction was performed on these measurements to

measure grain area.

Full lattice orientations were obtained using EBSD on the Crystal Probe Scanning Electron Microscope of Geosciences Montpellier (CNRS, Univ. Montpellier 2) mounted with a GATAN cold stage modulus. The operating conditions were a 15 kV accelerating voltage, a probe current of about 3 nA and a working distance of 25 mm. EBSD patterns were indexed automatically using Channel5 software package from Oxford Instruments HKL and processed by using the MTEX free software [Bachmann et al., 2010; Mainprice et al., 2015]. EBSD patterns were taken with a resolution of 336×256 . The number of detected bands was between 6 and 8 and the number of reflectors taken into account was 70. An angular resolution of about 0.7° is expected [Randle, 1992] and this was verified on non deformed grains. Resolution can degrade slightly after prolonged scans (over four to five hours) but remains of the order of a degree.

Sample surfaces used for EBSD scanning were prepared by careful shaving of the samples in a freezer at -40°C just before the analyses. High quality patterns having indexation rates higher than 85% at $50 \mu\text{m}$ resolution, and over surfaces of up to $20 \times 10 \text{ mm}^2$ in area, were enabled by suitable adjustment of the vacuum and temperature (1Pa, -110°C) following the practice of [Weikusat et al., 2011a]. Frost and sublimation remained negligible on the sample surface during the analyses.

3.3 Microstructure and texture evolution during DRX

3.3.1 Optical observations at the sample scale

Creep curves obtained from the different tests are presented in Figure 3.1. All curves are similar to those measured by Jacka [1984], with the strain rate decreasing during primary creep, up to about 1% strain (when the minimum strain rate is reached), beyond which the strain rate increases to reach tertiary creep. After about 8% strain, a hardening stage is observed, whose evolution could not be followed further. This hardening is probably related to the development of the DDRX texture, which tends to strengthen the sample in axial compression conditions (texture-induced mechanical anisotropy).

Figure 3.2 presents the evolution of **c**-axis orientations, as measured by the AITA (see section 3.2), for the tests performed at -5°C up to 2, 7, 12, 13 and 17.8 % of strain. Since ice has a hexagonal crystallographic structure, each grain's orientation is characterized by the orientation of the long axis of the hexagonal cell, the $\langle 0001 \rangle$ **c**-axis, and by the orientation of one of the three $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ **a**-axes, which lie at 120° from each other.

At both experimental temperatures (-7°C and -5°C), the texture evolves toward a multi-maxima type texture (Fig. 3.2). The **c**-axes rapidly cluster into multiple maxima that further evolve with strain towards a girdle at ca. 35° from the compression direction. It is worth noting that grains oriented with their **c**-axes roughly normal to the compression direction are absent after 12% strain at -5°C , while some grains with their **c**-axes parallel to the compression direction remain.

The grains were defined as continuous domains surrounded by grain boundaries well detected by the analyzer. Grain boundaries were detected by using Matlab morphological operations to skeletonize based on color change detection. Any correction to skeleton images obtained was made visually by tracing the loci of discernible misorientations (shown by color changes) and by linking together coherently-shaped microstructural contacts. This procedure allowed us to distinguish triple junctions between grain boundaries (GBs) from

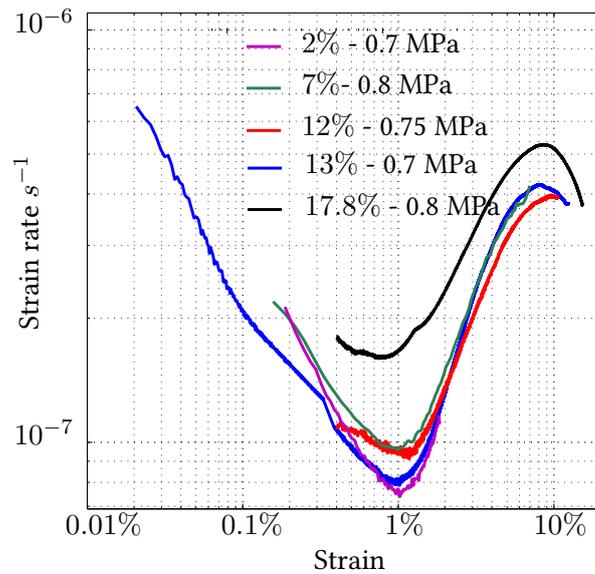


Figure 3.1 – Strain rate vs. strain plots for the different tests performed. Imposed stress varied between 0.7 and 0.8 MPa. Temperature was $-5^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$. Strain data were acquired by Digital Image Correlation method (DIC) or using a Low Voltage Displacement Transducer (LVDT).

intersections between GB and subgrain boundary (SGB). We therefore hope to distinguish highly misoriented subgrains from closely oriented grains. Since AITA provides *c*-axis orientations only, we cannot use an absolute criterion to distinguish low angle grain boundaries (LAGB) from high angle ones (HAGB) as can be done on EBSD observations. Manual corrections are therefore operator dependent, and we took care to have them performed by only one person for consistency. The data thus obtained enabled to perform comparisons between the samples at different strain levels.

The grain area distribution and its evolution with strain are presented in Figure 3.3. Except for the non-deformed microstructure which is characterized by nearly equiaxed grains, the distributions are not normal but bimodal. The evolution of grain area with deformation is therefore described by the median and the first and third quartiles (Fig. 3.3). Similar distributions are found at different non-zero strains.

With increasing strain, grain shapes become more and more interlocked (e.g. Fig 3.2 top), even though serrated grain boundaries occur at any non-zero level of strain. This grain shape evolution is represented in Figure 3.4 by using a grain shape factor described in [Panozzo-Heilbronner and Barrett, 2014], called PARIS, which is defined to be $= 2 \times (P - PE) / PE \times 100\%$, where *P* is the perimeter and *PE* the perimeter of the convex hull. This shape factor is able to distinguish between elongated grains (PARIS = 0) and interlocked grains (PARIS > 1). We observe that the PARIS parameter increases rapidly at the early stage of deformation, and its mean remains nearly constant for higher strain levels. This tendency is biased by the fact that the microstructure evolves toward a bimodal distribution, with large grains being under-represented due to sectioning effects. A greater abundance of small grains compared to large grains at large strains may be due to an increasing 2D sectioning effect on more interlocked grains.

Indeed, such an interlocked microstructure in 3D cannot be fully characterized based on 2D observations. We therefore interpret the evolving 2D grain area and shape data in Figure 3.4 as qualitative indicators of the microstructure evolution with strain.

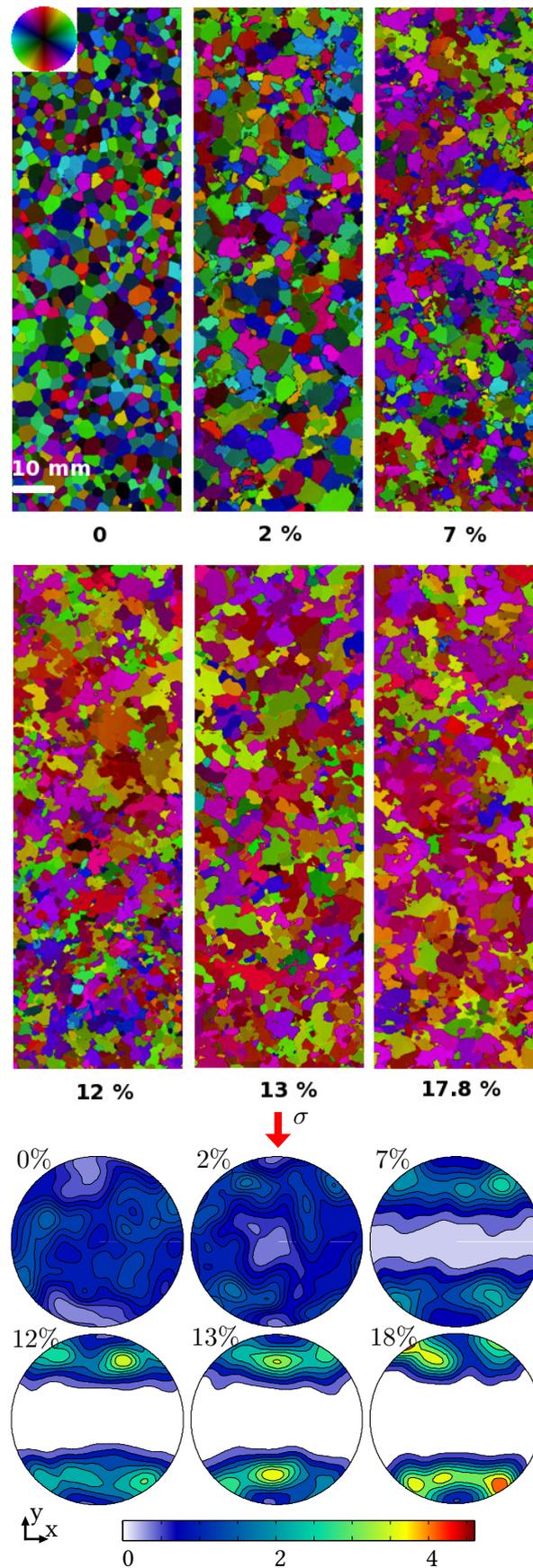


Figure 3.2 – Evolution of microstructures and textures (c-axis orientations, represented by pole figures, with a color scale corresponding to the relative number of pixels plotted) during creep tests on ice polycrystals that have been deformed to different strains (as indicated by the percentage). The direction of compression is vertical. Data are obtained from the AITA, with a c-axis orientation color-scale given by the color-wheel. The resolution is the same for all figures.

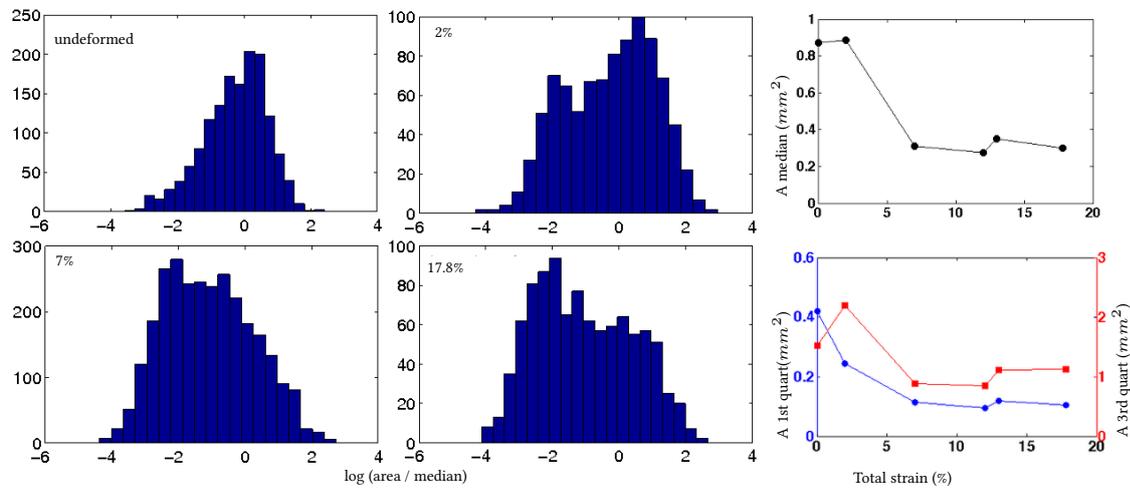


Figure 3.3 – Left: Distributions of grain area in logarithmic scale, for the undeformed sample and samples deformed to 2, 7 and 17.8 % strain. Not all distributions are shown for clarity purpose. Right: 2D grain area (A) evolution with strain, determined from the AITA microstructure measurements. Median (top) and first- and third- quartiles (bottom) grain areas are represented.

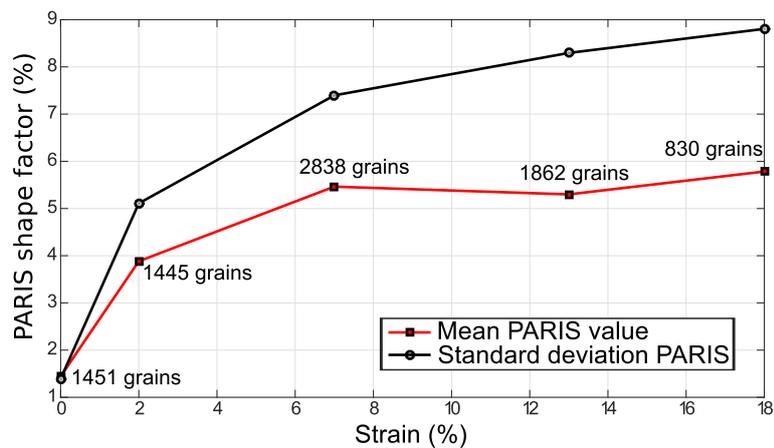


Figure 3.4 – Evolution of the PARIS shape factor (%) with deformation for the tests performed at -5°C , evaluated as the mean over all grains. The curve of the standard deviation is also shown (black).

3.3.2 EBSD characterizations

For each sample, two areas were analyzed by EBSD at 50 μm resolution to increase the robustness of statistical parameters. Contrary to what was done in [Piazolo et al., 2008] with the same technique, here we could observe and characterize the substructures over the entire surface of EBSD samples, thanks to stability of their surface state. Several additional (smaller) areas were analyzed at 5 or 10 μm resolution to provide higher resolution analyses of subgrain boundaries and dislocation substructures.

Figure 3.5 shows EBSD maps and pole figure representations of full crystallographic orientations obtained on the samples deformed at -5°C , up to 2, 7 and 13% strain. Both low angles (in grey, between 1 and 5°) and high angle grain boundaries (in black, $>5^\circ$) are shown. The 5° value chosen following [Weikusat et al., 2011b], tends to under-detect boundaries between grains that have close orientations (especially at higher strains when the texture is strong). Still, this choice appears to be appropriate, as justified by our analysis of the distribution of misorientations (later in this Section).

Despite the limited number of grains on the EBSD maps (Fig. 3.5), the **c**-axis pole figures (Fig. 3.5 bottom panel) match well those obtained on the whole sample section by AITA measurements (Fig. 3.2). The multi maxima clustering of **c**-axes in a girdle, and strengthening of the texture with increasing strain, are both clearly visible. We also observe a multi-maxima clustering of the **a**-axes, in a wide girdle at a high angle to the compression direction. Both low resolution (Fig. 3.5) and high resolution EBSD measurements (Figs. 3.6 and 3.7) allow us to characterize the subgrain boundary configurations and dislocation substructures; they highlight two particular features. First, we observe highly serrated grain boundaries at different length scales (Figs. 3.5 and 3.6). Second, the grains show strong local misorientations that take the form of (i) tilt boundaries (with the **c**-axis parallel to the subgrain boundary trace, and a rotation around either an **a**-axis or a **m**-axis ($\langle 10\bar{1}0 \rangle$), or a combination), (ii) kink bands composed by two opposite tilt boundaries and (iii) more complex local subgrain structures close to GBs and triple junctions, such as the ones observed in [Hamann et al., 2007; Mansuy et al., 2000; Montagnat et al., 2011; Piazolo et al., 2008, 2015] (Figs. 3.6 and 3.7). The likely nature of the subgrain boundaries (tilt boundaries, kink bands) were determined following the methods of Piazolo et al. [Piazolo et al., 2008], which are based on Prior et al. [Prior et al., 2002]. A strong heterogeneity in local misorientations is well illustrated by the example in Figure 3.7, where two subgrain boundaries with perpendicular traces are found inside a single grain. Analysis of the misorientations across these two subgrain boundaries points to rotation around an **a**-axis or a combination of **a**- and **m**-axis. In this example (Fig. 3.7), SGB1 is likely to be a tilt band with a boundary plane perpendicular to the sample surface (see boundary trace in red, and interpreted SGB plane in grey). The low misorientation accommodated by SGB 2 renders the discrimination of the rotation axis more difficult, but a likely explanation is that this SGB is a tilt band with a plane nearly parallel to the sample surface plane. Another remarkable observation is that serrated GB and subgrain boundaries are often linked spatially with each other, as has been pointed out by [Weikusat et al., 2009]. Subgrain boundaries or kink bands often appear close to a step, spike or sharp turn, in the boundary (Figs. 3.5, 3.6). These features suggest the possibility of pinning of migrating boundaries by subgrain boundaries and kink bands.

EBSD analyses also provide statistical information on the evolution of orientation relations both within and between adjacent grains. The histograms of Figure 3.8 present the distribution of angle misorientations between adjacent pixels from the 50 μm resolution images (super-imposing data from the two areas of each sample analyzed for each level of

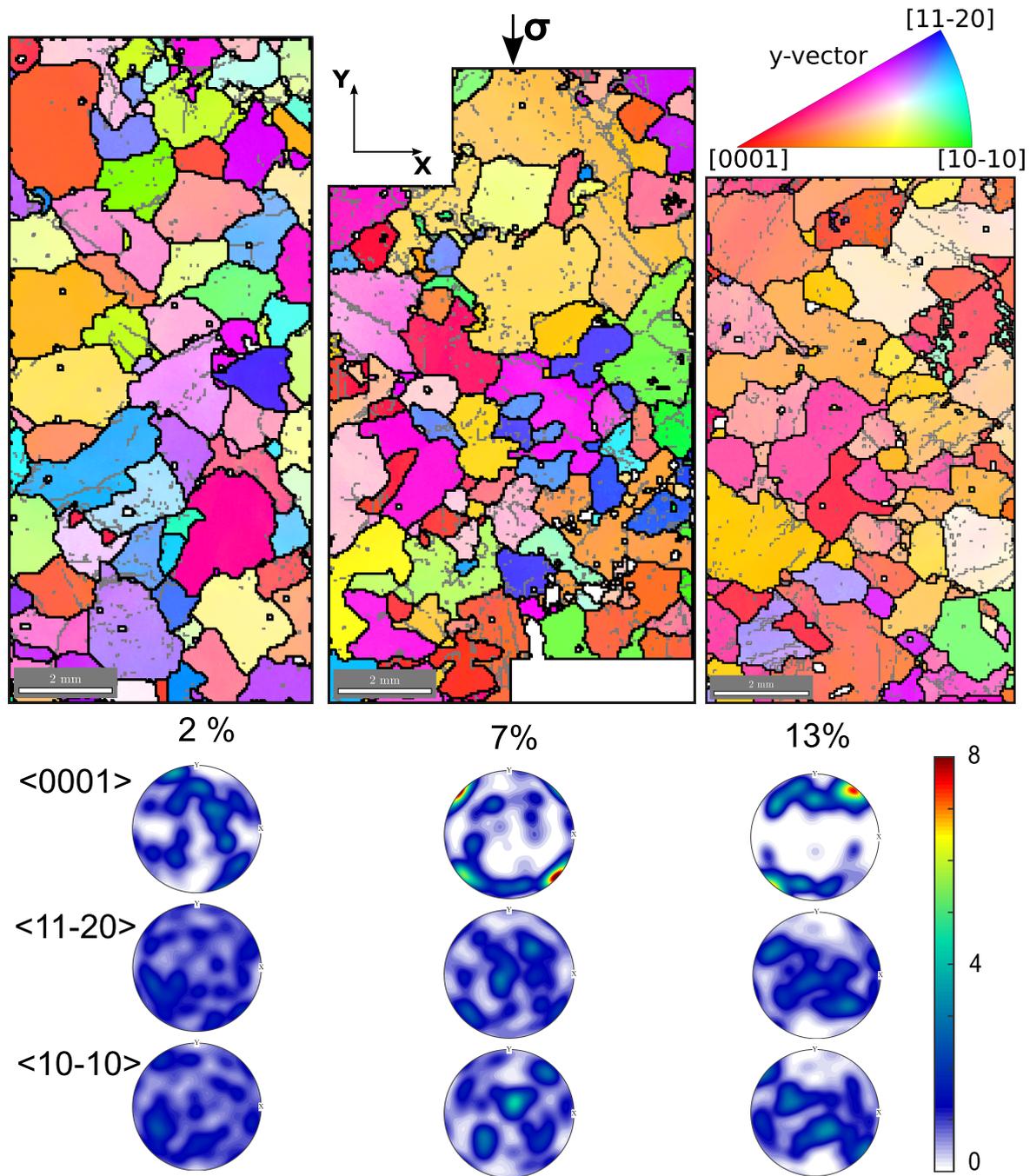


Figure 3.5 – Top: EBSD patterns and pole figures obtained after 2% strain (left), 7% strain (center) and 13% strain (right), at -5°C . Coloring represents the orientation of the compression direction (y-vector) relative to the crystals' axes accordingly to the inverse pole figure scheme displayed on the top right. Red crystals have $\langle 0001 \rangle$ parallel to the compression direction, blue ones have $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ parallel to the compression axis, and green ones, $\langle 10\bar{1}0 \rangle$. Boundaries with more than 5° misorientation are depicted as black lines, boundaries with misorientations between 1 and 5° as gray lines. Bottom: pole figures representing the orientation of the $\langle 0001 \rangle$, $\langle 10\bar{1}0 \rangle$, $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ crystal axes relative to the compression direction, which is vertical in these lower hemisphere stereographic projections.

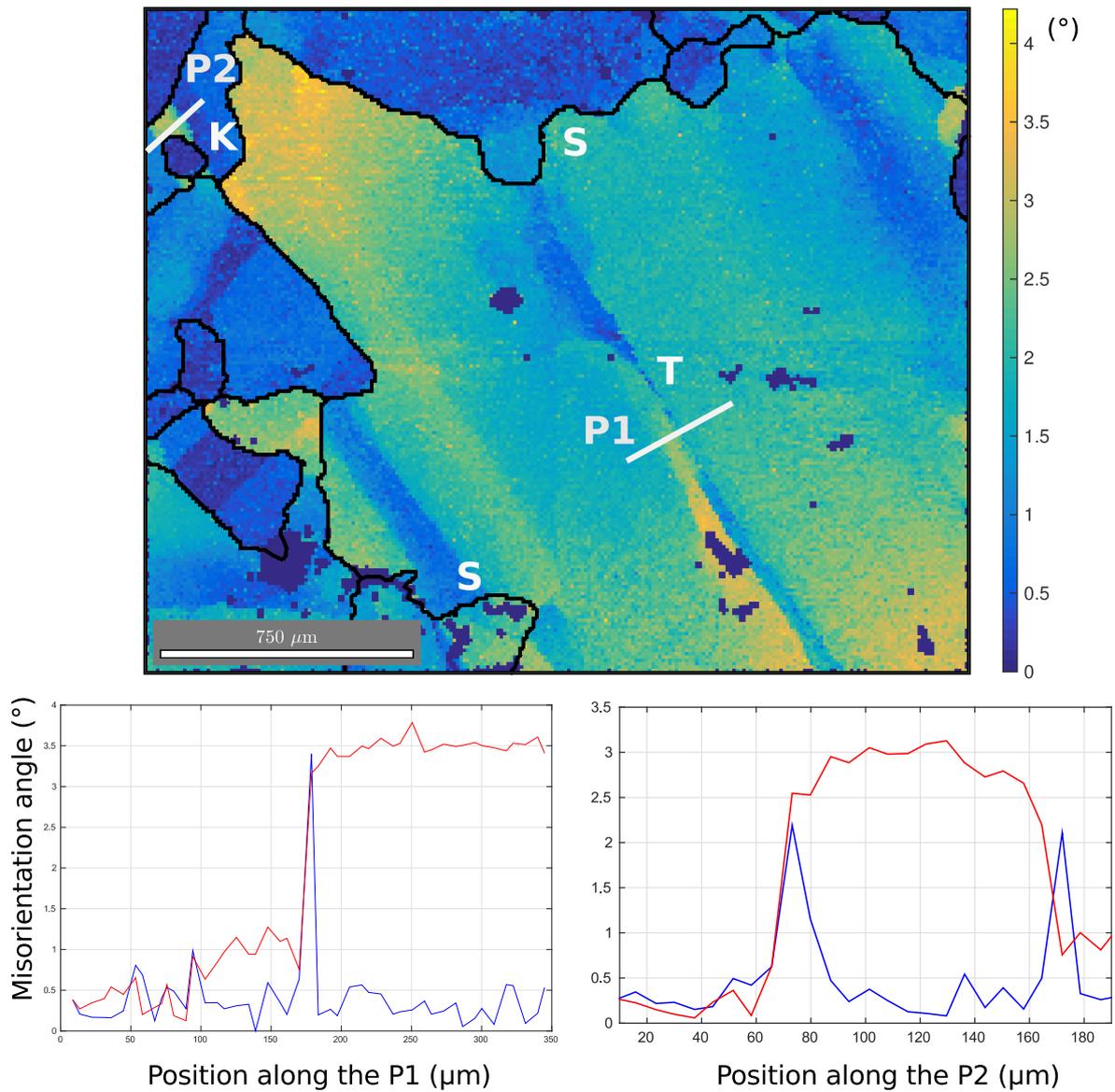


Figure 3.6 – Top: High resolution ($5\mu\text{m}$) observation of lattice misorientations at a triple junction in the sample deformed at 7% strain. Misorientation amplitudes compared to the average orientation of the grain (Mis2mean) are given by the color-scales in $^\circ$. The white line are profile across subgrain boundaries. Bottom: Misorientation along the two profiles P1 (left) and P2 (right). P1 represent a typical tilt band, while P2 is a kink bands formed of two opposite tilt bands. "S" stands for "Serrated GB", "K" for "kink band" and "T" for tilt band.

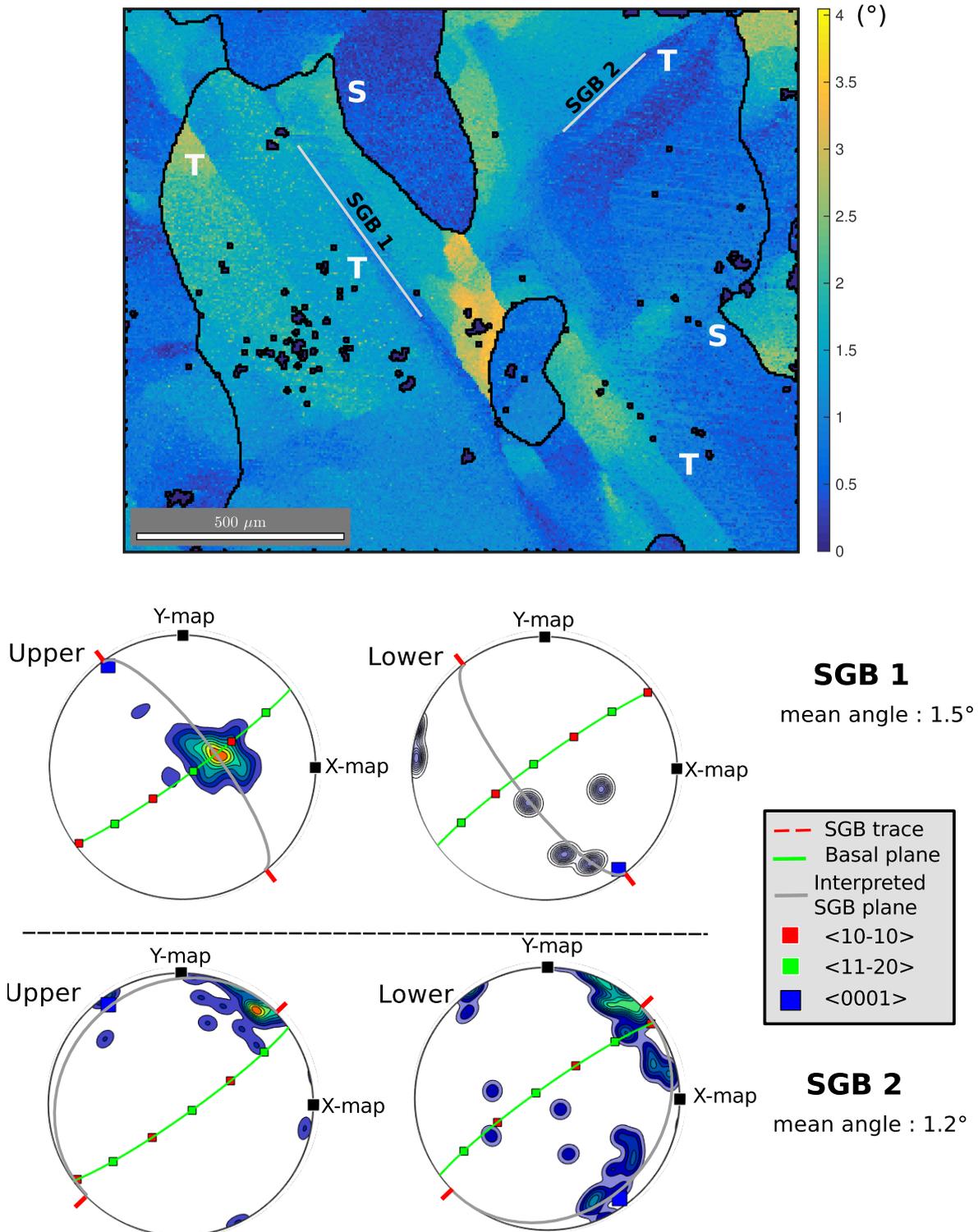


Figure 3.7 – Top: High resolution ($5\mu\text{m}$) observation of lattice misorientations at a triple junction in the sample deformed at 13 % strain. Misorientation amplitudes compared to the average orientation of the grain (Mis2mean) are given by the color-scales in $^\circ$. The white lines indicate two perpendicular subgrain boundaries (SGB1 and SGB2). Bottom: Axis of rotation of the misorientation measured side by side of each subgrain boundary (SGB1 and SGB2). Rotation axes are a combination of \mathbf{m} - and \mathbf{a} -axes for SGB1 (top), \mathbf{a} -axis with a slight component of \mathbf{c} -axis for SGB2 (bottom). The boundary plane traces are marked in red. Tilt bands would require the boundary to be perpendicular to the sample surface for SGB1 (marked in grey), and nearly parallel to this surface for SGB2. "S" stands for "Serrated GB" and "T" for tilt band.

strain), in the misorientation range 1 to 10°. The range 0 to 1° falls within the measurement accuracy and is considered as noise. The dashed line represents the expected histogram for a uniform spatial distribution of misorientations taken in the range of misorientations considered here (1 to 10°). At 2% strain, the distribution already shows a high density of low-angle misorientations. This density increases with strain until about 13% strain and decreases after. Most angle misorientations occur in the range 1 to 4°. In this range of misorientations, the distribution strongly differs from the uniform spatial distribution (dashed line) and from the distribution obtained for undeformed samples. For misorientation values above 5 to 6°, the distribution approaches the uniform distribution, and the one observed for undeformed samples. This finding validates the choice of using 5° to demarcate the transition between low and high angle grain boundaries.

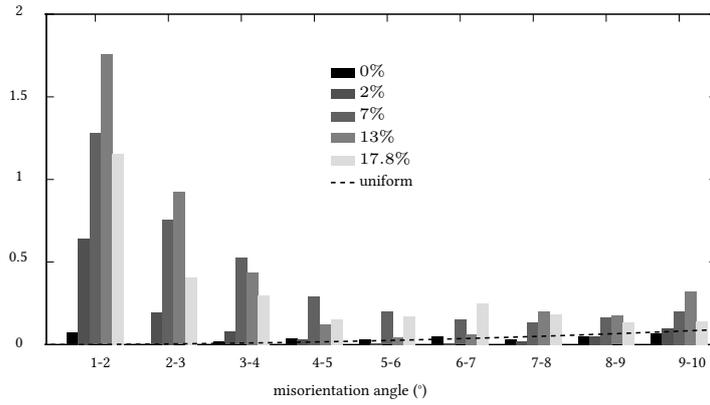


Figure 3.8 – Distribution of misorientations measured between adjacent pixels, extracted from the 50 μm resolution EBSD data from Figure 3.5, for the tests performed up to 2 %, 7%, 13 % and 17.8% strain. The dash line provides the case of a uniform distribution of misorientations in the considered range. The y-axis scales as the density normalized such that sum over densities = 100 over the full range of misorientations considered (0-93°)

Note that, due to the 2D character of the EBSD images, new grains produced by DRX-nucleation mechanisms or ‘nucleus’ cannot be directly discriminated in the present experiments performed on granular ice because any apparent small grain seen on an image could instead result from a cross-sectional cut taken across a part of a large irregular grain.

3.3.3 Estimation of dislocation density from EBSD maps

In the theory of dislocations, the dislocation density tensor α (Nye’s tensor, [Nye, 1953]) is defined as:

$$\alpha = \text{curl } \mathbf{U}_e \quad (3.1)$$

where \mathbf{U}_e is the elastic distortion tensor. A non-zero value of α means that \mathbf{U}_e is incompatible and consequently that the elastic displacement is multiple-valued (has a discontinuity) along some surface in the lattice, which reveals the presence of dislocations. By decomposing \mathbf{U}_e into its symmetric part ϵ_e (*i.e.* the elastic strain tensor) and its skew-symmetric part ω_e (the elastic rotation tensor) α may be expressed as:

$$\alpha = \text{curl } \epsilon_e + \text{curl } \omega_e. \quad (3.2)$$

By introducing the elastic curvature tensor $\kappa_e = \text{grad } \Omega_e$, with Ω_e as the elastic rotation vector associated with ω_e , the $\text{curl } \omega_e$ part can be written as $\text{tr}(\kappa_e)\mathbf{I} - \kappa_e^t$, where $\text{tr}(\mathbf{A})$

and \mathbf{A}^t denote respectively the trace and transpose of tensor \mathbf{A} , and \mathbf{I} is the identity tensor. Eqn. 3.2 then becomes

$$\boldsymbol{\alpha} = \text{curl } \boldsymbol{\epsilon}_e + \text{tr}(\boldsymbol{\kappa}_e)\mathbf{I} - \boldsymbol{\kappa}_e^t. \quad (3.3)$$

The elastic curvature tensor $\boldsymbol{\kappa}_e$ may be partially recovered from a crystal orientation map obtained by EBSD. By additionally recovering the elastic strain field, one can experimentally infer the dislocation density tensor $\boldsymbol{\alpha}$ from Eq. 3.3. Such information may be obtained from analysing the shift of electron diffraction patterns [Kacher et al., 2009; Villert et al., 2009; Wilkinson et al., 2006], but most often the curl term is neglected in the literature [Beausir and Fressengeas, 2013; El-Dasher et al., 2003; Field et al., 2005; Pantleon, 2008] and Eq. 3.3 is reduced to Eq. 3.4,

$$\boldsymbol{\alpha} \cong \text{tr}(\boldsymbol{\kappa}_e)\mathbf{I} - \boldsymbol{\kappa}_e^t. \quad (3.4)$$

As a rule of thumb, the error committed in this approximation may be estimated to be of the order of 10% of the actual value. It is insignificant if strain gradients are small.

Let us denote the components of $\boldsymbol{\Omega}_e$ as: $\theta_i (i = 1, 2, 3)$ in the sample reference frame, as measured along a square grid on the sample surface. The disorientation vector between two neighboring points in this grid has components $\Delta\theta_i (i = 1, 2, 3)$ in this frame. From the disorientation between neighboring points separated by $\Delta x_j (j = 1, 2)$, only six components of the elastic curvature tensor:

$$\kappa_{ij}^e = \frac{\Delta\theta_i}{\Delta x_j} \quad (3.5)$$

can be captured, because differences along the direction normal to the surface are not available. Using this result, it is easily shown from Eq. 3.4 that five components of the Nye tensor can be recovered, namely $(\alpha_{12}, \alpha_{13}, \alpha_{21}, \alpha_{23}, \alpha_{33})$ in the sample reference frame [Pantleon, 2008]. The measured elastic curvatures, and hence the dislocation densities derived from these measurements using Eq. 3.5, depend on the characteristic grid size, *i.e.*, on the resolution of the data. This resolution was kept constant and equal to $\Delta x = 50 \mu m$ throughout our measurements. Therefore, the data can be used to document the evolution with strain of the dislocation density field.

Figure 3.9 shows a map of the norm of the observable Nye tensor:

$$\bar{\alpha} = \sqrt{\alpha_{12}^2 + \alpha_{13}^2 + \alpha_{21}^2 + \alpha_{23}^2 + \alpha_{33}^2} \quad (3.6)$$

for samples deformed at -5°C , at 2 %, 7 %, and 13 % strain. These maps highlight areas of high dislocation density, in particular tilt boundaries, kink bands, or local subgrain structures close to GB and triple junctions. The average of the norm of the observable Nye tensor was calculated as $\frac{1}{S} \int \bar{\alpha} dS$, over the whole sample surface S .

Figure 3.10 represents the evolution of the averaged norm of the observable Nye tensor with strain, for both temperature conditions.

A sharp increase of the average norms is observed during the first 2 to 5% strain. They stabilize in a broad peak around twice of the initial value measured on the undeformed samples, and then, after the peak, slightly decrease with strain. At low strain, values of the average norms of the Nye tensor measured at -7°C are 20 to 25% higher than the ones measured at -5°C , and become similar after about 12% strain. A higher frequency sampling would be necessary to provide more accurate observations of this tendency.

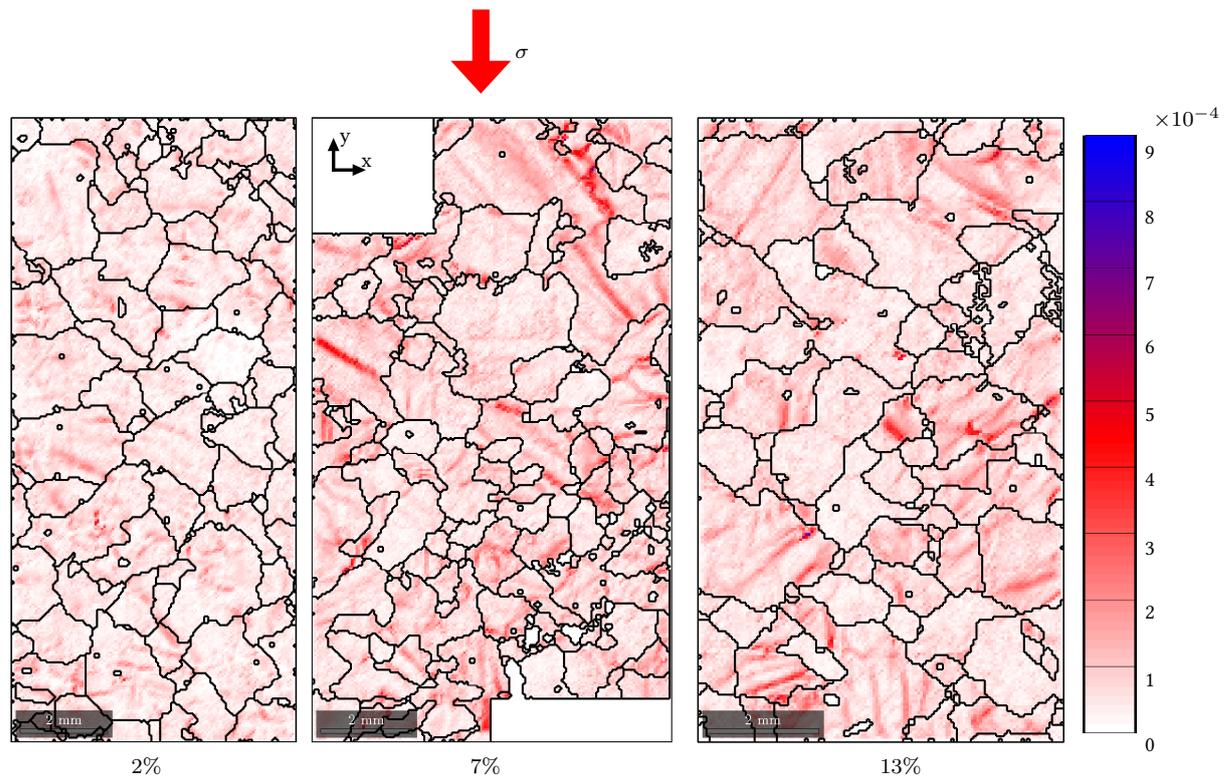


Figure 3.9 – Map of the norm of the Nye tensor (rad. μm^{-1}) after 2 %, 7 % and 13% strain, at -5°C , as obtained from the $50 \mu\text{m}$ resolution EBSD data.

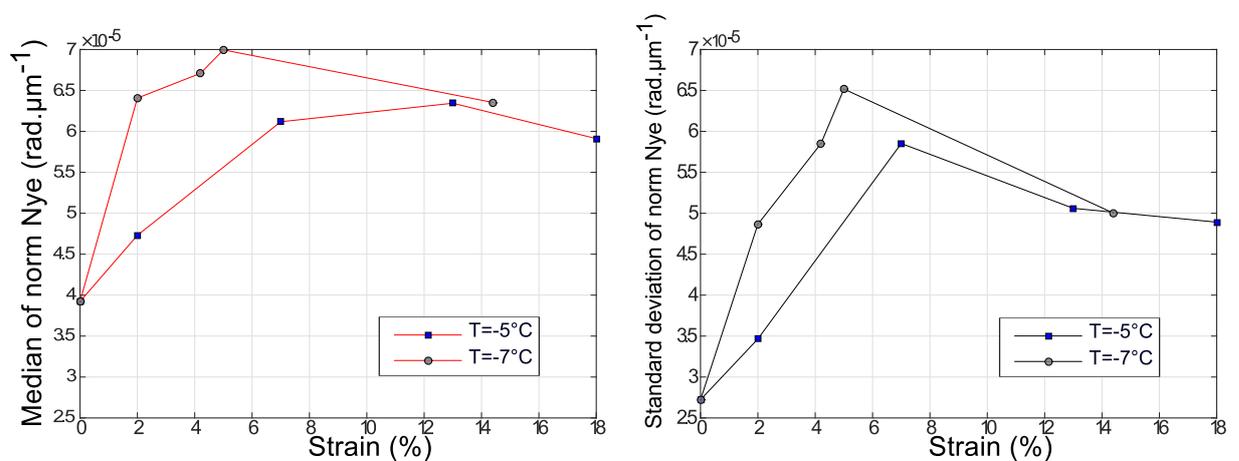


Figure 3.10 – Evolution with deformation of averaged observable norm of the Nye tensor (rad. μm^{-1}) and its standard deviation, for the two temperature conditions.

3.4 Discussion

The compressive creep tests performed in this work display all three creep stages usually observed in polycrystalline ice deformed in the laboratory. The sharp strain-rate decrease during transient creep is followed by a minimum strain-rate of secondary creep at 1% strain. We interpret that activation of DRX mechanisms explains the observed transition to tertiary creep and the associated weakening after only 1% strain (Fig. 3.1), the observed texture evolution toward a girdle of *c*-axes at about 35° from the compression direction, and a constant median grain size at a given stress. These results are in good agreement with previous observations of DRX in ice [Ashby and Duval, 1985; Jacka, 1984; Jacka and Maccagnan, 1984; Jacka and Jun, 1994].

The experiments presented here were performed at high homologous temperatures, in conditions where grain boundary migration is classically supposed to dominate DRX mechanisms [Humphreys and Hatherly, 2004]. The observed evolution of grain area and shape is in good agreement with this assumption, and grain boundaries are found to become serrated after only 2% strain (Figs. 3.2 and 3.5). That the shape parameter increases with strain (Fig. 3.4) reflects the evolution of strong spatial heterogeneity in GB migration rates.

Although GB migration appears to be efficient (as indicated by the presence of highly interlocked grains and a broad grain size distribution), we observe strong substructures such as tilt boundaries, kink bands, and subgrain boundaries close to triple junctions, with similar abundance of these substructures at different non-zero strain levels. In the substructure areas, the dislocation field shows heterogeneities that we successfully quantified by estimating the Nye tensor distribution from EBSD measurements (Fig. 3.9). Although the dislocation density at the sample scale (inferred from the average Nye tensor norm) is highly heterogeneous, its mean value remains similar across the range of strain from 2 to 18% (Fig. 3.10).

Subgrain boundaries and kink bands appear to interact with GBs. They may play a role in causing GB to become serrated and to bulge, since stable tilt bands may pin a moving GB. Locally GBs may also migrate toward such dislocation substructures due to a favorable or enhanced driving force (stemming from a difference in dislocation stored energy).

Although nuclei cannot be directly identified from the 2D observations available, given our findings on the misorientation distribution and grain size evolution (bimodal distribution, and decrease of median grain size after 2% strain, see Fig. 3.3), we hypothesise that nucleation contributed to the accommodation of local strain field heterogeneities. Duval et al. [2012] demonstrated the effect of long-range internal stresses created by dislocation pile-ups at GB on nucleation in ice. They showed that pile-ups provide an additional driving force resulting in a drastic decrease of both nucleation critical radius and saddle point energy, and therefore cause a “spontaneous” grain nucleation. Our observations of highly misoriented areas close to GBs and triple junctions show that dislocation fields remain highly heterogeneous during DRX at high temperature and could result in a strong internal stress field. Although the precise nucleation mechanism cannot be discriminated here, nor in any post-mortem experiments, “spontaneous” grain nucleation is expected in these regions. Rapid growth of some nuclei might have played a significant role in determining the final observed textures. The macroscopic rheology exhibits softening between 1 to about 10% strain but the local strain and stress states remain heterogeneous enough to activate accommodation mechanisms such as tilt and kink bands and to induce strong dislocation accumulations close to GBs and triple junctions (Figs. 3.6, 3.7 and 3.9). These sub-structures are frequently observed during transient creep of ice [Mansuy et al., 2002; Montagnat et al., 2011], prior to DRX. The strong viscoplastic anisotropy of ice ensures a continuous production of these substructures by generating strain incompatibilities between grains, which (in the present experiments)

cannot be efficiently relaxed despite the presence of effective GB migration.

Or high resolution mapping by EBSD (5 and 10 μm) provides a detailed characterization of lattice misorientations induced by strain heterogeneities (Figs. 3.6 and 3.7). For instance, we find an example where two nearby subgrain boundaries with rotation axes perpendicular to each other co-exist within the same grain (Figs. 3.7). We suggest that these sub-structures, which can facilitate dislocation slip locally [Piazolo et al., 2015], can act as nucleation precursors. From our observations (Figs. 3.6, 3.7 and 3.9), we interpret that nucleation can occur by polygonization from highly misoriented subgrain boundaries and/or by bulging due to strain induced grain boundary migration (SIGBM) [Humphreys and Hatherly, 2004]. Neither of these nucleation mechanisms, that result from local stress field configurations, is expected to cause the resultant nucleus to be strongly misoriented from the parent grains.

In the range of strains studied here, the developing texture tends to stabilize toward a multi-maxima girdle oriented close to 35° from the compression direction (Fig. 3.2). The experimental textures observed at all non-zero strains differ from the textures observed along ice cores, where the vertical compression takes place at low stress and low temperature [Azuma, 1994; Castelnau et al., 1996; Montagnat et al., 2012]. The textures in ice cores, characterized by a single-maximum parallel to the compression direction have been attributed to deformation by dislocation slip on basal planes with no DRX mechanisms [Alley, 1988; Castelnau and Duval, 1994]. Recrystallization textures are, however, observed in the bottom of deep ice cores, where the temperature approaches the melting point [De La Chapelle et al., 1998], and at isolated depths where the accumulated strain is locally elevated [Montagnat et al., 2012]. These textures differ drastically from deformation textures observed in the shallower parts of ice cores and are similar to textures observed in our experiments as they show orientations clustered at 30 to 50° from the vertical. Few such orientations exist at shallower depth of ice cores where the textures primarily reflect the vertical compression (see for instance [De La Chapelle et al., 1998; Diprinzio et al., 2005; Thorsteinsson et al., 1997]). "Oriented" nucleation has been often proposed to account for these textures which show orientations at 30 to 50° from the vertical. GB migration favoring "well oriented" grains could also be responsible for these natural textures.

The orientation measurements performed here evidence a multi-maxima clustering of both **c**- and **a**-axes that was not obvious in previous laboratory studies. This clustering presumably reflects the impact of DRX nucleation mechanisms described in section 3.3, in relation with the impact of strain heterogeneities, on texture evolution at a local scale. Bulging and polygonization induced nucleation should result in strong correlation between nucleus and parent grain in terms of orientations. The clustering, i.e. the fact that some of these orientations strengthen with time, could result from long range strain field heterogeneities. As observed by Grennerat et al. [2012] in ice, and also in zirconium [Doumalin et al., 2003; Heripre et al., 2007] or copper [Delaire et al., 2000] for instance, strain localizes into bands whose length is close to the sample dimensions, and thus larger than the grain size. Deformation bands of high strain amplitude could be favorable sites for recrystallization. This localized recrystallization would result into the measured clustering of orientations.

In the recrystallized textures measured after about 10% strain (Figs. 3.2 and 3.5) there remain a few orientations with **c**-axes close to the compression direction and no orientation perpendicular to this direction; both orientations are highly unfavorable to dislocation slip. Deformation produced by dislocation slip on the basal plane leads to the rotation of grains toward orientations with **c**-axes close to the compression direction [Alley, 1988]. The textures measured in this study after 10% strain would therefore result from a combination of the grain rotation due to dislocation slip ("deformation textures", controlled by the macroscopic imposed stress), and the re-orientation of grains by nucleation and grain boundary

migration, i.e. DRX mechanisms (“recrystallization textures”, more dependent on the local stress state).

Our new observations highlight the fact that both the local stress field resulting from grain incompatibilities [Grennerat et al., 2012; Lebensohn et al., 2009] and the macroscopic stress play an essential role in determining the microstructure and texture evolution during DRX of ice. The latter induces a texture macroscopically favorable to the imposed stress (with *c*-axis orientations close to 45° from the compression axis), and the former induces nucleation and serrated GB migration in strain localization areas, therefore resulting in crystallographic axis clustering.

Observations at both local and macroscopic scales are therefore necessary to understand the effect of DRX mechanisms on the mechanical response of polycrystalline ice. Higher resolution and 3D observations (made by Diffraction Contrast Tomography [Ludwig et al., 2008; Roscoat et al., 2011] for instance) will be necessary to better understand the role of nucleation on the texture development during DRX of ice.

3.5 Conclusions

High resolution observations of texture and microstructure evolution during dynamic recrystallization were performed on ice deformed in the laboratory at high homologous temperature. Macroscopic response and texture evolution are similar to previous observations by Duval [Duval, 1979] and Jacka [Jacka, 1984; Jacka and Maccagnan, 1984]. Textures evolve toward a girdle at about 35° from the compression axis, and grain size distribution stabilizes after about 7% strain.

EBSD observations of crystallographic orientations in the deformed ice samples reveal the multi-maxima character of both *c*- and *a*-axis distributions. We also observe serrations induced by spatially non uniform grain boundary migration rates resulting from strain heterogeneities at grain boundaries and triple junctions. The associated dislocation field was characterized by using the EBSD observations to estimate the Nye tensor at the same resolution. The dislocation pattern is already heterogeneous after 2% strain, and remains similar across the higher strain levels explored here.

GB migration, which has been supposed to dominate DRX at high temperature, does not appear to be sufficient to relax local strain heterogeneities in such a highly anisotropic material as ice. We therefore suggest that local dislocation substructures such as kink bands and subgrain boundaries also contribute to the relaxation of the local internal stress field. These substructures as well as bulges in grain boundaries may be nucleation precursors. Our study provides evidence that under the conditions explored in the experiments, nucleation occurs by both subgrain boundary misorientation and bulging (SIGBM nucleation). The microstructural observations also indicate that both processes are active simultaneously. However, the relative contribution of these two nucleation processes to the development of DRX textures remains unconstrained.

The microstructural and textural observations indicate that DRX mechanisms are driven by the joint effect of the macroscopic imposed stress and the local stress field induced by strain incompatibilities between grains. Both scales must therefore be examined to understand and model the effect of DRX on the mechanical response of ice polycrystals.

Acknowledgements

Many thanks to Paul Duval for long-term useful discussions and comments. Financial support by the French “Agence Nationale de la Recherche” is acknowledged (project DREAM, #ANR-13-BS09-0001-01). This work benefited from support from institutes INSIS and INSU of CNRS. It has been supported by a grant from Labex OSUG@2020 (ANR10 LABX56). The authors gratefully acknowledge support by the ESF Research Networking Programme Micro-Dynamics of Ice (MicroDIce).

References

- Al-Samman, T. and Gottstein, G. (2008). Dynamic recrystallization during high temperature deformation of magnesium. *Materials Science and Engineering: A*, 490(1):411–420. [79](#)
- Al-Samman, T., Molodov, K. D., Molodov, D. A., Gottstein, G., and Suwas, S. (2012). Softening and dynamic recrystallization in magnesium single crystals during c-axis compression. *Acta materialia*, 60(2):537–545. [80](#)
- Alley, R. B. (1988). Fabrics in polar ice sheets: Development and. [93](#)
- Alley, R. B., Gow, A. J., and Meese, D. A. (1995). Mapping c-axis fabrics to study physical processes in ice. *Journal of Glaciology*, 41(137):197–203. [78](#)
- Ashby, M. F. and Duval, P. (1985). The creep of polycrystalline ice. *Cold Regions Science and Technology*, 11(3):285–300. [92](#)
- Azuma, N. (1994). A flow law for anisotropic ice and its application to ice sheets. *Earth and Planetary Science Letters*, 128(3):601–614. [93](#)
- Bachmann, F., Hielscher, R., and Schaeben, H. (2010). Texture Analysis with MTEX – Free and Open Source Software Toolbox. *Solid State Phenomena*, 160:63–68. [81](#)
- Beausir, B. and Fressengeas, C. (2013). Disclination densities from ebsd orientation mapping. *International Journal of Solids and Structures*, 50(1):137–146. [90](#)
- Borthwick, V. E., Schmidt, S., Piazzolo, S., and Gundlach, C. (2012). Quantification of mineral behavior in four dimensions: Grain boundary and substructure dynamics in salt. *Geochemistry, Geophysics, Geosystems*, 13(5). [80](#)
- Castelnaud, O. and Duval, P. (1994). Simulations of anisotropy and fabric development in polar ices. *Annals of Glaciology*, 20:277–277. [93](#)
- Castelnaud, O., Thorsteinsson, T., Kipfstuhl, J., Duval, P., and Canova, G. R. (1996). Modelling fabric development along the GRIP ice core, central Greenland. *Annals of Glaciology*, 23:194–201. [78](#), [93](#)
- Cuffey, K. M. and Paterson, W. S. B. (2010). *The physics of glaciers*. Academic Press. [78](#)
- De La Chapelle, S., Castelnaud, O., Lipenkov, V., and Duval, P. (1998). Dynamic recrystallization and texture development in ice as revealed by the study of deep ice cores in Antarctica and Greenland. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth*, 103(B3):5091–5105. [78](#), [93](#)

- Delaire, F., Raphanel, J., and Rey, C. (2000). Plastic heterogeneities of a copper multicrystal deformed in uniaxial tension: experimental study and finite element simulations. *Acta Materialia*, 48(5):1075–1087. 93
- Dillien, S., Seefeldt, M., Allain, S., Bouaziz, O., and Van Houtte, P. (2010). Ebsd study of the substructure development with cold deformation of dual phase steel. *Materials Science and Engineering: A*, 527(4):947–953. 80
- Diprinzio, C. L., Wilen, L. A., Alley, R. B., Fitzpatrick, J. J., Spencer, M. K., and Gow, A. J. (2005). Fabric and texture at Siple Dome, Antarctica. *J. Glaciol.*, 51(173):281–290. 78, 93
- Doumalin, P., Bornert, M., and Crépin, J. (2003). Caractérisation de la répartition de la déformation dans les matériaux hétérogènes. *Mécanique & Industries*, 4(6):607–617. 93
- Drury, M. and Humphreys, F. (1986). The development of microstructure in al-5% mg during high temperature deformation. *Acta Metallurgica*, 34(11):2259–2271. 79
- Drury, M. R. and Urai, J. L. (1990). Deformation-related recrystallization processes. *Tectonophysics*, 172(3–4):235–253. 79
- Duval, P. (1979). Creep and recrystallization of polycrystalline ice. *Bulletin de Mineralogie*, 102(2-3):80–85. 79, 94
- Duval, P., Ashby, M. F., and Anderman, I. (1983). Rate-controlling processes in the creep of polycrystalline ice. *The Journal of Physical Chemistry*, 87(21):4066–4074. 79
- Duval, P. and Castelnau, O. (1995). Dynamic Recrystallization of Ice in Polar Ice Sheets. *Le Journal de Physique IV*, 05(C3):C3–197–C3–205. 78
- Duval, P., Louchet, F., Weiss, J., and Montagnat, M. (2012). On the role of long-range internal stresses on grain nucleation during dynamic discontinuous recrystallization. *Materials Science and Engineering: A*, 546:207–211. 79, 92
- El-Dasher, B. S., Adams, B. L., and Rollett, A. D. (2003). Viewpoint: experimental recovery of geometrically necessary dislocation density in polycrystals. *Scripta Materialia*, 48(2):141–145. 90
- Field, D. P., Trivedi, P. B., Wright, S. I., and Kumar, M. (2005). Analysis of local orientation gradients in deformed single crystals. *Ultramicroscopy*, 103(1):33–39. 90
- Gillet-Chaulet, F., Gagliardini, O., Meyssonier, J., Zwinger, T., and Ruokolainen, J. (2006). Flow-induced anisotropy in polar ice and related ice-sheet flow modelling. *Journal of non-newtonian fluid mechanics*, 134(1):33–43. 78
- Grennerat, F., Montagnat, M., Castelnau, O., Vacher, P., Moulinec, H., Suquet, P., and Duval, P. (2012). Experimental characterization of the intragranular strain field in columnar ice during transient creep. *Acta Materialia*, 60(8):3655–3666. 79, 93, 94
- Hamann, I., Weikusat, C., Azuma, N., and Kipfstuhl, S. (2007). Evolution of ice crystal microstructure during creep experiments. *Journal of Glaciology*, 53(182):479–489. 85
- Heripre, E., Dexet, M., Crepin, J., Gélebart, L., Roos, A., Bornert, M., and Caldemaison, D. (2007). Coupling between experimental measurements and polycrystal finite element calculations for micromechanical study of metallic materials. *International Journal of Plasticity*, 23(9):1512–1539. 93

- Hondoh, T. (2000). Nature and behavior of dislocations in ice. *Physics of ice core records*, pages 3–24. [79](#)
- Humphreys, F. J. (2004). Nucleation in Recrystallization. *Materials Science Forum*, 467-470:107–116. [79](#)
- Humphreys, F. J. and Hatherly, M. (2004). *Recrystallization and Related Annealing Phenomena, Second Edition*. Pergamon, 2 edition. [78](#), [79](#), [92](#), [93](#)
- Jacka, T. (1984). The time and strain required for development of minimum strain rates in ice. *Cold Regions Science and Technology*, 8(3):261–268. [79](#), [81](#), [92](#), [94](#)
- Jacka, T. and Maccagnan, M. (1984). Ice crystallographic and strain rate changes with strain in compression and extension. *Cold Regions Science and Technology*, 8(3):269–286. [79](#), [92](#), [94](#)
- Jacka, T. H. and Jun, L. (1994). The steady-state crystal size of deforming ice. *Annals of Glaciology*, 20(1):13–18. [79](#), [92](#)
- Kacher, J., Landon, C., Adams, B. L., and Fullwood, D. (2009). Bragg’s Law diffraction simulations for electron backscatter diffraction analysis. *Ultramicroscopy*, 109(9):1148–1156. [90](#)
- Lebensohn, R. A., Montagnat, M., Mansuy, P., Duval, P., Meyssonier, J., and Philip, A. (2009). Modeling viscoplastic behavior and heterogeneous intracrystalline deformation of columnar ice polycrystals. *Acta Materialia*, 57(5):1405–1415. [94](#)
- Ludwig, W., Schmidt, S., Lauridsen, E. M., and Poulsen, H. F. (2008). X-ray diffraction contrast tomography: a novel technique for three-dimensional grain mapping of polycrystals. i. direct beam case. *Journal of Applied Crystallography*, 41(2):302–309. [94](#)
- Mainprice, D., Bachmann, F., Hielscher, R., and Schaeben, H. (2015). Descriptive tools for the analysis of texture projects with large datasets using mtex: strength, symmetry and components. *Geological Society, London, Special Publications*, 409(1):251–271. [81](#)
- Mansuy, P., Meyssonier, J., and Philip, A. (2002). Localization of deformation in polycrystalline ice: experiments and numerical simulations with a simple grain model. *Computational Materials Science*, 25(1–2):142–150. [92](#)
- Mansuy, P., Philip, A., and Meyssonier, J. (2000). Identification of strain heterogeneities arising during deformation of ice. *Annals of Glaciology*, 30(1):121–126. [85](#)
- Mishra, S., Pant, P., Narasimhan, K., Rollett, A., and Samajdar, I. (2009). On the widths of orientation gradient zones adjacent to grain boundaries. *Scripta materialia*, 61(3):273–276. [80](#)
- Miura, H., Sakai, T., Mogawa, R., and Jonas, J. J. (2007). Nucleation of Dynamic Recrystallization at the Grain Boundaries of Copper Bicrystals. *Materials Science Forum*, 558-559:457–464. [79](#)
- Montagnat, M., Blackford, J. R., Piazzolo, S., Arnaud, L., and Lebensohn, R. A. (2011). Measurements and full-field predictions of deformation heterogeneities in ice. *Earth and Planetary Science Letters*, 305(1):153–160. [85](#), [92](#)

- Montagnat, M., Buiron, D., Arnaud, L., Broquet, A., Schlitz, P., Jacob, R., and Kipfstuhl, S. (2012). Measurements and numerical simulation of fabric evolution along the Talos Dome ice core, Antarctica. *Earth and Planetary Science Letters*, 357-358:168–178. 78, 93
- Nye, J. F. (1953). Some geometrical relations in dislocated crystals. *Acta Metallurgica*, 1(2):153–162. 89
- Panozzo-Heilbronner, R. and Barrett, S. (2014). *Image Analysis in Earth Sciences: Microstructures and Textures of Earth Materials*. Springer. 82
- Pantleon, W. (2008). Resolving the geometrically necessary dislocation content by conventional electron backscattering diffraction. *Scripta Materialia*, 58(11):994–997. 90
- Paternell, M., RUSSELL-HEAD, D., and Wilson, C. J. L. (2011). A technique for recording polycrystalline structure and orientation during in situ deformation cycles of rock analogues using an automated fabric analyser. *Journal of Microscopy*, 242(2):181–188. 80
- Piazolo, S., Montagnat, M., and Blackford, J. R. (2008). Sub-structure characterization of experimentally and naturally deformed ice using cryo-EBSD. *Journal of Microscopy*, 230(3):509–519. 80, 85
- Piazolo, S., Montagnat, M., Grennerat, F., Moulinec, H., and Wheeler, J. (2015). Effect of local stress heterogeneities on dislocation fields: Examples from transient creep in polycrystalline ice. *Acta Materialia*, 90:303–309. 80, 85, 93
- Prior, D. J., Wheeler, J., Peruzzo, L., Spiess, R., and Storey, C. (2002). Some garnet microstructures: an illustration of the potential of orientation maps and misorientation analysis in microstructural studies. *Journal of Structural Geology*, 24(6–7):999–1011. 85
- Randle, V. (1992). Microtexture determination and its applications. *The Institute of Materials(UK), 1992.*, page 174. 81
- Roscoat, S. R. d., King, A., Philip, A., Reischig, P., Ludwig, W., Flin, F., and Meyssonier, J. (2011). Analysis of snow microstructure by means of x-ray diffraction contrast tomography. *Advanced Engineering Materials*, 13(3):128–135. 94
- Sakai, T., Belyakov, A., Kaibyshev, R., Miura, H., and Jonas, J. J. (2014). Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions. *Progress in Materials Science*, 60:130–207. 79
- Schulson, E. M. and Duval, P. (2009). *Creep and Fracture of Ice*. Cambridge University Press, Cambridge, UK ; New York, Édition : 1 edition. 80
- Thorsteinsson, T. (2002). Fabric development with nearest-neighbor interaction and dynamic recrystallization. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth*, 107(B1). 78
- Thorsteinsson, T., Kipfstuhl, J., and Miller, H. (1997). Textures and fabrics in the GRIP ice core. *Journal of geophysical research*, 102(C12):26583–26. 78, 93
- Villert, S., Maurice, C., Wyon, C., and Fortunier, R. (2009). Accuracy assessment of elastic strain measurement by EBSD. *Journal of Microscopy*, 233(2):290–301. 90
- Weikusat, I., De Winter, D. A. M., Pennock, G. M., Hayles, M., Schneijdenberg, C., and Drury, M. R. (2011a). Cryogenic EBSD on ice: preserving a stable surface in a low pressure SEM. *Journal of Microscopy*, 242(3):295–310. 81

- Weikusat, I., Kipfstuhl, S., Faria, S. H., Azuma, N., and Miyamoto, A. (2009). Subgrain boundaries and related microstructural features in EDML (Antarctica) deep ice core. *Journal of Glaciology*, 55(191):461–472. [85](#)
- Weikusat, I., Miyamoto, A., Faria, S. H., Kipfstuhl, S., Azuma, N., and Hondoh, T. (2011b). Subgrain boundaries in Antarctic ice quantified by X-ray Laue diffraction. *Journal of Glaciology*, 57(201):111–120. [85](#)
- Wheeler, J., Cross, A., Drury, M., Hough, R., Mariani, E., Piazzolo, S., and Prior, D. (2011). Time-lapse misorientation maps for the analysis of electron backscatter diffraction data from evolving microstructures. *Scripta Materialia*, 65(7):600–603. [80](#)
- Wilkinson, A. J., Meaden, G., and Dingley, D. J. (2006). High-resolution elastic strain measurement from electron backscatter diffraction patterns: New levels of sensitivity. *Ultra-microscopy*, 106(4–5):307–313. [90](#)
- Wusatowska-Sarnek, A. M., Miura, H., and Sakai, T. (2002). Nucleation and microtexture development under dynamic recrystallization of copper. *Materials Science and Engineering: A*, 323(1–2):177–186. [79](#)
- Yamasaki, M., Hagihara, K., Inoue, S.-i., Hadorn, J. P., and Kawamura, Y. (2013). Crystallographic classification of kink bands in an extruded Mg–Zn–Y alloy using intragranular misorientation axis analysis. *Acta Materialia*, 61(6):2065–2076. [80](#)

Chapitre 4

Les processus de germination

Sommaire

Abstract	102
4.1 Introduction	102
4.2 Experimental set-up	104
4.2.1 Creep tests on polycrystalline columnar ice	104
4.2.2 Texture and microstructure analyses	104
4.2.3 Characterization tools for the interpretation of EBSD data	106
4.3 Nucleation processes	107
4.3.1 Polygonization	107
4.3.1.1 Tilt sub-grain boundaries and kink band structures	107
4.3.1.2 Mosaic sub-structures	109
4.3.2 Nucleation at triple junctions and along grain boundaries	111
4.3.2.1 Serrated grain boundaries and nucleation by bulging	111
4.3.2.2 Nucleation with no orientation relation with parent grains	114
4.4 Discussion	115
4.5 Conclusions	118
Acknowledgements	118
Supplementary data	119
Tilt sub-grain boundaries	119
Transition between sub-grain boundary and grain boundary	119
References	121

D'après :

CHAUVE T., MONTAGNAT, M., BAROU F., HIDAS K., TOMMASI A., MAINPRICE D. accepted, Investigation of nucleation processes during dynamic recrystallization of ice using cryo-EBSD, *Philosophical Transactions A*, doi: [10.1098/rsta.2015.0345](https://doi.org/10.1098/rsta.2015.0345).

Abstract

Nucleation mechanisms occurring during dynamic recrystallization play a crucial role in the evolution of microstructures and textures during high temperature deformation. In polycrystalline ice, the strong viscoplastic anisotropy induces high strain heterogeneities between grains which control the recrystallization mechanisms. Here we study the nucleation mechanisms occurring during creep tests performed on polycrystalline columnar ice at high temperature and stress ($T = -7^{\circ}\text{C}$ - $\sigma = 0.5 \text{ MPa}$) by post-mortem analyses of deformation microstructures using cryogenic Electron Backscatter Diffraction (EBSD). The columnar geometry of the samples enables discriminating the nuclei from the initial grains. Various nucleation mechanisms are deduced from the analysis of the nuclei relations with the dislocation sub-structures within grains and at grain boundaries. Tilt sub-grain boundaries and kink bands are the main structures responsible for development of polygonization and mosaic sub-structures. Nucleation by bulging at serrated grain boundaries are also an efficient nucleation mechanism near the grain boundaries where strain incompatibilities are high. Observation of nuclei with orientations not related to the "parent" ones suggests the possibility of "spontaneous" nucleation driven by the relaxation of the dislocation-related internal stress field. The complexity of the nucleation mechanisms observed here emphasizes the impact of stress and strain heterogeneities on dynamic recrystallization mechanisms.

4.1 Introduction

Understanding ice deformation behavior is a key point for ice flow modeling and interpretation of climatic signal extracted from ice cores. Ice has a hexagonal crystallographic structure, where the $[0001]$ direction is called the optical axis or **c**-axis. Deformation in ice occurs mainly by dislocation glide in the basal plane, that is, in the plane normal to the **c**-axis, conferring a strong viscoplastic anisotropy to the crystal [Duval et al., 1983; Hondoh, 2000]. The strong strain heterogeneity that ensues from this anisotropy results in activation of dynamic recrystallization even at very low strains ($\leq 1\%$ in laboratory conditions) [Chauve et al., 2015]. Dynamic recrystallization processes in ice are similar to those observed in rocks and metals [Montagnat et al., 2009; Wilson et al., 2013].

During deformation within an ice sheet, various recrystallization processes occur [De La Chapelle et al., 1998]. They modify the ice texture and microstructure [Lipenkov et al., 1989; Thorsteinsson et al., 1997], and therefore affect the flow behavior [Castelnau et al., 1996; Durand et al., 2007; Gillet-Chaulet, 2006]. From texture analyses along deep ice cores, it is suggested that continuous (or rotation) Dynamic Recrystallization (continuous DRX) predominates at intermediate depths [Alley et al., 1995; Durand et al., 2008], whereas discontinuous (or migration) Dynamic Recrystallization (discontinuous DRX) prevails at deeper depths, close to the base of the ice sheet where deviatoric stress and temperature are higher [Alley et al., 1995; De La Chapelle et al., 1998; Gow and Williamson, 1976]. These two dynamic recrystallization regimes produce different microstructures and distribution of crystallographic orientations (textures). When continuous DRX is dominant, ice subjected to a very low vertical compressive stress (which is the most common stress field along ice cores drilled at geological domes, except close to the bedrock) develops a texture characterized by **c**-axes forming a single maximum aligned with the compression direction. This texture evolution is well explained by the rotation of basal planes driven by dislocation glide and is likely only slowed down by continuous DRX mechanisms [Durand et al., 2009; Lipenkov et al., 1989; Montagnat et al., 2012]. When discontinuous DRX is the dominant mechanism, the texture evolves toward an arrangement of **c**-axes within small circles oriented

at about 35° from the compression axis [De La Chapelle et al., 1998; Diprinzio et al., 2005; Thorsteinsson et al., 1997]. The latter texture is also obtained in laboratory compressive creep experiments performed at higher homologous temperatures, but under deviatoric stresses three to ten times larger than expected in an ice sheet [Jacka and Maccagnan, 1984; Montagnat et al., 2015].

Both recrystallization regimes are driven by a redistribution of stored strain energy, associated with the dislocations via grain boundary migration and nucleation of strain free grains. The exact mechanisms responsible for the development of a given texture, in particular during discontinuous DRX, are still questioned. In particular, the interaction between local heterogeneities in the strain field, DRX mechanisms and the role of nucleation in texture development, under laboratory conditions or in ice sheets are still poorly constrained.

Development of strain heterogeneities in ice has been characterized at an intragranular scale (and relatively high resolution) by Grennerat et al. [2012]. They showed that strain tends to concentrate close to grain boundaries (GBs) and sub-grain boundaries (SGBs) in relation to the stress field heterogeneities [Montagnat et al., 2011; Piazzolo et al., 2015]. Recent strain field measurements performed at a triple junction where nucleation occurred [Chauve et al., 2015] showed that DRX mechanisms initiate where strain incompatibilities between neighbouring grains are strong and that the change in the microstructure tends to relax the incompatibilities. Duval et al. [2012] proposed a strong connection between nucleation and local internal stress field resulting from dislocation arrangements. The role of dislocation accumulation and arrangement under heterogeneous strain fields appears to be crucial for DRX processes.

Dislocations responsible for plastic deformation in ice have their Burgers vector dominantly along one of the $\langle a \rangle$ ($\langle 1\bar{1}20 \rangle$) axis and glide in the basal plane [Glen and Perutz, 1954; Hondoh, 2000]. Very short segments of non-basal $\langle a \rangle$ dislocations were observed by X-ray diffraction [Hondoh et al., 1990; Shearwood and Whitworth, 1989, 1991]. Being rare, non-basal dislocations are usually assumed not to significantly contribute to the deformation, but they are supposed to participate in the generation of basal dislocations [Louchet, 2004]. Recent analysis of EBSD data on ice [Piazzolo et al., 2015; Weikusat et al., 2011a] showed, that non-basal $\langle c \rangle$ or $\langle c + a \rangle$ dislocations contribute to some of the observed SGB structures.

The most common sub-structures in both naturally and experimentally deformed ice polycrystals are tilt sub-grain boundaries or kink bands composed of basal edge dislocations [Piazzolo et al., 2008, 2015; Weikusat et al., 2009]. Kink bands are characterized by a combination of two opposite tilt SGBs [Barsoum et al., 2001; Wilson et al., 1986]. They may be viewed as equivalent to twinning that frequently occurs in hexagonal or trigonal materials such as magnesium [Aydiner and Telemez, 2014; Hazeli et al., 2015], titanium [Hama et al., 2015], or calcite [Burkhard, 1993] since both structures can accommodate local shear in a "hard slip" direction [Chauve et al., 2015; Piazzolo et al., 2015; Yamasaki et al., 2013]. These SGBs and kink bands modify the texture and microstructure in a similar way as observed during continuous DRX in metals [Galiyev et al., 2003; Sakai et al., 2009] and rocks [Drury and Urai, 1990; Trepmann et al., 2013; Trimby et al., 2000].

Strain heterogeneity also results in Strain Induced Grain Boundary Migration (SIGBM), which results in serrated (or interlobate) grain boundaries, commonly observed in ice and also metals and rocks [Drury and Urai, 1990; Galiyev et al., 2001; Ito et al., 1986; McDonald et al., 2005; Rutter, 1995]. Grain boundary bulging resulting from SIBM has often been suggested as a likely nucleation mechanism in ice [De La Chapelle et al., 1998; Duval and Castelnau, 1995; Montagnat et al., 2015; Weikusat et al., 2009].

In the present study, we discuss nucleation mechanisms in ice based on post-mortem observations of microstructures on columnar ice polycrystals deformed in the laboratory. Tests

were performed under creep at high temperature and relatively high deviatoric compressive stresses ($T \approx -7^\circ\text{C}$ and $\sigma = 0.5 \text{ MPa}$). The polycrystalline columnar ice microstructure with large grains (1 - 2 cm diameter) enables relatively high resolution observations for ice (down to $5 \mu\text{m}$) of nuclei, sub-grain and grain boundary structures by cryo-Electron BackScattering Diffraction (cryo-EBSD), which provides the full crystallographic orientation of grains. In addition the present study tries to unravel the likely nature of the dislocations involved in these structures, aiming to improve our understanding of the connection between strain heterogeneities, nucleation mechanisms, and textures.

We keep in mind, as highlighted by Humphreys and Hatherly [Humphreys and Hatherly, 2004], that when observing nucleation, one is in fact studying *nucleation and the early stage of growth* since nucleation is a part of recrystallization process which is well below the resolution limit of instruments used for this investigation.

4.2 Experimental set-up

4.2.1 Creep tests on polycrystalline columnar ice

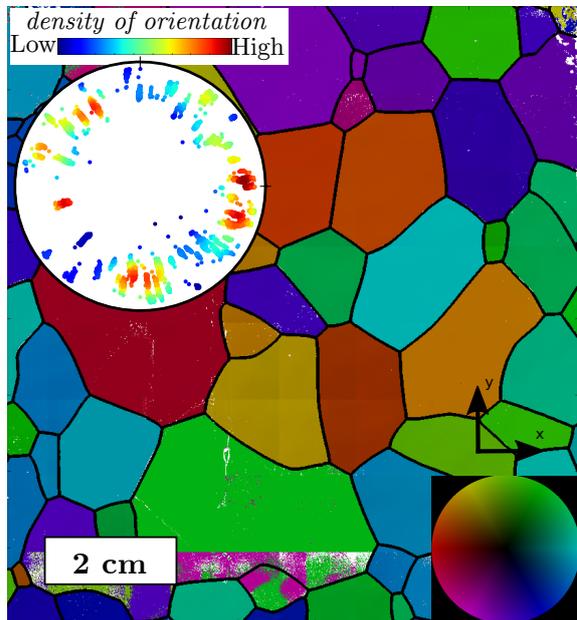
Creep tests were performed in uniaxial compression in a cold room at -7°C ($\pm 0.5^\circ\text{C}$). A constant stress of 0.5 MPa was applied through a constant load along the vertical y -axis. Under these conditions, a minimum strain rate of about $3 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ is reached at 1% strain, after about 3 hours. Teflon sheets were placed between the sample and the pistons in order to minimize friction at the contact surfaces, which could induce shear. Since the macroscopic strain reached less than 3%, we neglected the evolution of the surface in contact with the load. Tests were stopped at low macroscopic strains (around 3 %) to focus on the initial stages of recrystallization, in particular nucleation.

The samples were made of columnar polycrystalline ice of type S2 [Plé and Meyssonier, 1997]. The columns are nearly parallel to each other and the initial orientation of the c -axis of the grains is within $\pm 15^\circ$ from the plane perpendicular to the columns. Samples were machined in the laboratory with high geometrical accuracy to a parallelepiped shape of dimensions close to $85 \text{ mm} \times 85 \text{ mm} \times 15 \text{ mm}$, with the shortest direction being parallel to the columns of the grains. The microstructure of a non-deformed sample, in the plane perpendicular to the columns, is shown in figure 4.1. The typical size of the grains in this plane is about 1 to 2 cm, and each sample is composed of about 80 grains. Texture analysis techniques used here are mostly destructive (see section 4.2.2) but the $2.5D$ geometry of the sample provided by the columnar microstructure enables to compare *pre-* and *post-* deformation textures and microstructures by preparing subparallel samples along the plane perpendicular to the column axes. The columnar geometry also allows discriminating without ambiguity new recrystallized small grains from large parent grains (figure 4.1).

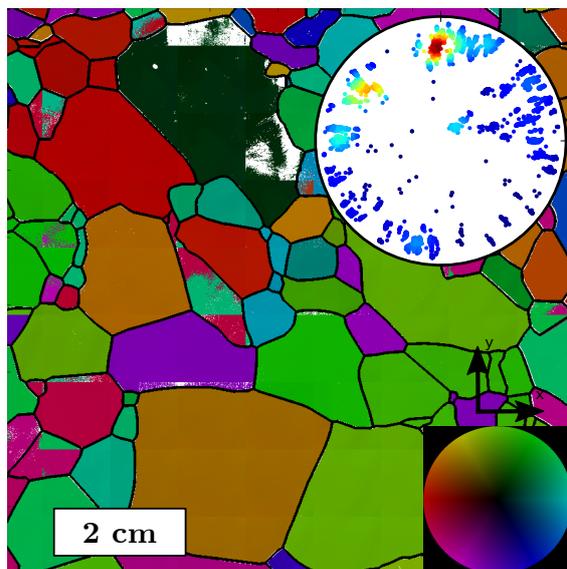
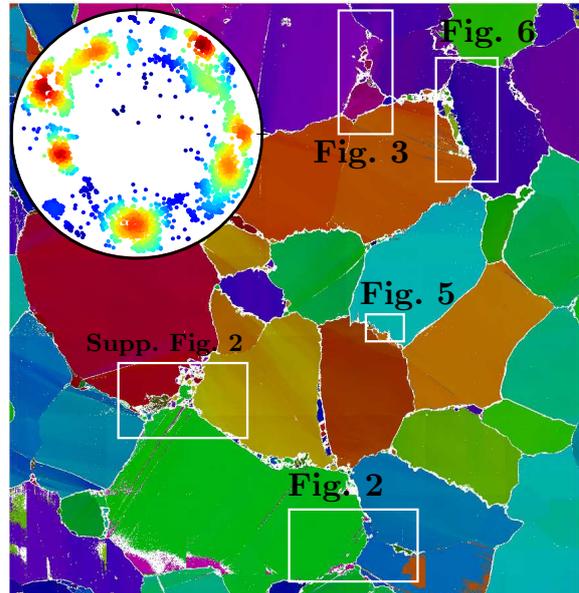
For a more detailed description of the creep test conditions and sample fabrication the reader can refer to [Grennerat et al., 2012] and [Chauve et al., 2015].

4.2.2 Texture and microstructure analyses

The Automatic Ice Texture Analyzer (AITA) [Russell-Head and Wilson, 2001] provides measurements of the orientation of the optical c -axis over large areas with a spatial step size varying between 50 to $5 \mu\text{m}$ (we use $20 \mu\text{m}$ here) and an angular resolution of about 3° [Peternell et al., 2011]. The c -axis measurement is more sensitive to the colatitude angle, this explains the radial dispersion visible on the pole figure for the undeformed sample, which provides the range of accuracy. Measurements are performed on a thin section (0.3 mm



Sample #1 : 3% strain



Sample #2 : 3.7% strain

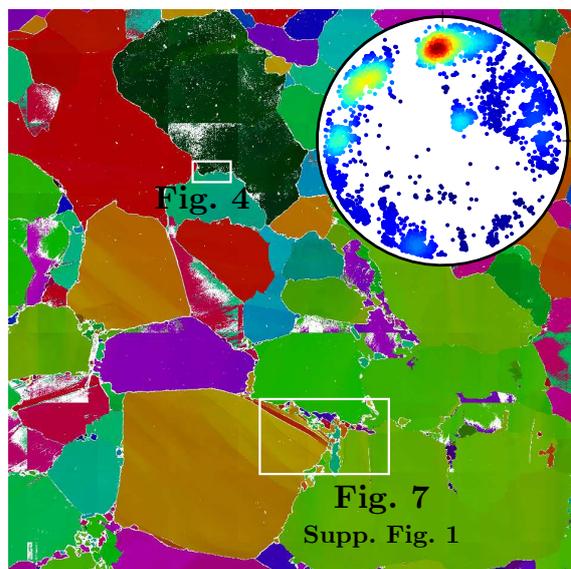


Figure 4.1 – *Pre-*(left) and *post-*(right) deformation texture analyses from $[0001]$ *c*-axis measurements performed with the AITA ($20\mu m$ step size), with the associated pole figure for $[0001]$ axis for both sample #1 (top) and #2 (bottom). The colorwheel related to *c*-axis orientations is shown at the bottom right of the undeformed microstructures. Selected areas for EBSD analyses are shown within white rectangles on the deformed microstructures. The white pixels in post-deformation microstructures are non indexed.

thick) of the full sample area ($85 \times 85 \text{ mm}^2$) extracted before the test and on a section cut on the sample surface just after the test, as close as possible to the previous one [Grennerat et al., 2012] (Fig. 4.1). The distance between the two thin sections is estimated to be around 5 mm . Due to the columnar shape of the grains and their large diameter, we expect limited bias from 2D sectioning.

Cryo-EBSD analyses are performed over small areas of interest ($2 \times 1 \text{ cm}^2$) selected based on the AITA observations. We used the Crystal Probe Scanning Electron Microscope of Geosciences Montpellier (CNRS, Univ. Montpellier 2) mounted with a GATAN cold stage module as described in [Montagnat et al., 2015]. The full lattice orientation is obtained with a step size between 50 and $0.1 \mu\text{m}$ and an angular resolution of 0.7° [Randle, 1992]. Appropriate adjustment of the vacuum and temperature (1 Pa and -100°C) to reduce sublimation was made following Weikusat et al. [Weikusat et al., 2011b] and allowed EBSD mapping of the entire selected areas ($2 \times 1 \text{ cm}^2$) with indexation rates higher than 85%. Samples for EBSD analyses were extracted as close as possible to the sample surface, at about 6 mm behind the thin section analyzed with the AITA. Microstructures derived from the two orientation mapping techniques compare remarkably well (Fig. 4.1).

Analyses of *post*-deformation texture by the AITA were performed at -15° immediately at the end of the tests. Samples were later maintained at -40° , transported at -18° (a few hours) and prepared at -60° prior to EBSD observations to limit the effect of post-dynamic recrystallization or annealing.

4.2.3 Characterization tools for the interpretation of EBSD data

EBSD data treatment was performed using the MTEX open source matlab toolbox (<http://mtex-toolbox.github.io/>) [Bachmann et al., 2010]. Definitions of some parameters implemented in MTEX and used for the study are given in this section.

Grain segmentation was done with a transition angle from sub-grain boundary to grain boundary fixed at 7° . The relevance of this value is discussed in the Supplementary Material by comparing the measured grain boundaries energy [Petrenko and Whitworth, 1999; Suzuki, 1970] with theoretical SGBs energy using the Read and Shockley model [Read and Shockley, 1950].

Mis2mean computes for each pixel the misorientation, i.e. the minimum rotation angle, between the pixel orientation and the mean orientation of the grain. Maps of the mis2mean values are used to illustrate intragranular misorientations associated with SGBs.

GOS, the Grain Orientation Spread, is the mean value of mis2mean within a grain. The GOS value provides a scalar magnitude of the global misorientation inside the grain.

KAM, the Kernel Average Misorientation, is a measurement of the local misorientation. It is calculated as the average misorientation angle between a pixel and its neighbours. In this study, 12 neighbouring pixels are used for the calculation (second order KAM). Maps of the KAM are used to highlight areas of abrupt changes in orientation, such as SGBs.

Misorientation profiles are used to characterize sub-structures such as SGBs and kink bands. Two types of misorientation profiles were calculated. The first type plots the misorientation between a pixel along a selected profile, and the first pixel in the profile (red line). The second type plots the misorientation between two adjacent pixels along the profile (blue line). When relevant, a pole figure showing the rotation axis of the misorientation accommodated by a SGB that crosscuts the profile is also displayed.

The **misorientation axis** is extracted by measuring the change in crystal orientation across a SGB, following the technique suggested by [Prior et al., 2002]. Since we force the misorientation angle to be positive, two rotations in opposite sense will have the same

misorientation angle but misorientation axes pointing in opposite directions, hence in opposite hemispheres. The rotation axis is therefore represented in the hemisphere in which it is pointing.

In order to interpret the nature of the SGB (tilt or twist), the orientation of the SGB plane is also required. This information cannot be extracted from the EBSD data, which only provides the trace of this plane on the sample surface. The assumption made to define the SGB plane needs to be justified in each case [Piazolo et al., 2008, 2015].

4.3 Nucleation processes

Pre- and *post-* deformation textures and microstructures obtained using the AITA are shown in figure 4.1 together with pole figures displaying the orientations of the *c*-axes. Due to the initial centimeter size columnar microstructure, we are able to discriminate small grains at grain boundaries and triple junctions as being nucleus formed by DRX. Many dislocation sub-structures, forming SGBs are observed, and GBs are highly serrated.

The texture is not significantly modified relatively to the starting material since the orientations of the large initial grains still dominate the final texture. Texture in the deformed samples is more dispersed due to onset of nucleation and development of intragranular misorientations.

Specific areas were selected on the deformed samples based on the AITA images and analyzed by EBSD (white rectangles in figure 4.1). EBSD analyses enable to characterize local features from the full crystallographic orientations, and at relatively high resolution (20 to 5 μm) relative to the grain size. These features are presented below based on the nucleation mechanism we assumed they record, namely polygonization by SGB formation or nucleation at GB and triple junctions.

4.3.1 Polygonization

Polygonization involves the formation of SGBs that can further evolve with strain into new grain boundaries and create new grains. In the configuration of post-mortem observations, we only observe SGBs and cannot predict their evolution into new GBs. We observe different types of SGBs that we characterize by using the tools described in section 4.2 4.2.3 from cryo-EBSD data.

4.3.1.1 Tilt sub-grain boundaries and kink band structures

Tilt SGBs are the most commonly observed substructures in our experiments or in previous studies [Montagnat et al., 2011; Piazolo et al., 2008; Weikusat et al., 2011a]. They are composed of edge dislocations [Friedel, 1964]. Some well-defined tilt SGBs are illustrated in part 1 of the supplementary material. They appear either as individual structures crossing the entire grain, or as multiple tilt SGBs that bend grains up to high misorientations (up to 8° in the given example).

A kink band is a special arrangement of two parallel tilt SGBs with opposite misorientation axis directions, each tilt SGB inducing the same absolute angle of misorientation. Hence, at both sides of the kink band the crystal orientation is nearly identical. Many kink bands are observed in our samples. A few are described here. A large kink band is shown in figure 4.2, crosscutting grain *P6*. The KAM representation used in this figure highlights the regions of abrupt changes in orientation. The tilt nature of the two SGBs forming the kink band is determined by using the misorientation axis analysis described in section 4.2.3.

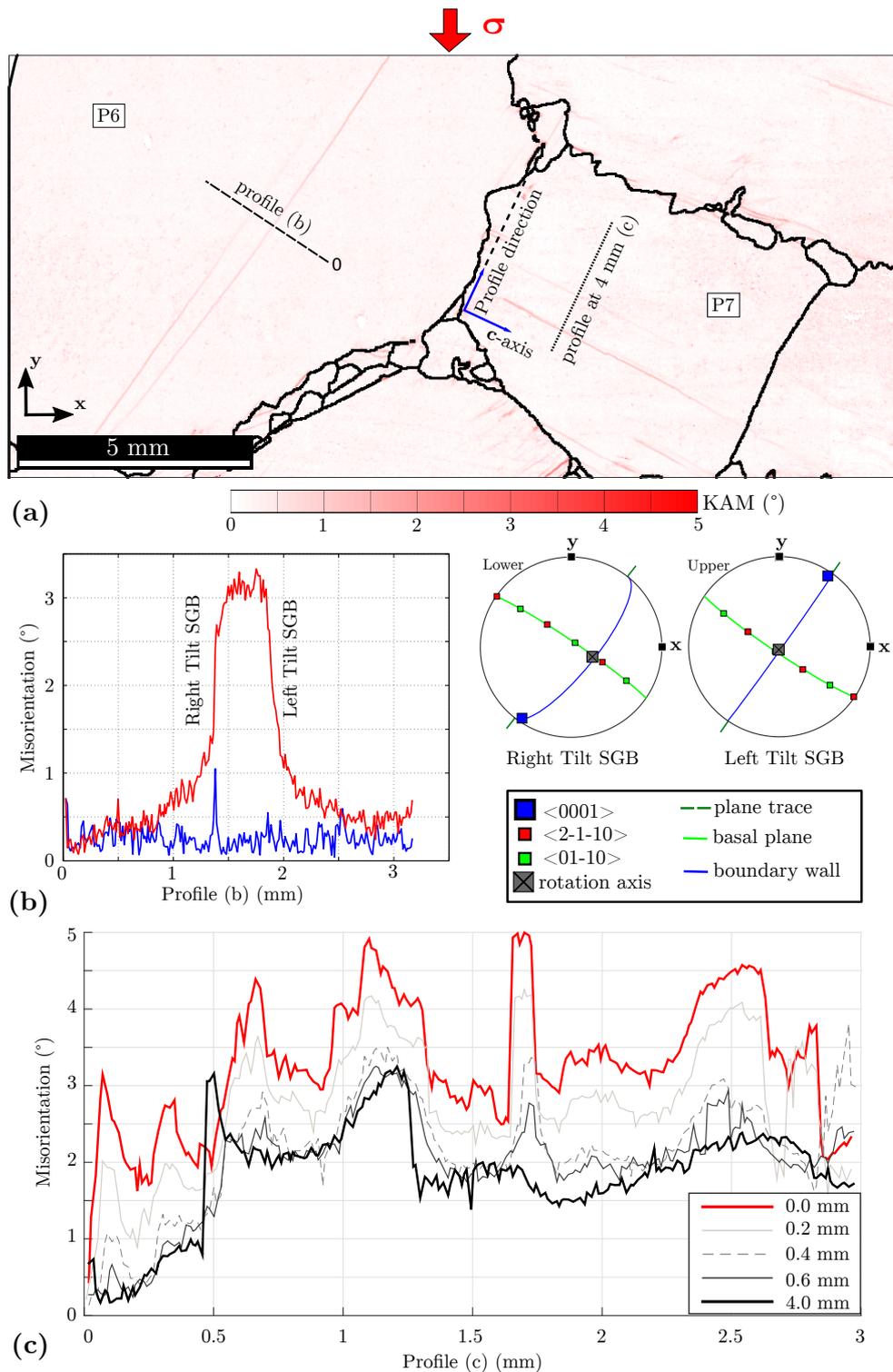


Figure 4.2 – (a) KAM representation of an EBSD map ($20 \mu\text{m}$ step size). The grain boundaries are plotted in black (misorientation angle higher than 7°). (b) Misorientation angle analysis along profile (b), the red line shows the cumulative misorientation and the blue line shows the misorientation between neighbouring pixels, associated pole figures for the right and left tilt SGB pointing in different hemispheres. (c) Misorientation angle evolution along various profiles across grain P7, at increasing distances from the grain boundary. Profiles are extracted perpendicularly to the c -axis direction, in order to show the sub-structure evolution as a function of the distance to the GB.

The pole figure (Fig. 4.2) shows that the misorientation axes are parallel to the $\langle a \rangle$ axis for the right SGB and to a $\langle m \rangle$ axis for the left one. Both rotation axes are in the basal plane. Such tilt SGBs were characterized by [Piazolo et al., 2015]. They are interpreted as tilt walls based on the assumption that the sub-grain wall is almost perpendicular to the sample surface. Although this assumption is reasonable given the columnar geometry of the samples, only 3D measurements could confirm it. Based on this assumption, the $\langle c \rangle$ axis lies within the SGB plane, hence these SGBs are tilt SGBs essentially made of basal edge dislocations with $\langle a \rangle$ Burgers vectors.

The misorientation profile (Fig. 4.2 (b)) shows that both tilt SGBs accommodate a total misorientation close to 3° . However, in both SGBs, the misorientation between two adjacent pixels is never higher than 1° (cf. the blue curve in figure 4.2 (b)). The change in orientation across the two tilt SGBs that form this kink band is not a sharp step but a progressive misorientation. Such a "smooth" misorientation gradient is rarely observed in tilt SGBs. Most tilt SGBs analyzed in this study show sharp misorientation gradients.

Kink band arrangements are often observed to crosscut the entire grain, but some of them, which initiate close to a GB, tend to vanish in the grain interior. An illustration is given in figure 4.2, where several misorientation profiles are extracted along parallel lines taken at increasing distances from the GB between grains $P6$ and $P7$. The red profile plotted in figure 4.2 (c) (labelled "0.0 mm") corresponds to the profile closest to the grain boundary. The black profile is the furthest away from the boundary. While many kink band structures, of various widths, are present close to the GB, only a few remain 4 mm away from the GB. For instance, the kink band visible at about 1.7 to 1.8 mm along the red profile is no longer detected in the grain interior and does not appear on the black profile. In addition, the complex sub-structure that appears between about 0.5 and 1.4 mm along the red profile tends to concentrate, or organize itself, in the shape of a wide kink band visible along the black profile (and visible in the KAM representation of figure 4.2). These observations show that close to GBs more kink bands and tilt SGBs are produced, probably due to strain incompatibilities between neighbouring grains with very different orientations.

4.3.1.2 Mosaic sub-structures

Both tilt SGB and kink band structures observed here are assumed to be made of a simple configuration of basal edge dislocations, similar to previous descriptions in [Piazolo et al., 2008]. KAM representations of EBSD data also highlight areas with more complex substructures, including curved SGBs, often close to GBs and triple junctions.

A typical SGB structure of this type appears in grain $P8$ (Fig. 4.3), where SGBs split a parent grain in three sub-grains. These three SGBs are coherent with tilt SGBs, following the reasoning of section 4.3 4.3.1 4.3.1.1. The three misorientation axes are between $\langle a \rangle$ and $\langle m \rangle$ axes (Fig. 4.3 right). Interestingly, the misorientation axis resulting from the combination of SGB P8-S1 and SGB P8-S2 (gray square, Fig. 4.3 right) is similar to the one created by SGB P8-S3. The resulting misorientation angle is slightly different, the combination of SGB P8-S1 and SGB P8-S2 resulting in a rotation of 8.4° while SGB P8-S3 creates a rotation of 9.4° . This difference is explained by an additional progressive misorientation gradient, which can be observed along a profile following SGBs P8-S1 and P8-S3 (Fig. 4.3 left).

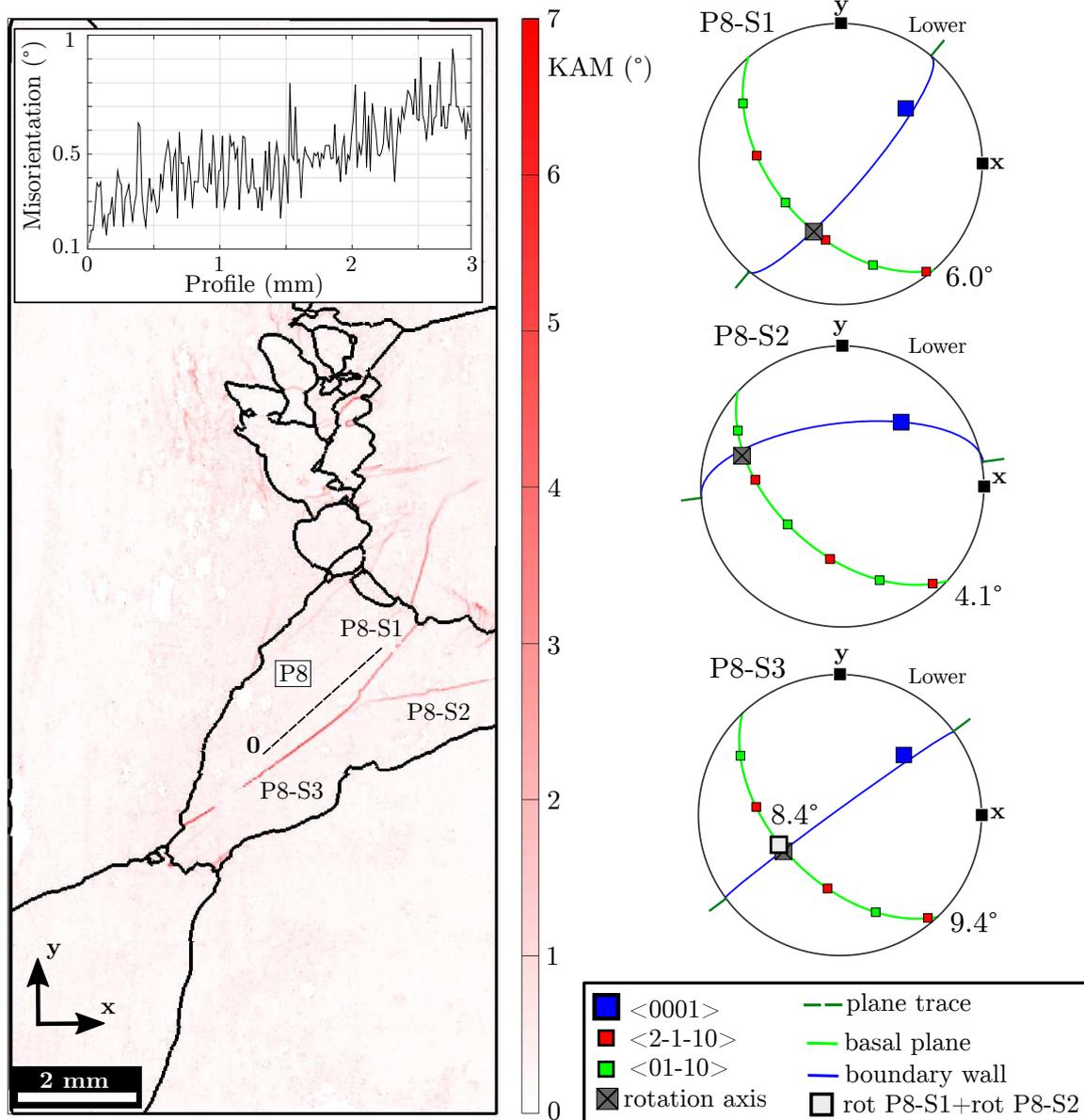


Figure 4.3 – Left : second order KAM of an EBSD map showing mosaic sub-structure ($20\mu m$ step size). The profile shows the cumulative misorientation along the dashed line relative to labelled point 0. The grain boundaries are plotted in black (misorientation angle higher than 7°). Right: Pole figures for each sub-grain boundary. The total misorientation accommodated by the SGB is indicated at the bottom right of the pole figure. On the SGB P8-S3 pole figure, the misorientation axis resulting from the combination of the misorientations of SGB P8-S1 and P8-S2 is plotted as a gray square.

4.3.2 Nucleation at triple junctions and along grain boundaries

4.3.2.1 Serrated grain boundaries and nucleation by bulging

EBSD maps obtained at $5\mu\text{m}$ steps show that most GBs are highly serrated after the 3% strain reached at the end of the compressive creep test (Fig. 4.4). These serrated GBs result from grain boundary migration driven by local variations in dislocation density between two neighboring grains [Humphreys and Hatherly, 2004; Urai et al., 1986]. In the vicinity of serrated GBs, the grains often display strongly misoriented domains (up to 5° , Fig. 4.4) where SGBs form complex structures. In the following we will analyse some of these sub-structures. The mis2mean representation is chosen in order to highlight the sub-grains rather than their boundaries.

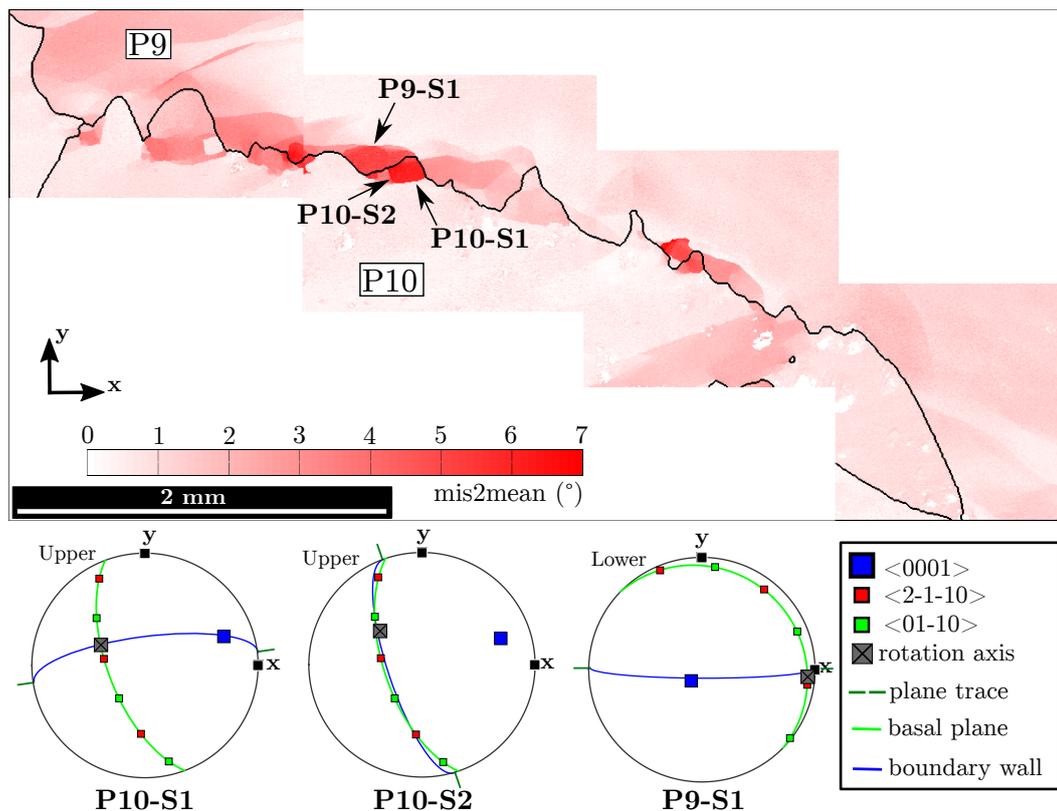


Figure 4.4 – Top: Mis2mean representation of a serrated grain boundary from an EBSD map ($5\mu\text{m}$ step size). The grain boundaries are plotted in black (misorientation angle higher than 7°). Bottom: Pole figures for sub-grain boundaries analyses are plotted for P9-S1, P10-S1 and P10-S2.

Figure 4.4 shows a typical serrated GB structure where various SGBs appear at the edges of the bulged part of the GB. Analysis of SGBs P10-S1, P10-S2, P9-S1 (Fig. 4.4) illustrates the complexity of the dislocation sub-structure in such domains.

The misorientation axes are between $\langle a \rangle$ and $\langle m \rangle$ directions in the basal plane for the three SGBs P10-S1, P10-S2 and P9-S1. All these SGBs have a typical tilt boundary geometry with the misorientation axis in the boundary plane. In the case of P10-S2, the boundary wall is perpendicular to the c -axis. By making the hypothesis that the SGB plane is perpendicular to the plane of the section, this SGB can be interpreted as composed by non-basal $\langle c \rangle$ dislocations, such as hypothesized by [Piazolo et al., 2015; Weikusat et al., 2011a].

In order to create new grains from bulging, one needs these SGBs to turn into GBs and separate the bulged area from the parent grain. Once again, post-mortem analyses

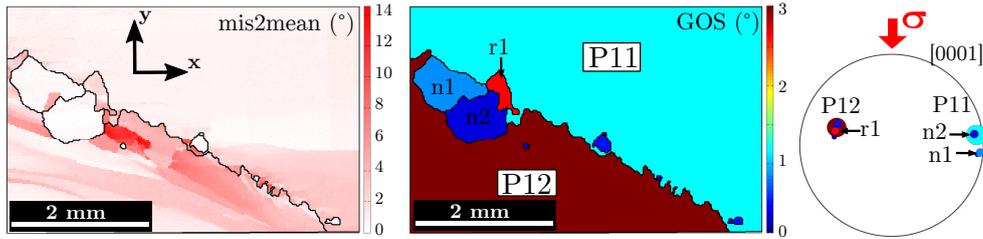


Figure 4.5 – EBSD map ($20\ \mu\text{m}$ step size) of serrated GB with nuclei. The grain boundaries are plotted in black (misorientation angle higher than 7°). Left: Mis2Mean representation. Center: GOS magnitude map color-coding. Right: c -axis $\langle 0001 \rangle$ pole figure using the GOS colorcode and a maker size proportional to the grain size.

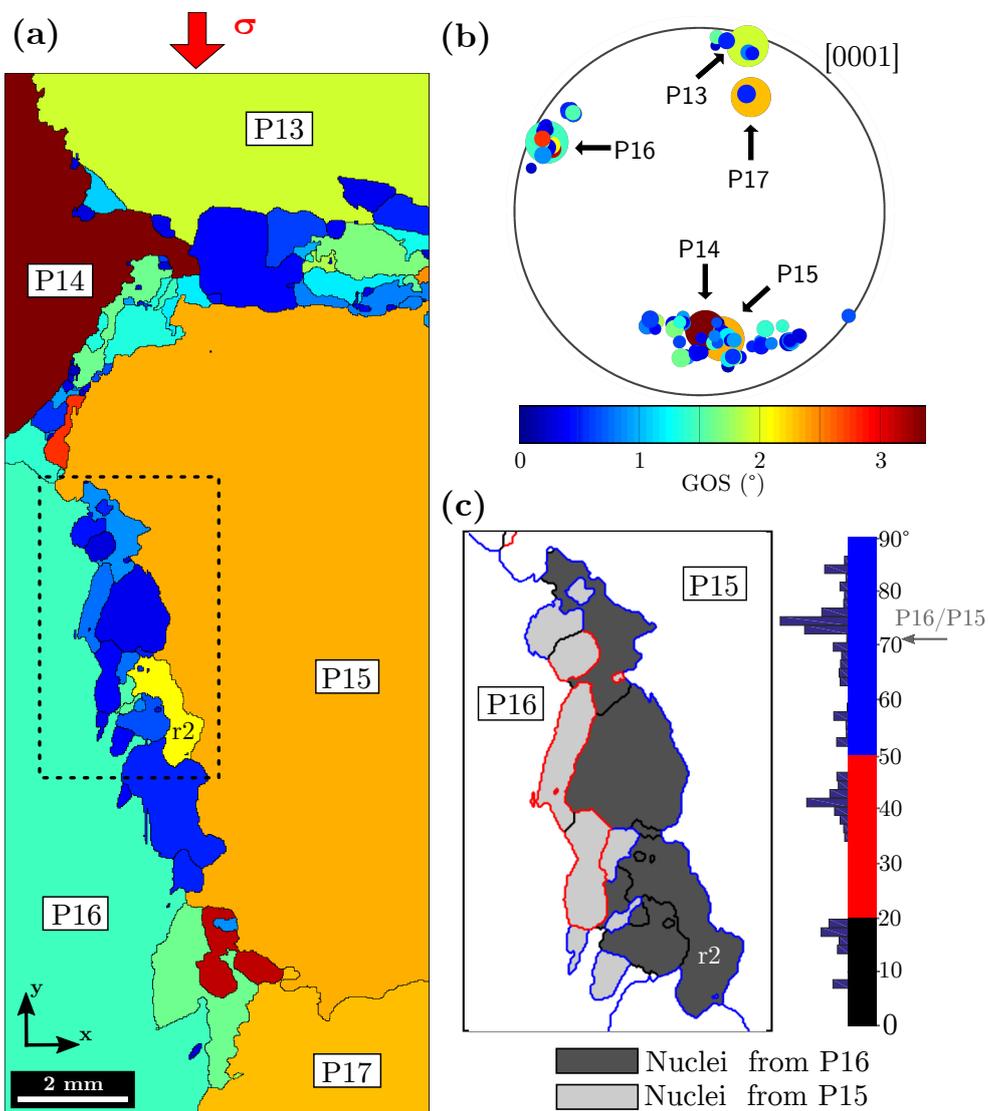


Figure 4.6 – (a) EBSD map ($20\ \mu\text{m}$ step size) using GOS color-coding. The grain boundaries are plotted in black (misorientation angle higher than 7°). (b) c -axis pole figure using GOS color-coding and a maker size proportional to the grain size. (c) Map of the dashed rectangular area. The nuclei are colored depending on the inferred "parent" grain P15 or P16. The grain boundaries are color-coded using the misorientation angle. The frequency histogram of the misorientation angle boundaries is added to the color-bar and the initial misorientation between P15 and P16 is shown by the arrow.

such as those performed here can only provide indirect observations of such a mechanism. Some nuclei, assumed to have formed by this process along a serrated GB are shown in figure 4.5. In this figure, the mis2mean representation indicates a high density of dislocation sub-structures within the parent grain $P12$ which results in a high GOS for this grain. On the contrary, the GOS of the small grains $n1$ and $n2$ is low and very low mis2mean values are measured in these grains. Based on the smooth shape of grain boundaries between grain $n1$ and grain $P12$, and between grain $n2$ and grain $P12$, we assume the two small grains to have grown at the expense of grain $P12$. This interpretation is substantiated by the fact that the mis2mean map shows more sub-structures in the vicinity of the small grains within grain $P12$ than within grain $P11$.

The pole figure shown in figure 4.5 represents the orientation of each grain of the figure, with symbols proportional to the grain size. The orientations of the small grains $n1$ and $n2$ are close to the orientation of grain $P11$, while the orientation of the small grain $r1$ is close to grain $P12$. Grain $r1$ is also characterized by a high GOS value and has a relatively serrated GB. Based on these observations we hypothesize that $n1$ and $n2$ are new grains formed by bulging of the grain boundary between $P11$ and growing at the expenses of $P12$, while grain $r1$ could well be a small part of grain $P12$ isolated by the nucleation and growth of $n1$ and $n2$. We may call grain $r1$ a remnant of grain $P12$.

Nucleation by bulging creates new grains with low dislocation density and orientation close to the parent grain orientation. This is illustrated in figure 4.6, which shows clusters of small grains all over the GBs. The pole figure in figure 4.6(b) shows the grain orientations with a colorscale related to the GOS value of the grain. The size of the symbol is proportional to the size of the grain allowing to distinguish small (possible nuclei) from large grains (parents). It appears that all new grains cluster around an orientation very close to the orientation of one of the large grains in the domain. The larger misorientation measured between a nucleus and its parent grain is about 30° (relative to grains $P14$ and $P15$). Although most of these new grains have low GOS values, some show higher GOS values suggesting that they either represent new grains that started to deform during the test or are remnants of parent grains isolated by nuclei growth (as it could be the case of $r1$ in figure 4.5).

Figure 4.6(c) focuses on the small grains along the grain boundary between grains $P15$ and $P16$ ($P15/P16$). The grains are colorcoded depending of the parent from which they are supposed to originate ($P15$ or $P16$) based on their orientation. The representation of the grain boundaries is function of the misorientation. GBs with misorientations between 7° and 20° are shown in black and those between 20° and 50° , in red. GBs with misorientation angle between 50° and 90° (i.e. close to the initial GB $P15/P16$ misorientation $70^\circ \pm 20^\circ$), are depicted in blue. The GBs with low angle or similar to the initial $P15/P16$ misorientation are those expected to have formed by bulging. The intermediate GBs misorientation (red) might result from bulging of an "old" nuclei.

It is interesting to notice that the dispersion of the orientation of the c -axis of the nuclei around grain $P15$ is larger than the one of the nuclei around grain $P16$ (Fig. 4.6, (b)). Moreover the nuclei emanating from $P16$ seems to present higher GOS values than the ones from $P15$, as for instance grain $r2$ which could very likely be a remnant of grain $P16$. These observations indicate that it is probable that the nuclei grew dominantly from grain $P15$ into grain $P16$ although we cannot exclude that the opposite may also occurred locally along the GB.

In summary, bulging seems to be an efficient nucleation mechanisms in the present study (Fig. 4.1). It creates necklace structures along the original grain boundaries.

4.3.2.2 Nucleation with no orientation relation with parent grains

A few locations in the samples analyzed in this study suggest the occurrence of a nucleation mechanism that induces no orientation relation between the nucleus and the parent grains. This type of nucleation was hypothesized by Duval et al. [Duval et al., 2012] to result from a "spontaneous" nucleation mechanism with neither critical radius nor saddle point energy constraint.

One of these locations is represented in figure 4.7 (a). In order to highlight the orientation data, grains within this area are color-coded as a function of their orientation. Gray is used for grains initially present in the undeformed microstructure (parent grains). Small grains with orientations close to one of the parent grains are colored in black. They are interpreted as resulting from bulging, as described in section 4.34.3.24.3.2.1. The remaining small grains are colored based on their orientation, as in the pole figure (Fig. 4.7, (a)). They show orientation that differ significantly from the parent grains orientation (Table in Fig. 4.7 (a)). For instance, the blue grain is misoriented by 62.0° from the closest possible parent grain, while the maximum misorientation angle in a hexagonal system is 93.8° .

Twinning, which would result into Coincidence Site Lattice orientation relations, was excluded based on the relations of orientation (Fig. 4.7 (b)). Indeed, from theoretical CSL in ice estimated by Gonzalez Kriegel et al. [Gonzalez Kriegel et al., 1997], the misorientation between a nucleus and the parents that gets the closest to a CSL ($\Sigma 9$ CSL [Gonzalez Kriegel et al., 1997]) corresponds to a rotation axis that stands at about 10° from the $\Sigma 9$ CSL configuration expected for ice.

Could orientation relations exist in the third dimension which is not resolved by our EBSD surface observations? This cannot be totally excluded, but it is very unlikely considering the columnar shape and the large initial grain size. Nevertheless, the nucleation destroys the $2.5D$ symmetry of the original microstructure, and the small blue grains could well be part of one single larger grain (resulting from nucleation and growth) cut by the surfacing procedure.

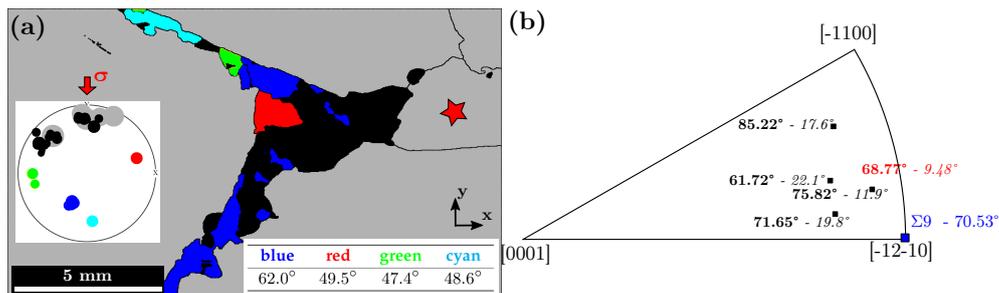


Figure 4.7 – (a) EBSD color map and pole figure color-coded depending on the "nature" of the grain. The grains inherited from the initial sample appear in gray. The nuclei formed by bulging appear in black. The nuclei with new orientations appear in blue, cyan, green and red. The table provides the misorientation angle between the new small grains and the closest parent grains (gray). The grain boundaries are plotted in black (misorientation angle higher than 7°). (b) Theoretical Coincidence Site Lattice for Ice-Ih [Gonzalez Kriegel et al., 1997] and the misorientation axes between the blue nuclei and the 5 neighboring grains. The associated misorientation angle is written in bold and the misorientation angle between the rotation axis and the closest CSL rotation axis in italics. The value written in red corresponds to the misorientation axis between the blue grain and the grain marked by the red star.

4.4 Discussion

Ice deformation is mainly accommodated by dislocation glide along the basal plane. Due to the difficulty of propagation of non-basal dislocations, ice single crystals have strong anisotropic mechanical properties [Duval et al., 1983]. This strong anisotropy leads to heterogeneous strain fields during deformation of ice polycrystals [Grennerat et al., 2012]. Locally, at an intra-granular scale or within deformation bands, the strain can be more than ten times higher than the macroscopic strain [Chauve et al., 2015; Grennerat et al., 2012]. Close to grain boundaries, where strain incompatibility is stronger, strain localization is a precursor to recrystallization mechanisms [Chauve et al., 2015], as a response to stress heterogeneity [Montagnat et al., 2011; Piazzolo et al., 2015]. The role of recrystallization mechanisms is to reduce these heterogeneities through grain nucleation, sub-grain boundary formation, and grain boundary migration, by creating a more strain compatible microstructure [Chauve et al., 2015].

Kink bands are common sub-structures in ice, as described by [Mansuy et al., 2000; Wilson et al., 1986]. Piazzolo et al. [2015] have recently shown that they accommodate strong local stresses resulting from strain incompatibility and compensate the difficulty of non-basal dislocation glide. The kink interior can be rotated by a few degrees relative to the surrounding grain (Fig. 4.2), favouring the glide of basal dislocations. The local deformation accommodated by a kink band may be important, as recently evaluated by digital image correlation on ice [Chauve et al., 2015].

The present study details many examples of kink band structures (Fig. 4.2). It shows, for the first time, that the tilt SGBs forming the kink bands do not necessarily take the shape of a sharp wall. Although rare, progressive misorientations may also occur. Multiple layers of basal edge dislocations parallel to the tilt SGBs are needed to create such a structure. Some kink bands crosscut the entire grain and create new path to accommodate the deformation imposed by the local stress field. Kink band sub-structures are however more numerous close to grain boundaries than within the grain (Fig. 4.2 (c)). This is consistent with the fact that the strain incompatibilities are stronger close to grain boundaries. When going deeper into the grains, the sub-structures therefore tend to arrange in simpler shapes with reduced stored energy.

Isolated tilt SGBs and multiple tilt SGBs that result in progressive bending of the crystal lattice (supplementary materials), or more complex mosaic sub-structures formed by multiple tilt SGBs (grain P8, Fig. 4.3) are also frequently observed in our samples. All these substructures may be formed by basal edge dislocations such as already hypothesized by [Piazzolo et al., 2008; Weikusat et al., 2011a].

Development of sub-grain boundaries as observed in this study (tilt SGB, kink band...) creates distinct sub-grains that can be misoriented by few degrees (Fig. 4.3 for instance). The arbitrary value of 7° assigned here to distinguish between SGB and GB is based on empirical observations of various authors (see for instance [Drury and Urai, 1990]), but not supported by any energy calculation, as shown in part 2 of the supplementary material. SGBs observed in this study or in natural ice cores [Weikusat et al., 2011a, 2009] do not organize in a type of checkerboard as in halite [Drury and Pennock, 2007; Guillope and Poirier, 1979], quartz [Stipp et al., 2002] or in magnesium [Fatemi-Varzaneh et al., 2015; Tan and Tan, 2003]. Most often, the sub-grain boundaries crosscut the entire grain and separate large parts of grains into well-defined sub-grains that further behave as individual grains [Chauve et al., 2015]. These mechanisms can be interpreted as continuous DRX since they end up creating distinct grains.

Grain boundary bulging has been proposed as an efficient recrystallization mechanisms

for ice in previous studies, based on observation of ice core samples [Weikusat et al., 2009] or laboratory experiments [Montagnat et al., 2015]. For the first time, the present study uses original cryo-EBSD observations at relatively high resolution to provide a description of the different steps of nucleation by bulging, from the serrated grain boundary to the new small grain (figures 4.4, 4.5, 4.6).

Observed GB serrations result from SIBM [Humphreys and Hatherly, 2004; Prior et al., 2004] and this heterogeneous migration is associated with complex crystal sub-structures close to the grain boundary (Fig. 4.4). These sub-structures are shown here to be mostly tilt SGB with basal $\langle a \rangle$ edge dislocations but a non-negligible proportion of them contains non-basal $\langle c \rangle$ dislocations (Fig. 4.4) that appear necessary to complete the sub-grains. Although the role of such energetically unfavorable dislocations [Hondoh, 2000] in forming dislocation sub-structures has already been evoked by Weikusat et al. [Weikusat et al., 2011a], and Piazzolo et al. [Piazzolo et al., 2015], they appear, here, to be very common close to serrated GBs. Since such SGBs containing non-basal dislocations are expected to be energetically costly in ice, they might require high levels of local stresses such as can be expected close to GBs and triple junctions [Grennerat et al., 2012; Piazzolo et al., 2015].

From our observations, it is very likely that these complex SGBs will actively contribute to the isolation of the nuclei with increasing strain (nuclei n_1 and n_2 , figure 4.5). Nuclei created by bulging have a low dislocation density and seem to grow in the direction where the dislocation density is higher. Their nucleation that occurs along old grain boundaries may result in the development of a necklace of small grains at GB (figure 4.6) as frequently observed in metals [Ponge and Gottstein, 1998] or in minerals [Halfpenny et al., 2006].

Bulging nucleation is observed in metals as magnesium [Fatemi-Varzaneh et al., 2007; Galiyev et al., 2001; Ihara and Miura, 2004], copper [Ito et al., 1986; Wusatowska-Sarnek et al., 2002] and in rocks [Platt and Behr, 2011; Prior et al., 2004; Rutter, 1995], where it is supposed to be responsible for a drastic grain size decrease during discontinuous DRX. In the specific conditions of our experiments (high temperature, high deviatoric stress), grain boundary migration is supposed to dominate the grain microstructure evolution [Montagnat et al., 2015], we therefore expect new strain free grains to grow rapidly.

Polygonization associated with tilt SGBs or kink bands, or nucleation by bulging are expected to create new grains with orientations close to the ones of parent grains [Humphreys and Hatherly, 2004; Sakai et al., 2014]. Small grains with an orientation that did not exist in the initial microstructure are also observed in the present study (Fig. 4.7). These new small grains, observed in figure 4.7, present high angle GBs with no CSL relationship with the neighboring grains. Similar observations were performed in metals under conditions where discontinuous DRX is expected to dominate [Humphreys, 2004; Larsen et al., 2005; Wu and Juul Jensen, 2007].

Along deep ice cores, where the texture is close to a single maximum aligned with the vertical axis (compression direction), some isolated grains are observed whose orientations clearly stands out of the dominant orientation cluster at the given depth [Durand et al., 2009; Montagnat et al., 2012]. Discontinuous DRX has been suggested as an explanation for these isolated orientations but no physical mechanism was evoked [Montagnat et al., 2009].

The model suggested by Duval et al. [Duval et al., 2012] could provide a likely explanation for the formation of such nuclei. This model proposes that the relaxation, during embryo formation, of long-range internal stresses stored in dislocation pile-ups at GB provides an additional driving force that drastically decreases both the nucleation critical radius and the saddle point energy. In these conditions, nucleation can occur without the necessity to reach a critical nucleus size [Bréchet and Martin, 2006], nor any thermal activation. This is why is it referred to as "spontaneous" nucleation. The critical strain necessary to establish

the long-range internal stress field is likely achieved thanks to the strong localization of deformation in ice, due to incompatibilities between grains. Although this model does not constrain the nucleus orientation, it may explain new orientations that appear with no relation with the parent grains.

Dynamic recrystallization in ice involves complex crystal restructuring through various forms of nucleation. As shown during a previous study [Chauve et al., 2015], these mechanisms are a response to the incompatibility of deformation between grains and create new microstructures more compatible in regard to the local stress. Nucleation mechanisms observed during laboratory experiments (for instance here $T = -7^{\circ}\text{C}$ and $\sigma = 0.5 \text{ MPa}$) can take various forms within a single sample, indicating concomitant activation of both continuous DRX and discontinuous DRX. The local strain and stress fields very likely control which mechanism predominates, which one is the most efficient to relax the local incompatibilities. The macroscopic stress and strain conditions impose nevertheless the global textures that form in conditions of dynamic recrystallization in ice [Bouchez and Duval, 1982; Jacka and Maccagnan, 1984; Montagnat et al., 2015; Treverrow et al., 2012]. We can therefore expect nucleation mechanisms to provide the evolution of the microstructure required to achieve a macroscopically favourable state of stress. Macroscopic deformation bands as observed by Grennerat et al. [2012], might be favourable sites of nucleation.

While laboratory conditions ($\dot{\epsilon} \sim 10^{-7} \text{ s}^{-1}$) are far from the deformation conditions encountered in natural ice sheets ($\dot{\epsilon} \sim 10^{-12} \text{ s}^{-1}$), the extraordinary strong viscoplastic anisotropy of ice [Duval et al., 1983] and the complex substructures visible in natural samples [Weikusat et al., 2009] even at high depths in the firn [Kipfstuhl et al., 2009] suggest that strain heterogeneities can be strong in natural conditions too. As strain rate in ice sheets is several order of magnitude lower than in laboratory conditions, we expect grain boundary migration to have a stronger relative impact on the relaxation of local stresses during deformation. This is coherent with the observed grain shapes, which are less serrated in natural samples [Weikusat et al., 2009]. However, the local stresses are probably still high enough to create SGBs with basal edge dislocations but also SGB with non-basal dislocations [Weikusat et al., 2011a]. Yet, discontinuous DRX cannot be considered as the dominant mechanism at all depths in an ice sheet. First of all, and mostly, because observed textures along the first 2/3 of most of the cores present a single maximum [Durand et al., 2009; Lipenkov et al., 1989; Montagnat et al., 2012; Thorsteinsson et al., 1997] that strongly differs from the "small circles"-type textures observed in all creep experiments in DRX conditions [Jacka and Maccagnan, 1984; Montagnat et al., 2015; Treverrow et al., 2012], while in the bottom part of ice cores the textures become similar to the experimental ones [De La Chapelle et al., 1998; Diprinzio et al., 2005; Thorsteinsson et al., 1997]. The increase in temperature with depth along ice cores is likely to modify the balance between grain boundary migration rate and storage of strain energy through dislocation accumulation. The shear component of stress also increases with depth in an ice sheet [Durand et al., 2007; Montagnat et al., 2014; Paterson, 1994]. This could induce higher strain heterogeneities and, hence more effective recrystallization. At these lower depths grain sizes can also be very large, in agreement with an efficient grain boundary migration.

Evaluating the mechanisms of nucleation in the laboratory and at a relatively high resolution is therefore likely to benefit to the understanding of DRX mechanisms as occurring along ice cores. High resolution observations of ice samples extracted from ice core, such as performed by Weikusat et al. [2009] could be valuable to perform comparisons. Nevertheless, since many bubbles are trapped in ice, and compressed in their natural environment, their relaxation with ice extraction can lead to severe local deformation at the intragranular scale that will very likely pollute EBSD observations of local dislocation substructures.

4.5 Conclusions

In the present study, cryo-EBSD observations on columnar ice deformed at high temperature provide a detailed overview of the nucleation processes occurring during dynamic recrystallization of ice and of the likely associated dislocation arrangements.

Nucleation mechanisms in strong anisotropic material such as ice are mainly controlled by the local strain and stress conditions. These conditions are strongly heterogeneous and high local strains can be reached at any macroscopic strain level [Chauve et al., 2015; Grennerat et al., 2012]. Nucleation and grain boundary migration are efficient mechanisms to accommodate the intra- and intergranular stress incompatibilities by creating a new microstructure more adapted to the local stress field. The present study highlights the range of nucleation mechanisms that can act to modify the microstructure, as a function of the local and macroscopic constraints.

Most commonly, dislocations organize to form tilt SGBs and kink bands which accommodate significant strain [Chauve et al., 2015] at places where local stress is heterogeneous [Piazolo et al., 2015]. Although no "in-situ" observations are available, it is very likely from the present observations, that these dislocation sub-structures can be considered as precursors to a polygonization type of nucleation.

For the first time, bulging nucleation is characterized in details. Subgrain boundaries are shown to play a major role in this nucleation associated with strain induced grain boundary migration. Indeed, strongly misoriented areas concentrate close to serrated GBs. These areas contain classical tilt bands made of basal dislocations, but also of non-basal dislocations. These substructures, which must be driven by high local stress concentrations, are very likely to be responsible for evolution of the bulging nuclei into new grains that are observed in this study, although only *in-situ* experiments could undoubtedly provide the proof. Local and heterogeneous grain boundary migration, exemplified by serrated GB, enables microstructure restructuration adapted to the local fields. But our observations demonstrate that the classical scheme of "strain free" grains that would grow against "highly strained" grains is far too simplistic in a frame of heterogeneous strain field such as measured in ice.

"Spontaneous" nucleation was also deduced from observation of necklace of small grains at GB and triple junctions with no orientation relation with parent grain. Although indirect, this observation is the first one that could validate the model of Duval et al. [2012] of a "spontaneous" nucleation resulting from the impact of dislocation induced internal stress field. Such a mechanism could be evoked to explain abrupt changes in texture along ice cores, from strong single maximum to dispersed texture as observed by Montagnat et al. [2012] for instance.

The detailed and unique observations performed in this work challenge the classical separation between "continuous" and "discontinuous" dynamic recrystallization in the case of a material with a strong viscoplastic anisotropy deformed at high temperature, since nucleation mechanisms associated with both regimes are observed simultaneously. The extrapolation of these observations to the dominant recrystallization mechanisms in ice sheet conditions and their impact on texture development is still challenging, but the role of strain and stress heterogeneities is likely to be important, even at low strain rates.

Acknowledgements

Many thanks to Paul Duval for long-term useful discussions and comments. Financial support by the French "Agence Nationale de la Recherche" is acknowledged (project DREAM,

ANR-13-BS09-0001-01). This work benefited from support from institutes INSIS and INSU of CNRS. It has been supported by a grant from Labex OSUG@2020 (ANR10 LABX56). This project is supported by INP-Grenoble and the University Joseph Fourier in the frame of proposal called "Grenoble Innovation Recherche AGIR". This project is supported by the Marie Curie Intra-European Fellowship to K. H.(PIEF-GA-2012-327226).

Supplementary data

Tilt sub-grain boundaries

Tilt sub-grain boundaries (tilt SGB) are the most commonly observed substructures in the laboratory experiments presented in this study or in previous studies [Montagnat et al., 2011; Piazzolo et al., 2008; Weikusat et al., 2011b]. These boundaries have geometries consistent with a tilt wall of edge dislocations [Friedel, 1964]. A well-defined tilt SGB is illustrated in Grain P1 in supplementary figure 4.8(a). The misorientation profile 1 across this SGB (Fig. Supp fig:supp1(b)) shows a sharp orientation gradient (below the EBSD step-size of 20 μm) with a misorientation higher than 4° between the two sides of the SGB. The pole figure (Fig. Supp fig:supp1(b)) shows that the misorientation axis is between $\langle a \rangle$ and $\langle m \rangle$ direction in the basal plane and stands within the basal plane. In order to fully define this SGB as a tilt SGB, we need to make the assumption that the sub-grain wall is roughly perpendicular to the sample surface and not parallel to it (Fig. Supp fig:supp1(b)). That is supported by geometrical probability which predicts a high probability for a 2D section to cut boundaries normal to the surface [Kendall and Moran, 1963]. This assumption, already made by Piazzolo et al. [2008] is reasonable given the columnar geometry of the sample, but only 3D measurements could confirm it. Based on this assumption and considering that the c-axis lies within the SGB plane, we can hypothesize that this tilt SGB is essentially composed by basal edge dislocations with $\langle a \rangle$ Burgers vectors. A similar reasoning enables to distinguish similar tilt SGBs in grain P2 (Fig. Supp fig:supp1(c)) and P5 (Fig. Supp 4.9). The misorientation profile across grain P2 and the pole figures showing the crystallographic orientation of the crystal and the misorientation axes highlight bending of the grain P2 by multiple tilt SGBs, which result in a cumulate misorientation up to 8° . In grain P5, the misorientation profile (Fig. Supp 4.9, bottom) shows at least five SGBs identified as tilt SGBs. Those within 0.5 and 0.8 mm or 1.6 and 1.9 mm from the start of the profile are organized as kink bands made of two tilt SGBs with opposite misorientation axes. The SGB located at 1.4 mm from the start of the profile also has characteristics consistent with a tilt SGB, but cumulates a misorientation $> 8^\circ$. It could therefore be considered as a new grain boundary.

Transition between sub-grain boundary and grain boundary

The transition between sub-grain boundary and grain boundary is not clearly defined in ice. Historically the segmentation performed on deep ice cores was done by looking to the grain shape through cross polarized light [Duval and Lorius, 1980; Friedel, 1964]. Many studies talk about transition between sub-grain boundary and grain boundary and give no precise angle [Montagnat et al., 2009; Wilson et al., 2013]. Recent studies by Weikusat et al. [2011b] calculated a lower bound for the transition between tilt SGB and GB at around 5° for a tilt made of basal dislocations and 3° for a tilt made of non-basal dislocations. These values were obtained by estimating the SGB energy based on calculation that considers individual dislocations. Doing so, they underestimate the angle of transition between SGB and GB as they overestimate the SGB energy.

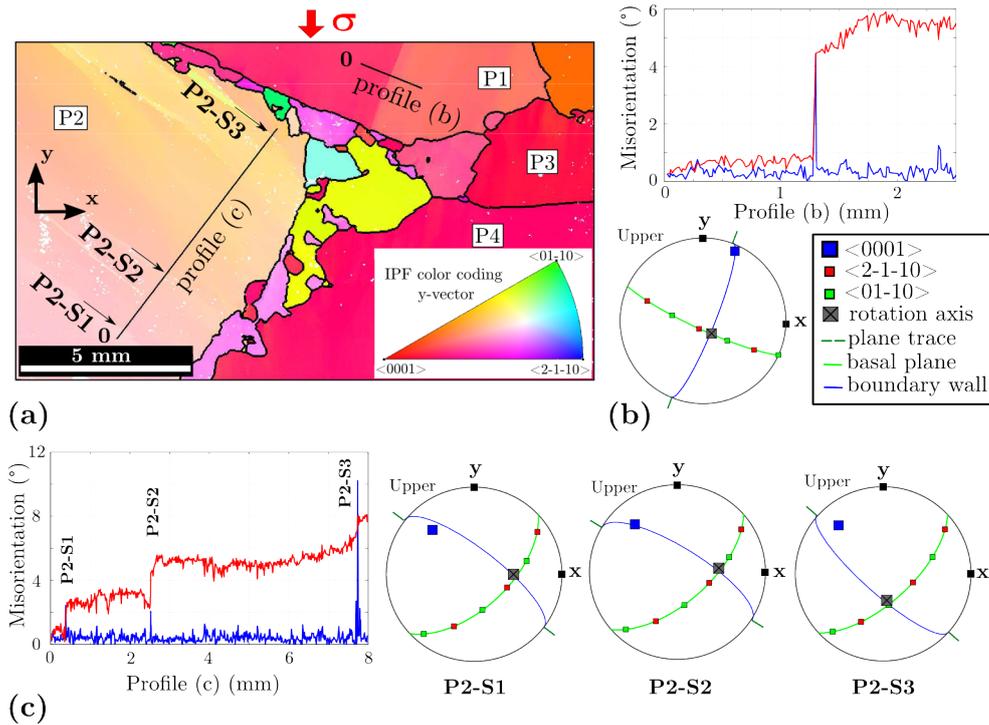


Figure 4.8 – (a) EBSD color map ($20 \mu\text{m}$ step size). (b) Misorientation profile 1 and associated misorientation axis analysis for the sub-grain boundary from grain P1. (c) Misorientation profile 2 and associated misorientation axis analysis for the 3 sub-grain boundaries visible in grain P2 (S1, S2 and S3).

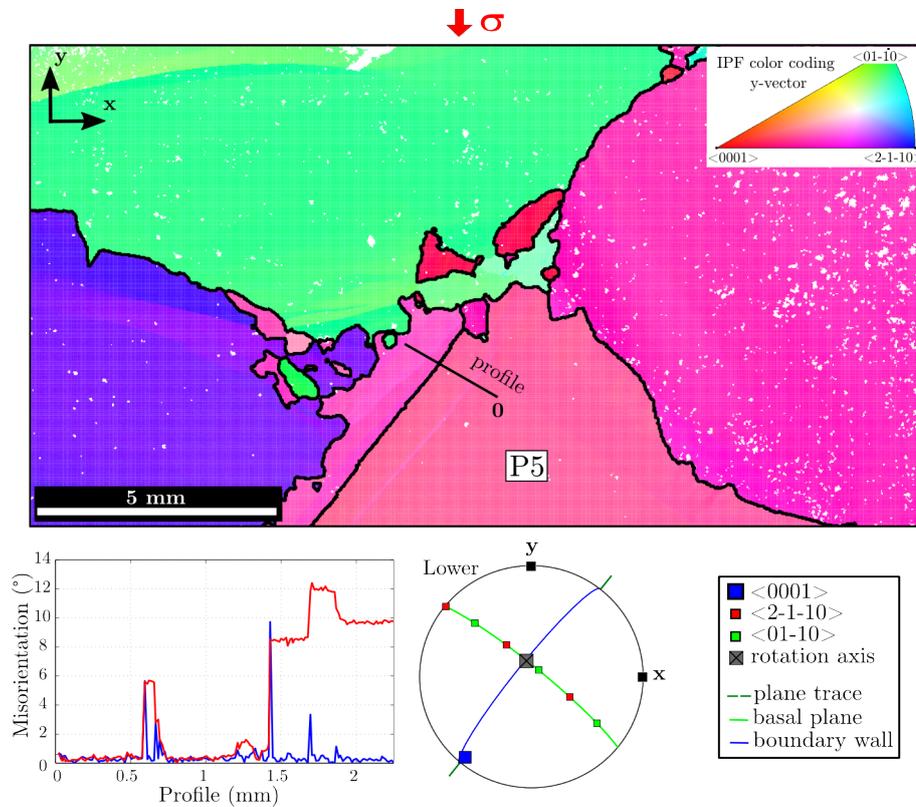


Figure 4.9 – EBSD map ($20 \mu\text{m}$ step size) of a highly misorientated tilt SGB. Misorientation along the profile crossing the tilt sub-grain boundary is given at the bottom left, and pole figure showing the rotation axis is given at the bottom right.

Read and Shockley [1950] proposed a model to calculate the energy of a tilt γ_{SGB} made of edge dislocations, and creating a misorientation θ ranging between 0 and 15°:

$$\gamma_{SGB} = \gamma_0 \theta (A - \ln \theta) \quad (4.1)$$

$$A = 1 + \ln \left(\frac{b}{2\pi r_0} \right), \quad \gamma_0 = \frac{Gb}{4\pi(1 - \mu)} \quad (4.2)$$

Where G is the shear modulus ($3.4 \times 10^9 N.m^{-2}$), μ the Poisson's ratio (0.41) [**Petrenko and Whitworth, 1999**] and r_0 the dislocation core radius which is between b and $5b$ [**Humphreys and Hatherly, 2004**], with b the norm of the Burgers vector of the dislocations forming the SGB. The value of b depends on the dislocations involved within the tilt SGB considered. $b = 4.52\text{\AA}$ for a tilt SGB made of basal $\langle a \rangle$ dislocations, $b = 7.36\text{\AA}$ for a tilt SGB made of non-basal $\langle c \rangle$ dislocations and $b = 8.63\text{\AA}$ for $\langle c + a \rangle$ dislocations [**Hondoh, 2000**]. Existing measurements of grain boundary energy, based on grooving technique [**Petrenko and Whitworth, 1999**], provide a large range of values from $42 mJ.m^{-2}$, as given in **Petrenko and Whitworth [1999]** to between 60 and $100 mJ.m^{-2}$ as found by **Suzuki [1970]**.

Supplementary figure 4.10 shows the calculated tilt SGB energy by using the **Read and Shockley [1950]** model, equation 4.5, with $r_0 = b$. We can see that the SGB energy decreases after 8° which is incoherent with the fact that more dislocations must be involved for higher misorientations. This provides the upper bound for the **Read and Shockley [1950]** model in the case of ice.

Depending on the GB energy chosen from the literature, the energetically defined transition between sub-grain boundary and grain boundary varies. In particular, it depends on the type of dislocations creating the tilt SGB. The strong anisotropy of the ice single crystal makes it harder to clearly define this transition. For instance, a tilt SGB formed of basal $\langle a \rangle$ dislocations will remain energetically more favorable than a grain boundary whatever the misorientation created (and therefore the dislocation density), up to the limit of the model (around 8°). Adding on top of that the fact that the model describes only tilt SGB and not twist SGB or mixed SGB, a transition between sub-grain boundary and grain boundary at 7°, such as selected in this study, appears coherent and is, at least, the best we can do.

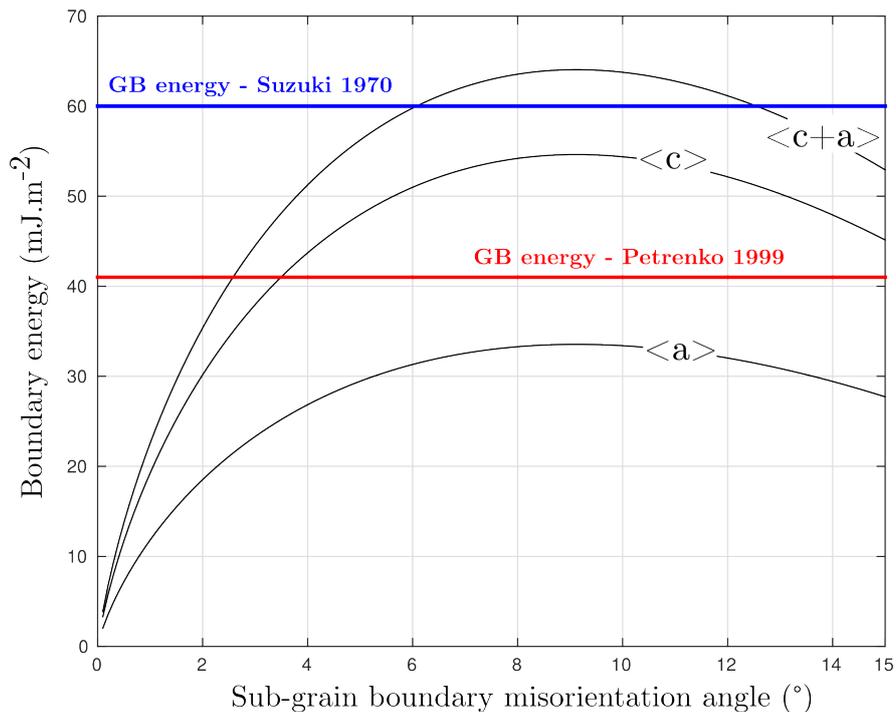


Figure 4.10 – Sub-grain boundary energy calculated using the **Read and Shockley [1950]** model for a tilt sub-grain boundary. The black curves show three configurations with different types of dislocations, $\langle \mathbf{a} \rangle$, $\langle \mathbf{c} \rangle$, and $\langle \mathbf{c} + \mathbf{a} \rangle$. The blue and red lines show different value of grain boundary energy proposed in the literature.

References

- Alley, R. B., Gow, A. J., and Meese, D. A. (1995). Mapping c-axis fabrics to study physical processes in ice. *Journal of Glaciology*, 41(137):197–203. [102](#)
- Aydiner, C. C. and Telemez, M. A. (2014). Multiscale deformation heterogeneity in twinning magnesium investigated with in situ image correlation. *International Journal of Plasticity*, 56:203–218. [103](#)
- Bachmann, F., Hielscher, R., and Schaeben, H. (2010). Texture Analysis with MTEX – Free and Open Source Software Toolbox. *Solid State Phenomena*, 160:63–68. [106](#)
- Barsoum, M. W., Radovic, M., Finkel, P., and El-Raghy, T. (2001). Ti_3SiC_2 and ice. *Applied Physics Letters*, 79(4):479–481. [103](#)
- Bouchez, J. L. and Duval, P. (1982). The fabric of polycrystalline ice deformed in simple shear : experiments in torsion, natural deformation and geometrical interpretation. *Textures and microstructures*, 5:171–190. [117](#)
- Bréchet, Y. and Martin, G. (2006). Nucleation problems in metallurgy of the solid state: recent developments and open questions. *Comptes Rendus Physique*, 7(9–10):959–976. [116](#)
- Burkhard, M. (1993). The Geometry of Naturally Deformed Rocks Calcite twins, their geometry, appearance and significance as stress-strain markers and indicators of tectonic regime: a review. *Journal of Structural Geology*, 15(3):351–368. [103](#)

- Castelnaud, O., Thorsteinsson, T., Kipfstuhl, J., Duval, P., and Canova, G. R. (1996). Modelling fabric development along the GRIP ice core, central Greenland. *Annals of Glaciology*, 23:194–201. [102](#)
- Chauve, T., Montagnat, M., and Vacher, P. (2015). Strain field evolution during dynamic recrystallization nucleation; A case study on ice. *Acta Materialia*, 101:116–124. [102](#), [103](#), [104](#), [115](#), [117](#), [118](#)
- De La Chapelle, S., Castelnaud, O., Lipenkov, V., and Duval, P. (1998). Dynamic recrystallization and texture development in ice as revealed by the study of deep ice cores in Antarctica and Greenland. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth*, 103(B3):5091–5105. [102](#), [103](#), [117](#)
- Diprinzio, C. L., Wilen, L. A., Alley, R. B., Fitzpatrick, J. J., Spencer, M. K., and Gow, A. J. (2005). Fabric and texture at Siple Dome, Antarctica. *J. Glaciol.*, 51(173):281–290. [103](#), [117](#)
- Drury, M. and Pennock, G. (2007). Subgrain Rotation Recrystallization in Minerals. *Materials Science Forum*, 550:95–104. [115](#)
- Drury, M. R. and Urai, J. L. (1990). Deformation-related recrystallization processes. *Tectonophysics*, 172(3–4):235–253. [103](#), [115](#)
- Durand, G., Gillet-Chaulet, F., Svensson, A., Gagliardini, O., Kipfstuhl, S., Meyssonier, J., Parrenin, F., Duval, P., and Dahl-Jensen, D. (2007). Change in ice rheology during climate variations – implications for ice flow modelling and dating of the EPICA Dome C core. *Clim. Past*, 3(1):155–167. [102](#), [117](#)
- Durand, G., Persson, A., Samyn, D., and Svensson, A. (2008). Relation between neighbouring grains in the upper part of the NorthGRIP ice core—Implications for rotation recrystallization. *Earth and Planetary Science Letters*, 265(3):666–671. [102](#)
- Durand, G., Svensson, A., Persson, A., Gagliardini, O., Gillet-Chaulet, F., Sjolte, J., Montagnat, M., and Dahl-Jensen, D. (2009). Evolution of the Texture along the EPICA Dome C Ice Core. *Low Temperature Science*, 68(Supplement):91–105. [102](#), [116](#), [117](#)
- Duval, P., Ashby, M. F., and Anderman, I. (1983). Rate-controlling processes in the creep of polycrystalline ice. *The Journal of Physical Chemistry*, 87(21):4066–4074. [102](#), [115](#), [117](#)
- Duval, P. and Castelnaud, O. (1995). Dynamic Recrystallization of Ice in Polar Ice Sheets. *Le Journal de Physique IV*, 05(C3):C3–197–C3–205. [103](#)
- Duval, P. and Lorius, C. (1980). Crystal size and climatic record down to the last ice age from Antarctic ice. *Earth and Planetary Science Letters*, 48(1):59–64. [119](#)
- Duval, P., Louchet, F., Weiss, J., and Montagnat, M. (2012). On the role of long-range internal stresses on grain nucleation during dynamic discontinuous recrystallization. *Materials Science and Engineering: A*, 546:207–211. [103](#), [114](#), [116](#), [118](#)
- Fatemi-Varzaneh, S. M., Zarei-Hanzaki, A., and Beladi, H. (2007). Dynamic recrystallization in AZ31 magnesium alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 456(1–2):52–57. [116](#)
- Fatemi-Varzaneh, S. M., Zarei-Hanzaki, A., Cabrera, J. M., and Calvillo, P. R. (2015). EBSD characterization of repetitive grain refinement in AZ31 magnesium alloy. *Materials Chemistry and Physics*, 149–150:339–343. [115](#)

- Friedel, J. (1964). Dislocations. *Oxford*, 70:15–24. [107](#), [119](#)
- Galiyev, A., Kaibyshev, R., and Gottstein, G. (2001). Correlation of plastic deformation and dynamic recrystallization in magnesium alloy ZK60. *Acta Materialia*, 49(7):1199–1207. [103](#), [116](#)
- Galiyev, A., Kaibyshev, R., and Sakai, T. (2003). Continuous Dynamic Recrystallization in Magnesium Alloy. *Materials Science Forum*, 419-422:509–514. [103](#)
- Gillet-Chaulet, F. (2006). *Modélisation de l'écoulement de la glace polaire anisotrope et premières applications au forage de Dôme C*. PhD thesis, Université Joseph-Fourier-Grenoble I. [102](#)
- Glen, J. W. and Perutz, M. F. (1954). The Growth and Deformation of Ice Crystals. *Journal of Glaciology*, 2(16):397–403. [103](#)
- Gonzalez Kriegel, B. J., Di Prinzio, C. L., and Nasello, O. B. (1997). Exact Coincidence Site Lattice in Ice Ih. *The Journal of Physical Chemistry B*, 101(32):6243–6246. [114](#)
- Gow, A. J. and Williamson, T. (1976). Rheological implications of the internal structure and crystal fabrics of the West Antarctic ice sheet as revealed by deep core drilling at Byrd Station. *Geological Society of America Bulletin*, 87(12):1665–1677. [102](#)
- Grennerat, F., Montagnat, M., Castelnau, O., Vacher, P., Moulinec, H., Suquet, P., and Duval, P. (2012). Experimental characterization of the intragranular strain field in columnar ice during transient creep. *Acta Materialia*, 60(8):3655–3666. [103](#), [104](#), [106](#), [115](#), [116](#), [117](#), [118](#)
- Guillope, M. and Poirier, J. P. (1979). Dynamic recrystallization during creep of single-crystalline halite: An experimental study. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth*, 84(B10):5557–5567. [115](#)
- Halfpenny, A., Prior, D. J., and Wheeler, J. (2006). Analysis of dynamic recrystallization and nucleation in a quartzite mylonite. *Tectonophysics*, 427(1–4):3–14. [116](#)
- Hama, T., Nagao, H., Kobuki, A., Fujimoto, H., and Takuda, H. (2015). Work-hardening and twinning behaviors in a commercially pure titanium sheet under various loading paths. *Materials Science and Engineering: A*, 620:390–398. [103](#)
- Hazeli, K., Cuadra, J., Streller, F., Barr, C., Taheri, M., Carpick, R., and Kontsos, A. (2015). Three-dimensional effects of twinning in magnesium alloys. *Scripta Materialia*, 100:9–12. [103](#)
- Hondoh, T. (2000). Nature and behavior of dislocations in ice. *Physics of ice core records*, pages 3–24. [102](#), [103](#), [116](#), [121](#)
- Hondoh, T., Anzai, H., Goto, A., Mae, S., Higashi, A., and Jr, C. C. L. (1990). The crystallographic structure of the natural air-hydrate in Greenland dye-3 deep ice core. *Journal of inclusion phenomena and molecular recognition in chemistry*, 8(1-2):17–24. [103](#)
- Humphreys, F. J. (2004). Nucleation in Recrystallization. *Materials Science Forum*, 467-470:107–116. [116](#)
- Humphreys, F. J. and Hatherly, M. (2004). *Recrystallization and Related Annealing Phenomena, Second Edition*. Pergamon, 2 edition. [104](#), [111](#), [116](#), [121](#)

- Ihara, K. and Miura, Y. (2004). Dynamic recrystallization in Al–Mg–Sc alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 387–389:647–650. [116](#)
- Ito, T., Taketani, T., and Nakayama, Y. (1986). Dynamic recrystallization by the bulging of grain boundaries in polycrystalline dilute copper alloys. *Scripta Metallurgica*, 20(10):1329–1332. [103](#), [116](#)
- Jacka, T. and Maccagnan, M. (1984). Ice crystallographic and strain rate changes with strain in compression and extension. *Cold Regions Science and Technology*, 8(3):269–286. [103](#), [117](#)
- Kendall, M. G. and Moran, P. A. P. (1963). Geometrical probability. Griffin’s Statistical Monographs & Courses, No. 10. London, England: Griffin. [119](#)
- Kipfstuhl, S., Faria, S. H., Azuma, N., Freitag, J., Hamann, I., Kaufmann, P., Miller, H., Weiler, K., and Wilhelms, F. (2009). Evidence of dynamic recrystallization in polar firn. *J. Geophys. Res.*, 114:B05204. [117](#)
- Larsen, A. W., Poulsen, H. F., Margulies, L., Gundlach, C., Xing, Q., Huang, X., and Jensen, D. J. (2005). Nucleation of recrystallization observed in situ in the bulk of a deformed metal. *Scripta Materialia*, 53(5):553–557. [116](#)
- Lipenkov, V. Y., Barkov, N. I., Dural, P., and Pimenta, P. (1989). Crystalline texture of the 2083 m ice core at Vostok Station, Antarctica. *J. Glaciol.*, 35. [102](#), [117](#)
- Louchet, F. (2004). A model for steady state plasticity of ice single crystals. *Philosophical Magazine Letters*, 84(12):797–802. [103](#)
- Mansuy, P., Philip, A., and Meyssonier, J. (2000). Identification of strain heterogeneities arising during deformation of ice. *Annals of Glaciology*, 30(1):121–126. [115](#)
- McDonald, D. T., Humphreys, J. F., and Bate, P. S. (2005). Nucleation and texture development during dynamic recrystallization of copper. In *Materials Science Forum*, volume 495, pages 1195–1200. Trans Tech Publ. [103](#)
- Montagnat, M., Blackford, J. R., Piazzolo, S., Arnaud, L., and Lebensohn, R. A. (2011). Measurements and full-field predictions of deformation heterogeneities in ice. *Earth and Planetary Science Letters*, 305(1):153–160. [103](#), [107](#), [115](#), [119](#)
- Montagnat, M., Buiron, D., Arnaud, L., Broquet, A., Schlitz, P., Jacob, R., and Kipfstuhl, S. (2012). Measurements and numerical simulation of fabric evolution along the Talos Dome ice core, Antarctica. *Earth and Planetary Science Letters*, 357-358:168–178. [102](#), [116](#), [117](#), [118](#)
- Montagnat, M., Castelnau, O., Bons, P. D., Faria, S. H., Gagliardini, O., Gillet-Chaulet, F., Grennerat, F., Griera, A., Lebensohn, R. A., Moulinec, H., Roessiger, J., and Suquet, P. (2014). Multiscale modeling of ice deformation behavior. *Journal of Structural Geology*, 61:78–108. [117](#)
- Montagnat, M., Chauve, T., Barou, F., Tommasi, A., Beausir, B., and Fressengeas, C. (2015). Analysis of dynamic recrystallization of ice from ebsd orientation mapping. *Cryospheric Sciences*, page 81. [103](#), [106](#), [116](#), [117](#)
- Montagnat, M., Durand, G., and Duval, P. (2009). Recrystallization Processes in Granular Ice. *Low Temperature Science*, 68(Supplement):81–90. [102](#), [116](#), [119](#)

- Paterson, W. S. B. (1994). *The physics of glaciers*. Pergamon, Oxford. 117
- Paternell, M., RUSSELL-HEAD, D., and Wilson, C. J. L. (2011). A technique for recording polycrystalline structure and orientation during in situ deformation cycles of rock analogues using an automated fabric analyser. *Journal of Microscopy*, 242(2):181–188. 104
- Petrenko, V. F. and Whitworth, R. W. (1999). *Physics of Ice*. Clarendon Press. 106, 121
- Piazolo, S., Montagnat, M., and Blackford, J. R. (2008). Sub-structure characterization of experimentally and naturally deformed ice using cryo-EBSD. *Journal of Microscopy*, 230(3):509–519. 103, 107, 109, 115, 119
- Piazolo, S., Montagnat, M., Grennerat, F., Moulinec, H., and Wheeler, J. (2015). Effect of local stress heterogeneities on dislocation fields: Examples from transient creep in polycrystalline ice. *Acta Materialia*, 90:303–309. 103, 107, 109, 111, 115, 116, 118
- Platt, J. P. and Behr, W. M. (2011). Grainsize evolution in ductile shear zones: Implications for strain localization and the strength of the lithosphere. *Journal of Structural Geology*, 33(4):537–550. 116
- Plé, O. and Meyssonier, J. (1997). Preparation and Preliminary Study of Structure-Controlled S2 Columnar Ice. *The Journal of Physical Chemistry B*, 101(32):6118–6122. 104
- Ponge, D. and Gottstein, G. (1998). Necklace formation during dynamic recrystallization: mechanisms and impact on flow behavior. *Acta Materialia*, 46(1):69–80. 116
- Prior, D. J., Bestmann, M., Halfpenny, A., Mariani, E., Piazolo, S., Tullis, J., and Wheeler, J. (2004). Recrystallization and Grain Growth in Rocks and Minerals. *Materials Science Forum*, 467-470:545–550. 116
- Prior, D. J., Wheeler, J., Peruzzo, L., Spiess, R., and Storey, C. (2002). Some garnet microstructures: an illustration of the potential of orientation maps and misorientation analysis in microstructural studies. *Journal of Structural Geology*, 24(6–7):999–1011. 106
- Randle, V. (1992). Microtexture determination and its applications. *The Institute of Materials(UK)*, 1992,, page 174. 106
- Read, W. T. and Shockley, W. (1950). Dislocation Models of Crystal Grain Boundaries. *Physical Review*, 78(3):275–289. 106, 119, 121, 122
- Russell-Head, D. and Wilson, C. J. L. (2001). Automated fabric analyser system for quartz and ice. In *Geological Society of Australia Abstracts*, volume 64, pages 159–159. Geological Society of Australia; 1999. 104
- Rutter, E. H. (1995). Experimental study of the influence of stress, temperature, and strain on the dynamic recrystallization of Carrara marble. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth*, 100(B12):24651–24663. 103, 116
- Sakai, T., Belyakov, A., Kaibyshev, R., Miura, H., and Jonas, J. J. (2014). Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions. *Progress in Materials Science*, 60:130–207. 116
- Sakai, T., Miura, H., Goloborodko, A., and Sitdikov, O. (2009). Continuous dynamic recrystallization during the transient severe deformation of aluminum alloy 7475. *Acta Materialia*, 57(1):153–162. 103

- Shearwood, C. and Whitworth, R. W. (1989). X-ray topographic observations of edge dislocation glide on non-basal planes in ice. *Journal of Glaciology*, 35(120). 103
- Shearwood, C. and Whitworth, R. W. (1991). The velocity of dislocations in ice. *Philosophical Magazine A*, 64(2):289–302. 103
- Stipp, M., Stünitz, H., Heilbronner, R., and Schmid, S. M. (2002). The eastern Tonale fault zone: a ‘natural laboratory’ for crystal plastic deformation of quartz over a temperature range from 250 to 700 °C. *Journal of Structural Geology*, 24(12):1861–1884. 115
- Suzuki, S. (1970). Grain coarsening of microcrystals of ice (III). *Low Temp. Sci., Ser. A*, 28:47–61. 106, 121
- Tan, J. C. and Tan, M. J. (2003). Dynamic continuous recrystallization characteristics in two stage deformation of Mg–3al–1zn alloy sheet. *Materials Science and Engineering: A*, 339(1–2):124–132. 115
- Thorsteinsson, T., Kipfstuhl, J., and Miller, H. (1997). Textures and fabrics in the GRIP ice core. *Journal of geophysical research*, 102(C12):26583–26. 102, 103, 117
- Trepmann, C. A., Renner, J., and Druiventak, A. (2013). Experimental deformation and recrystallization of olivine - processes and timescales of damage healing during postseismic relaxation at mantle depths. *Solid Earth*, 4:423–450. 103
- Treverrow, A., Budd, W. F., Jacka, T. H., and Warner, R. C. (2012). The tertiary creep of polycrystalline ice: experimental evidence for stress-dependent levels of strain-rate enhancement. *Journal of Glaciology*, 58(208):301–314. 117
- Trimby, P. W., Drury, M. R., and Spiers, C. J. (2000). Recognising the crystallographic signature of recrystallisation processes in deformed rocks: a study of experimentally deformed rocksalt. *Journal of Structural Geology*, 22(11–12):1609–1620. 103
- Urai, J. L., Means, W. D., and Lister, G. S. (1986). Dynamic Recrystallization of Minerals. In Hobbs, B. E. and Heard, H. C., editors, *Mineral and Rock Deformation: Laboratory Studies: The Paterson Volume*, pages 161–199. American Geophysical Union. 111
- Weikusat, I., De Winter, D. A. M., Pennock, G. M., Hayles, M., Schneijdenberg, C., and Drury, M. R. (2011a). Cryogenic EBSD on ice: preserving a stable surface in a low pressure SEM. *Journal of Microscopy*, 242(3):295–310. 103, 107, 111, 115, 116, 117
- Weikusat, I., Kipfstuhl, S., Faria, S. H., Azuma, N., and Miyamoto, A. (2009). Subgrain boundaries and related microstructural features in EDML (Antarctica) deep ice core. *Journal of Glaciology*, 55(191):461–472. 103, 115, 116, 117
- Weikusat, I., Miyamoto, A., Faria, S. H., Kipfstuhl, S., Azuma, N., and Hondoh, T. (2011b). Subgrain boundaries in Antarctic ice quantified by X-ray Laue diffraction. *Journal of Glaciology*, 57(201):111–120. 106, 119
- Wilson, C. J., Peternell, M., Piazzolo, S., and Luzin, V. (2013). Microstructure and fabric development in ice: Lessons learned from *in situ* experiments and implications for understanding rock evolution. *Journal of Structural Geology*. 102, 119
- Wilson, C. J. L., Burg, J. P., and Mitchell, J. C. (1986). The origin of kinks in polycrystalline ice. *Tectonophysics*, 127(1–2):27–48. 103, 115

- Wu, G. L. and Juul Jensen, D. (2007). Orientations of recrystallization nuclei developed in columnar-grained Ni at triple junctions and a high-angle grain boundary. *Acta Materialia*, 55(15):4955–4964. [116](#)
- Wusatowska-Sarnek, A. M., Miura, H., and Sakai, T. (2002). Nucleation and microtexture development under dynamic recrystallization of copper. *Materials Science and Engineering: A*, 323(1–2):177–186. [116](#)
- Yamasaki, M., Hagihara, K., Inoue, S.-i., Hadorn, J. P., and Kawamura, Y. (2013). Crystallographic classification of kink bands in an extruded Mg–Zn–Y alloy using intragranular misorientation axis analysis. *Acta Materialia*, 61(6):2065–2076. [103](#)

Chapitre 5

Les dislocations impliquées lors de la germination

Sommaire

Abstract	132
5.1 Introduction	132
5.2 Results	135
5.3 Discussion	138
5.4 Conclusion	139
References	140

D'après :

CHAUVE T., MONTAGNAT, M., PIAZOLO, JOURNAUX B., WHEELER J. BAROU F., MAINPRICE D, TOMMASI A. in preparation, Non-basal dislocations in ice revealed by EBSD and Weighted Burgers Vector analysis.

Abstract

The nature of dislocations involved during plasticity is essential to drive the mechanical behavior of the material. Dislocations also play an crucial role during recrystallization processes such as grain boundary migration, sub-grain boundary formation, and nucleation. Their observation is not always accessible by means of the classical tools that are X-ray diffraction or transmission electron microscopy, in the case of too high dislocation densities or because of surface instabilities as is the case for ice. To bypass such difficulties the geometrically necessary dislocations (GNDs) can be accessed through full lattice orientation measurements from electron backscattering diffraction (EBSD), associated with appropriate analyses based on the Nye approach from the 1950's. The present study uses the Weighted Burgers Vectors, a reduced formulation of the Nye theory that enables to constrain the minimum nature of GNDs from 2D surface measurement. Applied to ice, this tool reveals the presence of non-basal $\langle 0001 \rangle$ ($\langle c \rangle$)- dislocations, that were so far only presumed. These non-basal dislocation-based substructures represent a significant proportion of the substructures observed on pure ice samples deformed in the laboratory, under various conditions. This finding should enable to better constrain constitutive laws implemented in crystal-plasticity based modeling of the mechanical response of ice, from the polycrystal scale to the ice sheet flow modeling.

5.1 Introduction

Understanding ice deformation behavior is essential to constrain flow modeling of glaciers and ice sheets [Durand et al., 2007], since texture anisotropy is responsible for abrupt changes in rheology from ice sheet to ice shelve [Ma et al., 2010], but also to explain basal folding [Bons et al., 2016] for instance. The crucial role of texture (statistical crystallographic orientations) in large scale ice flow is strongly correlated to the strong viscoplastic anisotropy of the ice single crystal. Ice has a hexagonal crystallographic structure, and is known as one of the material with the strongest viscoplastic anisotropy since deformation occurs mainly by dislocation glide along the basal plane [Duval et al., 1983]. For this reason too, ice appears as a good analogue to understand the deformation behavior of materials with a high viscoplastic anisotropy, and deforming at high temperature ($T/T_m > 0.9$) [Wilson et al., 2014], in particular when dealing with dislocation behavior, strain heterogeneities and dynamic recrystallization processes [Chauve et al., 2015; Grennerat et al., 2012; Weiss and Montagnat, 2007]. Nevertheless, crystal plasticity in ice remains badly constrained due to a lack of knowledge of dislocation activities that could complement, or accommodate the dominant basal dislocation glide [Hondoh, 2009; Louchet, 2004]. This lack of constraint on the slip systems and their activity in ice limits the ability of micro-macro crystal plasticity approaches to simulate the mechanical behavior of ice and its complexity (see [Montagnat et al., 2014] for a review). Strong assumptions are therefore made (see [Castelnaud et al., 1997; Kennedy et al., 2013] for instance) in order to approach a reasonable mechanical behavior that can be transferred up to conditions of flow in glaciers and polar ice sheets.

Dislocations in ice were so far observed to be mostly basal, with three equivalent $1/3 \langle 11\bar{2}0 \rangle$ Burgers vectors, with a strong constraint to glide on the basal plane owing to their tendency to dissociate into partial dislocations [Higashi, 1988; Hondoh, 2000]. A few excursion of basal dislocations on non-basal prismatic planes were observed by X-ray diffraction [Ahmad and Whitworth, 1988; Shearwood and Whitworth, 1989] in conditions where very few dislocations were activated at low strain, or when crystals were oriented to minimize the resolved shear stress in the basal plane [Baker et al., 2000; Liu et al., 1995].

Direct observations (via X-ray diffraction) of dislocations with a non-basal Burgers vector only occurred in very specific conditions [Higashi, 1988; Hondoh et al., 1981; Oguro and Higashi, 1981]. They appeared as peripheral dislocations of stacking faults forming during crystal growth or under cooling [Higashi, 1988; Hondoh et al., 1981]. Most of the crystals were NH_3 -doped to enlarge the stacking fault plane and facilitate the observation. The formation of stacking faults under cooling are supposed to result from the climb of the basal component of the dislocation loops with a $1/3 \langle 11\bar{2}3 \rangle$ Burgers vector, induced by the precipitation of excess point defects generated by cooling. Similarly, $\langle 0001 \rangle$ dislocation loops were observed to form from the melt due to tiny inclusions (water droplets for pure ice, or solute pockets for NH_3 -doped ice), and under the thermal stress conditions imposed in the crystal growing apparatus [Oguro and Higashi, 1971, 1981]. Since then, to our knowledge, there exist no other direct observation of dislocations showing a non-basal Burgers vector for pure or natural ice.

Weikusat et al. [2011b] indirectly prescribed non-basal dislocations as necessary to explain some sub-grain boundary structures observed in ice core samples. The techniques used (surface sublimation to extract sub-grain boundaries, and discrete X-ray Laue diffraction analyses to obtain ponctual orientations along profiles) did not enable to provide full constraints on the nature of the sub-grain boundaries. Nevertheless, by assuming that the sub-grain boundaries were lying perpendicular to the surface, some could be interpreted as tilt boundaries made of non-basal dislocations, with Burgers vector $\langle 0001 \rangle$ ($\langle c \rangle$) or $\langle 0001 \rangle + \langle 11\bar{2}0 \rangle$ ($\langle c \rangle + \langle a \rangle$).

One of the explanation of the lack of such observations, beyond scarcity, stands in the fact that most common analyses of ice microstructures are done through optical techniques with crossed polarizers, more or less automated, taking advantage of the ice birefringence [Lliboutry, 1964]. The main limitation of these techniques, whatever their spatial resolution, is that they only recover the $\langle c \rangle$ -axis orientation, and not the full crystallographic orientation. As already mentioned, X-ray diffraction techniques were widely used to observe individual dislocations in ice. Although they can resolve the full dislocation field [Philip et al., 2013], they are strongly limited to small volumes, and very lightly deformed areas as they become inefficient when too many dislocations interact [Higashi, 1988].

Electron BackScattering Diffraction (EBSD) analyses in ice were recently made possible thanks to cryo-stages able to maintain samples at very cold temperatures (-100 to -150°C), under low vacuum. By opening the access to full crystallographic orientations, over reasonably large polycrystalline samples (few cm^2), with a good spatial resolution, new era of analyses became accessible.

If first applications were oriented toward full crystallographic orientation measurements at the grain level [Obbard et al., 2006], higher resolution lattice misorientations were recently obtained and utilized to characterize dislocation substructures [Montagnat et al., 2011, 2015; Piazzolo et al., 2008; Weikusat et al., 2011a]. EBSD observations performed in the mentioned studies were all post-mortem, and therefore mostly show the dislocations remaining after relaxation of the internal stress field through anelastic deformation. Anelastic deformation in ice can be strong [Ashby and Duval, 1985; Duval et al., 1983], and a subsequent re-organisation of dislocations is expected to occur after unloading [Taupin et al., 2008, 2007]. Therefore EBSD maps will not provide information about all dislocations responsible for deformation, but about dislocation arrangement responsible for the accommodation of strain heterogeneities during deformation [Piazzolo et al., 2015], in the form of what is called geometrically necessary dislocations (GNDs)[Gao et al., 1999].

Several techniques were recently developed to estimate the nature and density of GNDs from conventional EBSD [El-Dasher et al., 2003; Field et al., 2005; Pantleon, 2008; Ruggles

et al., 2016], based on the Nye theory of lattice misorientation associated with dislocations [Nye, 1953]. Nevertheless, since EBSD maps are 2D, they do not give access to the full dislocation (Nye) tensor. Recently, Wheeler et al. [2009] suggested to bypass this difficulty by restricting the geometrically necessary dislocation characterization to what they call a “weighted Burgers vector” (WBV). The WBV, defined as [(density of intersections of dislocation lines with a map) \times (Burgers vector)], is calculated from orientation gradients. It corresponds to the α_{i3} component of the Nye tensor, and represents the net Burgers vector for a circuit in the sample plane. Its amplitude gives a lower bound of the density of GNDs and its direction enables to constrain the nature of the GNDs associated with this α_{i3} component of the Nye tensor.

Cryo-EBSD associated with the WBV analysis has recently shown to be very efficient to characterize the nature of GNDs in ice [Piazolo et al., 2015]. Although restricted to small areas, [Piazolo et al., 2015] study revealed a contribution of a $\langle c \rangle$ -axis component of the WBVs. While being too limited to enable to draw clear conclusions on the occurrence of these $\langle c \rangle$ -axis WBV components, these observations raised our attention and lead us to perform new EBSD observations on laboratory deformed ice polycrystals, with a higher resolution and over wider areas. Such conditions became accessible thanks to the CrystalProbe set-up in Geosciences Montpellier [Montagnat et al., 2015].

The present work therefore aims at (i) evidencing, for the first time, the necessity of non-basal Burgers vector with $\langle c \rangle$ -axis component to accommodate strong local misorientations induced by stress heterogeneities and (ii) estimating quantitatively the significance of the $\langle c \rangle$ -axis component dislocations within the observed GNDs and (iii) discussing the implication of such an observation on the micro-macro modeling of ice mechanical behavior, up to the large scale of glaciers and polar ice.

For this purpose, large ice polycrystalline samples were deformed in torsion and compression creep at high homologous temperature ($T/T_f \approx 0.98$). Compression creep sample had columnar grain shape (see [Grennerat et al., 2012] for details), and were deformed under a constant load of 0.5MPa, up to about 3% of macroscopic strain. Torsion tests were performed on full cylinder of granular ice (millimetre grain size), under a maximum shear stress of about 0.6 MPa, up to a maximum shear strain of about 2. These two experimental conditions are complementary since the first one enables to follow the first step of deformation in a model (2D-1/2) microstructure but is limited to low strain, while the torsion experiment leads to large level of strain on an initially isotropic microstructure and texture.

Samples ($20 \times 10 \times 3$ mm³) were extracted from the deformed blocks for cryo-EBSD observations. At the level of compressive strain and shear strain reached, dynamic recrystallization mechanisms such as nucleation at triple junction, highly misoriented subgrain boundaries and kink bands are observed as in [Montagnat et al., 2015]. For the compression creep samples, a focus was given on grain boundaries and triple junction areas, and a few “typical” dislocation substructures are presented here as an illustration of commonly observed features. From the torsion test samples, we analyzed wider areas in order to extract some statistical information about the nature of the dislocations involved in the observed substructures.

In order to characterize the subgrain boundary and the dislocations involved, we used both WBV analyses following [Wheeler et al., 2009] and the misorientation analyses suggested by [Prior et al., 2002]. The WBV analyses were performed by (i) a point by point analysis that enables to plot the WBV direction and amplitude along the dislocation substructures and (ii) an integral WBV calculation from the net Burgers vector content of dislocations intersecting a given area of a map by an integration around the edge of this area. This integral WBV form complements point-by-point WBV calculations and, thanks to the integration, reduces the effect of noise on the analysis. Care must be taken since it can also

induce a loss of information. For instance, in the case of an integral calculation over an area that includes a perfect kink band, the resulting integral WBV will be null while two opposite tilt bands of similar misorientation exist in the area. The integral WBV calculated over a given area is projected over the four non independent lattice components of the hexagonal symmetry ($[11\bar{2}0]$, $[\bar{2}110]$, $[1\bar{2}10]$ and $[0001]$ noted WBV_{α_1} , WBV_{α_2} , WBV_{α_3} , WBV_c). In order to complement the WBV analyses, the rotation axis of the misorientation induced by the subgrain boundary studied, relative to the orientation of the boundary plane is used to provide the likely nature (tilt or twist) of this subgrain boundary [Prior et al., 2002].

In the present letter, two main observations will be shown. The first one aims at giving a detailed analysis of a few subgrain boundaries in order to illustrate the techniques used to distinguish $\langle a \rangle$ and $\langle c \rangle$ types of Burgers vectors on such a GND sub-structure. The second one will step further toward a global analysis performed on full EBSD maps containing several grains (from the torsion test samples), in order to evaluate the statistical significance of the $\langle c \rangle$ component of the WBVs observed.

5.2 Results

Figure 5.1 shows two of the very current observations. One is a “closed” shape subgrain boundary observed close to a grain boundary (Fig. 5.1a), in areas where measured misorientations are strong and heterogeneous. This subgrain boundary stands along a highly serrated grain boundary where many other similar substructures were observed (see supplementary material). The other is a set of subgrain boundaries forming a regular triple junction inside a “parent” grain (Fig. 5.1b)

For the substructure of figure 5.1a), the WBV orientations evidence three main areas. Two of them, area 1 and area 3, have opposite $\langle a \rangle$ axis WBV orientations. They are characterized by rotation axes that stand within the boundary plane, along a $\langle m \rangle$ ($\langle 1100 \rangle$) axis, but with opposite directions. Such opposite tilt-bands configuration was frequently observed as kink band formation in ice [Montagnat et al., 2011; Piazzolo et al., 2015].

Area 2 is characterized by the same $\langle m \rangle$ rotation axis standing within the plane of the boundary, although this plane is perpendicular to area 1 and 3 boundary planes. The WBVs are, this time, clearly aligned along the $\langle c \rangle$ axis, perpendicular to the rotation axis. This configuration cannot be explained without a non negligible contribution of edge dislocations with a $\langle c \rangle$ component, or a combination of $\langle c + a \rangle$ components. This is confirmed quantitatively by the estimation of the integral WBV in the three areas of interest, table 5.1, where the relative contribution of the $\langle c \rangle$ component, which is estimated as the ratio between the $\langle c \rangle$ component over the norm of the WBV ($|WBV_c|/||\mathbf{WBV}||$), is shown to dominate in area 2.

A similar analysis is performed on the three areas of figure 5.1b). The three subgrain boundaries are likely built out of either a set of one basal $\langle a \rangle$ type of dislocations for the case of area 1, or a combination of two sets of two different basal $\langle a \rangle$ types of dislocations for the area 2 and 3. In this case, all subgrain boundaries are dominated by complementary $\langle a \rangle$ types of dislocations, but the transition at the center of the triple junction requires some $\langle c \rangle$ components (figure 5.1b, zoom).

The torsion test experiments provided highly deformed samples, for which EBSD observations revealed a high density of subgrain boundaries (Fig 5.2). The local WBV analysis was performed over the entire surface, and the subgrain boundaries are distinguished by selecting only the pixels for which the norm of the WBV is higher than a given threshold

Analyzes areas		Integral WBV μm^{-2}				
Map	area	WBV_{α_1}	WBV_{α_2}	WBV_{α_3}	WBV_c	$ WBV_c / WBV $
Fig. 5.1a)	1	1.84	-1.02	-0.82	-0.16	0.06
	12	1.50	-0.81	-0.69	1.61	0.59
	2	-0.60	0.47	0.13	2.65	0.94
	23	-1.89	0.79	1.11	1.10	0.35
	3	-2.77	1.14	1.64	-0.12	0.03
Fig. 5.1b)	1	-0.03	0.12	-0.09	0.00	0.00
	2	-0.37	0.24	0.14	0.02	0.04
	3	-0.29	0.30	0.00	0.02	0.04

Table 5.1 – Integral WBV projections over the four non-independent axes of the hexagonal crystal symmetry, calculated for the areas selected in figure 5.1a) and 5.1b).

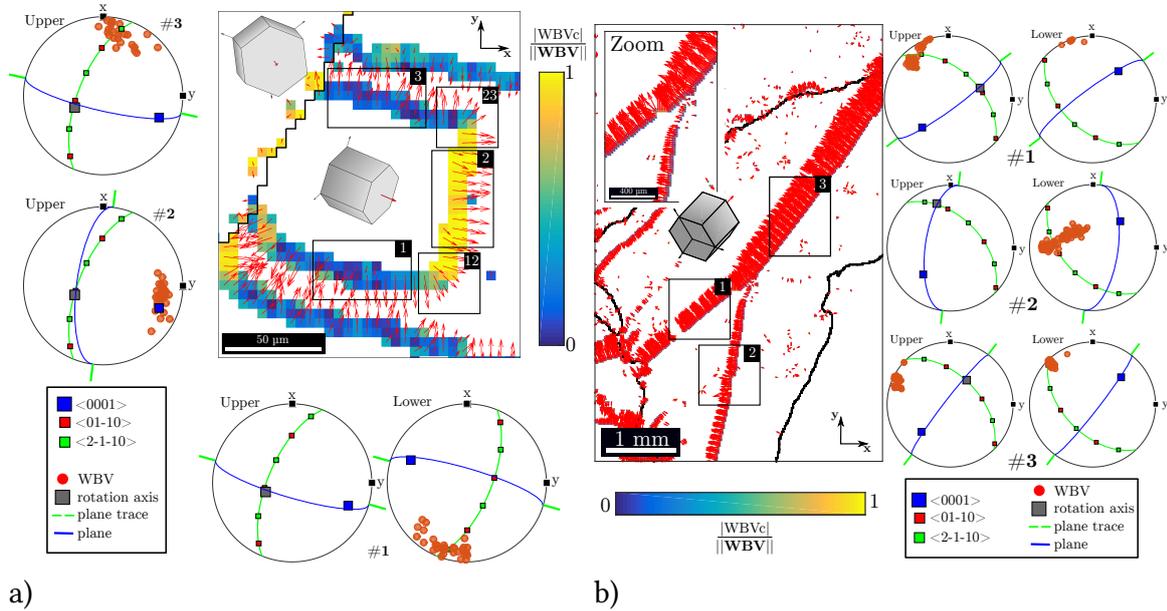


Figure 5.1 – Weighted Burgers Vectors plotted along subgrain boundaries extracted from the sample deformed under creep compression, up to 3% of macroscopic strain. The colorscale gives the relative amplitude of $\langle c \rangle$ component of the WBV, and the arrows show the in-plane projection of the WBV directions. Rectangular areas are selected for an integral WBV calculation. a) Substructure located along a serrated GB (see supplementary). b) Subgrain boundaries forming a triple junction inside one grain.

fixed at $0.007 \mu\text{m}^{-1}$. In figure 5.2a), data are plotted as a function of the relative amount of $\langle c \rangle$ component of the WBVs. To do so, the WBV is calculated at the pixel scale, and for each pixel $|WBV_c|/||\mathbf{WBV}||$ is extracted. The cut-off value of $0.007 \mu\text{m}^{-1}$ was defined in such a way to remove sub-structures with a misorientation lower than 0.9° . This selection (figure 5.2a) is coherent with the limit of accuracy of EBSD results, and leads to a good agreement with the sub-grain boundary segmentation (figure 5.2b). By doing so, less than 1% of pixels are selected as "sub-structures" on an underformed sample, and the corresponding values of $|WBV_c|/||\mathbf{WBV}||$ are randomly distributed.

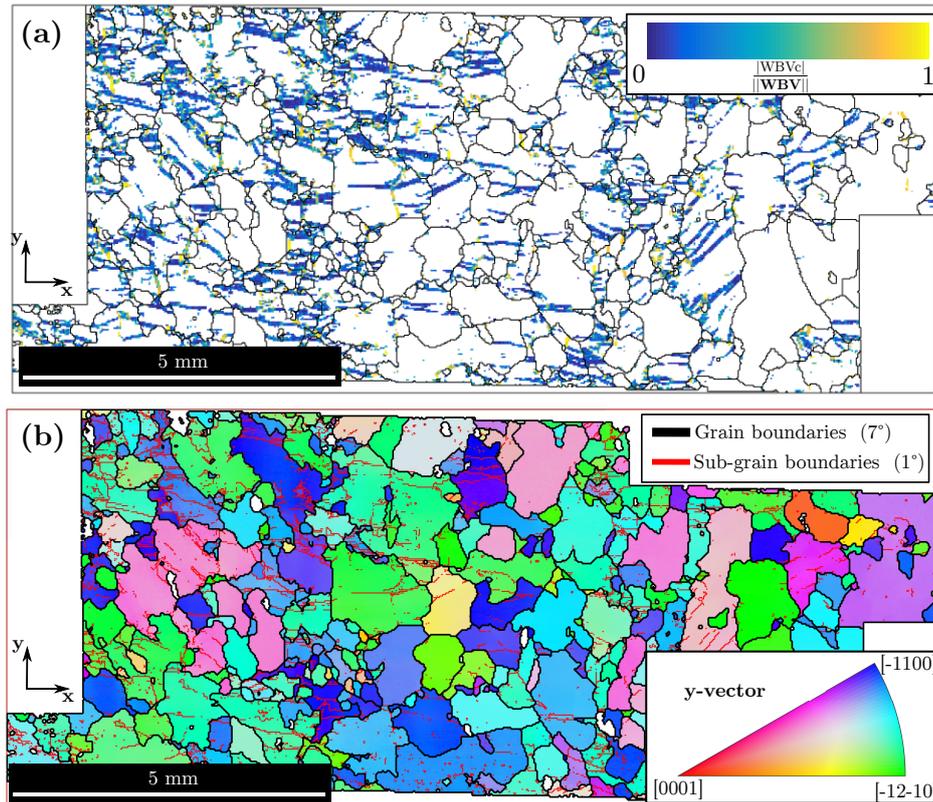


Figure 5.2 – a) Ratio between the $\langle c \rangle$ component over the norm of the full WBV ($|WBV_c|/||\mathbf{WBV}||$) calculated at the pixel scale from a sample deformed in torsion up to $\gamma = 1.94$. A cut-off value of $0.007 \mu\text{m}^{-1}$ was taken for $||\mathbf{WBV}||$ below which pixels are not considered in the calculation. b) Inverse Pole Figure color-coded EBSD image of the microstructure showing subgrain boundaries (in red) and grain boundaries (in black).

The observation of figure 5.2 highlights the significant occurrence of subgrain boundaries with a strong $\langle c \rangle$ component of the WBV (Fig. 5.2a, yellow lines). The $\langle c \rangle$ component contribution does not seem to be correlated with the grain main orientation, but seems to follow strain heterogeneities. Neither it is confined to grain boundary areas, since some $\langle c \rangle$ component dominated subgrain boundaries appear in the central part of grains.

Similar evaluations from samples deformed in torsion at various maximum shear strain were performed. The resulting evolution of the relative occurrence of the $\langle c \rangle$ component of the GNDs with strain is presented in figure 5.3.

Although the overall number of pixels with a significant WBV amplitude (norm value) increases significantly with strain, the ratio of the $\langle c \rangle$ dominated component remains stable. At any strain, the $\langle a \rangle$ component dominates, for about 65% of pixels embedded into a dislocation substructure but the $\langle c \rangle$ components totals a non-negligible contribution of

about 13%.

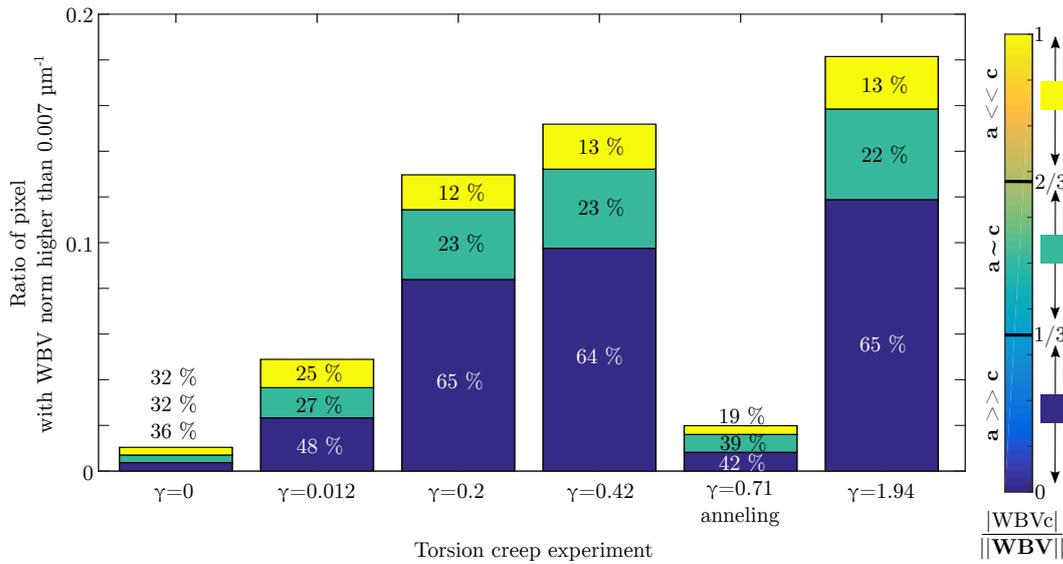


Figure 5.3 – Distribution of pixels with a WBV norm higher than a threshold of ($0.007 \mu m^{-1}$). Evolution with strain of relative $\langle c \rangle$ and $\langle a \rangle$ components of the norm of the $\langle c \rangle$ component over the norm of the full WBV ($\frac{|WBV_c|}{\|WBV\|}$).

5.3 Discussion

From these results, one main observation can be raised. Dislocations in ice, and most specifically here GNDs, are clearly not restricted to $\langle a \rangle$ Burgers vectors, and a non negligible $\langle c \rangle$ component is measured in various configurations (microstructures, boundary conditions, strain levels...) under laboratory conditions. Let's recall that this evaluation is a lower bound since WBVs only capture one part of the GNDs [Wheeler et al., 2009], which are, in turn, part of the total dislocations.

$\langle c \rangle$ dislocations were shown to be energetically unfavorable [Hondoh, 2000] and would therefore require a high level of local stress to be activated. The joint effect of local redistribution of stress due to strain incompatibilities between grains, and the built up of dislocation fields and their associated internal stress field results into configurations that render possible the activity of such dislocations.

These observations were made possible mostly because of the ability of cryo-EBSD associated with WBV analyses to recover the nature of the dislocations involved in the misorientations estimated by EBSD. Cryo-EBSD observations are, so far, limited to post-mortem analyses, and therefore only reveal the GNDs that remain after unloading, and probably also after some recovery took place. Telling that, we are aware that these dislocations are not necessarily the ones responsible for deformation. Nevertheless, these dislocations appear responsible for the accommodation of stress heterogeneities, through dislocation substructures, and play a significant role in dynamic recrystallization mechanisms such as nucleation and grain boundary migration [Chauve et al., 2015; Piazzolo et al., 2015]. We therefore expect them to play a significant role in crystal plasticity mechanisms during deformation at local and large scales.

The role of GNDs in the accommodation of deformation became of strong interest to the material science community since the pioneer work of Ashby in 1970 [Ashby, 1970]. From then on, the role of dislocations did not only appeared essential as drivers of the plastic deformation, but it also appeared that dislocations interacted between themselves and other defaults to create substructures responsible for long-range internal stresses. Such mechanisms were further shown to impact the mechanical response of materials by introducing, among others, a size effect [Fleck and Hutchinson, 1997; Gao et al., 1999] uneasy to simulate by conventional plasticity.

In this domain, ice has appeared as a model material for a long time, when kinematic hardening was shown to have a strong effect on its mechanical response [Duval et al., 1983]. Nevertheless, due to the lack of dislocation observations, the role of GNDs, and a fortiori, their non-basal components, is yet not clearly evaluated and taken into account for mechanical behavior modeling. Mechanical models based on crystal plasticity approaches require assumptions on the type and nature of slip systems activated. This is the case for the well known Finite Element approaches [Mansuy et al., 1999], but also for the self-consistent approaches, mean-field [Castelnaud et al., 2008, 1996] or full-field [Lebensohn et al., 2009; Suquet et al., 2012]. Attempts were also made recently to take into account the long-range internal stress field associated with dislocation fields from dislocation field modeling approaches applied to ice [Taupin et al., 2008, 2007].

All micro-macro modeling approaches applied to ice are so far based on drastic assumptions concerning the activated slip systems, and the plasticity (or visco-plasticity) laws to constrain their interactions during deformation. For the homogenization approaches (mean or full-field), the relative activities of the slip systems and their interaction laws were indirectly adjusted based on comparison with macroscopic mechanical response obtained experimentally [Castelnaud et al., 2008, 1996; Suquet et al., 2012], and most of the parameter adjustments were further used in other applications with, sometime, few validation tests [Lebensohn et al., 2009; Montagnat et al., 2011]. These assumptions led to an unavoidable minimal activation of non-basal slip, so far not justified by any observation. In the case of the finite element approaches just mentioned, drastic assumptions on the nature of dislocations involved were necessary [Taupin et al., 2008, 2007], or the use of Dynamic Dislocation modeling results [Devincre, 2013] as a minimal request [Richeton et al., tted].

These micro-macro modeling are a necessary step to further represent accurate mechanical responses in the case of large scale flow of ice (or minerals) [Montagnat et al., 2015; Tommasi et al., 2000]. Our new results concerning the relative contribution of the different types of dislocations during deformation will likely help improving crystal plasticity laws. On a first step, they could be directly used in Crystal Plasticity Finite Element approaches that integrate dislocation fields through the Nye tensor consideration such as in [Taupin et al., 2007] or more recently [Richeton et al., tted]. The crystal plasticity law thus obtained could further be implemented into homogenization mean or full-field approaches already mentioned, that are well designed to interact with large-scale flow models, mainly to represent the anisotropy associated with the built up of texture with deformation [Gillet-Chaulet et al., 2006].

5.4 Conclusion

To conclude, the present study reveals for the first time a relevant proportion of non-basal, and more specifically $\langle c \rangle$ dislocations in pure ice deformed in the laboratory, at high temperature. This observation was made possible by the use of WBV analyses

that enable to constrain the nature of geometrically necessary dislocations from "routine" EBSD measurements. This method is an alternative to classical techniques (diffraction, transmission electron microscopy) to access the GNDs, and has proved to be well adapted to the characterization of large samples strongly deformed and recrystallized.

The revealed proportion of $\langle c \rangle$ dislocation-made substructures is significant for various strain conditions and levels (compression or torsion creep, low to high level of shear). As non-basal dislocations are energetically less favorable than basal dislocations, they appear in areas where stress and strain heterogeneities concentrate. Hence they should play an important role during deformation at the scale of dislocations and slip systems interactions (responsible for local hardening, internal stress field build up), but also during dynamic recrystallization processes (nucleation and grain boundary migration). To provide accurate modeling of the mechanical response of ice will therefore require to better represent the role of the $\langle c \rangle$ dislocations and their dynamics into crystal plasticity constitutive laws.

References

- Ahmad, S. and Whitworth, R. W. (1988). Dislocation motion in ice: A study by synchrotron X-ray topography. *Philosophical Magazine A*, 57(5):749–766. [132](#)
- Ashby, M. (1970). The deformation of plastically non-homogeneous materials. *Phil. Mag.*, 13:399–424. [139](#)
- Ashby, M. F. and Duval, P. (1985). The creep of polycrystalline ice. *Cold Regions Science and Technology*, 11(3):285–300. [133](#)
- Baker, I. et al. (2000). Dynamic observations of dislocation/grain boundary interactions in ice. *Ann. Glaciol.*, 31:236–240. [132](#)
- Bons, P. D., Jansen, D., Mundel, F., Bauer, C. C., Binder, T., Eisen, O., Jessell, M. W., Llorens, M.-G., Steinbach, F., Steinhage, D., and Weikusat, I. (2016). Converging flow and anisotropy cause large-scale folding in Greenland's ice sheet. *Nature Communications*, 7:11427. [132](#)
- Castelnau, O., Canova, G. R., Lebensohn, R. A., and Duval, P. (1997). Modelling viscoplastic behavior of anisotropic polycrystalline ice with a self-consistent approach. *Acta Materialia*, 45(11):4823 – 4834. [132](#)
- Castelnau, O., Duval, P., Montagnat, M., and Brenner, R. (2008). Elastoviscoplastic micromechanical modeling of the transient creep of ice. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth*, 113(B11):B11203. [139](#)
- Castelnau, O., Thorsteinsson, T., Kipfstuhl, J., Duval, P., and Canova, G. R. (1996). Modelling fabric development along the GRIP ice core, central Greenland. *Annals of Glaciology*, 23:194–201. [139](#)
- Chauve, T., Montagnat, M., and Vacher, P. (2015). Strain field evolution during dynamic recrystallization nucleation; A case study on ice. *Acta Materialia*, 101:116–124. [132](#), [138](#)
- Devincere, B. (2013). Dislocation dynamics simulations of slip systems interactions and forest strengthening in ice single crystal. *Philosophical Magazine*, 93(1-3):235–246. [139](#)

- Durand, G., Gillet-Chaulet, F., Svensson, A., Gagliardini, O., Kipfstuhl, S., Meyssonier, J., Parrenin, F., Duval, P., and Dahl-Jensen, D. (2007). Change in ice rheology during climate variations – implications for ice flow modelling and dating of the EPICA Dome C core. *Clim. Past*, 3(1):155–167. [132](#)
- Duval, P., Ashby, M. F., and Anderman, I. (1983). Rate-controlling processes in the creep of polycrystalline ice. *The Journal of Physical Chemistry*, 87(21):4066–4074. [132](#), [133](#), [139](#)
- El-Dasher, B. S., Adams, B. L., and Rollett, A. D. (2003). Viewpoint: experimental recovery of geometrically necessary dislocation density in polycrystals. *Scripta Materialia*, 48(2):141–145. [133](#)
- Field, D. P., Trivedi, P. B., Wright, S. I., and Kumar, M. (2005). Analysis of local orientation gradients in deformed single crystals. *Ultramicroscopy*, 103(1):33–39. [133](#)
- Fleck, N. A. and Hutchinson, J. W. (1997). Strain Gradient Plasticity. 33:295–361. [139](#)
- Gao, H., Huang, Y., Nix, W. D., and Hutchinson, J. W. (1999). Mechanism-based strain gradient plasticity – I. theory. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 47(6):1239 – 1263. [133](#), [139](#)
- Gillet-Chaulet, F., Gagliardini, O., Meyssonier, J., Zwinger, T., and Ruokolainen, J. (2006). Flow-induced anisotropy in polar ice and related ice-sheet flow modelling. *Journal of non-newtonian fluid mechanics*, 134(1):33–43. [139](#)
- Grennerat, F., Montagnat, M., Castelnau, O., Vacher, P., Moulinec, H., Suquet, P., and Duval, P. (2012). Experimental characterization of the intragranular strain field in columnar ice during transient creep. *Acta Materialia*, 60(8):3655–3666. [132](#), [134](#)
- Higashi, A. (1988). *Lattice defects in ice crystals*. Hokkaido University Press. [132](#), [133](#)
- Hondoh, T. (2000). Nature and behavior of dislocations in ice. *Physics of ice core records*, pages 3–24. [132](#), [138](#)
- Hondoh, T. (2009). An overview of microphysical processes in ice sheets: Toward nanoglaciology. *Supp. Issue Low Temperature Science*, 68:1–23. [132](#)
- Hondoh, T., Itoh, T., and Higashi, A. (1981). Formation of stacking faults in pure ice single crystals by cooling. *Japanese Journal of Applied Physics*, 20(10):L737. [133](#)
- Kennedy, J. H., Pettit, E. C., and L., D. P. C. (2013). The evolution of crystal fabric in ice sheets and its link to climate history. *Journal of Glaciology*, 59(241):357–373. [132](#)
- Lebensohn, R. A., Montagnat, M., Mansuy, P., Duval, P., Meyssonier, J., and Philip, A. (2009). Modeling viscoplastic behavior and heterogeneous intracrystalline deformation of columnar ice polycrystals. *Acta Materialia*, 57(5):1405–1415. [139](#)
- Liu, F., Baker, I., and Dudley, M. (1995). Dislocation-grain boundary interactions in ice crystals. *Philosophical Magazine A*, 71(1):15–42. [132](#)
- Lliboutry, L. (1964). *Traité de Glaciologie - T1 Glace-Neige-Hydrologie Nivale*. Masson et Cie. [133](#)
- Louchet, F. (2004). A model for steady state plasticity of ice single crystals. *Philosophical Magazine Letters*, 84(12):797–802. [132](#)

- Ma, Y., Gagliardini, O., Ritz, C., Gillet-Chaulet, F., Durand, G., and Montagnat, M. (2010). Enhancement factors for grounded ice and ice shelves inferred from an anisotropic ice-flow model. *Journal of Glaciology*, 56(199):805–812. [132](#)
- Mansuy, P., Meyssonier, J., and Philip, A. (1999). Modelling the Ice Single-Crystal Viscoplastic Behaviour. *Hutter K., Y. Wang, H. Beer, eds.. Advances in Cold-Region Thermal Engineering and Sciences: technological, environmental and climatological Impact. Berlin, etc. Springer-Verlag, (Lecture Notes in Physics, 533:215–224.* [139](#)
- Montagnat, M., Blackford, J. R., Piazzolo, S., Arnaud, L., and Lebensohn, R. A. (2011). Measurements and full-field predictions of deformation heterogeneities in ice. *Earth and Planetary Science Letters*, 305(1):153–160. [133](#), [135](#), [139](#)
- Montagnat, M., Castelnau, O., Bons, P. D., Faria, S. H., Gagliardini, O., Gillet-Chaulet, F., Grennerat, F., Griera, A., Lebensohn, R. A., Moulinec, H., Roessiger, J., and Suquet, P. (2014). Multiscale modeling of ice deformation behavior. *Journal of Structural Geology*, 61:78–108. [132](#)
- Montagnat, M., Chauve, T., Barou, F., Tommasi, A., Beausir, B., and Fressengeas, C. (2015). Analysis of dynamic recrystallization of ice from ebsd orientation mapping. *Cryospheric Sciences*, page 81. [133](#), [134](#), [139](#)
- Nye, J. F. (1953). Some geometrical relations in dislocated crystals. *Acta Metallurgica*, 1(2):153–162. [134](#)
- Obbard, R., Baker, I., and Sieg, K. (2006). Using electron backscatter diffraction patterns to examine recrystallization in polar ice sheets. *Journal of Glaciology*, 52(179):546–557. [133](#)
- Oguro, M. and Higashi, A. (1971). Concentric dislocation loops with [0001] burgers vectors in ice single crystals doped with NH₃. *Philosophical Magazine*, 24(189):713–718. [133](#)
- Oguro, M. and Higashi, A. (1981). The formation mechanism of concentric dislocation loops in ice single crystals grown from the melt. *Journal of Crystal Growth*, 51(1):71–80. [133](#)
- Pantleon, W. (2008). Resolving the geometrically necessary dislocation content by conventional electron backscattering diffraction. *Scripta Materialia*, 58(11):994–997. [133](#)
- Philip, A., Meyssonier, J., Kluender, R. T., and Baruchel, J. (2013). Three-dimensional rocking curve imaging to measure the effective distortion in the neighbourhood of a defect within a crystal: an ice example. *Journal of Applied Crystallography*, 46(4):842–848. [133](#)
- Piazzolo, S., Montagnat, M., and Blackford, J. R. (2008). Sub-structure characterization of experimentally and naturally deformed ice using cryo-EBSD. *Journal of Microscopy*, 230(3):509–519. [133](#)
- Piazzolo, S., Montagnat, M., Grennerat, F., Moulinec, H., and Wheeler, J. (2015). Effect of local stress heterogeneities on dislocation fields: Examples from transient creep in polycrystalline ice. *Acta Materialia*, 90:303–309. [133](#), [134](#), [135](#), [138](#)
- Prior, D. J., Wheeler, J., Peruzzo, L., Spiess, R., and Storey, C. (2002). Some garnet microstructures: an illustration of the potential of orientation maps and misorientation analysis in microstructural studies. *Journal of Structural Geology*, 24(6–7):999–1011. [134](#), [135](#)

- Richeton, T., Le, L. T., Chauve, T., Bernacki, M., Berbenni, S., and Montagnat, M. (submitted). Modelling the transport of geometrically necessary dislocations on slip systems : application to single- and multi-crystals of ice. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*. 139
- Ruggles, T. J., Rampton, T. M., Khosravani, A., and Fullwood, D. T. (2016). The effect of length scale on the determination of geometrically necessary dislocations via EBSD continuum dislocation microscopy. *Ultramicroscopy*, 164:1–10. 133
- Shearwood, C. and Whitworth, R. W. (1989). X-ray topographic observations of edge dislocation glide on non-basal planes in ice. *Journal of Glaciology*, 35(120). 132
- Suquet, P., Moulinec, H., Castelnau, O., Montagnat, M., Lahellec, N., Grennerat, F., Duval, P., and Brenner, R. (2012). Multi-scale modeling of the mechanical behavior of polycrystalline ice under transient creep. *Procedia IUTAM*, 3:76–90. 139
- Taupin, V., Richeton, T., Chevy, J., Fressengeas, C., Weiss, J., Louchet, F., and Miguel, M. (2008). Rearrangement of dislocation structures in the aging of ice single crystals. *Acta Materialia*, 56(7):1555 – 1563. 133, 139
- Taupin, V., Varadhan, S., Chevy, J., Fressengeas, C., Beaudoin, A. J., Montagnat, M., and Duval, P. (2007). Effects of size on the dynamics of dislocations in ice single crystals. *Phys. Rev. Lett.*, 99(15):155507. 133, 139
- Tommasi, A., Mainprice, D., Canova, G., and Chastel, Y. (2000). Viscoplastic self-consistent and equilibrium based modeling of olivine lattice preferred orientations : Implications for the upper mantle seismic anisotropy. *J. Geophys. Res.*, 105(B4):7893–7908. 139
- Weikusat, I., De Winter, D. A. M., Pennock, G. M., Hayles, M., Schneijdenberg, C., and Drury, M. R. (2011a). Cryogenic EBSD on ice: preserving a stable surface in a low pressure SEM. *Journal of Microscopy*, 242(3):295–310. 133
- Weikusat, I., Miyamoto, A., Faria, S. H., Kipfstuhl, S., Azuma, N., and Hondoh, T. (2011b). Subgrain boundaries in Antarctic ice quantified by X-ray Laue diffraction. *Journal of Glaciology*, 57(201):111–120. 133
- Weiss, J. and Montagnat, M. (2007). Long-range spatial correlations and scaling in dislocation and slip patterns. *Philosophical Magazine*, 87(8-9):1161–1174. 132
- Wheeler, J., Mariani, E., Piazzolo, S., Prior, D., Trimby, P., and Drury, M. (2009). The weighted Burgers vector: a new quantity for constraining dislocation densities and types using electron backscatter diffraction on 2d sections through crystalline materials. *Journal of Microscopy*, 233(3):482–494. 134, 138
- Wilson, C. J. L., Peternell, M., Piazzolo, S., and Luzin, V. (2014). Microstructure and fabric development in ice: Lessons learned from in situ experiments and implications for understanding rock evolution. *Journal of Structural Geology*, 61:50–77. 132

Deuxième partie

Hétérogénéités de déformation et de contrainte : lien avec la germination

Chapitre 6

L'évolution des hétérogénéités de déformation lors de la germination

Sommaire

Abstract	148
6.1 Introduction	148
6.2 Experimental procedure	150
6.3 Result analyses	151
6.4 Discussion	159
6.5 Summary	160
Acknowledgements	161
Appendix A. Supplementary data	161
References	161

D'après :

CHAUVE T., MONTAGNAT, VACHER P. 2015, Strain field evolution during dynamic recrystallization nucleation; A case study on ice. *Acta Materialia* , doi: [10.1016/j.actamat.2015.08.033](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.08.033).

Abstract

Nucleation mechanisms occurring during discontinuous dynamic recrystallization (DDRX) is investigated by Digital Image Correlation (DIC) during creep experiment on polycrystalline columnar ice. Thanks to the columnar microstructure, discrimination of the nucleus can be done without ambiguity comparing *pre-* and *post-* deformation texture. *In-situ* DIC analyses are performed around a triple junction where nucleation occurred to follow strain field evolution. Strain field evolution appears strongly linked to nucleation mechanisms, local grain boundary migration and sub-grain boundary formation such as tilt sub-grain boundaries and kink bands. Nucleation processes are correlated with strong strain heterogeneities well characterized by the principal strains evaluated by DIC. It was possible to follow nucleus growth through the evolution of strain localization along the new grain boundaries. Kink bands act as a buffer zone close to the triple junction and accommodate shear parallel to the *c*-axis. The local strain field appears to be efficiently redistributed by recrystallization processes which create a new microstructure more compatible with the local stresses.

6.1 Introduction

Ice is an hexagonal material in which deformation mainly occurs by dislocation glide along the basal plane conferring a strong viscoplastic anisotropy to the crystal [Duval et al., 1983]. This anisotropy induces strong inter- and intra- granular strain field heterogeneities during deformation of polycrystalline ice [Grennerat et al., 2012]. Recrystallization processes in ice are similar to those in rocks or metals [Schulson and Duval, 2009; Wilson et al., 2013]. Depending on the deformation conditions, various forms of recrystallization can occur as normal grain growth, dynamic continuous recrystallization or dynamic discontinuous recrystallization (DDRX) [Montagnat et al., 2009].

In most materials, DDRX occurs during deformation at high temperature when a critical deformation condition is reached [Humphreys and Hatherly, 2004]. It is characterized by a competition between dislocation accumulation with deformation, and reduction of dislocation density by new grain nucleation and grain boundary migration. DDRX is well known to have a strong impact on deformation behavior and texture development in metal as magnesium [Al-Samman and Gottstein, 2008] [Ma et al., 2014] and copper [McDonald et al., 2005] for instance. In ice, DDRX induces drastic microstructure modification toward highly interlocked grains and texture evolves toward a multi-maxima girdle oriented around 30° to 35° from the compression axis [Duval, 1981; Jacka and Maccagnan, 1984; Peternell et al., 2014].

A typical strain curve for compression creep of a granular polycrystalline ice sample deformed in common laboratory conditions ($0.8 \text{ MPa} > \sigma > 0.1 \text{ MPa}$, $10^{-6} \text{ s}^{-1} > \dot{\epsilon}_{min} > 10^{-8} \text{ s}^{-1}$) is characterized by a fast decrease of strain rate during primary creep to reach a minimum between 1% and 2% macroscopic strain, called secondary creep, and finally an accelerated tertiary creep, to reach a steady state after 10% [Jacka and Maccagnan, 1984; Jacka and Jun, 1994]. This acceleration is attributed to DDRX which becomes the dominant process after 1% strain. The nearly constant creep rate reached after about 10% strain is attributed to the balance between recrystallization processes (nucleation and GB migration) and strain hardening. Although DDRX mechanisms dominate the macroscopic behavior after 1% strain, nucleation was observed locally in ice during primary creep [Montagnat et al., 2011] similarly to what was reported in other materials such as copper [Miura et al., 2004]. It shows that local strain and stress at intergranular scale play an important role for

nucleation.

Nucleation processes in ice can take various form during DDRX. Tilt sub-grain boundaries and kink bands are observed in ice deformed in the laboratory [Manley and Schulson, 1997; Mansuy et al., 2000; Montagnat et al., 2011; Piazzolo et al., 2008; Wilson et al., 1986]. A tilt sub-grain boundary (TSGB) is a rearrangement of basal edge dislocations into low-energy configurations inducing a *c*-axis misorientation through the sub-grain boundary. TSGB, well characterized using Electron BackScatter Diffraction (EBSD) [Piazzolo et al., 2008], are straight sub-grain boundaries parallel to the *c*-axis direction. The combination of two tilt sub-grain boundaries in opposite rotation direction forms a kink band [Hess and Barrett, 1949; Wilson et al., 1986]. Very similarly to twins in hexagonal metals, kink bands enable to accommodate local shear, here parallel to the *c*-axis [Piazzolo et al., 2015] but kink boundaries do not share the same crystallographic axis such as twins, and can accommodate a large range of misorientations.

Other nucleation processes are observed or suggested from both laboratory and ice-core texture analyses. Bulging, related to strain induced grain boundary migration, leads to nucleus with orientation close to the neighbor grains [De La Chapelle et al., 1998; Duval and Castelnau, 1995; Weikusat et al., 2009]. Some "spontaneous" nucleation was also suggested by Duval et al. [2012] from calculation of the impact of long-range internal stresses (modeled by dislocation pile-ups) in drastically decreasing both nucleation critical radius and saddle point energy. Observation of nucleus with an orientation very different from the neighbor grains, for instance in deep ice cores at depth where texture is strong [Durand et al., 2009; Montagnat et al., 2012] could be explained by this "spontaneous" nucleation. We will see in the present work that similar observations are made during experimental creep.

As nucleation is a key point to a better understanding of DDRX impact on microstructure and texture development [Humphreys and Hatherly, 2004], many efforts are made to investigate nucleation processes in regard to nucleus orientation [Al-Samman and Gottstein, 2008; Fan et al., 2014] and nucleation localization [Miura et al., 2002, 2004, 2007]. Due to optical or electronic microscopy methods used for orientation mapping, most nucleation studies are 2D and *post*-deformation. These characterizations therefore give no information about the time dynamics, and the evolution of internal stress and strain field in relation with DDRX processes.

Strain field measurements are currently obtained by Digital Image Correlation (DIC) which is an efficient tool to investigate strain field heterogeneities at *intra*-granular scale. For example, it was used recently to explore strain field evolution during twinning formation in magnesium [Aydiner and Telemez, 2014] or to understand the link between strain field and texture heterogeneity in zirconium [Padilla et al., 2012]. In ice, DIC was recently used to characterize the evolution of strain field heterogeneities during primary creep, i.e. until 1% macroscopic strain [Grennerat et al., 2012]. Evidence was given of strong strain localizations (up to ten times the macroscopic strain) close to GBs and triple junctions, but also of the lack of correlation between the local strain and the orientation relative to the imposed stress. Strong strain localization at the end of the transient creep was analyzed as the precursor of DDRX processes, and could explain the occurrence of tertiary creep after only 1% macroscopic strain.

In order to better understand the nucleation mechanisms and their kinetics in ice during DDRX, we present a way to investigate nucleation processes and their impact on local strain field by coupling digital image correlation with *pre*- and *post*- deformation texture analyses on polycrystalline columnar ice, that offers a 2D-1/2 microstructure [Grennerat et al., 2012]. Besides the precise observation of some nucleation processes, this coupling evidences the strain redistribution induced and driven by recrystallization mechanisms, in

order to accommodate the strong stress heterogeneities close to grain boundaries and triple junctions.

6.2 Experimental procedure

Polycrystalline columnar ice samples were elaborated following Grennerat et al. [2012]. They are formed of parallel columnar grains with c -axes lying close to the sample surface plane ($\pm 15^\circ$) [Grennerat et al., 2012; Plé and Meyssonier, 1997], and typical in-plane grain dimension of about 10 mm. Rectangular samples ($8.5 \times 8.5 \times 1.5 \text{ mm}^3$) were deformed perpendicularly to the column axis by compression creep until 3% macroscopic strain (Fig. 6.1) along the vertical axis (y -axis, Fig. 6.2) in a cold room at -7°C and under uniaxial stress of 0.5 MPa. The contact between the press and the ice sample is made through Teflon sheets in order to avoid friction at the interfaces. The lateral surfaces are stress free.

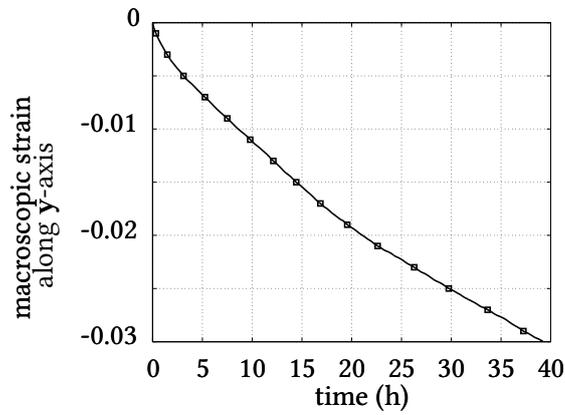


Figure 6.1 – Macroscopic strain response for the creep test performed on the sample shown in figure 6.2. The symbols show the position of the DIC analyses presented in figure 6.4.

The macroscopic response recorded by the strain curve is slightly different from the one described for granular polycrystalline ice in section 6.1. Contrary to isotropic granular ice samples, the columnar ice microstructure used here do not constitute a representative volume element (RVE). The creep response (Fig. 6.1) therefore reflects a strong influence of the microstructure on the macroscopic behavior.

Sample microstructure and texture were measured using an Automatic Ice Texture Analyser (AITA) [Wilson et al., 2003, 2007], an optical technique measuring the c -axis (or optical axis) coordinates ($\sin(\phi)\cos(\theta)$, $\sin(\phi)\sin(\theta)$, $\cos(\phi)$, azimuth θ and colatitude ϕ). Thanks to the 2D-1/2 columnar microstructure, *pre*- and *post*- deformation texture analyses enable to discriminated new grains in the microstructure without ambiguity (Fig. 6.2).

During the experiment, DIC analysis was performed over a reduced area around a triple junction (Fig. 6.2) where nucleation is more likely to occur [Miura et al., 2004]. A detailed description of the DIC technique applied on ice is given in Grennerat et al. [2012]. Pictures of the sample surface (marked with an appropriate speckle [Grennerat et al., 2012]) were taken every 10 minutes with a resolution of $18 \mu\text{m}.\text{pix}^{-1}$. The displacement and strain fields were extracted using 7D software described in Vacher et al. [1999] with a grid step and a pattern size of 12 pixels. This choice provided a spatial strain field resolution of $0.22 \text{ mm}.\text{pix}^{-1}$ that appeared sufficient with respect to the grain size (cm scale), in order to access the *intra*-granular strain field.

From the displacement field component $\vec{\delta} = u.\vec{x} + v.\vec{y}$, where \vec{x} and \vec{y} are unit vectors along the x and y directions, the strain components are extracted by calculating ε_{xx} , ε_{yy} ,

ε_{xy} using Green-Lagrange expression, and solid rotation $\omega_{xy} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u}{\partial y} - \frac{\partial v}{\partial x} \right)$ using the approximation of small rotation. Grennerat et al. [2012] showed that the main uncertainties could be evaluated by correlating two images acquired without any displacement. In our experimental conditions, such uncertainties are $\sigma_{\varepsilon_{xx}} = 2.2 \times 10^{-3}$, $\sigma_{\varepsilon_{yy}} = 1.6 \times 10^{-3}$, $\sigma_{\varepsilon_{xy}} = 2.6 \times 10^{-3}$ and $\sigma_{\omega_{xy}} = 2.8 \times 10^{-3}$.

From the strain field components, we define an equivalent strain field as :

$$\varepsilon_{eq} = \sqrt{\frac{2}{3} (\varepsilon_{xx}^2 + \varepsilon_{yy}^2 + 2\varepsilon_{xy}^2)} \quad (6.1)$$

with an uncertainty $\sigma_{\varepsilon_{eq}} = 2.5 \times 10^{-3}$.

Please note that we will refer to the macroscopic strain (or macro strain) as being the strain measured at the whole sample scale by a Low Voltage Displacement Transducer, and that can not be compared to an estimation from DIC data as performed by Grennerat et al. [2012] since the surface analyzed here does not cover the whole sample.

For clarity sake, and in order to emphasize local strain field evolution, we will represent increments of the local strain measurements (equivalent strain, principal strains, solid rotation) between two macro strain steps. More precisely, figure 6.4 shows the equivalent strain measured by correlating two pictures taken at time t and $t - \delta t$ with δt chosen in a way to obtained a macro strain increment close to 0.1% during the δt interval. The corresponding vertical macro strain interval is written below the map. Example of such representation for ε_{xx} , ε_{yy} , ε_{xy} , ω_{xy} components and principal strains is shown for deformation step between 0 – 0.1% in figure 6.7. The principal strains and there principal directions are used to summarize all information contained in ε_{xx} , ε_{yy} , ε_{xy} . They are plotted using a larger grid step for clarity purpose.

6.3 Result analyses

By comparing pre- and post-deformation microstructures (Fig. 6.2), we observe that nucleation occurred close to the triple junction (arrows $n1$ and $n2$) and along the grain boundaries. The observed nucleation is characterized by two main structures (i) small new grains created very close to the triple junction with orientations uncorrelated to the parent grain orientation (arrows $n1$ and $n2$, Fig. 6.2) and (ii) straight tilt sub-grain boundaries crossing the parent grains (arrow 3, Fig. 6.2) with a cumulative misorientation up to 15° (Fig. 6.3). A kink band also nucleates in grain G1 close to the triple junction and is formed by two tilt sub-grain boundaries misoriented by $\pm 15^\circ$. The kink band structure appears between 9 and 11 mm along the c -axis misorientation profile of line P1 (Fig. 6.3). Similar sub-structures were observed and characterized by [Mansuy et al., 2000; Piazzolo et al., 2008] for instance.

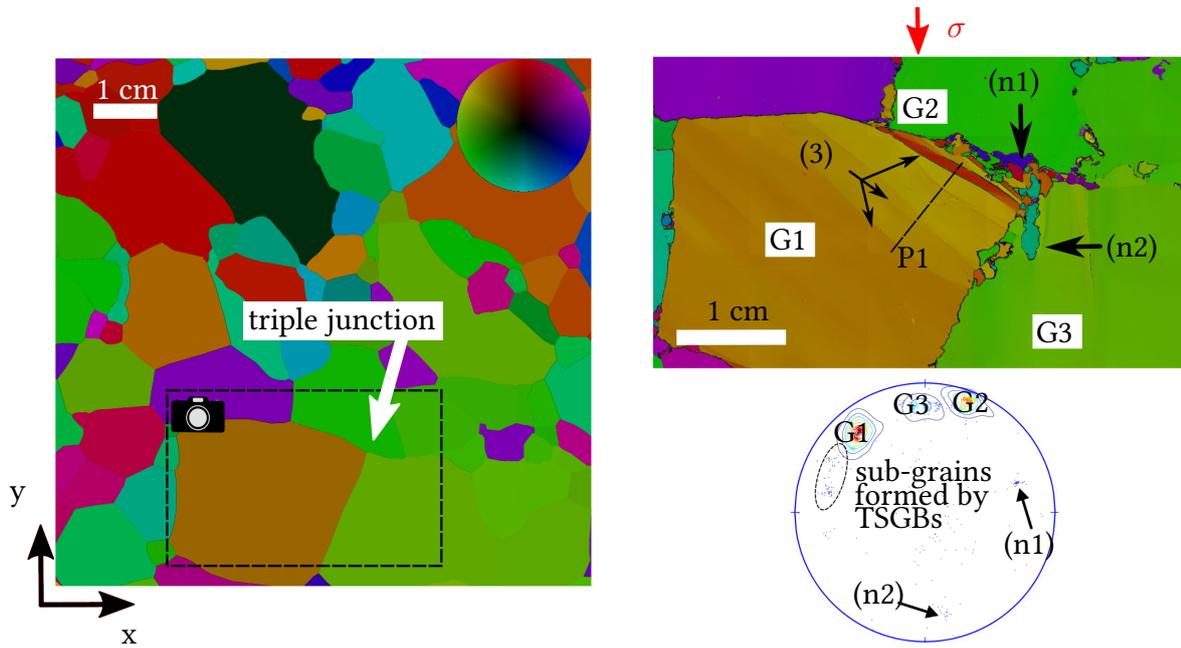


Figure 6.2 – Microstructure and texture (*c*-axis orientation) obtained by the AITA. The angular color scale is provided by the colorwheel (Left image, upper right corner). Left: map of the underformed sample with a $20\mu m$ step size. The rectangular box shows the surface analyzed for the DIC strain field measurement. Right top: deformed microstructure of the surface analyzed (step size $20\mu m$) after 3% strain showing nucleus (arrows n1 and n2) and tilt sub-grain boundaries (TSGBs, arrow 3). P1 is the line chosen for the misorientation angle profile in figure 6.3. Right bottom : associated *c*-axis pole figure in a sub-area around the triple junction.

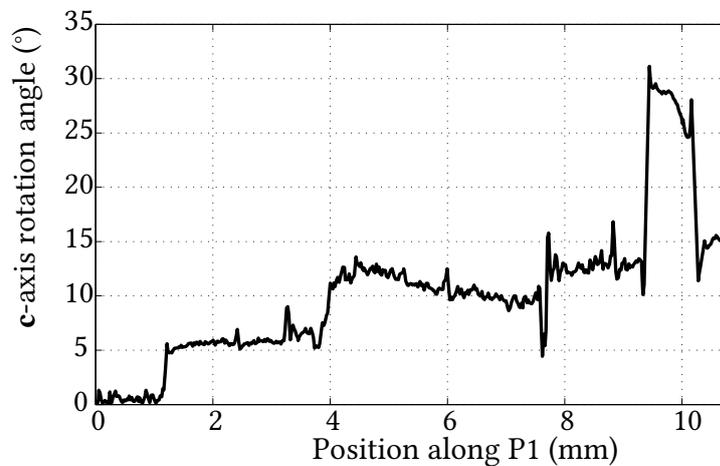


Figure 6.3 – Misorientation angle profile along the P1 line from figure 6.2.

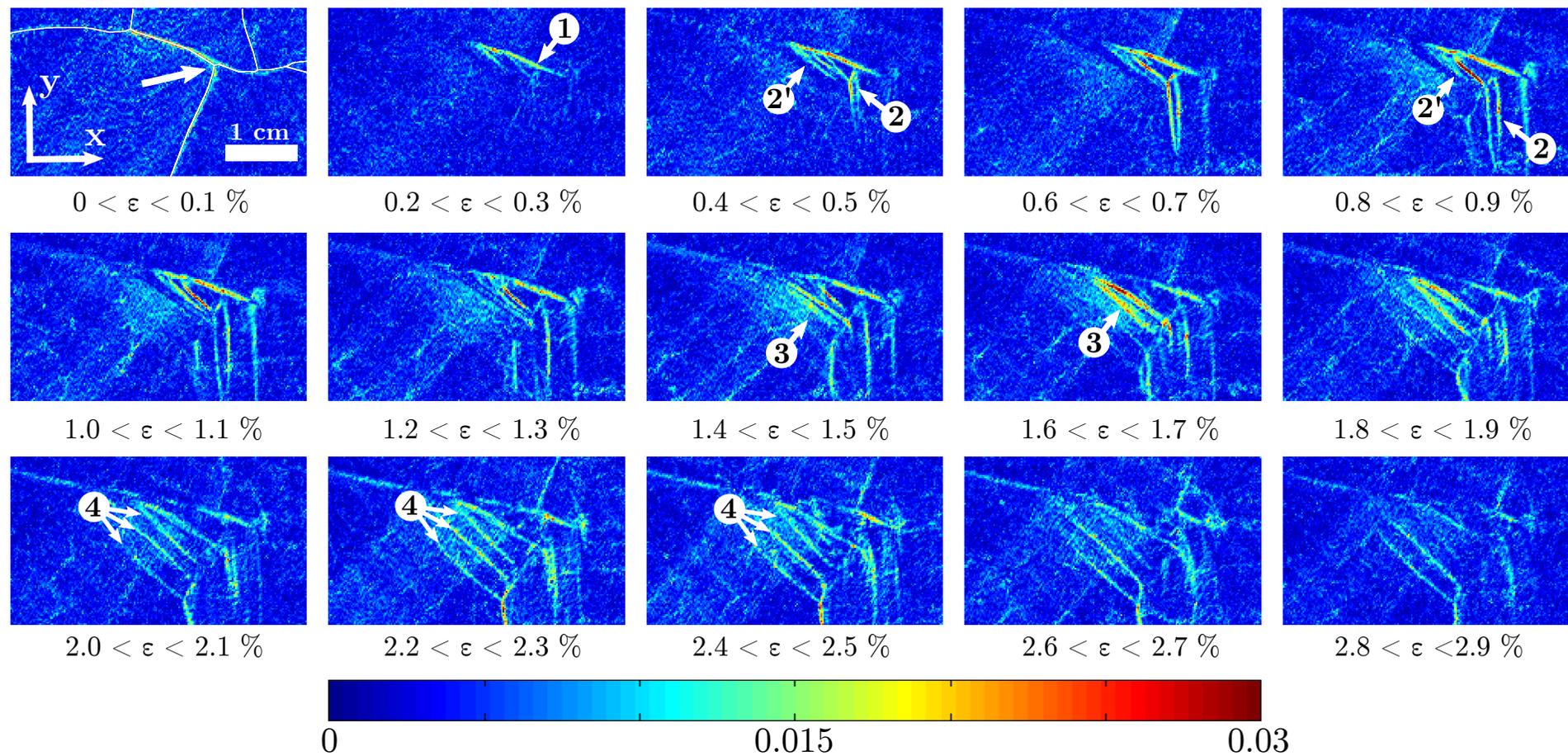


Figure 6.4 – Evolution of the increment of equivalent strain around the area of the triple junction during the creep test. Each strain field map shows the local strain integration between the two values of macroscopic strain written below the map. On the first map, the initial microstructure is drawn in white. For clarity sake, only half of the strain field maps are shown here. Video with all maps is available in supplementary material.

Thanks to the DIC measurements, we were able to follow the evolution of the strain field associated with such a microstructure reconfiguration. During the first 0.1% of macro strain, deformation is concentrated close to grain boundaries forming the triple junction where nucleation is later occurring (white arrow, Fig. 6.4). Until 0.3% macro strain, the deformation is highly localized around this triple junction (arrow 1) but starts to spread just before 0.5% macro strain (arrow 2'-2). This spreading is associated with the nucleation of small grains around the triple junction and the deformation re-localizes rapidly around the new grain boundaries created. Growth of the new grains can therefore be followed until 1.3% macro strain. Arrow 2 on figure 6.4 shows the growth of a particular nucleus, from the triple junction and along the y direction. This nucleus corresponds to the small blue grain on the deformed microstructure of figure 6.2 (arrow n2). Strain localization along the growing new grain boundary is observed until 1.2% macro strain (Fig. 6.4). The strain localization further evolves toward new areas after 1.4% macro strain (arrow 3, figure 6.4) that correspond to the kink band location at the end of the test (Fig. 6.2). These new areas are departing from the new boundaries created just before and take the form of straight bands of high strain concentration, within the macro strain lapse between 1.4% and 2.1% (arrow 4, Fig. 6.4). They formed the tilt sub-grain boundaries that are visible on the deformed microstructure (arrow 3, Fig. 6.2). These bands continue to accommodate local strain until the end of the experiment, with no further visible change in the deformation pattern.

The integrated strain field over the whole experiment, between the first and last picture, is shown in figure 6.5 with ε_{eq} and ε_{yy} components. ε_{eq} map shows a very heterogeneous strain pattern with strong localization around the triple junction where nucleation occurs and around the tilt sub-grain boundaries. The ε_{yy} strain field is compared to the macro strain of -0.03 (3%) along the y-axis (measured with the Low Voltage Displacement Transducer). ε_{yy} can have locally strong positive values up to 0.5 (extension) in the triple junction and kink band area. The compression can also be much stronger than the macro strain as in the area where the tilt sub-grain boundary form, where a strain up to -0.2 is measured.

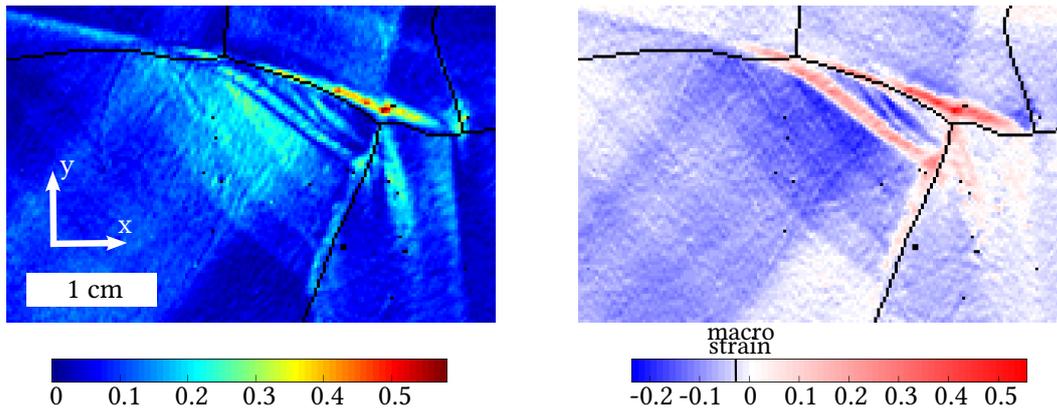


Figure 6.5 – Maps of cumulated ε_{eq} (left) and ε_{yy} (right) during the whole experiment (up to 3% macro strain along the y-direction). The initial microstructure is superimposed in black.

To provide a quantitative analysis of the strain field evolution discussed above, a *strained area fraction* parameter is defined as the ratio between the area where equivalent strain is higher than a threshold, over the whole area of measurement. It expresses the percentage of the surface where the equivalent strain is higher than this given threshold. Therefore, the smaller is the *strained area fraction* value, the more localized is the deformation. The threshold parameter is chosen in a way to highlight the localization of strain on reduced area (bands, grain boundaries,...). A value of $2.5 \times \text{median}(\varepsilon_{eq})$ was found adapted to highlight

the high deformed area without reducing the signal. The evolution of this parameter is plotted in figure 6.6 where the gray range tests the sensibility to the threshold parameter by varying the value between 2.25 and $2.75 \times \text{median}(\varepsilon_{eq})$.

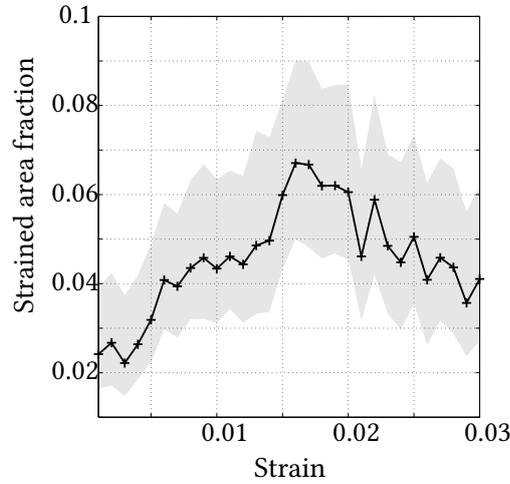


Figure 6.6 – Evolution of the *strained area fraction* parameter using a threshold of $2.5 \times \text{median}(\varepsilon_{eq})$. Gray area shows the sensibility to the threshold parameter $2.5 \times \text{median}(\varepsilon_{eq})$ by using 2.25 and 2.75 instead of 2.5.

The *strained area fraction* parameter presents two sharp increases within the macro strain lapse 0% to 1.7%. The first one around 0.5% seems to correspond to the small nucleus starting to grow at the triple junction, and the second one, at 1.5% occurs when tilt sub-grain boundaries appear (Fig. 6.4). Each of these nucleation event increases the *strained area fraction* parameter by about 2%, and the whole process spreads the strain localization from 2% to about 7% of the surface before reaching a macro strain of 2%. Finally, during the last 1% of macro strain, the *strained area fraction* decreases, showing that the deformation takes place within the existing area of localization.

Solid rotation component ω_{xy} and strain components ε_{xx} , ε_{yy} , ε_{xy} can also be extracted from DIC measurements, and can be resumed in principal strains given in the principal direction frame. These representations provide additional information to complete our analyses of the recrystallization steps described before.

Figure 6.7 shows these four components together with the map of principal strains during the first step of deformation, between 0 and 0.1% macro strain. During this very first deformation step, the strain heterogeneities are mostly appearing close to the triple junction. A strong tension component is observed ($\varepsilon_{yy} > 0$) around the grain boundaries forming the triple junction while the imposed stress is compression. The strong level of shear (ε_{xy}) close to the grain boundary highlights the incompatibility of deformation between the grains. In this area, we observe a singularity of the rotational field at the triple junction, with opposite values of the solid rotation component ω_{xy} on both sides. Deformation within the grain interiors is weak but mostly compression.

From 0.4% macro strain, the sharp step on the *strained area fraction* evolution (Fig. 6.6) is likely related to nucleation and growth of new grains at the triple junction. Figure 6.8 represents the solid rotation field and the principal strains for the increment between 0.7 and 0.8% during which the particular nucleus n2 (Fig. 6.2) is growing. Principal strains have a high amplitude around the new grain boundaries of nucleus n2, with symmetric principal directions on the left and right side of the GB. This is also illustrated in the solid rotation map (Fig. 6.8, Left). Local strain increment can reach 2% during the 0.1% macro strain increment corresponding to the measurements shown. Please note that the principal strain amplitudes

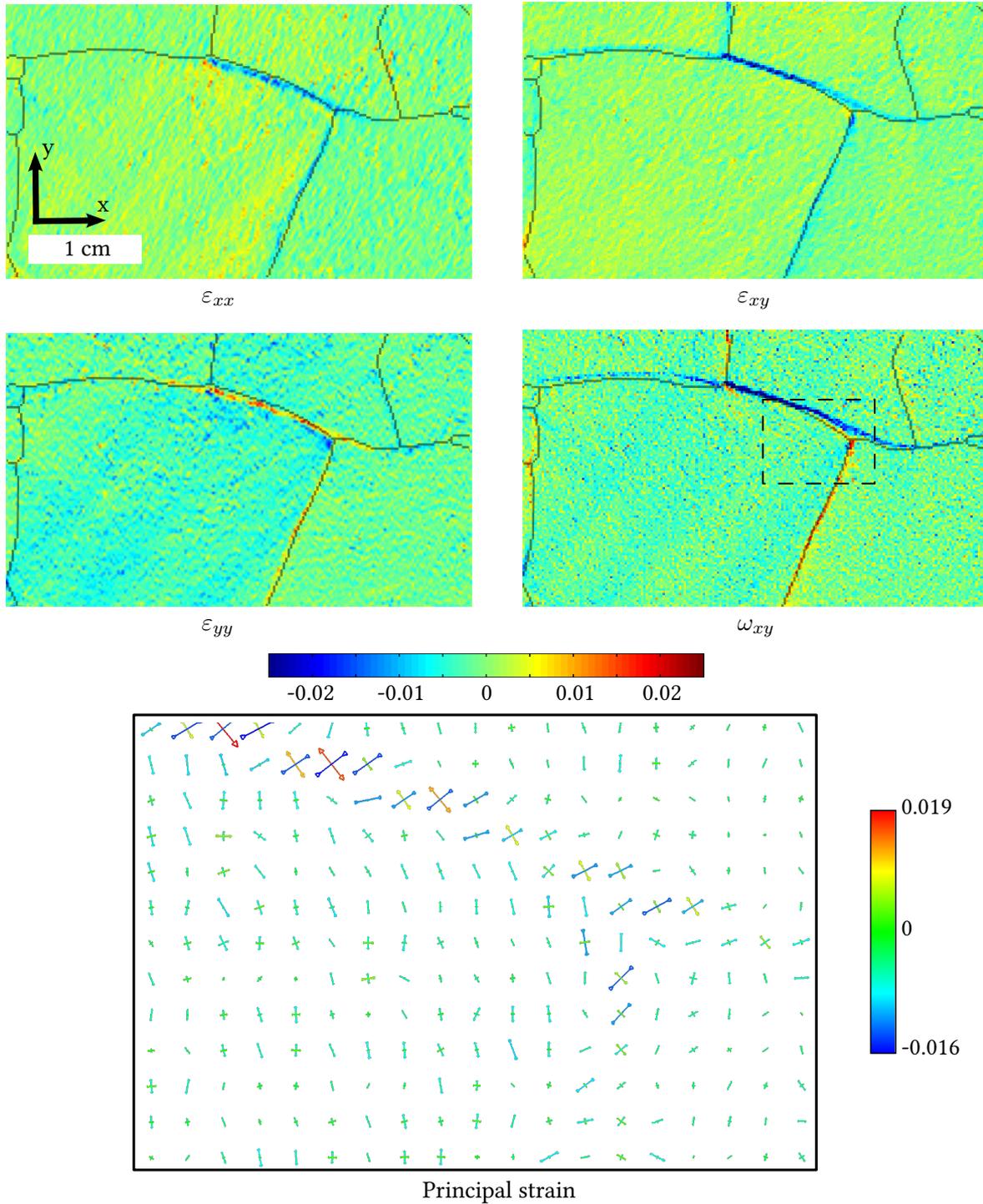


Figure 6.7 – Top : Maps of increment strain field (resolution : $0.22 \text{ mm} \cdot \text{pix}^{-1}$) for ϵ_{xx} , ϵ_{yy} , ϵ_{xy} , and ω_{xy} (in radian - $0.02 \Leftrightarrow 1^\circ$) measured between 0% and 0.1% with the initial microstructure overprinted. Bottom : Increment of the principal strain components along the principal directions on the area delimited by the dotted rectangular (ω_{xy} map), with a resolution of $0.66 \text{ mm} \cdot \text{pix}^{-1}$. The crossed lines denoting maximum and minimum principal strains are color coded using the color bar.

are very low within the nucleus interiors and around the new grain boundaries. Similar observations are made around nucleus n1 for both principal strain and solid rotation but with a different symmetry axis.

We focus now on the macro strain range 1.4 – 1.5% which also corresponds to a sharp increase in the *strained area fraction* parameter (Fig. 6.6). Figure 6.9 presents the increment strain field during this macro strain range via the solid rotation and principal strains. We will focus on the new area of strong strain localization shown by arrow 3 on the equivalent strain field map (Fig. 6.4). This step corresponds to the formation of the kink band visible in figure 6.2 (arrows 3) and along the profile P1 (Fig. 6.3). The map of principal strains (Fig. 6.9, Right) highlights three areas of different behavior, artificially delimited by black dashed lines. The left and right areas present similar strain patterns with a strong compression of about -0.14 (14%) when the macroscopic vertical strain accumulated during this step is only 0.1%. In the center area, the deformation is very different with an extension nearly aligned with the y-axis. This deformation is associated with opposite solid rotation components on both side of the kink band boundaries.

Lastly, figure 6.10 illustrates the strain concentration around the tilt sub-grain boundaries that form after 2% macro strain. These tilt sub-grain boundaries concentrate a positive solid rotation ω_{xy} and the principal strains show a deformation in one main direction, coherent with the macro strain (compression along the y-axis) but stronger close to the tilt sub-grain boundary.

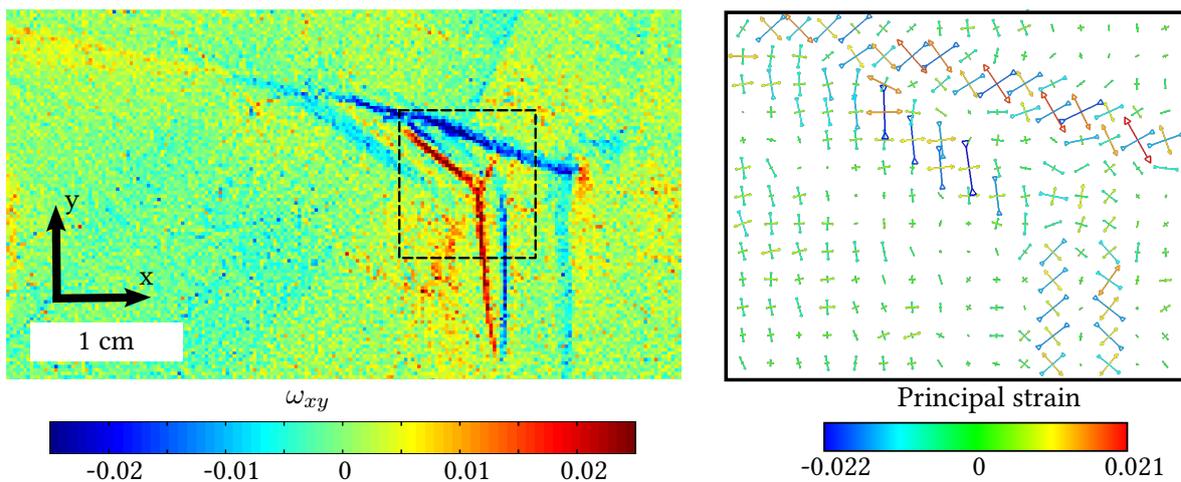


Figure 6.8 – Left: Map of the increment of solid rotation ω_{xy} (in radian - $0.02 \Leftrightarrow 1^\circ$) measured between 0.7% and 0.8% ($0.22 \text{ mm}\cdot\text{pix}^{-1}$). Right : Increment of the principal strain components along the principal directions on the area delimited by the dotted rectangular (ω_{xy} map), with a resolution of $0.66 \text{ mm}\cdot\text{pix}^{-1}$. The crossed lines denoting maximum and minimum principal strains are color coded using the color bar.

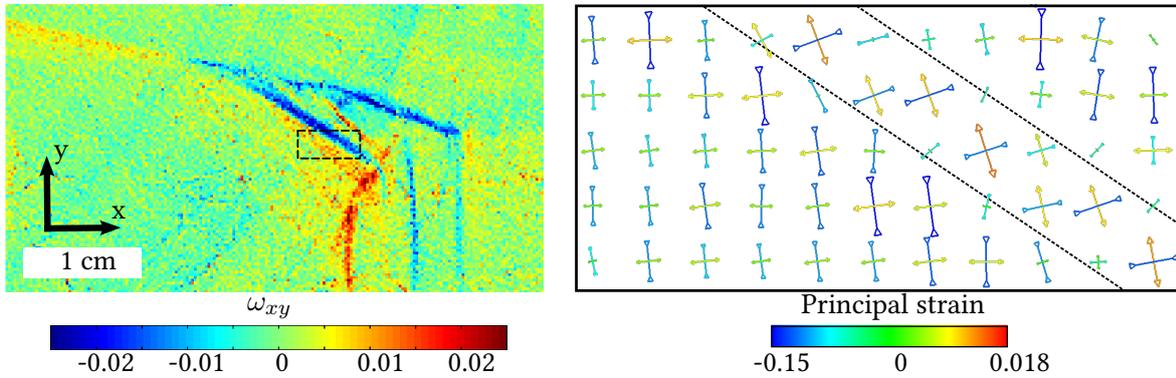


Figure 6.9 – Left: Map of the increment of solid rotation ω_{xy} (in radian - 0.02 \Leftrightarrow 1°) measured between 1.4% and 1.5% ($0.22 \text{ mm} \cdot \text{pix}^{-1}$). Right : Increment of the principal strain components along the principal directions on the area delimited by the dotted rectangular (ω_{xy} map), with a resolution of $0.66 \text{ mm} \cdot \text{pix}^{-1}$. The sub-area of interest is artificially delimited by two black dashed lines. The crossed lines denoting maximum and minimum principal strains are color coded using the color bar.

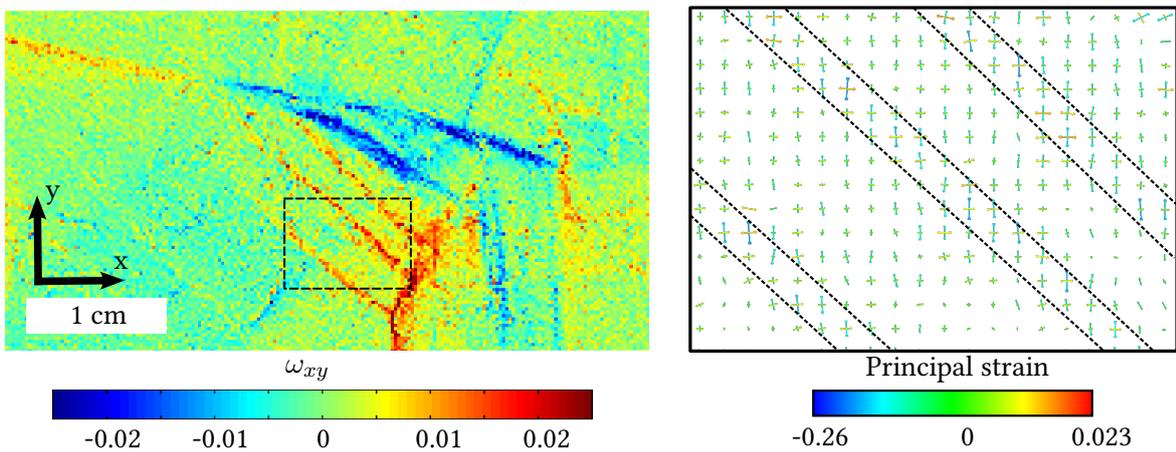


Figure 6.10 – Left: Increment of solid rotation maps ω_{xy} measured (in radian - 0.02 \Leftrightarrow 1°) between 2.1% and 2.2% ($0.22 \text{ mm} \cdot \text{pix}^{-1}$). Right : Increment of principal strain and principal direction over the dotted rectangular area (ω_{xy} map) with a resolution of $0.44 \text{ mm} \cdot \text{pix}^{-1}$. Dashed band delimited sub-area of similar behavior for the strain field. The crossed lines denoting maximum and minimum principal strains are color coded using the color bar.

6.4 Discussion

Ice is a material with a strong viscoplastic anisotropy [Duval et al., 1983] and during the deformation of a polycrystalline ice sample the interaction between neighboring grains induce strong strain heterogeneities in the grain boundary regions [Grennerat et al., 2012] (figure 6.7) leading to recrystallization processes. During uniaxial creep tests performed in the laboratory conditions in the ductile regime, we expect DDRX to become the dominant accommodation process after 1% macro strain. Nevertheless, since in-situ observations remain challenging, very little is known about the nucleation mechanisms and their impact on the strain field during DDRX. As shown here, coupling *pre-* and *post-* deformation texture analyses with DIC observations during the test enables to follow and link the evolution of the strain field heterogeneities with the local microstructure evolution associated with nucleation and grain boundary migration. A sequence of grain nucleation and growth, followed by kink band and tilt sub-grain boundary formation occurring close to a triple junction could be followed up to 3% macro strain.

As ice is deforming mainly by dislocation glide in the basal plane, strain incompatibilities require local accommodation processes to enable the macroscopic deformation [Ashby and Duval, 1985]. Less anisotropic materials activate hard slip systems locally, and in other materials local fracturing and/or grain boundary sliding can occur, as for instance in halite [Bourcier et al., 2013]. Our observations tend to evidence that nucleation and tilt sub-grain boundary formation act as efficient accommodation mechanisms to overcome the strong strain incompatibilities. Indeed, throughout the duration of the test, the initially strongly localized strain (close to GBs) and the incompatibilities, evidenced amongst others by the solid rotation component of the strain field, are relaxed via the progressive evolution of the microstructure. The evolution of the microstructure, via nucleation, tilt and kink band formation creates new areas in which strain can occur through basal glide, as an answer to the local stress field. As an illustration, the nucleus n2 appears with an orientation without obvious relation with the parent ones, and in a direction likely more favorable to the local stress configuration. This "spontaneous" nucleation step impacts the strain field which become less heterogeneous (Fig. 6.6).

The interior of the kink band appears very efficient to accommodate shear strain and create a "buffer zone" to enable deformation in front of the strongly incompatible triple junction. This localized shear provides a strain parallel to the *c*-axis that can not be produced by basal slip and prevents therefore the necessity of hard slip system activation. The "buffer zone" is further extended by means of tilt sub-grain boundaries that contribute to the microstructure evolution likely to be in favor of the local stress field (Fig. 6.10). These observations are very coherent with the results obtained by Piazolo et al. [2015] during transient creep of ice.

Nucleation results from the relaxation of locally stored strain energy. Indeed, dislocation accumulation, and in particular geometrically necessary dislocations (GND), are expected to accumulate at GBs and triple junctions in answer to the stress heterogeneities [Piazolo et al., 2015], well illustrated here by singularity of the rotational component ω_{xy} at the triple junction. Dislocation accumulation around the triple junction is followed by what could look like "spontaneous" nucleation and subsequent nucleus growth which locally reduce the dislocation density by creating new grain boundaries. These observations tend to confirm the impact of internal stress field on spontaneous nucleation during DDRX as analytically modeled by Duval et al. [2012]. Indeed, dislocation pile-up arrangements were shown to provide an additional driving force resulting in a drastic decrease of the nucleation critical radius and saddle point energy. Similar interaction between internal stress field and

autocatalytic nucleation of martensitic transformation were simulated by Meng et al. [2006], with a nucleation barrier that disappears with the associated action of stress field outside a martensitic plate and dislocation field. Such "spontaneous" nucleation could also explain DDRX textures with some orientations clearly outside the spread of orientations of the deformed texture, as observed in ice [Jacka and Maccagnan, 1984; Montagnat et al., 2012] and in several recrystallized metals [Humphreys and Hatherly, 2004; Larsen et al., 2005; McDonald et al., 2005].

During this nucleus (n2) growth, strain localizes around the new GBs (Fig. 6.8) up to about 10 times the macro strain increment of 0.01, and with opposite shear and solid rotation between the left and right GB of the nucleus n2 (Fig. 6.7). Similar observations are made around the nucleus n1 with opposite shear on both sides of the GB forming this nucleus. These observations lead to an open question concerning the origin of this symmetric strain localization: is it to be attributed to the response to the local stress with the new GBs acting as dislocation barriers, or do we record the deformation induced by the grain boundary migration mechanism itself? Crystalline rearrangements induced by GB migration could provide local inelastic strain and modify the internal stress field, similar to what is expected during phase transformation in metals [Kaouache et al., 2004; Xu et al., 2005]. As the behavior of both nucleus growth (n1 and n2) is similar (Fig. 6.8) and symmetric (depending of the growth direction), we ought to find the second hypothesis realistic although additional measurements would be required to get better insights into this particular behavior of local grain boundary migration.

Finally, the various forms of nucleation occurring at this triple junction lead to a microstructure where the incompatibility between grains is reduced and therefore a relatively more homogeneous strain can occur. This is well illustrated by the reduction of local strain magnitude within the deformation area during the last step of the equivalent strain evolution (Fig. 6.4).

6.5 Summary

- Coupling digital image correlation with texture and microstructure analyses enables to follow DDRX nucleation processes in-situ with both good spatial and time resolution. In particular, we were able to follow nucleus growth via the evolution of strain concentration around new GBs.
- Nucleation and kink band formation are connected with a strain localization of high amplitude, with highly heterogeneous principal strains, as an answer to incompatibilities between grains. In particular, kink band formation induces local shear along the c-axis and therefore provides complementary deformation accommodation to the dominant basal dislocation glide.
- The nature of strain field measured around GB during nucleus growth raises the question of the influence, on the local strain, of grain boundary migration induced crystalline rearrangement.
- Finally, nucleation, grain growth, tilt and kink sub-boundary formation decrease the strain concentration by spreading the deformation. These DDRX processes develop a new microstructure with less incompatibility between the neighboring grains and subgrains.

Acknowledgements

Many thanks to Paul Duval for long-term useful discussions and comments. Financial support by the French "Agence Nationale de la Recherche" is acknowledged (project DREAM, # ANR-13-BS09-0001-01). This work benefited from support from institutes INSIS and INSU of CNRS. It has been supported by a grant from Labex OSUG@2020 (ANR10 LABX56). This project is supported by INP-Grenoble and the University Joseph Fourier in the frame of proposal called "Grenoble Innovation Recherche AGIR".

Appendix A. Supplementary data

Supplementary data associated with this article can be found, in the online version, at <http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2015.08.033>. These data include MOL files and InChiKeys of the most important compounds described in this article.

References

- Al-Samman, T. and Gottstein, G. (2008). Dynamic recrystallization during high temperature deformation of magnesium. *Materials Science and Engineering: A*, 490(1):411–420. 148, 149
- Ashby, M. F. and Duval, P. (1985). The creep of polycrystalline ice. *Cold Regions Science and Technology*, 11(3):285–300. 159
- Aydiner, C. C. and Telemez, M. A. (2014). Multiscale deformation heterogeneity in twinning magnesium investigated with in situ image correlation. *International Journal of Plasticity*, 56:203–218. 149
- Bourcier, M., Bornert, M., Dimanov, A., Héripré, E., and Raphanel, J. L. (2013). Multiscale experimental investigation of crystal plasticity and grain boundary sliding in synthetic halite using digital image correlation. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth*, 118(2):511–526. 159
- De La Chapelle, S., Castelnau, O., Lipenkov, V., and Duval, P. (1998). Dynamic recrystallization and texture development in ice as revealed by the study of deep ice cores in Antarctica and Greenland. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth*, 103(B3):5091–5105. 149
- Durand, G., Svensson, A., Persson, A., Gagliardini, O., Gillet-Chaulet, F., Sjolte, J., Montagnat, M., and Dahl-Jensen, D. (2009). Evolution of the Texture along the EPICA Dome C Ice Core. *Low Temperature Science*, 68(Supplement):91–105. 149
- Duval, P. (1981). Creep and fabrics of polycrystalline ice under shear and compression. *Journal of Glaciology*, 27:129–140. 148
- Duval, P., Ashby, M. F., and Anderman, I. (1983). Rate-controlling processes in the creep of polycrystalline ice. *The Journal of Physical Chemistry*, 87(21):4066–4074. 148, 159
- Duval, P. and Castelnau, O. (1995). Dynamic Recrystallization of Ice in Polar Ice Sheets. *Le Journal de Physique IV*, 05(C3):C3–197–C3–205. 149
- Duval, P., Louchet, F., Weiss, J., and Montagnat, M. (2012). On the role of long-range internal stresses on grain nucleation during dynamic discontinuous recrystallization. *Materials Science and Engineering: A*, 546:207–211. 149, 159

- Fan, G. H., Zhang, Y. B., Driver, J. H., and Juul Jensen, D. (2014). Oriented growth during recrystallization revisited in three dimensions. *Scripta Materialia*, 72:9–12. [149](#)
- Grennerat, F., Montagnat, M., Castelnau, O., Vacher, P., Moulinec, H., Suquet, P., and Duval, P. (2012). Experimental characterization of the intragranular strain field in columnar ice during transient creep. *Acta Materialia*, 60(8):3655–3666. [148](#), [149](#), [150](#), [151](#), [159](#)
- Hess, J. and Barrett, C. (1949). Structure and nature of kink bands in zinc. *Trans. AIME*, 185:599–606. [149](#)
- Humphreys, F. J. and Hatherly, M. (2004). *Recrystallization and Related Annealing Phenomena, Second Edition*. Pergamon, 2 edition. [148](#), [149](#), [160](#)
- Jacka, T. and Maccagnan, M. (1984). Ice crystallographic and strain rate changes with strain in compression and extension. *Cold Regions Science and Technology*, 8(3):269–286. [148](#), [160](#)
- Jacka, T. H. and Jun, L. (1994). The steady-state crystal size of deforming ice. *Annals of Glaciology*, 20(1):13–18. [148](#)
- Kaouache, B., Berveiller, S., Inal, K., Eberhardt, A., and Patoor, E. (2004). Stress analysis of martensitic transformation in cu–al–be polycrystalline and single-crystalline shape memory alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 378(1–2):232–237. [160](#)
- Larsen, A. W., Poulsen, H. F., Margulies, L., Gundlach, C., Xing, Q., Huang, X., and Jensen, D. J. (2005). Nucleation of recrystallization observed in situ in the bulk of a deformed metal. *Scripta Materialia*, 53(5):553–557. [160](#)
- Ma, Q., Li, B., Whittington, W. R., Oppedal, A. L., Wang, P. T., and Horstemeyer, M. F. (2014). Texture evolution during dynamic recrystallization in a magnesium alloy at 450 °C. *Acta Materialia*, 67:102–115. [148](#)
- Manley, M. E. and Schulson, E. M. (1997). Kinks and cracks in S1 ice under across-column compression. *Philosophical magazine letters*, 75(2):83–90. [149](#)
- Mansuy, P., Philip, A., and Meyssonier, J. (2000). Identification of strain heterogeneities arising during deformation of ice. *Annals of Glaciology*, 30(1):121–126. [149](#), [151](#)
- McDonald, D. T., Humphreys, J. F., and Bate, P. S. (2005). Nucleation and texture development during dynamic recrystallization of copper. In *Materials Science Forum*, volume 495, pages 1195–1200. Trans Tech Publ. [148](#), [160](#)
- Meng, Q. P., Rong, Y. H., and Zuyao, T. Y. H. X. (2006). Effect of internal stress on autocatalytic nucleation of martensitic transformation. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 37(5):1405–1411. [160](#)
- Miura, H., Andiarwanto, S., Sato, K., and Sakai, T. (2002). Preferential dynamic nucleation at triple junction in copper tricrystal during high-temperature deformation. *Materials Transactions*, 43(3):494–500. [149](#)
- Miura, H., Sakai, T., Hamaji, H., and Jonas, J. J. (2004). Preferential nucleation of dynamic recrystallization at triple junctions. *Scripta materialia*, 50(1):65–69. [148](#), [149](#), [150](#)
- Miura, H., Sakai, T., Mogawa, R., and Jonas, J. J. (2007). Nucleation of Dynamic Recrystallization at the Grain Boundaries of Copper Bicrystals. *Materials Science Forum*, 558-559:457–464. [149](#)

- Montagnat, M., Blackford, J. R., Piazzolo, S., Arnaud, L., and Lebensohn, R. A. (2011). Measurements and full-field predictions of deformation heterogeneities in ice. *Earth and Planetary Science Letters*, 305(1):153–160. [148](#), [149](#)
- Montagnat, M., Buiron, D., Arnaud, L., Broquet, A., Schlitz, P., Jacob, R., and Kipfstuhl, S. (2012). Measurements and numerical simulation of fabric evolution along the Talos Dome ice core, Antarctica. *Earth and Planetary Science Letters*, 357-358:168–178. [149](#), [160](#)
- Montagnat, M., Durand, G., and Duval, P. (2009). Recrystallization Processes in Granular Ice. *Low Temperature Science*, 68(Supplement):81–90. [148](#)
- Padilla, H., Lambros, J., Beaudoin, A., and Robertson, I. (2012). Relating inhomogeneous deformation to local texture in zirconium through grain-scale digital image correlation strain mapping experiments. *International Journal of Solids and Structures*, 49(1):18–31. [149](#)
- Peternell, M., Dierckx, M., Wilson, C. J., and Piazzolo, S. (2014). Quantification of the microstructural evolution of polycrystalline fabrics using FAME: Application to in situ deformation of ice. *Journal of Structural Geology*, 61:109–122. [148](#)
- Piazzolo, S., Montagnat, M., and Blackford, J. R. (2008). Sub-structure characterization of experimentally and naturally deformed ice using cryo-EBSD. *Journal of Microscopy*, 230(3):509–519. [149](#), [151](#)
- Piazzolo, S., Montagnat, M., Grennerat, F., Moulinec, H., and Wheeler, J. (2015). Effect of local stress heterogeneities on dislocation fields: Examples from transient creep in polycrystalline ice. *Acta Materialia*, 90:303–309. [149](#), [159](#)
- Plé, O. and Meyssonier, J. (1997). Preparation and Preliminary Study of Structure-Controlled S2 Columnar Ice. *The Journal of Physical Chemistry B*, 101(32):6118–6122. [150](#)
- Schulson, E. M. and Duval, P. (2009). *Creep and Fracture of Ice*. Cambridge University Press, Cambridge, UK ; New York, Édition : 1 édition. [148](#)
- Vacher, P., Dumoulin, S., Morestin, F., and Mguil-Touchal, S. (1999). Bidimensional strain measurement using digital images. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part C: Journal of Mechanical Engineering Science*, 213(8):811–817. [150](#)
- Weikusat, I., Kipfstuhl, S., Faria, S. H., Azuma, N., and Miyamoto, A. (2009). Subgrain boundaries and related microstructural features in EDML (Antarctica) deep ice core. *Journal of Glaciology*, 55(191):461–472. [149](#)
- Wilson, C. J., Peternell, M., Piazzolo, S., and Luzin, V. (2013). Microstructure and fabric development in ice: Lessons learned from in situ experiments and implications for understanding rock evolution. *Journal of Structural Geology*. [148](#)
- Wilson, C. J., Russell-Head, D. S., and Sim, H. M. (2003). The application of an automated fabric analyzer system to the textural evolution of folded ice layers in shear zones. *Annals of Glaciology*, 37(1):7–17. [150](#)
- Wilson, C. J. L., Burg, J. P., and Mitchell, J. C. (1986). The origin of kinks in polycrystalline ice. *Tectonophysics*, 127(1-2):27–48. [149](#)

Wilson, C. J. L., RUSSELL-HEAD, D., Kunze, K., and Viola, G. (2007). The analysis of quartz c-axis fabrics using a modified optical microscope. *Journal of microscopy*, 227(1):30–41. 150

Xu, W., Martin, D. C., and Arruda, E. M. (2005). Finite strain response, microstructural evolution and $\beta \rightarrow \alpha$ phase transformation of crystalline isotactic polypropylene. *Polymer*, 46(2):455–470. 160

Chapitre 7

Étude expérimentale de l'évolution du champ de déformation lors de la recristallisation

Sommaire

7.1 Évolution du champ de déformation lors du fluage de la glace colonnaire	168
7.1.1 Évolution du champ de déformation avec la germination locale	168
7.1.2 Évolution du champ de déformation globale et lien avec la germination	170
7.2 Évolution du champ de déformation lors d'un essai sur de la glace granulaire	172
7.3 Évolution du champ de déformation à la transition ductile-fragile	176
7.3.1 Description des résultats	176
7.3.2 Discussion	178
7.4 Conclusion	183
Références	184

L'objectif de ce chapitre est d'approfondir les résultats obtenus dans le chapitre 6 montrant le lien entre les hétérogénéités de déformation et les mécanismes de recristallisation dynamique. Dans une première partie, nous étudierons l'évolution du champ de déformation sur toute la surface d'un échantillon de glace colonnaire déformé jusqu'à 5.5%. Ceci nous permet de généraliser les observations faites dans le chapitre 6. Dans une seconde partie, nous analyserons l'évolution du champ de déformation lors de la déformation d'un échantillon de la glace granulaire, plus proche d'un VER. Pour finir, nous nous placerons dans des conditions expérimentales où les mécanismes de recristallisation sont en concurrence avec les mécanismes de fracturation pour accommoder la déformation.

7.1 Évolution du champ de déformation lors du fluage de la glace colonnaire

L'essai #C01 a été réalisé dans les mêmes conditions que l'essai discuté dans le chapitre 6 ($T = -7^{\circ}\text{C}$ et $\sigma_m = 0.5 \text{ MPa}$). La figure 7.1 montre la microstructure et la texture avant et après la déformation de l'échantillon qui a duré $\sim 40 \text{ h}$, jusqu'à 5.7%. La figure 7.2 montre l'évolution de la déformation avec le temps ainsi que la position des images utilisées pour la corrélation d'images, tous les 0.5% de déformation. L'analyse de cet essai est décomposée en deux parties, la première se focalise sur une petite surface proche d'une zone de germination (comme dans le chapitre 6), la seconde se concentre sur la caractérisation du champ de déformation sur l'ensemble de l'échantillon.

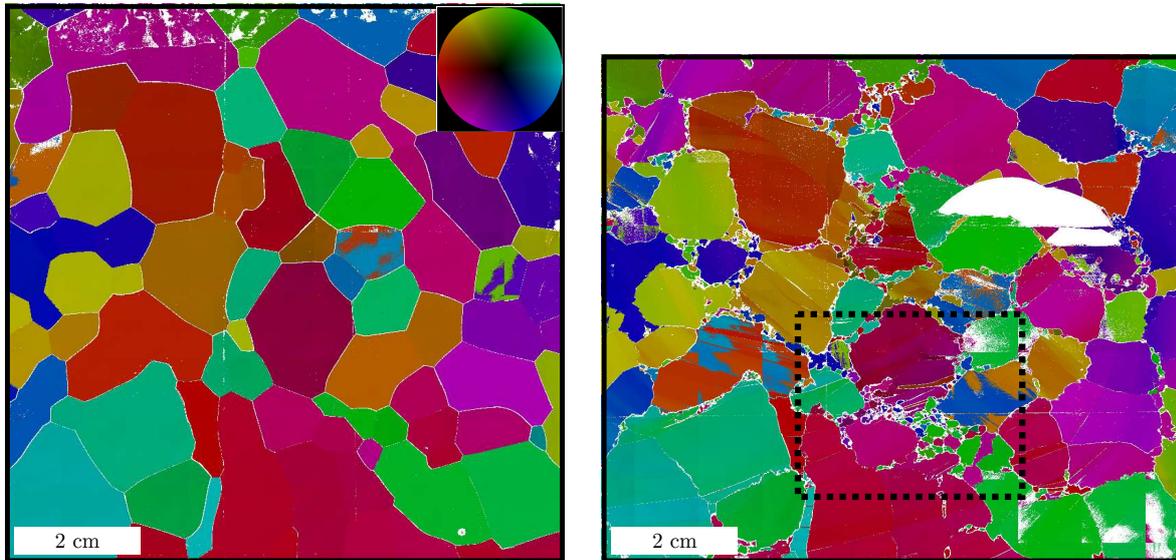


FIGURE 7.1 – Microstructure de l'essai de fluage #C01 sur de la glace polycristalline colonnaire avant (gauche) et après (droite) 5.7% de déformation. $T = -7^{\circ}\text{C}$ et $\sigma_m = 0.5 \text{ MPa}$. Le rectangle en pointillé noir délimite la zone d'intérêt décrite dans la figure 7.3. La présence d'une fracture sur la lame mince après déformation est visible (en blanc). Cette fracture a été faite lors de l'affinage de la lame mince.

7.1.1 Évolution du champ de déformation avec la germination locale

La figure 7.3 montre l'évolution du champ de déformation équivalente ε_{eqVM} de 0 à 5.5% de déformation. Chaque image correspond à un incrément de déformation macroscopique

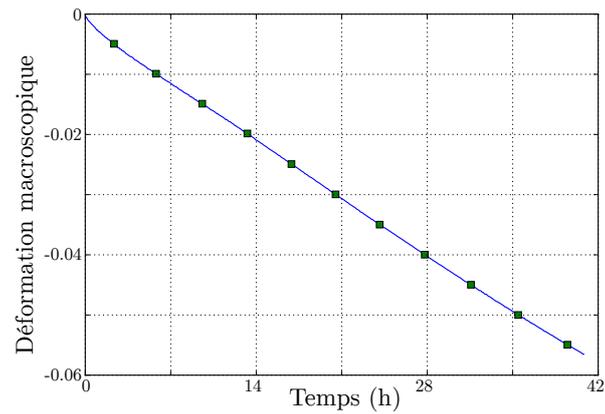


FIGURE 7.2 – Déformation macroscopique le long de l'axe de compression mesurée au cours de l'essai #C01 par DIC. Les carrés représentent la position des images sélectionnées pour l'étude du champ de déformation, tous les 0.5% de déformation (figure 7.4).

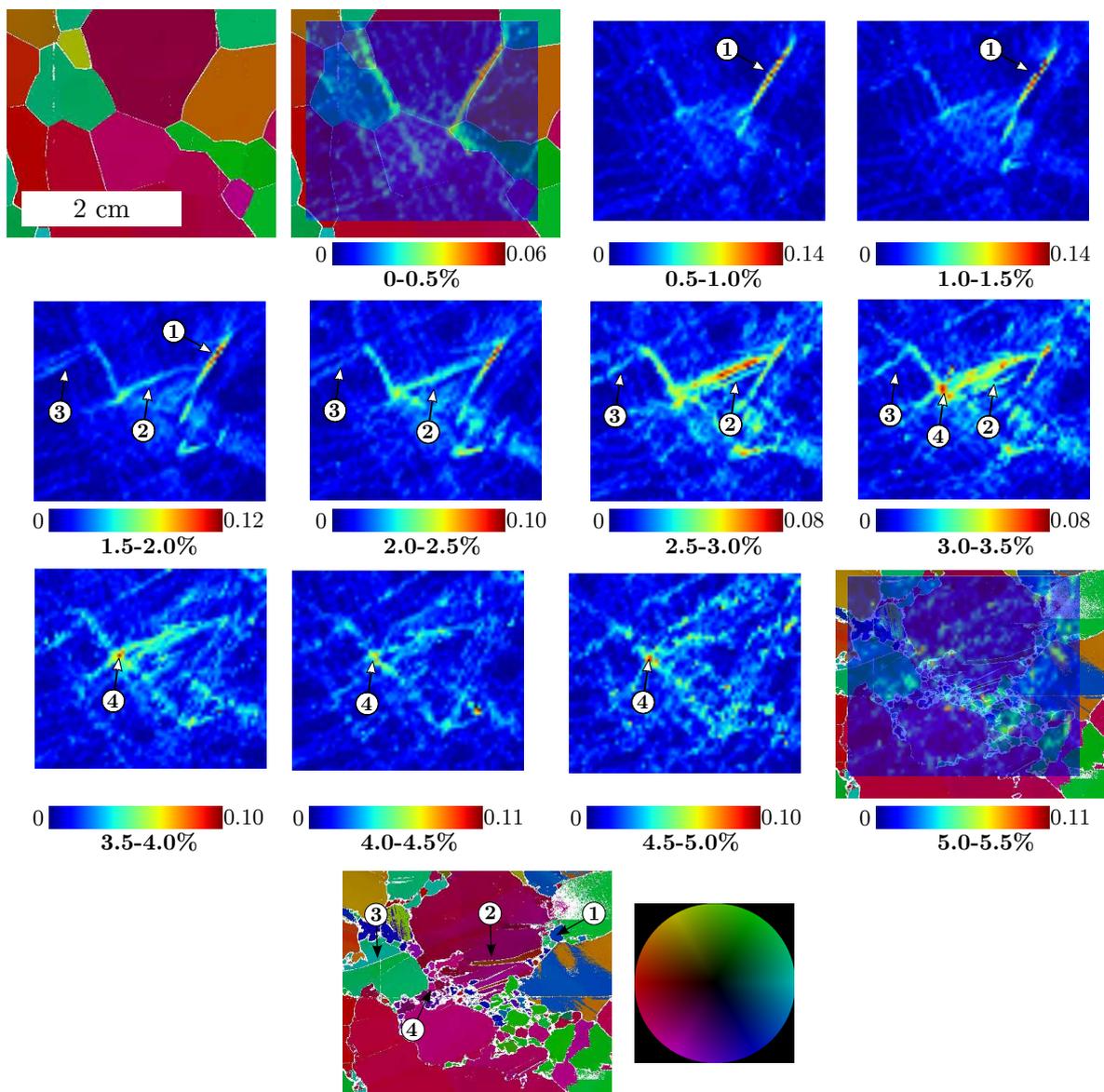


FIGURE 7.3 – Évolution des incréments du champ de déformation équivalente ε_{eqVM} pour $\Delta\varepsilon_{macro} = 0.5\%$ lors de l'essai #C01, zoom sur une zone de germination (résolution spatiale $0.38\text{ mm}\cdot\text{pix}^{-1}$, résolution en déformation $\sigma_{\varepsilon_{eqVM}} = 2.8 \times 10^{-3}$). Les étapes 1,2,3 et 4 sont décrites dans le texte.

de 0.5%. Au début de la déformation (0 – 0.5%), celle-ci se localise proche des joints de grains. L'amplitude de déformation équivalente devient très importante (~ 0.14 à 0.12) le long du joint de grains (flèches 1, figure 7.3) pour les incréments 0.5 – 1.0%, 1.0 – 1.5% et 1.5 – 2.0%. Par la suite, la déformation est moins importante dans cette zone (~ 0.6 pour l'incrément 2.5 – 3.0%). Dans cette zone, la microstructure finale montre la germination de nouveaux grains le long du joint de grains initial (flèche 1, figure 7.3). Ceci confirme les résultats obtenus dans le chapitre 6, en montrant que la germination a lieu dans les zones où la déformation est importante. Cette première étape de germination est suivie par la formation d'un *kink band* (flèches 2, figure 7.3) et de sous-joints de flexion (flèches 3). Pour finir, une nouvelle localisation de la déformation, corrélée avec la germination de nouveaux grains est visible (flèche 4, figure 7.3). De la même manière que dans le chapitre 6, le développement de la nouvelle microstructure permet de diminuer les hétérogénéités de déformation en créant une microstructure réduisant les incompatibilités de déformation entre les grains. Néanmoins, il est intéressant de noter que même après la germination de nouveaux grains et la formation de *kink bands*, nous sommes encore dans une zone où la germination de nouveaux grains se produit (flèche 4, figure 7.3), ce qui montre qu'il y a encore des incompatibilités de déformation importantes.

Ces observations sont en accord avec celles publiées dans CHAUVE et collab. [2015].

7.1.2 Évolution du champ de déformation globale et lien avec la germination

La figure 7.4 montre l'évolution du champ de déformation équivalente ε_{eqVM} pendant la déformation. Le champ de déformation entre 0 et $X\%$ (gauche) et le champ de déformation entre $X - 0.5$ et $X\%$ (droite) sont représentés. Les incréments de déformation ($X - 0.5$ et $X\%$) permettent de mieux visualiser la modification du motif de déformation due à la recristallisation.

Au début de la déformation (0 – 0.5%), celle-ci se concentre proche des joints de grains. Dans un premier temps, jusqu'à 1% de déformation, la déformation se localise selon une bande orientée à environ -50° de l'axe de compression. De 1 à 1.5% de déformation, une bande symétrique par rapport à l'axe de compression se développe à environ $+50^\circ$ de l'axe de compression. Ces bandes de déformation, caractérisées par l'auto-corrélation d'image et visibles sur la carte de déformation équivalente, ont un rayon d'auto-corrélation de l'ordre de 4 cm après 1.5% de déformation. C'est supérieur à la taille moyenne des grains, dont les plus larges ont une dimension de l'ordre de 2 cm. Ces résultats sont similaires à ceux de GRENNERAT et collab. [2012] au cours du fluage transitoire. De plus, les zones où la déformation est la plus importante après 1.5% de déformation, correspondent aux zones où l'on observe des nouveaux grains sur la microstructure déformée (figure 7.1).

Il est également intéressant de noter que le rayon d'auto-corrélation pour l'orientation à $+50^\circ$ augmente fortement ; jusqu'à 7 cm entre 1.5% et 3% de déformation, ce qui est de l'ordre de la taille de l'échantillon. Cette bande est clairement visible sur les incréments 1.0 – 1.5% et 2.5 – 3.0% traversant d'en haut à gauche à en bas à droite. Cette bande de déformation correspond à une zone de germination et de formation de *kink band* bien visible sur la figure 7.1 traversant presque tout l'échantillon.

Pour finir, à partir de 4.0% de déformation, les cartes d'incrément de déformation montrent encore une déformation hétérogène mais moins localisée qu'au début de l'essai. Il est intéressant de noter que le rayon d'auto-corrélation a diminué (~ 3 cm), pour les bandes à $\pm 50^\circ$, après la recristallisation. De plus, les orientations des bandes de déformation sont plus proches de l'axe de compression (autour de -30° et $+45^\circ$). Notons également que les

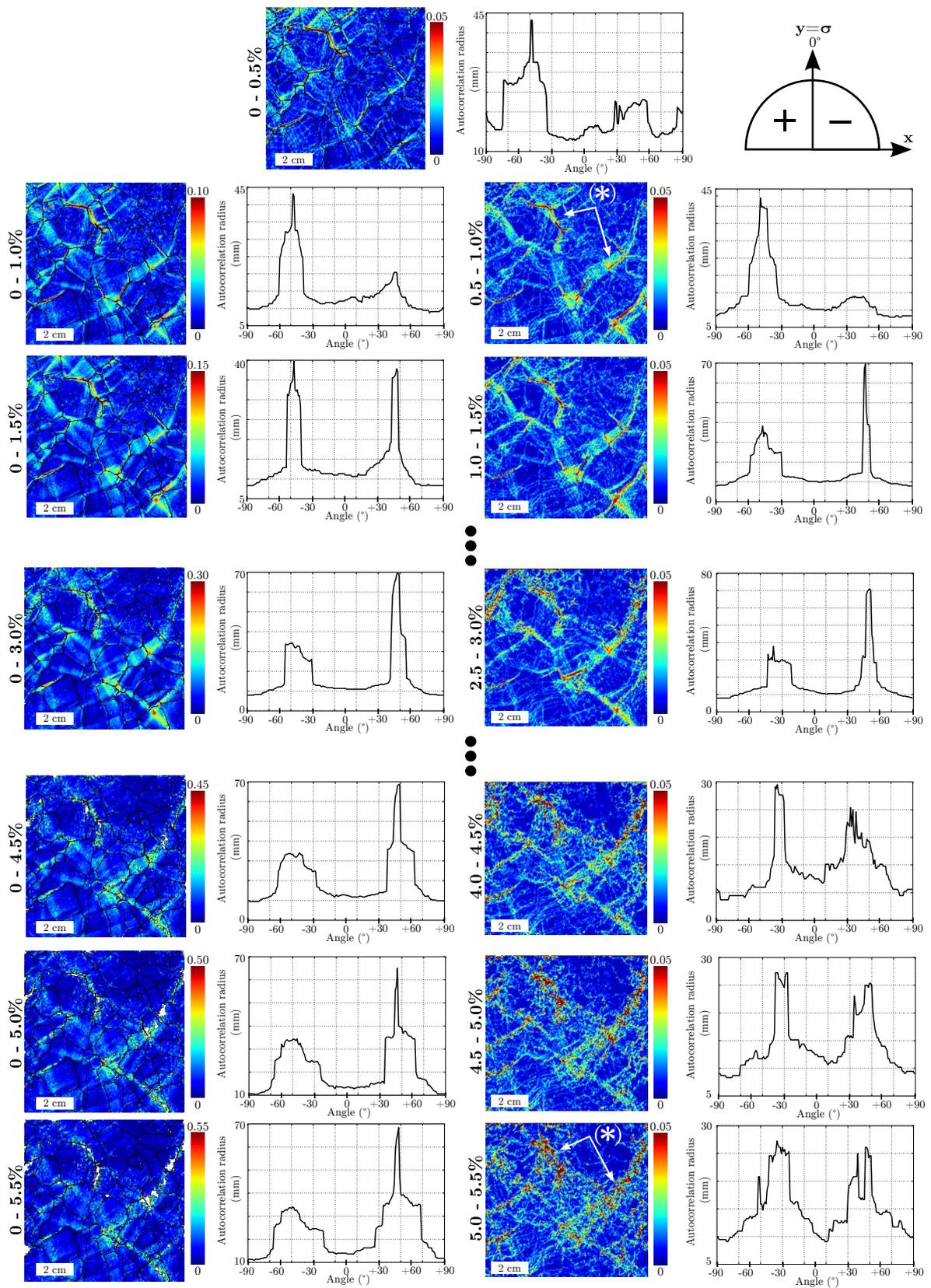


FIGURE 7.4 – Évolution du champ de déformation équivalente ε_{eqVM} lors de l'essai #C01 (résolution spatiale $0.38 \text{ mm} \cdot \text{pix}^{-1}$, résolution en déformation $\sigma_{\varepsilon_{eqVM}} = 2.8 \times 10^{-3}$). *Gauche* : déformation globale de 0 à X% de déformation. *Droite* : incrément de déformation entre X - 0.5 et X%.

bandes de déformation bien localisées au début de l'essai accommodent encore beaucoup de déformation à la fin (flèche (*), figure 7.4).

Ces observations, sur toute la surface d'un échantillon de glace colonnaire, permettent d'étendre les résultats obtenus dans CHAUVE et collab. [2015]. La déformation bien que très hétérogène, s'organise en bandes de déformation ayant une taille supérieure à celle de la taille de grains et orientées à environ $\pm 45^\circ$ de l'axe de compression. La direction de la bande de déformation peut légèrement dévier de cette orientation car elle est contrainte par la microstructure et principalement par la direction des joints de grains, où se concentre la déformation. Ces bandes de déformation sont corrélées avec les zones de germination observées dans la figure 7.1. Une fois les mécanismes de recristallisation actifs, les hétérogénéités de déformation sont toujours importantes, cependant la répartition de ces hétérogénéités est moins organisée. Ceci se traduit, sur la courbe d'évolution du rayon d'auto-corrélation en fonction de l'angle (figure 7.4), par une diminution du rayon d'auto-corrélation et un élargissement de la gamme d'orientations ayant un rayon d'auto-corrélation important. Ceci est clairement visible pour les incréments 2.5 – 3.0% et 5.0 – 5.5%. Ceci peut s'expliquer par la multiplication des joints de grains qui permettent la multiplication des chemins de déformation.

Pour conclure, les mécanismes de recristallisation se produisent proches des joints de grains où les hétérogénéités de déformation sont importantes. Ils permettent de diminuer la localisation de la déformation et conduisent à une relocalisation de la déformation proche des nouveaux joints de grains. Ces résultats confirment ce qui avait été conclu dans le chapitre 6 [CHAUVE et collab., 2015].

7.2 Évolution du champ de déformation lors d'un essai sur de la glace granulaire

L'objectif de cette partie est d'étudier l'évolution du champ de déformation au cours d'un essai de fluage sur un échantillon de glace granulaire. L'utilisation de la glace granulaire permet de se placer dans un cas statistiquement plus représentatif qu'avec la glace colonnaire et ayant une vraie microstructure en 3D. Cependant, étant donné la taille de grains faible ($\sim 1 \text{ mm}$), il n'est expérimentalement plus possible de savoir où sont localisés les joints de grains sur la carte de déformation.

L'essai étudié dans cette partie, correspond à l'échantillon déformé jusqu'à 7% dans le chapitre 3. La figure 7.5 montre la déformation macroscopique mesurée par DIC, seulement jusqu'à 5% de déformation, car cela correspond à la limite de tenue du mouchetis. La figure 7.6 montre l'évolution du champ de déformation total et incrémental jusqu'à 5% de déformation. De la même manière que pour la glace colonnaire, la déformation s'organise en bandes de déformation ayant une taille caractéristique de l'ordre de 5 mm et orientées à $\pm 45^\circ$ de l'axe de compression.

Afin d'être sûr de la significativité de la longueur de corrélation du champ de déformation mesurée par l'auto-corrélation d'image, nous avons testé l'auto-corrélation sur des images synthétiques ayant la même distribution pour les valeurs de la déformation équivalente mais une répartition aléatoire. La figure 7.7 montre pour les cas 0 – 4.5% et 4 – 4.5%, le champ de déformation "vrai", mesuré par DIC et une image "aléatoire" construite par le mélange aléatoire de l'image "vraie". Les courbes représentant le rayon d'auto-corrélation en fonction de la direction, ne montrent clairement aucune direction privilégiée et une longueur de corrélation de l'ordre de la résolution spatiale de la mesure DIC. Par conséquent, l'organisation de la déformation en bandes ne peut être artificiellement obtenue par une

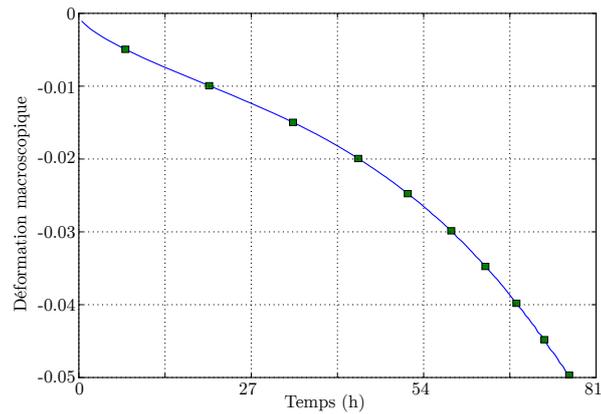


FIGURE 7.5 – Déformation macroscopique mesurée au cours de l'essai #G01 par DIC. Les carrés représentent la position des images sélectionnées pour l'étude du champ de déformation tout les 0.5% de déformation (figure 7.6).

distribution aléatoire de la déformation.

La taille de grains est de l'ordre de 1 mm avant la déformation et de 0.3 mm après 7% de déformation (figure 3.3). Par conséquent, les bandes de déformation observées ont une taille caractéristique 5 à 15 fois plus grande que la taille de grains. De plus, la longueur du rayon d'auto-corrélation ne varie pas tellement lors de la recristallisation comme le montre les profils de la figure 7.6 pour les incréments de déformation. On constate que le rayon d'auto-corrélation est important pour une plus grande gamme angulaire à la fin de la déformation (figure 7.6). Cela montre que les directions des bandes de déformation par rapport à la contrainte macroscopique sont plus dispersées.

Notons quand même que la taille de grains devient rapidement de l'ordre de grandeur de la résolution spatiale de la mesure par DIC. Néanmoins, le champ de déformation semble peu impacté par les mécanismes de recristallisation et le changement de texture. Les hétérogénéités de déformation sont toujours aussi importantes jusqu'à 5% de déformation. Notons que la texture de recristallisation est déjà marquée après 7% de déformation, par conséquent il est probable que la texture à 5% soit aussi marquée. Le motif du champ de déformation est également peu impacté par ce changement de texture, la longueur des bandes de déformation reste du même ordre de grandeur. Par contre, il y a une plus grande distribution pour la direction des bandes de déformation.

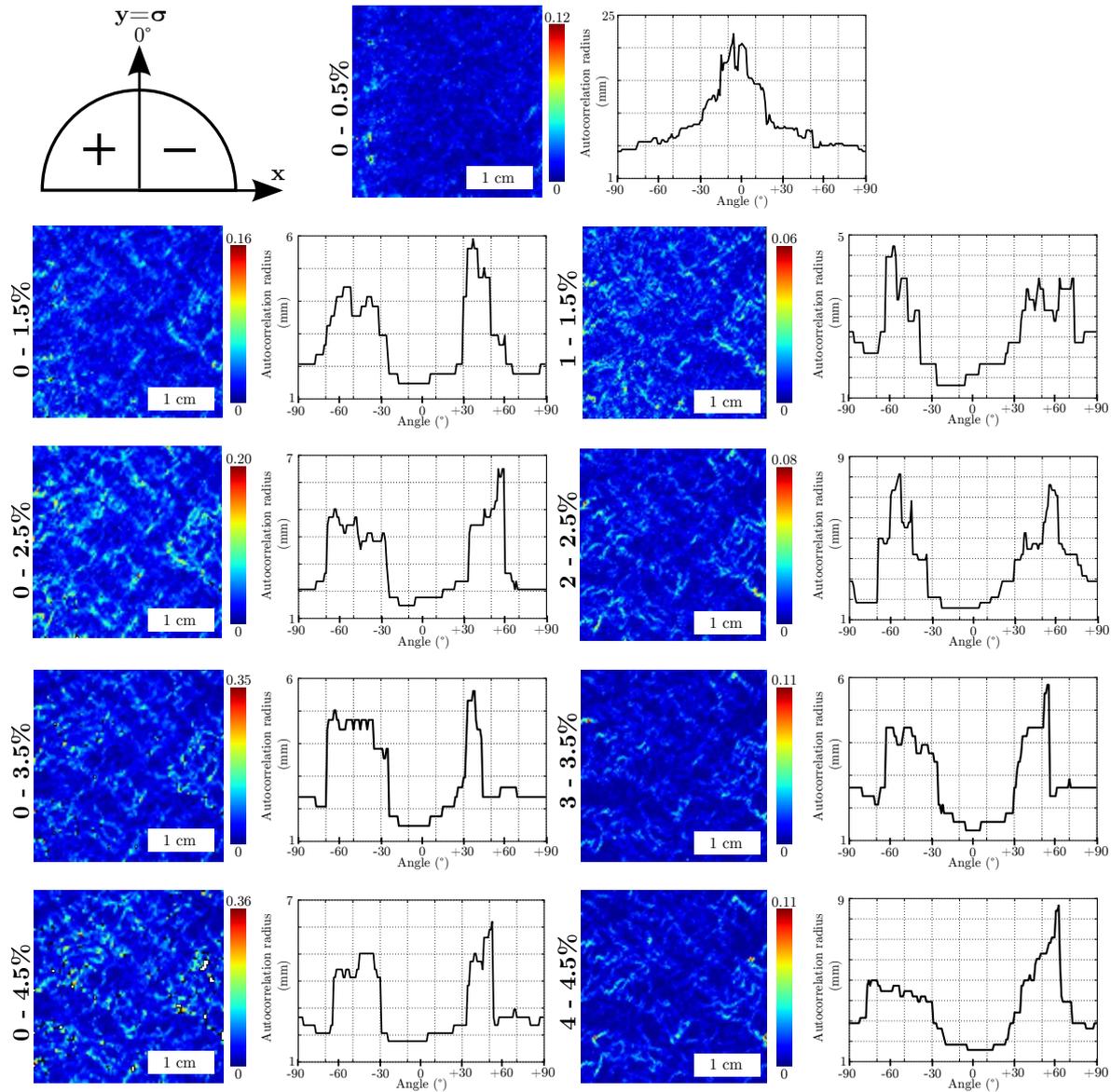


FIGURE 7.6 – Évolution du champ de déformation équivalente ε_{eqVM} lors de l'essai #G01 (résolution $0.26 \text{ mm}\cdot\text{pix}^{-1}$). Les champs cumulés sont représentés à droite et les incréments de déformation à gauche.

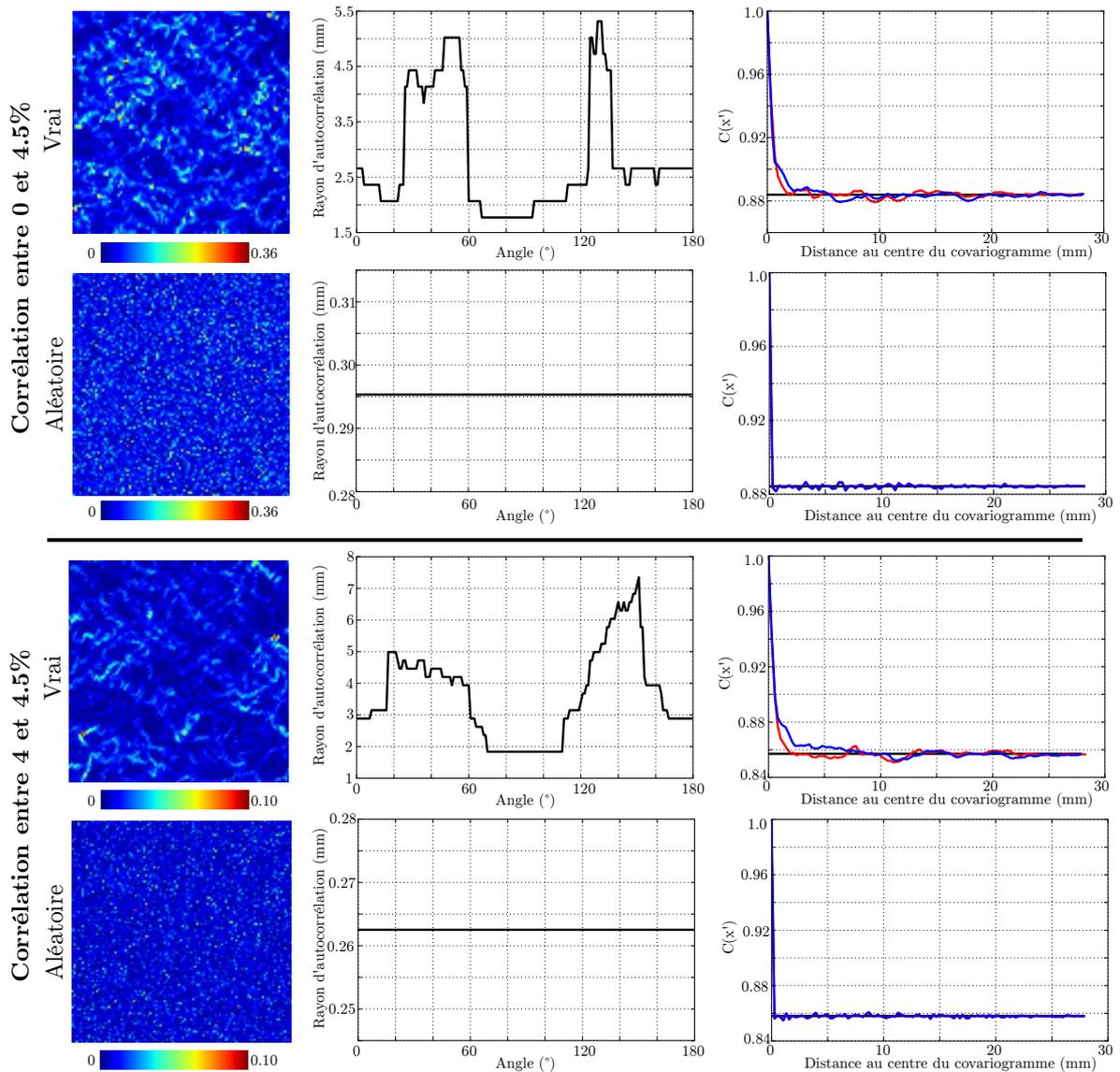


FIGURE 7.7 – Significativité de l'auto-corrélation d'image sur l'essai #G01 (résolution $0.26 \text{ mm} \cdot \text{pix}^{-1}$). *Haut* : Pour le champ de déformation mesuré entre 0 et 4.5%. *Bas* : Pour un incrément de déformation entre 4 et 4.5%.

7.3 Évolution du champ de déformation à la transition ductile-fragile

Les résultats discutés dans ce paragraphe ont été obtenus en collaboration avec David Georges, qui a réalisé un stage au laboratoire. L'objectif est de se placer dans les conditions où il y a compétition entre les mécanismes de recristallisation et de fracturation pour accommoder la déformation. Pour cela, des essais à plus forte contrainte $\sigma_m = 1 \text{ MPa}$ ont été réalisés sur des échantillons de glace colonnaire. Il est important de rappeler que les essais de fluage sont menés sans confinement. On se concentre sur les résultats d'un seul essai #C02.

7.3.1 Description des résultats

La figure 7.9 montre la microstructure avant et après déformation ainsi qu'une photo de l'échantillon après l'essai qui permet de visualiser les fractures et les zones de décollement. Il est intéressant de noter que les zones de fracturation correspondent qualitativement aux zones de recristallisation dynamique (germination, *kink band*,...). Par exemple, en haut et au centre de l'échantillon peu de fractures et peu de mécanismes de recristallisation sont visibles. Alors qu'à gauche, il y a une zone très fracturée, qui correspond à une zone de germination importante.

Pendant l'essai, nous avons suivi l'évolution du champ de déformation par DIC. Lors de la corrélation d'images, on recherche, pour un motif dans l'image initiale, le même motif dans l'image finale qui peut avoir subi une transformation continue. Or lors de l'apparition d'une fracture, il y a une transformation discontinue du motif à cheval sur la fracture. Il est important d'avoir cela en tête lorsque l'on interprète le champ de déformation observé proche d'une fracture.

La courbe de fluage montre que la vitesse de déformation augmente au cours de l'essai (figure 7.8). Le champ de déformation après 2% de déformation (figure 7.8) montre que les zones accommodant le plus de déformation sont corrélées avec les zones de fracturation et de recristallisation. Afin de pouvoir mieux caractériser le lien entre la déformation et les différents mécanismes, on se focalise sur une seule zone de fracturation.

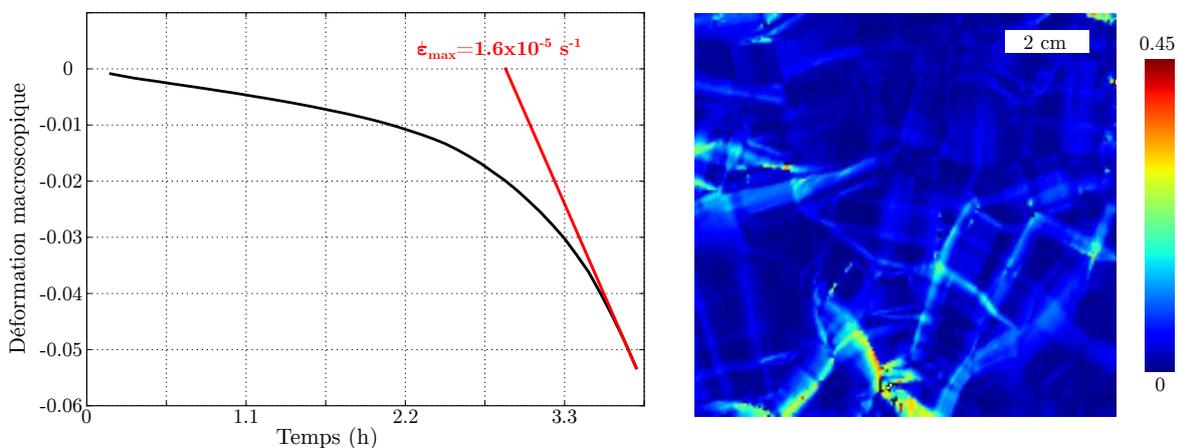


FIGURE 7.8 – Gauche : Évolution de la déformation macroscopique lors de l'essai #C02, mesurées par DIC ($\sigma_m = 1 \text{ MPa}$ et $T = -7^\circ\text{C}$). Droite : Champ de déformation équivalente ϵ_{eqVM} après 2% de déformation (résolution spatiale 0.52 mm.pix^{-1} et $\sigma_{\epsilon_{eqVM}} = 10^{-3}$).

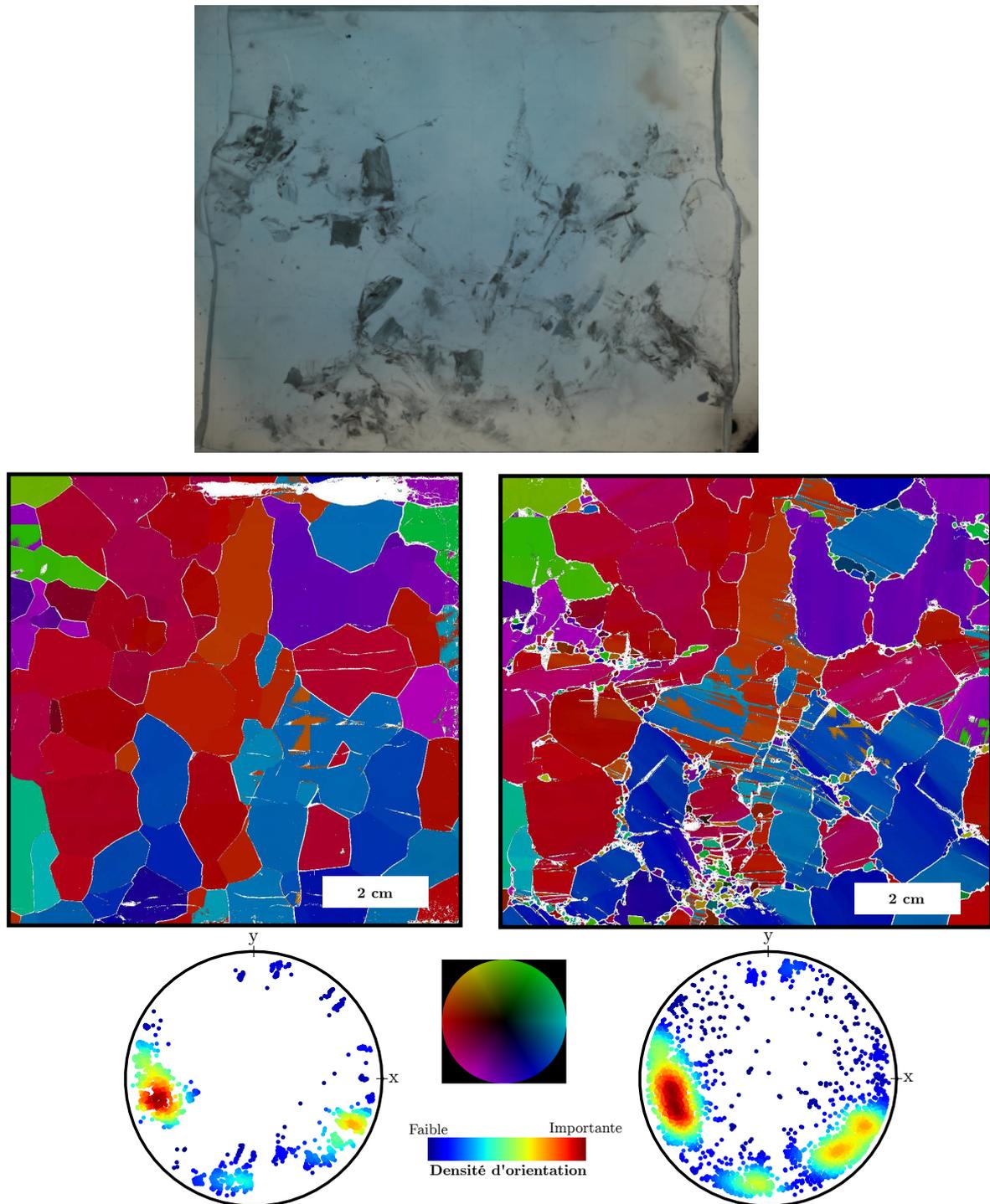


FIGURE 7.9 – Évolution de la microstructure lors de l'essai #C02 à plus forte contrainte proche de la transition ductile-fragile ($\sigma_m = 1 \text{ MPa}$ et $T = -7^\circ\text{C}$). La photo du haut montre l'échantillon observé après déformation par transparence. Cela permet d'observer la localisation des fractures et des décollements. Les images du bas montrent la microstructure et la texture de l'échantillon avant et après l'essai mesurées avec l'AITA.

La figure 7.10 montre la zone d'étude où l'on distingue la formation de plusieurs fissures, ainsi que des mécanismes de recristallisation comme la formation de nouveaux grains, de sous-joints de flexion et de *kink bands*. Le champ de déformation avant l'apparition de fissures est montré sur la figure 7.11. La déformation est localisée selon deux bandes perpendiculaires. Ces deux bandes de déformation sont localisées autour de joints de grains. Cependant, elles continuent à l'intérieur d'un grain dans lequel elles se croisent.

La figure 7.12 montre le champ de déformation mesuré lors de l'apparition des fissures 1, 2 et 3 qui sont visibles sur les photos du mouchetis utilisées pour la corrélation. Sur les fissures, la mesure par DIC donne une déformation apparente importante mais en traction pure perpendiculairement à la direction de la fissure. Cette observation est cohérente avec une fracture de mode 1.

La dimension de l'ouverture Δo et la résolution spatiale Δx contrôle l'ordre de grandeur de la déformation mesurée $\varepsilon \propto \Delta o / \Delta x$ dans la fissure. On constate que les fissures apparaissent dans les zones initialement peu déformées. Par conséquent, le champ de déformation mesuré peut nous donner accès à la taille de l'ouverture de la fissure Δo . La pointe inférieure de la fissure 3 est localisée au croisement des deux bandes de déformation visibles sur la figure 7.11. La bande de déformation quasi horizontale qui accommodait initialement la déformation continue d'accueillir une déformation importante après la formation des fissures 2 et 3, alors que la bande quasi verticale n'accueille plus de déformation.

Les fissures continuent de s'élargir avec l'augmentation de la déformation (figure 7.13). A partir de $3h$ de déformation ($\varepsilon_{macro} \sim 3\%$), on peut voir que la déformation se localise proche de la pointe de fracture inférieure de la fissure 2 (figure 7.13). Cette déformation n'est pas caractéristique d'une fracture (traction pure) mais correspond à ce que l'on observe lors de la germination. De plus, la localisation de cette déformation est corrélée avec l'apparition de nouveaux grains (figure 7.10). On observe alors la déformation associée à la germination comme dans CHAUVE et collab. [2015] (chapitre 6). On peut aussi noter l'apparition de deux petites fissures dans la zone de germination et des fissures 4 (figure 7.13).

Pour finir, la figure 7.14 montre l'incrément de déformation vers la fin de l'essai. On note que les fissures 2 et 3 se sont refermées entre la figure 7.13 et 7.14 et continuent de se refermer comme le montre la compression pure mesurée dans les fissures par DIC. On note aussi que la déformation se localise dans des bandes perpendiculaires aux fissures. Par exemple, à gauche de la pointe inférieure de la fissure 1, la déformation est corrélée avec l'apparition d'un *kink band*.

7.3.2 Discussion

Un mécanisme de fracturation communément observé lors de la déformation de la glace dans des conditions de déformation fragile est la formation de *wing cracks* [SCHULSON et DUVAL, 2009]. La figure 7.15 montre un échantillon de glace colonnaire, similaire à celui étudié dans notre étude, déformé à vitesse de déformation imposée à -10°C . On observe que la déformation a été accommodée par la formation de *wing cracks*, caractérisée par une fissure en forme de Z. Les *wing cracks* se forment à cause de la concentration de contrainte aux pointes de la fissure. Dans le cas d'un *wing crack*, cette concentration de contrainte est relâchée par la formation de fissures donnant la forme de Z à la fissure.

Dans le cas de l'essai #C02 réalisé à plus haute température et à plus faible vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}_{max} \sim 1.6 \times 10^{-5} \text{s}^{-1}$, on observe une compétition entre les mécanismes de fracturation et de recristallisation pour accommoder la déformation (figures 7.9 et 7.10). Dans un premier temps, on observe la formation de fissures en mode 1 (ouverture). À la pointe des fissures formées, la déformation se concentre perpendiculairement à la direction

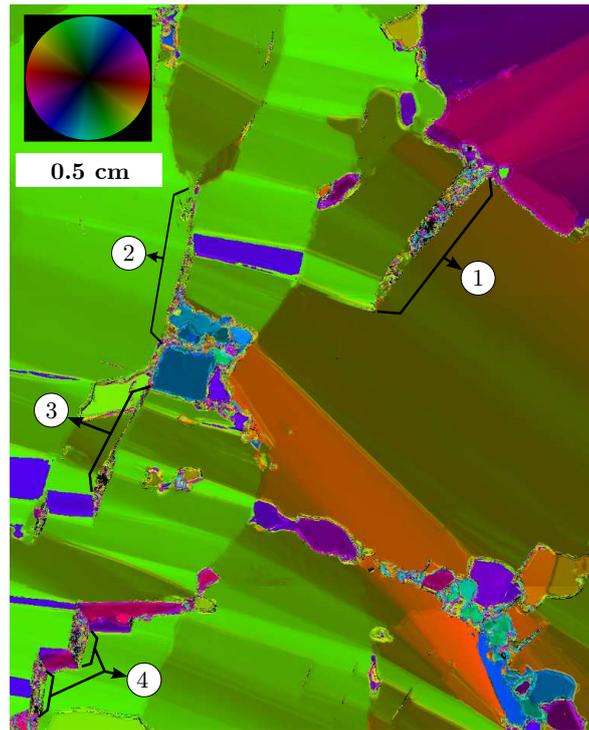


FIGURE 7.10 – Microstructure après la déformation de l'échantillon #C02 dans la zone d'intérêt pour l'étude de la fracturation. Les flèches 1 2 3 et 4 montre la position des fissures.

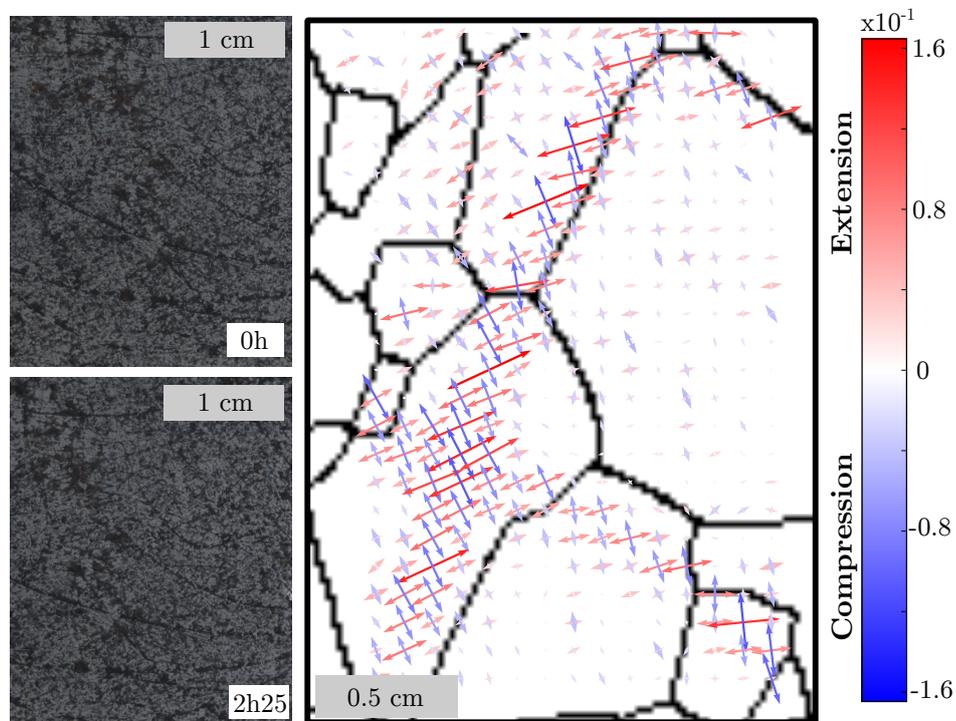


FIGURE 7.11 – Évolution du champ de déformation avant l'apparition des fissures lors de l'essai #C02. Gauche : Les images utilisées pour la DIC. Droite : Les directions principales du tenseur de déformation (résolution spatiale $0.19 \text{ mm} \cdot \text{pix}^{-1}$, résolution en déformation $\sigma_{\varepsilon_{xx}} = 4.10^{-3}$, $\sigma_{\varepsilon_{yy}} = 3.10^{-3}$, $\sigma_{\varepsilon_{xy}} = 4.10^{-3}$)

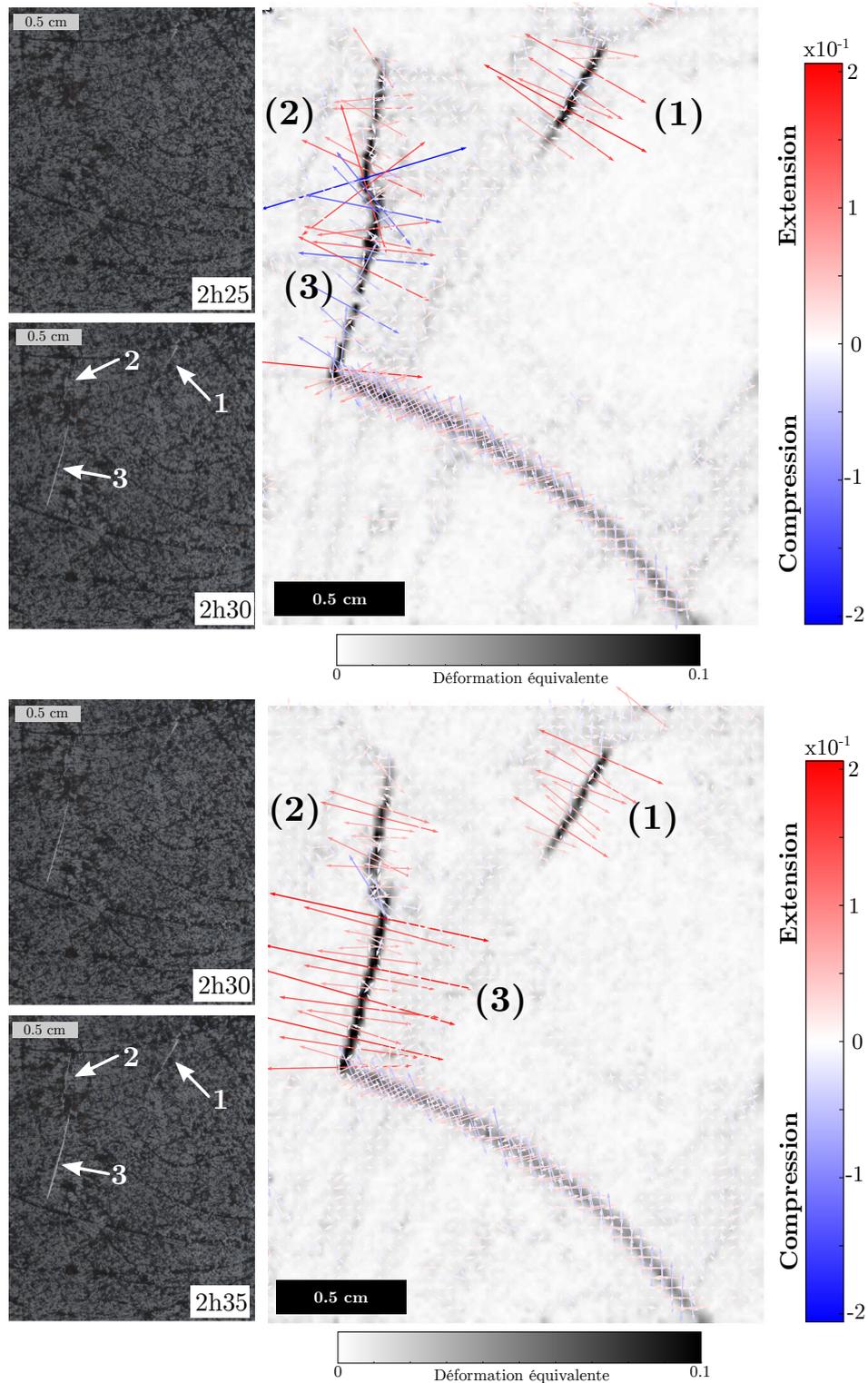


FIGURE 7.12 – Évolution du champ de déformation lors de l'apparition des fissures lors de l'essai #C02. *Gauche* : Les images utilisées pour la DIC. *Droite* : Les directions principales du tenseur de déformation sont superposées à la déformation équivalente ε_{eqVM} (résolution spatiale $0.19 \text{ mm}\cdot\text{pix}^{-1}$, résolution en déformation $\sigma_{\varepsilon_{xx}} = 4.10^{-3}$, $\sigma_{\varepsilon_{yy}} = 3.10^{-3}$, $\sigma_{\varepsilon_{xy}} = 4.10^{-3}$)

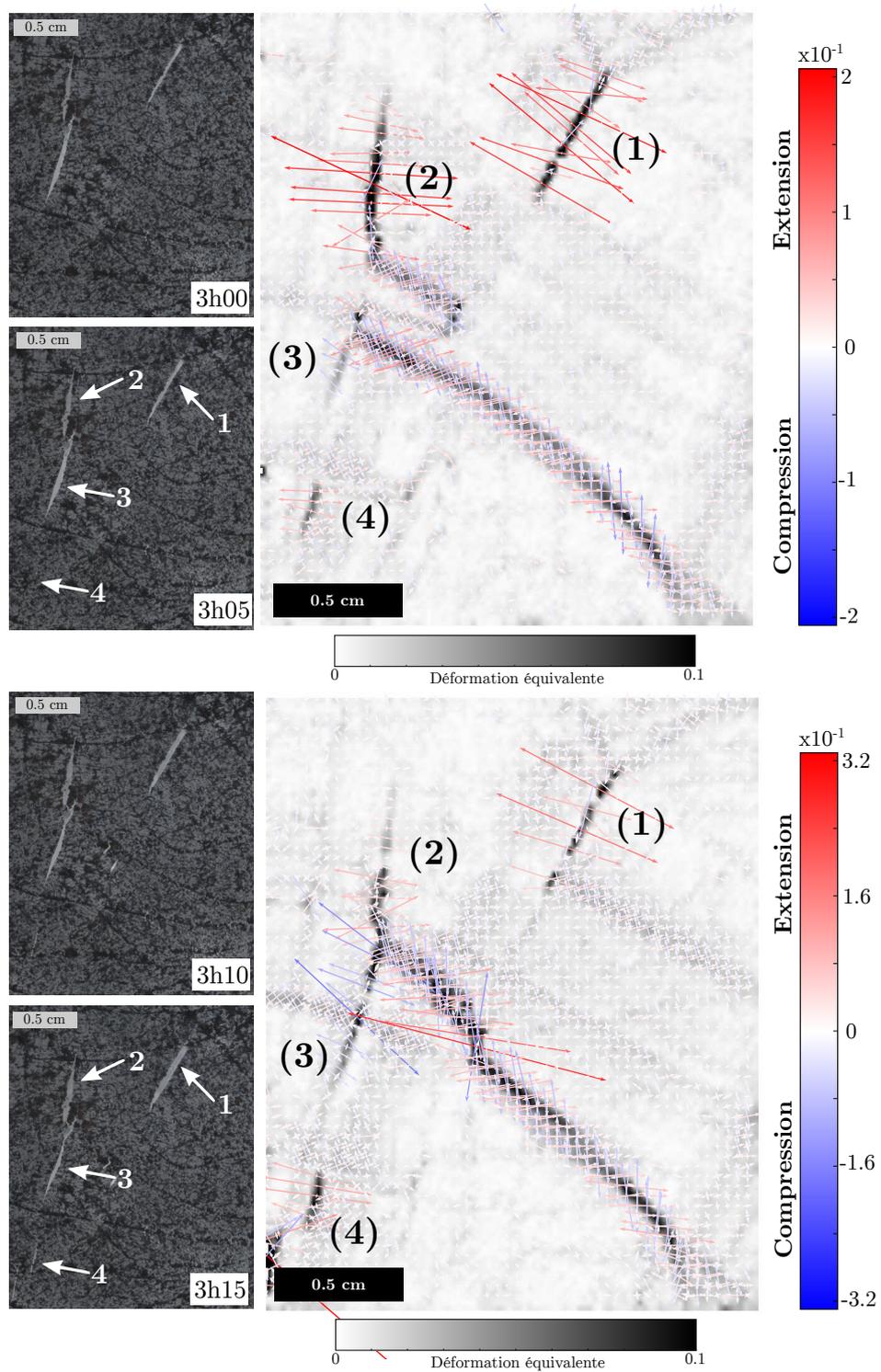


FIGURE 7.13 – Évolution du champ de déformation lors de la germination des grains à l'extrémité de la fracture pour l'essai #C02. *Gauche* : Les images utilisées pour la DIC. *Droite* : Les directions principales du tenseur de déformation sont superposées à la déformation équivalente ε_{eqVM} (résolution spatiale $0.19 \text{ mm} \cdot \text{pix}^{-1}$, résolution en déformation $\sigma_{\varepsilon_{xx}} = 4.10^{-3}$, $\sigma_{\varepsilon_{yy}} = 3.10^{-3}$, $\sigma_{\varepsilon_{xy}} = 4.10^{-3}$)

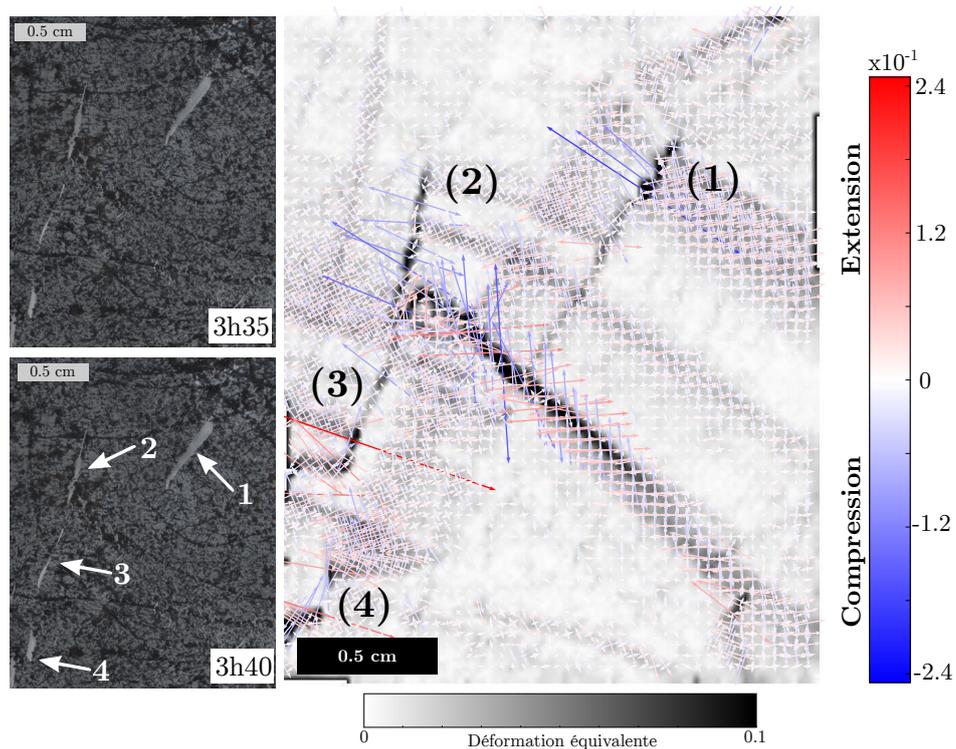


FIGURE 7.14 – Évolution du champ de déformation lors de la formation de *kink bands* à la fin de l'essai #C02. *Gauche* : Les images utilisées pour la DIC. *Droite* : Les directions principales du tenseur de déformation sont superposées à la déformation équivalente ε_{eqVM} (résolution spatiale $0.19 \text{ mm}\cdot\text{pix}^{-1}$, résolution en déformation $\sigma_{\varepsilon_{xx}} = 4.10^{-3}$, $\sigma_{\varepsilon_{yy}} = 3.10^{-3}$, $\sigma_{\varepsilon_{xy}} = 4.10^{-3}$)

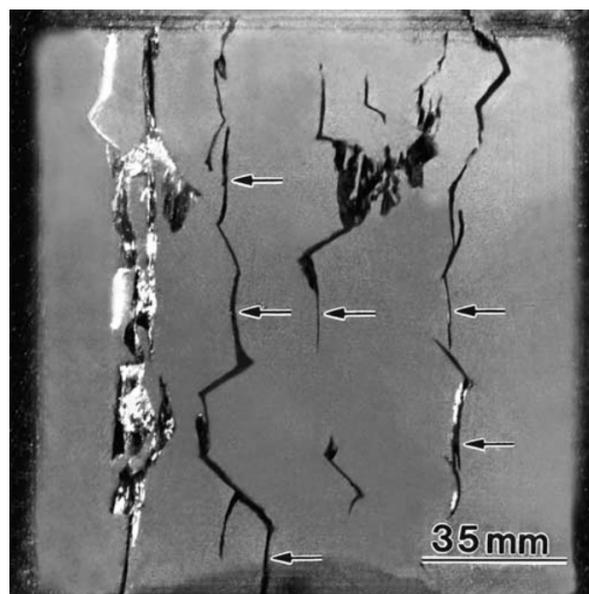


FIGURE 7.15 – Observation de la formation de *wing cracks* lors d'un essai à vitesse de déformation imposée, réalisé sur de la glace colonnaire ($T = -10^\circ\text{C}$, $4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$). D'après LIESCU et SCHULSON [2004].

de la fissure. Cette déformation est corrélée avec différents mécanismes de recristallisation dynamique. Par exemple, la figure 7.13 montre, à la pointe inférieure de la fissure 2, une concentration de la déformation liée à la germination de nouveaux grains (figure 7.10). De même, la figure 7.14 montre la formation de nombreux sous joints de flexion et *kink bands* perpendiculairement aux fissures. Par exemple, on voit la déformation associée à la formation d'un *kink band* à la pointe inférieure de la fissure 1.

Dans le cas de notre étude, la concentration de contrainte aux pointes des fissures formées n'est pas relâchée par la formation de nouvelles fissures pour former des *wing crack*, mais par les mécanismes de recristallisation dynamique (germination, *kink band*, ...).

Ces résultats permettent de mieux caractériser le comportement de la glace lors de la transition ductile-fragile et montrent la corrélation entre la concentration des contraintes et les mécanismes de recristallisation.

7.4 Conclusion

Dans un premier temps, les résultats obtenus ont permis de confirmer et de généraliser les résultats publiés dans CHAUVE et collab. [2015] (chapitre 6). Les essais réalisés sur la glace colonnaire montrent que les mécanismes de recristallisation sont fortement corrélés avec les hétérogénéités de déformation. La germination de nouveaux grains se produit proche de joints de grains, ou de points triples, où les hétérogénéités de déformation sont importantes (figures 6.7 et 7.3). Lors de leur formation et de leur croissance, les nouveaux grains accommodent de la déformation (figure 6.8). De la même manière, la formation de *kink bands* permet d'accommoder localement la déformation en cisaillement (figures 6.9 et 7.3). Ces mécanismes de recristallisation permettent de créer une nouvelle microstructure plus favorable pour la déformation (figures 6.4, 6.6, 7.3 et 7.4).

La déformation s'organise en bandes de déformation orientées à $\sim 45^\circ$ de l'axe de compression et ayant une longueur caractéristique 5 à 10 fois supérieure à la taille des grains. Les mécanismes de germination se localisent dans ces bandes comme le montre les essais réalisés sur la glace colonnaire (figure 7.4) et permettent de redistribuer la déformation autour des nouveaux grains créés. Cette redistribution de la déformation ne semble pas modifier profondément le pattern de déformation. Les bandes de déformation s'élargissent car l'apparition des nouveaux grains multiplie le nombre de joints de grains propices à la localisation de la déformation. Le fait que la déformation soit simplement dispersée autour de la position initiale semble indiquer que ces zones recristallisées sont encore propices à la recristallisation, entretenant ainsi la localisation des mécanismes de recristallisation. Cette localisation de la recristallisation, permettant d'augmenter la ductilité du matériau, est observée dans les roches [HANSEN et collab., 2012; POIRIER, 1980; PRECIGOUT et collab., 2007].

Lors des essais sur la glace granulaire, le champ de déformation ne semble pas radicalement modifier par la recristallisation dynamique et le développement de la texture de recristallisation. Les hétérogénéités de déformation et le motif de déformation restent similaires après 4.5% de déformation comme lors des essais sur la glace colonnaire. Cependant, aucune localisation des mécanismes de recristallisation n'est visible dans les microstructures issues de ces essais (figure 3.2), soit parce que la migration de joints de grains est très active car nous sommes à haute température soit parce que la déformation finit par se localiser sur d'autres bandes conduisant ainsi à une microstructure entièrement recristallisée. Il est possible que la qualité des mesures de DIC lors des essais sur la glace granulaire ne soit pas suffisante pour quantifier ce changement dans la localisation de la déformation ou que les déformations atteintes ne soient pas suffisantes (limitées à 5%).

Les essais à la transition ductile-fragile ont permis de mettre en évidence indirectement un lien entre les concentrations des contraintes et les mécanismes de recristallisation comme la germination et la formation de *kink bands*. En effet, nous avons montré, lors d'un essai réalisé à la transition ductile-fragile, que les mécanismes de recristallisation permettent de réduire les contraintes à la pointe des fissures évitant ainsi le formation de *wing cracks* qui se forment à plus haute vitesse de déformation [ILIESCU et SCHULSON, 2004]. Ce lien entre hétérogénéité de contraintes et mécanismes de recristallisation avait été mis en évidence lors de la formation de *kink bands* dans la glace, à l'aide de simulation CraFT (§2.4) [PIAZOLO et collab., 2015]. De plus, cette relaxation de contrainte avec la recristallisation est en accord avec les hypothèses formulées par DUVAL et collab. [2012] pour mettre en place un modèle de germination spontanée.

Références

- CHAUVE, T., M. MONTAGNAT et P. VACHER. 2015, «Strain field evolution during dynamic recrystallization nucleation ; A case study on ice», *Acta Materialia*, vol. 101, doi: 10.1016/j.actamat.2015.08.033, p. 116–124, ISSN 1359-6454. [170](#), [172](#), [178](#), [183](#)
- DUVAL, P., F. LOUCHET, J. WEISS et M. MONTAGNAT. 2012, «On the role of long-range internal stresses on grain nucleation during dynamic discontinuous recrystallization», *Materials Science and Engineering : A*, vol. 546, doi: 10.1016/j.msea.2012.03.052, p. 207–211, ISSN 0921-5093. [184](#)
- GRENNERAT, F., M. MONTAGNAT, O. CASTELNAU, P. VACHER, H. MOULINEC, P. SUQUET et P. DUVAL. 2012, «Experimental characterization of the intragranular strain field in columnar ice during transient creep», *Acta Materialia*, vol. 60, n° 8, doi: 10.1016/j.actamat.2012.03.025, p. 3655–3666, ISSN 1359-6454. [170](#)
- HANSEN, L. N., M. E. ZIMMERMAN, A. M. DILLMAN et D. L. KOHLSTEDT. 2012, «Strain localization in olivine aggregates at high temperature : A laboratory comparison of constant-strain-rate and constant-stress boundary conditions», *Earth and Planetary Science Letters*, vol. 333–334, doi: 10.1016/j.epsl.2012.04.016, p. 134–145, ISSN 0012-821X. [183](#)
- ILIESCU, D. et E. M. SCHULSON. 2004, «The brittle compressive failure of fresh-water columnar ice loaded biaxially», *Acta Materialia*, vol. 52, n° 20, doi: 10.1016/j.actamat.2004.07.027, p. 5723–5735, ISSN 1359-6454. [182](#), [184](#)
- PIAZOLO, S., M. MONTAGNAT, F. GRENNERAT, H. MOULINEC et J. WHEELER. 2015, «Effect of local stress heterogeneities on dislocation fields : Examples from transient creep in polycrystalline ice», *Acta Materialia*, vol. 90, doi: 10.1016/j.actamat.2015.02.046, p. 303–309, ISSN 1359-6454. [184](#)
- POIRIER, J. P. 1980, «Shear localization and shear instability in materials in the ductile field», *Journal of Structural Geology*, vol. 2, n° 1, doi: 10.1016/0191-8141(80)90043-7, p. 135–142, ISSN 0191-8141. [183](#)
- PRECIGOUT, J., F. GUEYDAN, D. GAPAIS, C. J. GARRIDO et A. ESSAIFI. 2007, «Strain localisation in the subcontinental mantle — a ductile alternative to the brittle mantle», *Tectonophysics*, vol. 445, n° 3–4, doi: 10.1016/j.tecto.2007.09.002, p. 318–336, ISSN 0040-1951. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0040195107003034>. [183](#)

SCHULSON, E. M. et P. DUVAL. 2009, *Creep and Fracture of Ice*, Édition : 1 éd., Cambridge
University Press, Cambridge, UK ; New York, ISBN 978-1-107-00637-9. [178](#)

Chapitre 8

De la germination au développement de texture

Sommaire

8.1	Le développement des textures lors de la recristallisation	188
8.2	Des germes "bien orientés" pour la déformation plastique	192
8.2.1	L'expérience numérique	192
8.2.2	Résultats	193
8.2.2.1	Le champ de déformation simulé pour la simulation de référence	193
8.2.2.2	L'impact d'un grain sur le champ de déformation	195
8.3	Un modèle de germination orientée	198
8.3.1	Formulation du modèle	198
8.3.2	Interprétation du modèle	199
8.3.3	Limitation du modèle	200
8.3.4	Impact de la germination orientée sur les textures de ce critère d'orientation	201
8.4	Conclusion	203
	Références	203

L'objectif de ce chapitre est d'essayer de mieux comprendre le développement des textures de recristallisation dans la glace. D'après [HUMPHREYS, 2004], le développement de fortes textures de recristallisation est possible seulement avec une germination orientée. Un grossissement préférentiel de certaines orientations à partir d'une germination aléatoire conduit seulement au développement d'une texture faible. En partant de cette hypothèse appuyée par des simulations numériques [HUMPHREYS, 2004], nous nous concentrons sur la compréhension des mécanismes de germination et leur impact sur le développement des textures.

8.1 Le développement des textures lors de la recristallisation

Les essais de fluage réalisés sur de la glace polycristalline granulaire montrent le développement d'une forte texture de recristallisation (figure 8.1) avec les axes **c** orientés préférentiellement à environ 35° de l'axe de compression. On note que le développement de cette texture est très rapide. Dès 7% de déformation, l'échantillon est fortement texturé. De plus, après 10% de déformation, on n'observe plus de cristaux ayant l'axe **c** perpendiculaire à l'axe de compression, alors que certains sont alignés avec la direction de la contrainte macroscopique.

Ces textures de recristallisation sont différentes des textures de déformation attendues dans le cas de la glace. Du fait de la très forte anisotropie plastique, le glissement des dislocations se fait principalement dans le plan basal, induisant une rotation de l'axe **c** vers la direction de la contrainte. Ce mécanisme conduit au développement d'un maximum simple aligné avec la contrainte macroscopique. Il est expérimentalement difficile de ne pas activer la recristallisation dynamique en laboratoire, cependant ce type de textures est observé dans les calottes polaires le long des forages profonds, où les vitesses de déformation sont faibles et la recristallisation dynamique moins active [ALLEY, 1992; AZUMA et HIGASHI, 1985; DURAND et collab., 2009; VAN DER VEEN et WHILLANS, 1994].

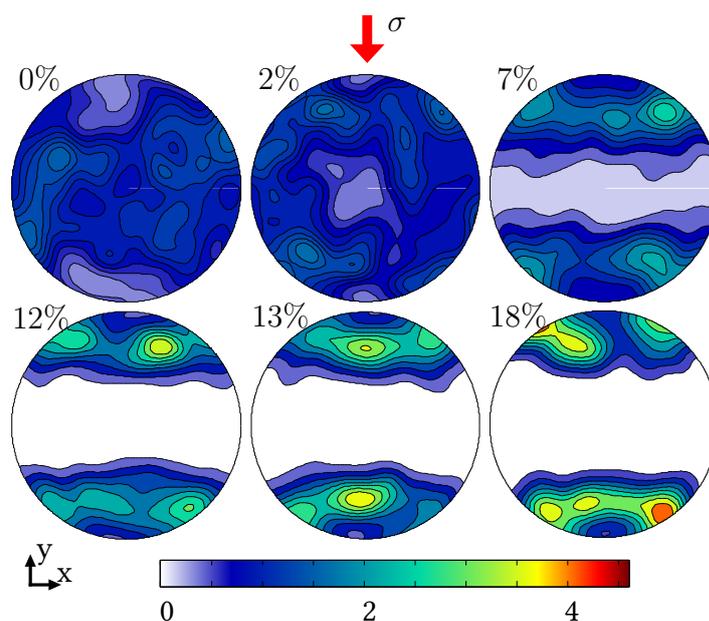


FIGURE 8.1 – Évolution de la texture des axes **c** lors des essais sur de la glace polycristalline granulaire ($T = -7^\circ\text{C}$ et $\sigma \sim 0.8 \text{ MPa}$). D'après MONTAGNAT et collab. [2015] (chapitre 3).

Lors des essais sur la glace granulaire, il est impossible de distinguer les grains recristallisés des grains parents à cause du caractère destructif et $2D$ des techniques de mesure utilisées et de la microstructure fortement non équiaxe qui est induite par la migration hétérogène des joints de grains ([MONTAGNAT et collab., 2015], chapitre 3). Seule la texture de l'ensemble de l'échantillon est obtenue. La glace colonnaire permet de distinguer les nouveaux grains des anciens sans ambiguïté. La figure 8.2 montre les textures de deux essais effectués sur de la glace colonnaire. Plusieurs observations peuvent être faites à partir de la figure 8.2 :

- Les orientations des grains parents dans l'échantillon déformé sont plus dispersées que pour l'échantillon non-déformé. Cette observation montre que les désorientations intra-granulaires dues aux mécanismes de recristallisation continue sont importantes.
- La texture des nouveaux grains est marquée par l'apparition de certaines orientations proches du centre de la figure de pôle (flèches #2). Ces orientations étant assez éloignées des orientations initialement présentes dans l'échantillon sont probablement issue de la germination spontanée [DUVAL et collab., 2012].
- Les orientations les plus probables dans la texture des nouveaux grains font également partie des orientations fortement présentes dans la texture initiale. Ceci est le résultat attendu lorsque les mécanismes de germination par *bulging* et de recristallisation continue sont actifs. Néanmoins, l'information donnée par la figure de pôle seule ne peut pas permettre de conclure car elle ne donne pas d'information sur la distribution spatiale des orientations et donc sur les orientations voisines à celles des nouveaux grains.
- Certaines orientations très présentes dans la texture initiale sont peu présentes dans la texture des nouveaux grains (flèches #1). Ce qui montre que le *bulging* ou les mécanismes de recristallisation continue ne sont pas actifs dans toutes les orientations. Or, du fait des fortes hétérogénéités de déformation, aucune orientation ne se déforme plus qu'une autre [GRENNERAT et collab., 2012]. Par conséquent, il est probable qu'aucune orientation n'accumule plus de dislocation qu'une autre. Étant donné que la force motrice des mécanismes de recristallisation est l'énergie stockée sous la forme de dislocations, aucune orientation ne doit statistiquement être plus favorable au *bulging* ou à la recristallisation continue. Par conséquent, le fait que toutes les orientations initialement présentes ne donnent pas la même quantité de nouveaux grains peut s'expliquer par le fait que dans les essais sur la glace colonnaire, l'échantillon est assez loin d'un VER.

De la même manière, l'évolution des textures a été caractérisée lors d'essais de torsion sur de la glace polycristalline granulaire [BOUCHEZ et DUVAL, 1982; JOURNAUX et collab., in prep.]. La texture finale, observée après $\gamma = 2$ correspond à un maximum simple (figure 8.3). Cependant, le développement des textures de recristallisation lors du cisaillement passe par une phase où il y a deux maxima d'orientations préférentielles $M1$ et $M2$. Le maximum $M1$ observé expérimentalement est une position d'équilibre instable pour les orientations lors de la déformation en cisaillement [WENK et collab., 2009][animation annexe A] [PADRÓN-NAVARTA et collab., 2012]. Le même problème de stabilité des orientations proches du maximum $M1$ est présent dans les modèles pour la glace [LLORENS et collab., 2016]. LLORENS et collab. [2016] ont utilisé un code similaire à CraFT (VPFFT) couplé à un code d'évolution des microstructures basé sur la migration de joints de grains et la recristallisation continue (ELLE). La simulation est itérative, VPFFT permet de déformer la microstructure avec une loi de plasticité cristalline. Les sorties de VPFFT sont utilisées dans ELLE pour faire évoluer la microstructure. On recommence la déformation avec VPFFT à partir de la

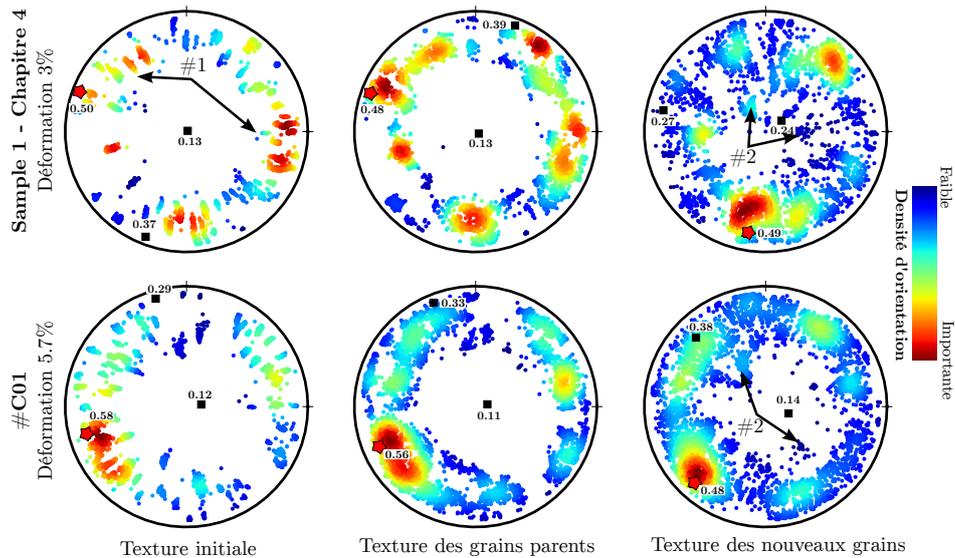


FIGURE 8.2 – Texture des grains recristallisés lors des essais de fluage sur les échantillons de glace colonnaire ($T = -7^{\circ}C$ et $\sigma \sim 0.5 MPa$). Les valeurs propres du tenseur d'orientation d'ordre 2 sont indiquées. La direction de la valeur propre la plus élevée est indiquée par une étoile rouge.

nouvelle microstructure donnée par ELLE. La figure 8.3 montre qu'avec les mécanismes de recristallisation implémentés, la reproduction des textures n'est pas satisfaisante. La direction préférentielle des axes c pour $\gamma > 2$ est éloignée de celle observée expérimentalement d'environ 20° . De plus, les simulations ne reproduisent pas le passage par une texture ayant deux maximums, $M1$ et $M2$, comme le montre le diagramme ternaire, représentant la symétrie de la texture, sur lequel les résultats expérimentaux obtenus par [JOURNAUX et collab. \[in prep.\]](#) ont été superposés aux simulations. En effet, le passage par une texture ayant deux pôles $M1$ et $M2$ se traduit, sur ce diagramme, par une augmentation du paramètre G (*girdle*) qui est cohérent avec l'aspect visuel de la texture pour $\gamma = 0.42$, ce qui n'est pas reproduit par les simulations. Ceci montre qu'il manque probablement un mécanisme important afin de pouvoir modéliser le développement de la texture de recristallisation.

L'observation de nouveaux grains fortement désorientés par rapport aux grains parents ([\[CHAUVE et collab., 2017\]](#), chapitre 4), ainsi que les difficultés à simuler le développement des textures de recristallisation [[LLORENS et collab., 2016](#)], nous invite à réfléchir à un mécanisme de germination orientée. De plus, il est probablement nécessaire que ce mécanisme de germination orientée donne une texture pour les nouveaux grains non-aléatoire, afin de pouvoir développer une forte texture à partir d'un polycristal dont la texture est isotrope. Le mécanisme de germination spontanée ne contraignant actuellement pas l'orientation des germes pourrait être un candidat à condition de pouvoir contraindre l'orientation du germe. Dans sa formulation actuelle [[DUVAL et collab., 2012](#)], la germination spontanée a la même probabilité d'apparaître quelque soit l'orientation du germe. Par conséquent, la texture associée aux nouveaux grains devrait être aléatoire. Dans un premier temps, nous testons une remarque souvent faite dans la littérature qui dit que les germes sont "bien orientés" pour la déformation plastique [[DUVAL et CASTELNAU, 1995](#); [DUVAL et collab., 2012](#)]. Dans un second temps, nous essayons de proposer un nouveau critère pour l'orientation des germes basé sur la relaxation de l'énergie élastique lors de la germination.

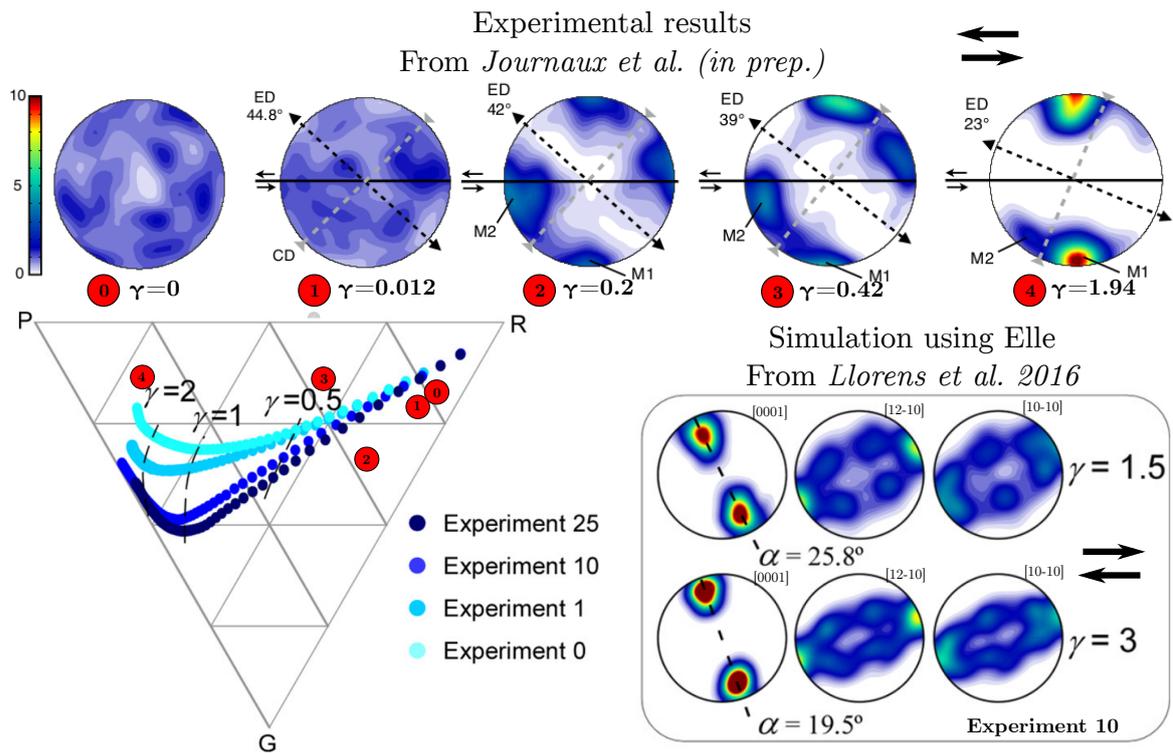


FIGURE 8.3 – Développement des textures de recristallisation lors du cisaillement de la glace. *En haut* : Les textures de l'axe **c** obtenues expérimentalement lors d'essais de torsion ($T = -7^{\circ}\text{C}$, contrainte maximale 0.6 MPa). *En bas à droite* : Textures simulées avec le couplage d'un code de FFT (VPFFT) avec un code d'évolution de microstructures (ELLE). *En bas à gauche* : Synthèse des expériences et des simulations utilisant un diagramme ternaire, où P caractérise une texture en maximum simple, G une texture en anneau (*girdle*) et R une texture aléatoire. D'après [JOURNAUX et collab. \[in prep.\]](#) et [LLORENS et collab. \[2016\]](#)

8.2 Des germes "bien orientés" pour la déformation plastique

Dans cette partie, nous partons d'une remarque souvent faite dans la littérature qui dit que les germes sont bien orientés pour la déformation plastique. Cette remarque s'appuie sur différentes observations comme le développement des textures lors du fluage de la glace polycristalline granulaire qui au regard de la contrainte macroscopique sont favorables pour le glissement basal ou sur l'observation de grains hors de la texture principale dans les forages profonds [DUVAL et CASTELNAU, 1995; DUVAL et collab., 2012].

“ In ice, discontinuous recrystallization results in coarse and interlocking grains, and recrystallized grains appear to be well oriented for easy basal slip.
DUVAL et collab. [2012] ”

L'expression "bien orienté pour le système de glissement basal" peut avoir différentes interprétations :

- (i) Le nouveau grain peut se déformer facilement par le glissement basal. Par conséquent, on peut dire que le nouveau grain est localement bien orienté vis à vis de la contrainte locale.
- (ii) Le nouveau grain induit une redistribution des contraintes qui permet à l'ensemble de la microstructure de se déformer plus facilement. Ceci, même si localement la déformation du germe par glissement basal est difficile.

On se propose dans la suite de tester ces deux hypothèses. On rappelle que cette hypothèse de germe "bien orienté" provient d'observations et ne repose sur aucun modèle physique.

8.2.1 L'expérience numérique

Le code CraFT, présenté dans la partie 2.4, permet de simuler le champ de déformation et de contrainte en utilisant une microstructure réelle mesurée par l'AITA. L'objectif est de tester l'impact d'un nouveau grain sur la déformation de l'échantillon. Il n'est pas possible actuellement de modifier la microstructure au cours de l'essai car le code CraFT ne le permet pas, mais aussi car nous ne savons pas quels paramètres donner aux nouveaux germes. Par conséquent, les simulations permettent de bien reproduire le fluage primaire mais pas au delà, où les mécanismes de recristallisation deviennent importants [GRENNERAT et collab., 2012]. L'expérience imaginée est la suivante :

- On réalise une simulation de référence avec la microstructure initiale mesurée par l'AITA jusqu'à un temps t donnant une déformation de l'ordre de 1%.
- On ajoute un grain dans la microstructure initiale à un point triple où l'on a observé de la germination lors de l'expérience. On peut alors faire une nouvelle simulation avec ce nouveau grain pendant la même durée que la simulation de référence t . On peut à partir de ces deux simulations étudier l'impact du nouveau grain sur le champ de déformation et de contrainte locale, et sur la réponse macroscopique.
- On peut faire cette simulation pour différentes orientations du nouveau grain afin d'étudier l'impact de l'orientation du germe sur les résultats. De plus, à partir de l'orientation réelle mesurée par l'AITA, on peut avoir une idée de l'impact qu'a eu ce nouveau grain isolé sur la réponse en déformation de l'échantillon.

8.2.2 Résultats

8.2.2.1 Le champ de déformation simulé pour la simulation de référence

Dans cette partie, nous nous focalisons sur la description de la simulation de référence. L'essai que nous simulons est l'essai *Sample 1* dont les microstructures avant et après déformation sont représentées sur la figure 8.4. La microstructure d'entrée de CraFT ainsi que les champs de déformation et de contrainte équivalents simulés en compression uniaxiale ($\sigma = 0.5 \text{ MPa}$ et $T = -7^\circ\text{C}$) après -0.93% de déformation macroscopique sont tracés sur la figure 8.5. Le champ de déformation équivalent mesuré par DIC, après 1% de déformation, est aussi représenté sur la figure 8.5 afin de pouvoir comparer avec la simulation. Les déformations équivalentes mesurées et simulées sont en bon accord sur plusieurs points :

- Les amplitudes des déformations locales sont similaires dans la plupart des cas.
- La direction des bandes de déformation à l'intérieur des grains est similaire.
- La localisation des bandes de déformation est également relativement en bon accord entre la simulation et la mesure. Par exemple, on a une forte localisation de la déformation dans le coin en haut à gauche. De plus, les bandes de déformation sont corrélées avec l'apparition de sous-joints de flexion et de *kink bands*. Plusieurs exemples sont indiqués par les flèches 1 (*kink band*) et 2-4 (sous-joints de flexion).

Les simulations CraFT permettent de bien simuler le développement des hétérogénéités de déformation jusqu'à 1% de déformation, tant que les mécanismes de recristallisation ne sont pas actifs, comme le montre la figure 8.5 [GRENNERAT et collab., 2012; MONTAGNAT et collab., 2014]. Les activités des différents systèmes de glissement, implémentés dans la loi de comportement, sont montrées sur la figure 8.6. La déformation est principalement accommodée par du glissement dans le plan de base. Cependant, il est nécessaire d'activer du glissement prismatique dans certaines zones et plus rarement du glissement pyramidal.

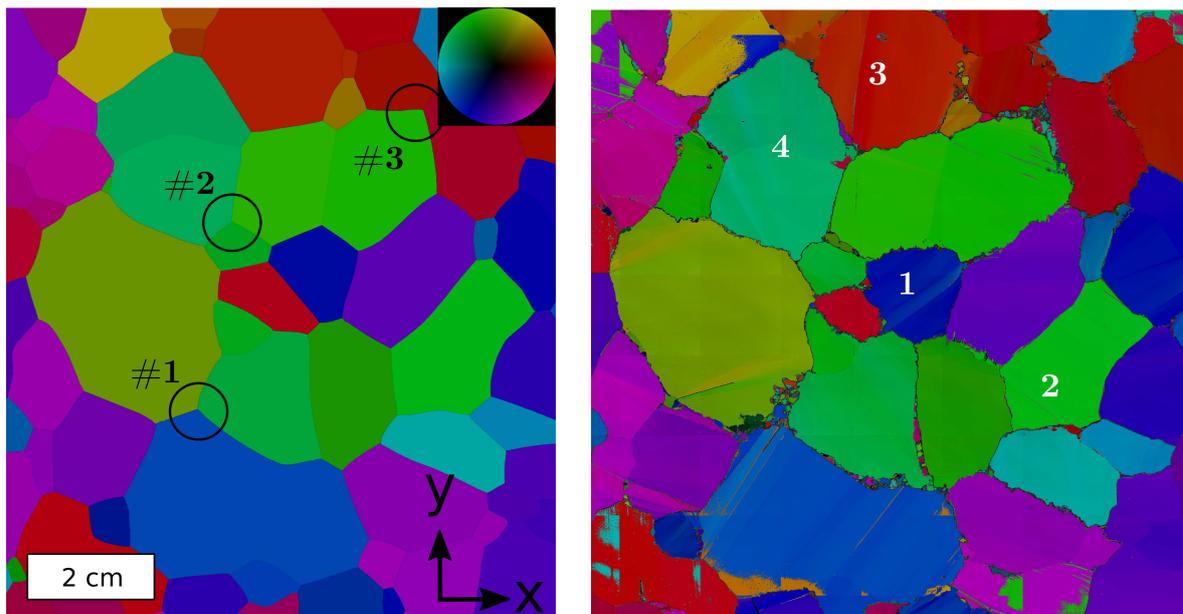


FIGURE 8.4 – Microstructure et texture de l'échantillon *Sample 1*, avant et après 3% de déformation. Les cercles noirs montrent les points triples testés comme zones de germination.

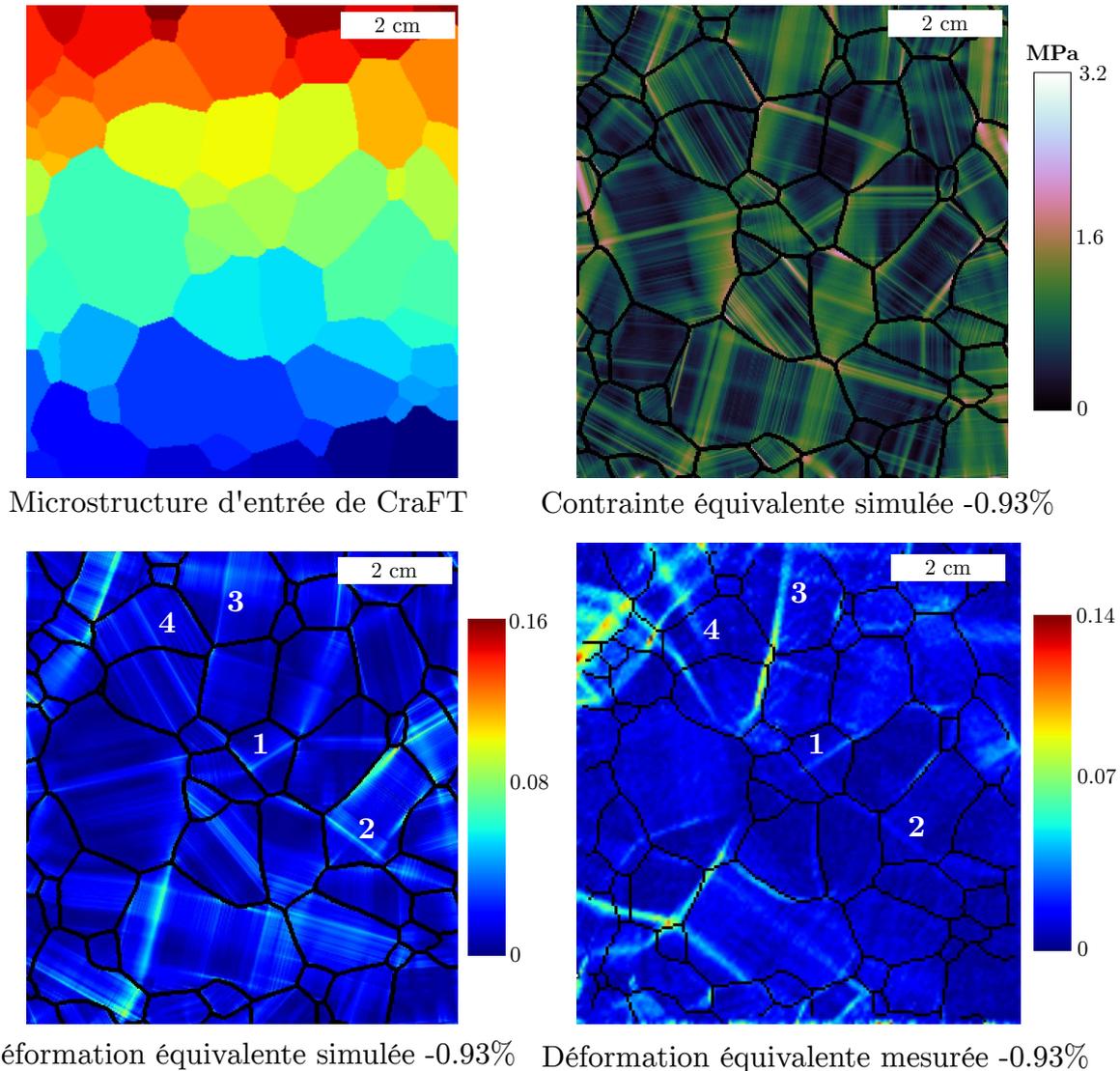


FIGURE 8.5 – Comparaison de la simulation CraFT de référence, après 0.93% de déformation, avec les mesures DIC pour l'essai *Sample 1*. La microstructure utilisée dans CraFT ainsi que le champ de contrainte et de déformation équivalent sont représentés après 0.93% de déformation. La résolution spatiale des simulations CraFT est de $0.25 \text{ mm} \cdot \text{pix}^{-1}$. Le champ de déformation équivalent mesuré par DIC après 1% de déformation est montré en bas à droite (résolution spatiale $0.52 \text{ mm} \cdot \text{pix}^{-1}$).

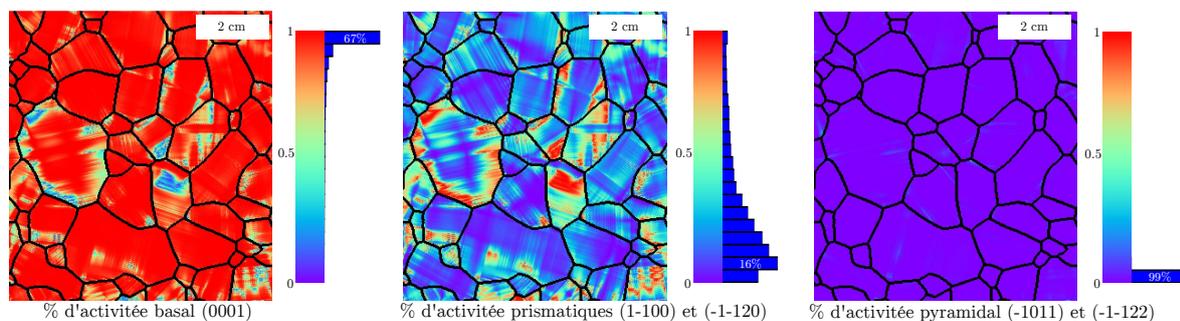


FIGURE 8.6 – Activités relatives des différents systèmes de glissement simulées par CraFT après 0.93% de déformation.

8.2.2.2 L'impact d'un grain sur le champ de déformation

La figure 8.7 montre les résultats correspondant à l'ajout d'un nouveau grain sur trois points triples où la germination a été observée expérimentalement (figure 8.4). Pour chaque site de germination, 197 orientations différentes d'axes **c** ont été testées afin d'investiguer l'impact de l'orientation du germe sur la réponse de l'échantillon d'un point de vue macroscopique (colonne 2) et sur la déformation du nouveau grain (colonnes 3 à 5). Les paramètres représentés sont :

- $\langle \varepsilon_{22} \rangle_{ng} - \langle \varepsilon_{22} \rangle_{init}$ compare la déformation macroscopique selon l'axe de compression (2) de la simulation qui intègre le nouveau grain avec celle de la simulation de référence. Comme l'essai simulé est de la compression (<0), une valeur négative de ce paramètre montre la présence du nouveau grain permet à la microstructure de se déformer plus pour une durée de simulation identique. Ce paramètre permet de tester si le nouveau grain est "bien orienté" pour la déformation plastique au sens (i).
- Les trois autres figures de pôles montrent la variation du pourcentage de déformation plastique accommodée par le système basal-**ba** (prismatique-**pr**, pyramidal-**py**) par rapport au comportement de la zone de la microstructure de référence qui correspond à la surface du nouveau grain dans la microstructure modifiée. Par exemple, une valeur positive de $\%ba_{ng,mask} - \%ba_{init,mask}$ correspond à un nouveau grain qui se déforme en accommodant plus de glissement dans le plan basal. Ces paramètres permettent d'analyser quelles orientations sont "bien orientées" pour la déformation plastique locale au sens (ii).
- L'orientation réelle des germes mesurée par l'AITA est superposée en noir sur les figures de pôles afin d'essayer de comprendre quel est l'impact de la germination observée expérimentalement sur la déformation, dans le but de valider les hypothèses (i) et/ou (ii).

La figure 8.7 montre que les orientations favorisant la déformation macroscopique ($\langle \varepsilon_{22} \rangle_{ng} - \langle \varepsilon_{22} \rangle_{init} < 0$) correspondent toujours à l'augmentation de l'activité relative du système basal dans la zone du nouveau grain ($\%ba_{ng,mask} - \%ba_{init,mask} > 0$). La réciproque n'est pas vraie. Certaines orientations peuvent permettre une activité basale plus importante mais une déformation macroscopique moins importante. Dans ce cas, la diminution de la déformation macroscopique s'explique par une diminution de l'activité prismatique, qui est le second plan de glissement le plus favorable, au détriment de l'activité pyramidale, qui est le plan de glissement le plus difficile dans la loi de comportement utilisée [SUQUET et collab., 2012]. Ces résultats semblent indiquer, malgré la faible statistique, que la déformation de l'échantillon est plus importante seulement si le grain considéré est localement orienté plus favorablement pour le glissement basal que l'ancienne microstructure ((i) \Rightarrow (ii)).

La figure 8.8 semble montrer en utilisant un nouveau grain circulaire, pour le cas du point triple #1, que la taille et la forme du nouveau grain n'a pas d'influence sur les résultats et que c'est bien l'orientation du nouveau grain qui contrôle l'impact sur la déformation.

Les nouveaux grains observés expérimentalement ont des influences différentes selon les points triples étudiés. Au point triple #1, l'orientation observée expérimentalement favorise la déformation macroscopique et l'activité basale dans le nouveau grain, ce qui est en accord avec (i) et (ii). Dans les cas des points triples #2 et #3, les nouveaux grains ne favorisent ni la déformation macroscopique ni l'activité du système basal localement. Par conséquent, il semble que l'hypothèse de germe "bien orienté" pour la déformation plastique soit fautive quelque soit l'interprétation de "germe bien orienté" ((i) ou (ii)).

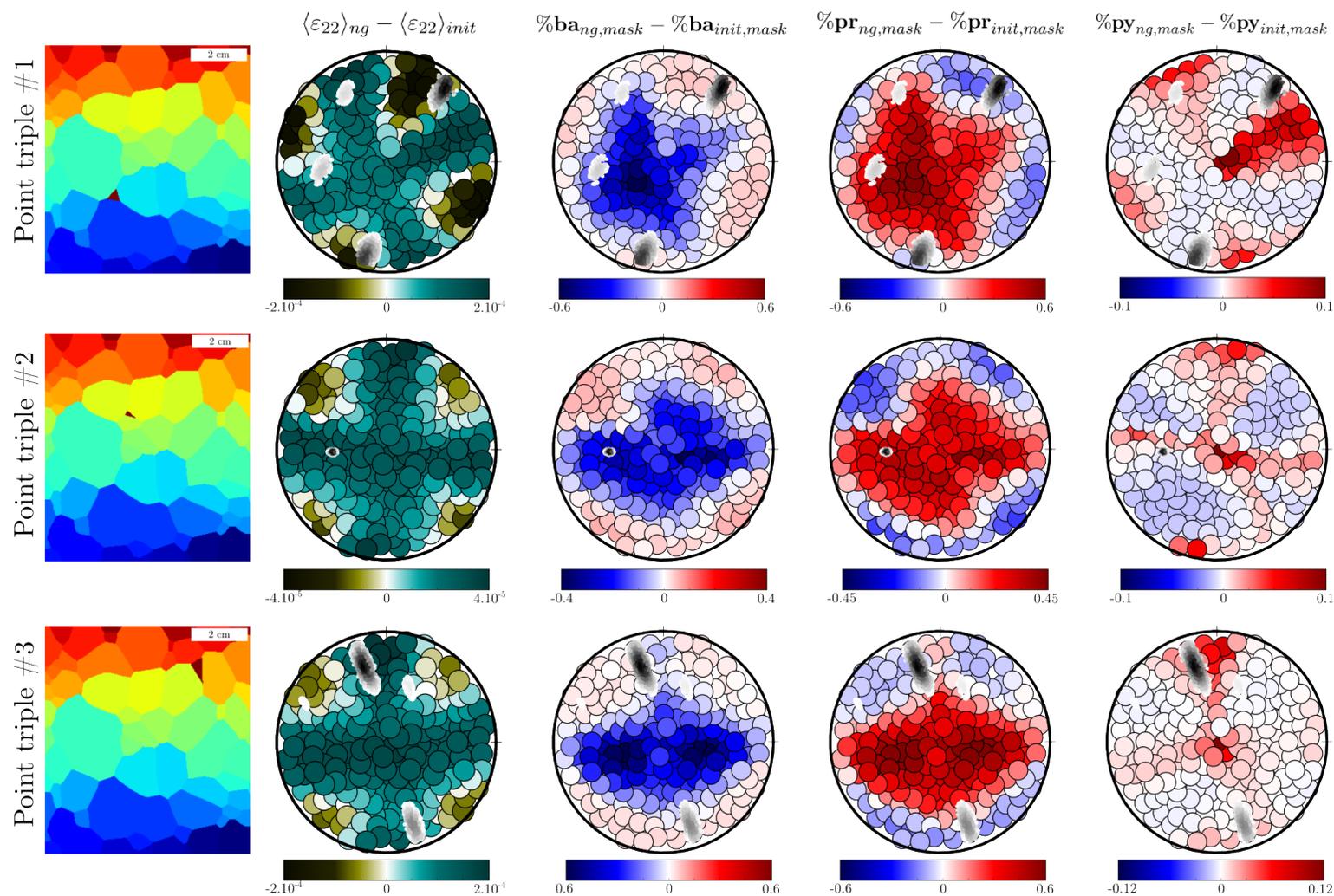


FIGURE 8.7 – Comparaison entre la simulation de référence et les simulations avec les nouveaux grains. Les 3 sites étudiés sont montrés sur la figure 8.4. La première colonne montre la position du nouveau grain. Les figures de pôles, utilisées pour représenter les résultats, sont construites à partir des simulations CraFT. Chaque point représente une simulation de la microstructure avec le nouveau grain pour une orientation de l'axe **c** donnée. 197 simulations sont réalisées en modifiant l'orientation du cristal. La colonne $\langle \varepsilon_{22} \rangle_{ng} - \langle \varepsilon_{22} \rangle_{init}$ montre pour quelles orientations la déformation macroscopique a été plus importante (négatif pour une déformation plus importante). Les autres figures de pôles montrent la variation de l'activité relative des systèmes de glissement basal-**ba**, prismatique-**pr** et pyramidal-**py** dans la zone du nouveau grain, par rapport à l'activité de cette zone dans la simulation de référence. Une valeur positive montre que le système concerné a été proportionnellement plus actif. Les orientations des germes mesurées par AITA, au point triple considéré, sont représentées en noir.

Notons quand même que ces résultats peuvent être influencés par les problèmes de représentativité de notre expérience. Dans cette expérience modèle, on compare le champ de déformation de deux microstructures différentes et pas directement l'impact de l'apparition d'un nouveau grain dans un environnement de déformation et de contrainte donné. De plus, on considère à chaque fois seulement un germe alors que la germination apparaît de manière successive à différents points triples. Par conséquent, la contrainte locale peut être modifiée par l'apparition d'un nouveau grain, comme le montre la différence entre les champs de contrainte simulés pour la microstructure avec le nouveau grain et la microstructure de référence 8.9.

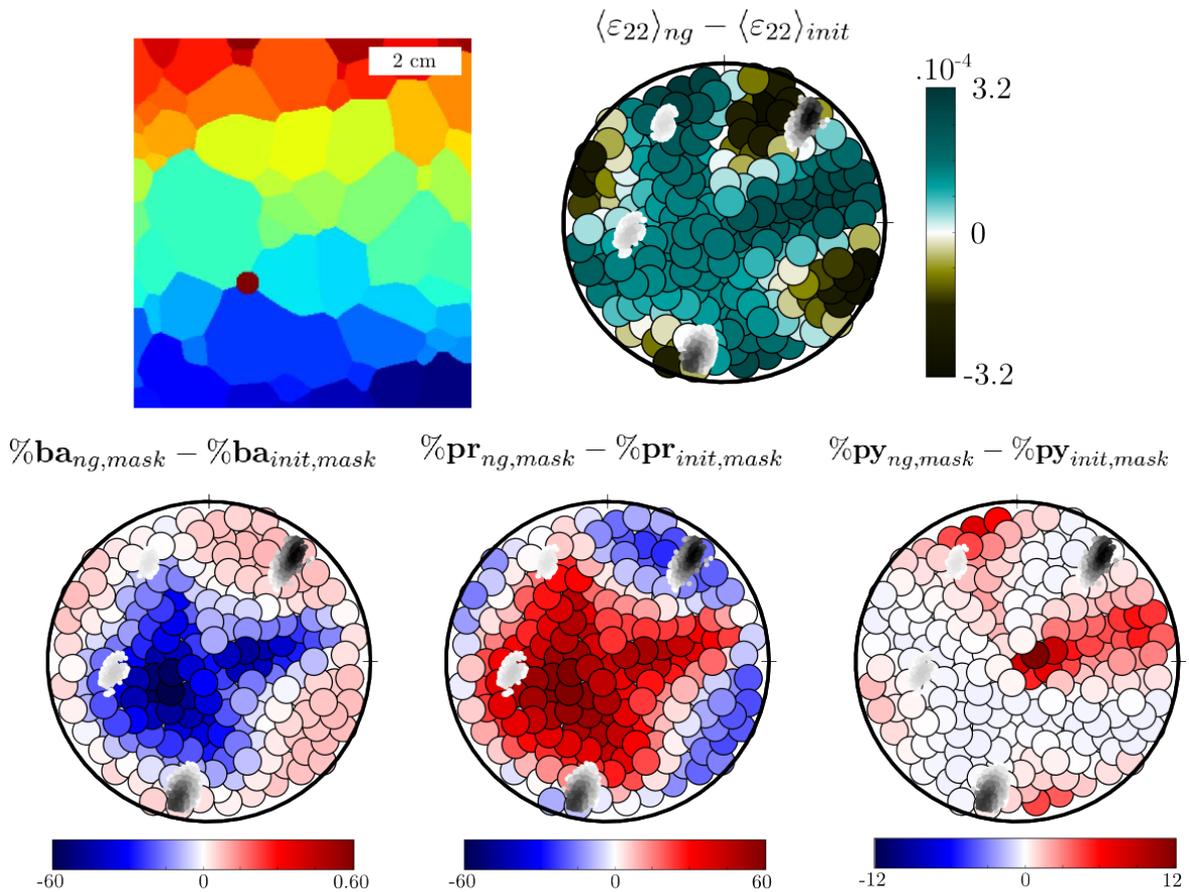


FIGURE 8.8 – Comparaison entre la simulation de référence et la simulation avec l'insertion d'un grain circulaire au point triple #1.

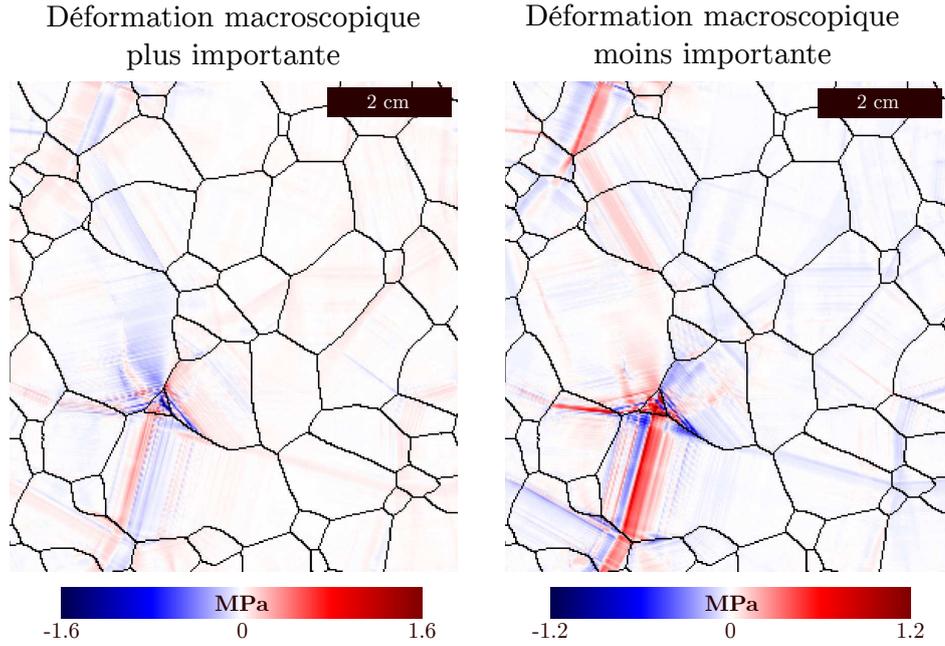


FIGURE 8.9 – Impact de la germination sur le champ de contrainte équivalente. La différence entre le champ de contrainte équivalente simulé avec le nouveau grain et celui de référence est représenté pour les deux cas extrêmes correspondant aux germes qui ont permis la déformation macroscopique la plus importante (gauche) et la moins importante (droite).

8.3 Un modèle de germination orientée

8.3.1 Formulation du modèle

Dans cette partie, nous repartons du modèle de germination conventionnelle (§1.2.2.3.a) qui est basé sur la comparaison entre l'énergie disponible pour la formation d'un germe et l'énergie nécessaire à la création de celui-ci. Le bilan énergétique de la germination prend en compte les mêmes contributions que dans le modèle décrit par [DUVAL et collab. \[2012\]](#) (§1.2.2.3.a), qui sont :

- la réduction de l'énergie stockée sous la forme de dislocation ΔW_{bulk}
- la réduction d'énergie stockée sous la forme d'un empilement de dislocations ΔW_{pu}
- l'énergie nécessaire pour la création d'un nouveau joint de grains ΔW_{gb}

Aucune contribution à ce bilan énergétique dépendant de l'orientation du germe. Ici, nous proposons d'ajouter la contribution de la relaxation de l'énergie élastique lors de la germination qui du fait de l'anisotropie élastique du monocristal de glace va être différente selon l'orientation créée. L'énergie élastique stockée s'écrit en notation de Kelvin :

$$\omega_{el} = 1/2 \sum_i \sigma_i \varepsilon_{el,i} \quad (8.1)$$

où $\sigma = [\sigma_{11}, \sigma_{22}, \sigma_{33}, \sqrt{2}\sigma_{23}, \sqrt{2}\sigma_{13}, \sqrt{2}\sigma_{12}]$ est la contrainte locale, et $\varepsilon = [\varepsilon_{11}, \varepsilon_{22}, \varepsilon_{33}, \sqrt{2}\varepsilon_{23}, \sqrt{2}\varepsilon_{13}, \sqrt{2}\varepsilon_{12}]$ la déformation élastique.

Cette équation peut se réécrire en utilisant la loi de Hooke $\varepsilon_i = s_{ij}^o \sigma_j$ comme :

$$\omega_{el} = 1/2 \sum_i s_{ij}^o \sigma_i^2 \quad (8.2)$$

où s_{ij}^o est le tenseur de souplesse élastique pour une orientation o donnée.

Le changement d'orientation et la relaxation de la contrainte locale induisent une variation d'énergie ΔW_{el} . Dans la suite, on fait le bilan énergétique pour un état de contrainte donné :

$$\begin{aligned}\Delta W_{el} &= -[\omega_{el}^{initial} - \omega_{el}^{final}] \times \frac{2}{3}\pi r^3 \\ &= -[1/2 \sum_i s_{ij}^{initial} \sigma_i^2 - 1/2 \sum_i s_{ij}^{final} \sigma_i^2] \times \frac{2}{3}\pi r^3 \\ &= -\frac{1}{3}\pi r^3 \sum_i (s_{ij}^{initial} - s_{ij}^{final}) \sigma_i^2\end{aligned}\quad (8.3)$$

Cette contribution peut, selon l'orientation du germe, être positive favorisant le bilan énergétique de la germination ou négative pénalisant le bilan énergétique.

Pour la suite, nous nous plaçons dans un cas simplifié où nous considérons une contrainte locale uni-axiale proportionnelle à la contrainte macroscopique σ_m , localement la contrainte peut être plus importante que la contrainte macroscopique (figure 8.5).

$$\Delta W_{el} = -\lambda \times \frac{1}{3}\pi r^3 \left(\frac{1}{E^{initial}} - \frac{1}{E^{final}} \right) \sigma_m^2 \quad (8.4)$$

où λ est le coefficient de proportionnalité, $E^{initial}$ et E^{final} les modules de Young de l'orientation initiale et finale.

Le bilan énergétique de la germination peut s'écrire en gardant la même notation que dans [DUVAL et collab. \[2012\]](#) :

$$\begin{aligned}\Delta W_{tot} &= \Delta W_{pu} + \Delta W_{bulk} + \Delta W_{gb} + \Delta W_{el} \\ \Delta W_{tot} &= -(A - D + E)r^3 + (B - C)r^2\end{aligned}\quad (8.5)$$

avec

$$\begin{aligned}A &= \frac{2}{3}\pi\beta\rho_s\mu b^2 \\ B &= 2\pi\gamma \\ C &= \alpha \frac{\pi(1-\nu)}{2\mu} \tau^2 L \\ D &= \alpha \frac{\pi(1-\nu)}{2\mu} \tau^2 \\ E &= \lambda \frac{\pi}{3} \left(\frac{1}{E^{initial}} - \frac{1}{E^{final}} \right) \sigma_m\end{aligned}\quad (8.6)$$

L'énergie critique ΔW^* et le rayon critique r^* pour la germination sont obtenus par la résolution de l'équation $\partial\Delta W_{tot}/\partial r = 0$

$$r^* = \frac{2}{3} \frac{B - C}{A - D + E} \quad \Delta W^* = \frac{4}{27} \frac{(B - C)^3}{(A - D + E)^2} \quad (8.7)$$

Notons que ce modèle correspond à un enrichissement de celui proposé par [DUVAL et collab. \[2012\]](#), qui lui même était une version enrichie de [BURKE et TURNBULL \[1952\]](#). On peut retrouver le modèle de [DUVAL et collab. \[2012\]](#) en mettant E à zéro. De même, le modèle de [BURKE et TURNBULL \[1952\]](#) s'obtient en fixant C, D et E à zéros.

8.3.2 Interprétation du modèle

La prise en compte de l'énergie élastique dans le modèle de germination conventionnelle se traduit par une modification du rayon et de l'énergie critique. Les deux sont diminués si le terme E est positif soit si $E^{initial} < E^{final}$. Plus la valeur de E^{final} est importante, plus la diminution du rayon critique et de l'énergie critique sont importantes. La figure 8.10 représente le tenseur d'élasticité pour la glace, la valeur maximale du module d'Young est obtenu lorsque l'axe \mathbf{c} est aligné avec la contrainte.

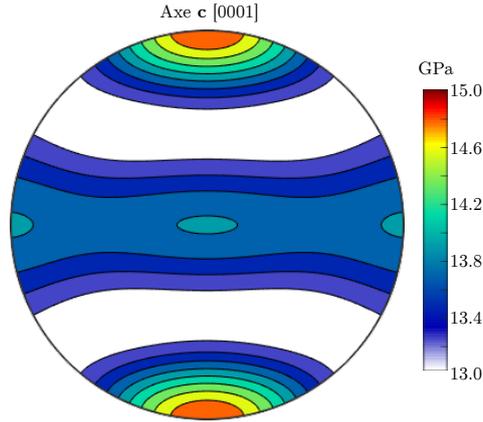


FIGURE 8.10 – Tenseur d'élasticité C du monocristal de glace.

Pour conclure, l'orientation d'un germe dont l'axe \mathbf{c} est aligné avec la contrainte locale est le germe le plus probable car le rayon critique et l'énergie critique pour le former sont les plus faibles. La prise en compte de la variation de l'énergie élastique conduirait à un mécanisme de germination orientée. Notons également que le critère rendant la germination spontanée, proposé par [DUVAL et collab. \[2012\]](#), ($B - C < 0$) n'est pas modifié par la prise en compte de la variation d'énergie élastique.

8.3.3 Limitation du modèle

La courbe représentant ΔW_{tot} en fonction du rayon r du germe est représentée sur la figure 8.11. La courbe rouge correspond au cas qui ne prend pas en compte la variation d'énergie élastique et la courbe bleue prend en compte cette variation. Cette courbe est tracée pour le cas extrême où l'orientation initiale est orientée à 45° par rapport à la direction de la contrainte locale.

La variation de la barrière d'énergie à franchir pour la germination est importante, de l'ordre de 15%. Cependant, la barrière d'énergie ($\Delta W^* \sim 2.10^{-15} J$) est toujours trop importante par rapport à l'énergie thermique ($\sim k_B T = 4.10^{-21} J$, où k_b est la constante de Boltzmann). Il est possible de gagner un ordre de grandeur en considérant que dans les zones de germination, les dislocations \mathbf{c} ne sont pas négligeables comme le suggère le chapitre 5, mais cela n'est pas suffisant pour faire de la germination conventionnelle orientée, un mécanisme viable.

De plus, étant donné les fortes hétérogénéités de contraintes simulées, il est probable que la germination spontanée telle que modélisée par [DUVAL et collab. \[2012\]](#) en présence d'empilement de dislocation, soit un mécanisme important. En effet, la contrainte critique pour laquelle le rayon et l'énergie critique disparaissent est :

$$\tau_c = \sqrt{\frac{2\mu\gamma}{\alpha(1-\nu)L}} \quad (8.8)$$

qui vaut environ $0.35 MPa$ dans la glace.

Cette contrainte critique correspond à la contrainte résolue dans le système de glissement considéré pour l'empilement de dislocations. Étant donné l'amplitude des contraintes simulées, il est probable que la contrainte résolue, donnée par $\tau^{(k)} = \boldsymbol{\sigma} : \boldsymbol{\mu}^{(k)}$, dans au moins un des systèmes de glissement basaux soit supérieure à la contrainte critique τ_c , permettant la germination spontanée. Cependant, dans le bilan énergétique de la germination, l'énergie relaxée va être plus importante lorsque l'axe \mathbf{c} est aligné avec la direction de la contrainte.

Est-t-il possible que, du fait du gain énergétique plus important, cette orientation soit plus probable que les autres ? Ceci permettrait de contraindre l'orientation du germe lors de la germination spontanée.

$$\begin{array}{l|l} \mu = 3 \text{ GPa} & \nu = 0.33 \\ \gamma = 0.065 \text{ J.m}^{-2} & \rho_s = 10^{10} \text{ m}^{-2} \\ \mathbf{b} = 4.5 * 10^{-10} \text{ m} & \mathbf{L} = 5 \text{ mm} \\ \tau = 0.34 \text{ MPa} & \alpha = 1 \\ \beta = 100 & \end{array}$$

TABLEAU 8.1 – Valeurs utilisées par DUVAL et collab. [2012, figure 2] et pour les calculs d'énergies de la figure 8.11.

$$\begin{array}{l|l} \sigma = 3.5 \text{ MPa} & E^{initial} = 13.1 \text{ GPa} \\ \lambda = 1 & E^{final} = 15.0 \text{ GPa} \end{array}$$

TABLEAU 8.2 – Valeurs utilisées pour le calcul de l'énergie élastique (équation 8.4).

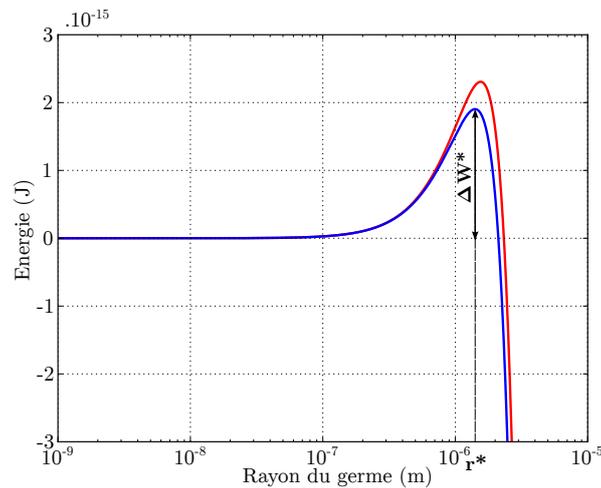


FIGURE 8.11 – Variation d'énergie obtenue à partir de l'équation 8.5 pour le même cas que celui décrit dans DUVAL et collab. [2012]. La courbe rouge ne prend pas en compte la variation d'énergie élastique et la courbe bleue prend en compte cette variation. Les valeurs utilisées sont celles des tableaux 8.1 et 8.2.

8.3.4 Impact de la germination orientée sur les textures de ce critère d'orientation

Bien que le modèle décrit ci-dessous ne soit pas totalement satisfaisant, nous avons réalisé une expérience numérique afin de voir si le critère d'orientation défini à partir de la variation d'énergie élastique peut expliquer le développement des textures observées. Cet exercice a pour objectif de savoir s'il est intéressant de poursuivre les efforts dans le développement de ce critère. Le critère d'orientation du germe obtenu ci-dessus dit que l'axe **c** du germe doit être aligné avec la composante principale du tenseur des contraintes locales. Afin de tester cela nous utilisons CraFT qui permet de simuler les hétérogénéités du champ de contrainte. La microstructure initiale est une microstructure granulaire artificielle ayant une texture aléatoire (figure 8.12). A partir des cartes de contraintes, nous regardons la

distribution de la direction de la contrainte principale ayant la valeur propre la plus importante. Afin de sélectionner seulement les zones de germination les plus probables, nous sélectionnons les 5% des pixels les plus proches des joints de grains ayant une déformation équivalente la plus élevée. La figure de pôle à droite (figure 8.12) montrent les orientations des germes qui se formeraient le plus favorablement.

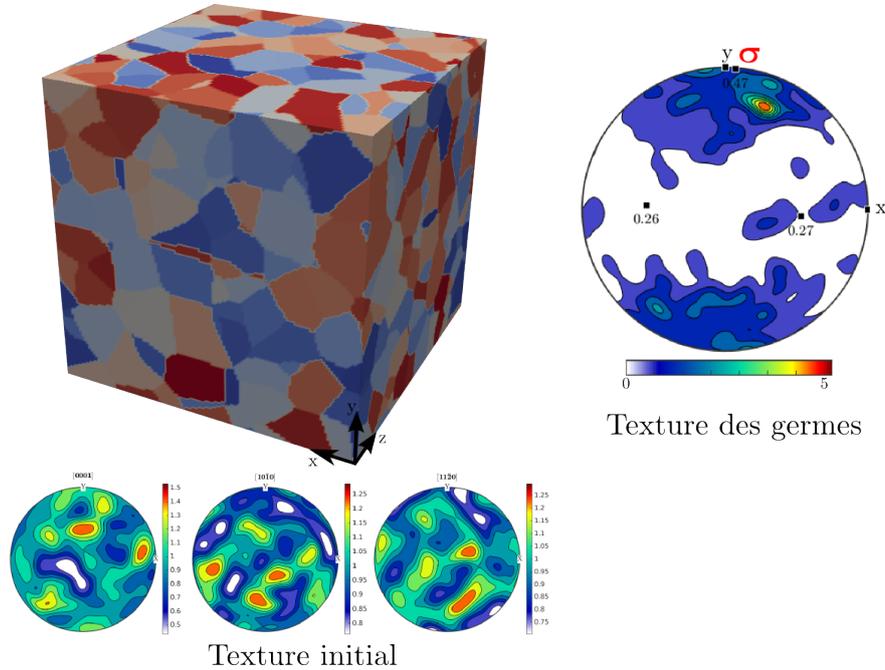


FIGURE 8.12 – Résultat d’une simulation CraFT 3D sur une microstructure granulaire (256^3 pixels^3) avec une texture aléatoire. La figure de pôle à droite représente l’orientation théorique des germes.

Plusieurs remarques importantes peuvent être discutées à partir de la figure 8.12 en comparant la texture théorique des germes et les textures obtenues expérimentalement lors d’essais de fluage sur la glace granulaire (figure 8.1) :

- Toutes les orientations présentes dans la texture obtenue expérimentalement sont aussi présentes dans la texture des germes les plus favorables. Ceci est un point intéressant car si il est statistiquement probable de germer un grain avec une certaine orientation, il va être difficile de la faire disparaître par migration orientée car la germination est continuellement active pendant la déformation. Ceci permet d’expliquer que des grains dont l’axe c est aligné avec la direction macroscopique de la contrainte soit présents bien que leurs facteurs de Schmid soient nuls pour les systèmes de glissements basaux.
- De la même manière, le fait qu’aucune orientation proche du plan perpendiculaire à σ (xOz) ne soit théoriquement favorable pour la germination (figure 8.12) est cohérent avec la disparition de ces orientations dans les textures expérimentales (figure 8.1). De plus, comme la simulation est réalisée à partir d’une texture aléatoire, ceci peut permettre d’expliquer le développement rapide des textures expérimentales qui dès 7% de déformation macroscopique montre une texture forte et proche de celle observée après 18% de déformation.
- La distribution des orientations des germes simulée est différente de la texture finale mesurée. Elle ne montre pas un maximum à 35° de l’axe de compression. Ceci montre que le critère de germination orientée proposé n’est pas suffisant pour expliquer le développement de la texture. Néanmoins, il est possible que ce critère associé à un

mécanisme de migration de joints de grains puissent conduire aux textures observées expérimentalement.

8.4 Conclusion

Une meilleure compréhension des mécanismes de germination est nécessaire afin de pouvoir mieux modéliser l'évolution des textures de recristallisation. Les tentatives de reproduire le développement des textures de recristallisation à l'aide d'un modèle incluant la migration de joints de grains et la recristallisation continue ne donnent pour l'instant pas de résultat satisfaisant, ce qui montre qu'il manque probablement un mécanisme de germination (figure 8.3). Dans le cas de la glace, la germination de grains fortement désorientés par rapport aux grains parents semble nécessaire pour expliquer correctement le développement des textures de recristallisation qui sont très différentes des textures de déformation.

Dans le but d'essayer de mieux contraindre l'orientation des grains lors de la germination, nous avons réalisé différentes expériences numériques. La première a permis de mettre en évidence que les germes ne sont pas forcément "bien orientés" pour se déformer plastiquement vis à vis de la contrainte macroscopique et de la contrainte locale. C'est une idée communément répandue dans la littérature [DUVAL et CASTELNAU, 1995; DUVAL et collab., 2012]. Nous proposons alors de contraindre l'orientation des germes à partir d'un critère basé sur la relaxation de l'énergie élastique lors de la germination. Bien que le mécanisme de germination proposé ne soit pas complètement satisfaisant, nous avons montré que la prise en compte de la relaxation d'énergie élastique tendrait à aligner l'axe c du germe avec la direction de la contrainte principale locale. Ce critère a été testé avec une simulation CraFT, lors du fluage de la glace polycristalline et donne des résultats encourageants. Une étude sur l'impact de la germination sur la relaxation des contraintes locales permettrait peut être de mieux définir ce mécanisme de germination orientée mais nécessite de disposer de codes de simulation permettant l'évolution de la microstructure au cours de l'essai et la prise en compte de la relaxation des champs de contrainte et déformation induite par l'apparition de ce germe.

Références

- ALLEY, R. B. 1992, «Flow-law hypotheses for ice-sheet modeling», *J. Glaciol*, vol. 38, n° 129, p. 245–256. [188](#)
- AZUMA, N. et A. HIGASHI. 1985, «Formation processes of ice fabric pattern in ice sheets», *Ann. Glaciol*, vol. 6, p. 130–134. [188](#)
- BOUCHEZ, J. L. et P. DUVAL. 1982, «The fabric of polycrystalline ice deformed in simple shear : experiments in torsion, natural deformation and geometrical interpretation.», *Textures and microstructures*, vol. 5, p. 171–190. [189](#)
- BURKE, J. E. et D. TURNBULL. 1952, «Recrystallization and grain growth», *Progress in Metal Physics*, vol. 3, doi: 10.1016/0502-8205(52)90009-9, p. 220–292, ISSN 0502-8205. [199](#)
- CHAUVE, T., M. MONTAGNAT, F. BAROU, K. HIDAS, A. TOMMASI et D. MAINPRICE. 2017, «Investigation of nucleation processes during dynamic recrystallization of ice using cryo-EBSD», *Phil. Trans. R. Soc. A*, vol. 375, n° 2086, doi: 10.1098/rsta.2015.0345, p. 20150345, ISSN 1364-503X, 1471-2962. [190](#)

- DURAND, G., A. SVENSSON, A. PERSSON, O. GAGLIARDINI, F. GILLET-CHAULET, J. SJOLTE, M. MONTAGNAT et D. DAHL-JENSEN. 2009, «Evolution of the Texture along the EPICA Dome C Ice Core», *Low Temperature Science*, vol. 68, n° Supplement, p. 91–105, ISSN 1880-7593. [188](#)
- DUVAL, P. et O. CASTELNAU. 1995, «Dynamic Recrystallization of Ice in Polar Ice Sheets», *Le Journal de Physique IV*, vol. 05, n° C3, doi: 10.1051/jp4:1995317, p. C3–197–C3–205, ISSN 1155-4339. [190](#), [192](#), [203](#)
- DUVAL, P., F. LOUCHET, J. WEISS et M. MONTAGNAT. 2012, «On the role of long-range internal stresses on grain nucleation during dynamic discontinuous recrystallization», *Materials Science and Engineering : A*, vol. 546, doi: 10.1016/j.msea.2012.03.052, p. 207–211, ISSN 0921-5093. [xiii](#), [189](#), [190](#), [192](#), [198](#), [199](#), [200](#), [201](#), [203](#)
- GRENNERAT, F., M. MONTAGNAT, O. CASTELNAU, P. VACHER, H. MOULINEC, P. SUQUET et P. DUVAL. 2012, «Experimental characterization of the intragranular strain field in columnar ice during transient creep», *Acta Materialia*, vol. 60, n° 8, doi: 10.1016/j.actamat.2012.03.025, p. 3655–3666, ISSN 1359-6454. [189](#), [192](#), [193](#)
- HUMPHREYS, F. J. 2004, «Nucleation in Recrystallization», *Materials Science Forum*, vol. 467-470, doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.467-470.107, p. 107–116, ISSN 1662-9752. [188](#)
- JOURNAUX, B., M. MONTAGNAT, T. CHAUVE, F. BAROU, A. TOMMASI, D. MAINPRICE et L. GEST. in prep., «Microstructure and texture evolution of polycrystalline ice during hot torsion», . [189](#), [190](#), [191](#)
- LLORENS, M.-G., A. GRIERA, P. D. BONIS, J. ROESSIGER, R. LEBENSOHN, L. EVANS et I. WEIKUSAT. 2016, «Dynamic recrystallisation of ice aggregates during co-axial viscoplastic deformation : a numerical approach», *Journal of Glaciology*, vol. 62, n° 232, doi: 10.1017/jog.2016.28, p. 359–377, ISSN 1727-5652. [189](#), [190](#), [191](#)
- MONTAGNAT, M., O. CASTELNAU, P. D. BONIS, S. H. FARIA, O. GAGLIARDINI, F. GILLET-CHAULET, F. GRENNERAT, A. GRIERA, R. A. LEBENSOHN, H. MOULINEC, J. ROESSIGER et P. SUQUET. 2014, «Multiscale modeling of ice deformation behavior», *Journal of Structural Geology*, vol. 61, doi: 10.1016/j.jsg.2013.05.002, p. 78–108, ISSN 0191-8141. [193](#)
- MONTAGNAT, M., T. CHAUVE, F. BAROU, A. TOMMASI, B. BEAUSIR et C. FRESSENGEAS. 2015, «Analysis of dynamic recrystallization of ice from ebsd orientation mapping», *Cryospheric Sciences*, doi: 10.3389/feart.2015.00081, p. 81. [188](#), [189](#)
- PADRÓN-NAVARTA, J. A., A. TOMMASI, C. J. GARRIDO et V. LÓPEZ SÁNCHEZ-VIZCAÍNO. 2012, «Plastic deformation and development of antigorite crystal preferred orientation in high-pressure serpentinites», *Earth and Planetary Science Letters*, vol. 349–350, doi: 10.1016/j.epsl.2012.06.049, p. 75–86, ISSN 0012-821X. [189](#)
- SUQUET, P., H. MOULINEC, O. CASTELNAU, M. MONTAGNAT, N. LAHELLEC, F. GRENNERAT, P. DUVAL et R. BRENNER. 2012, «Multi-scale modeling of the mechanical behavior of polycrystalline ice under transient creep», *Procedia IUTAM*, vol. 3, doi: 10.1016/j.piutam.2012.03.006, p. 76–90, ISSN 2210-9838. [195](#)
- VAN DER VEEN, C. J. et I. M. WHILLANS. 1994, «Development of fabric in ice», *Cold Regions Science and Technology*, vol. 22, n° 2, doi: 10.1016/0165-232X(94)90027-2, p. 171–195, ISSN 0165-232X. [188](#)

WENK, H.-R., M. ARMANN, L. BURLINI, K. KUNZE et M. BORTOLOTTI. 2009, «Large strain shearing of halite : Experimental and theoretical evidence for dynamic texture changes», *Earth and Planetary Science Letters*, vol. 280, n° 1–4, doi: 10.1016/j.epsl.2009.01.036, p. 205–210, ISSN 0012-821X. [189](#)

Conclusions et perspectives

Conclusions

Les travaux menés pendant cette thèse sont basés sur des expériences de fluage réalisées sur différents types de glace polycristalline dans les conditions où les mécanismes de recristallisation dynamique jouent un rôle important. Du fait de la forte anisotropie plastique du monocristal de glace [DUVAL et collab., 1983], le polycristal de glace est un matériau idéal pour étudier le lien entre les hétérogénéités de déformation et les mécanismes de recristallisation. Les essais réalisés sur de la glace polycristalline granulaire ont permis de caractériser plus finement le développement des microstructures et des textures de recristallisation ([MONTAGNAT et collab., 2015], chapitre 3) déjà observés par JACKA et MACCAGNAN [1984]. Les microstructures développées lors de nos essais réalisés à haute température montrent, en plus de la diminution de la taille des grains, de fortes hétérogénéités pour la migration de joints de grains qui se traduisent par des joints de grains en dents de scie. Ces joints de grains en dents de scie montrent que les hétérogénéités de déformation intra et inter-granulaires sont importantes et ne sont pas fortement relaxées par les mécanismes de recristallisation, cela même à haute température. Les textures de recristallisation sont caractérisées par le développement d'une orientation préférentielle des axes \mathbf{c} de la glace située à environ 35° de l'axe de compression. L'utilisation de l'*Electron BackScatter Diffraction* (EBSD) a également permis de montrer que les axes \mathbf{a} ne développent pas de texture particulière. De plus, ces cartes d'orientations donnent accès à une partie de la densité de *dislocations géométriquement nécessaires –ou Geometrically Necessary Dislocations–* (GND) à travers le calcul du tenseur de Nye. Ces calculs ont montré que la densité de GND augmente rapidement au début de la déformation, mais reste assez stable à partir de quelques pourcents de déformation. Ceci montre que l'équilibre entre les mécanismes de recristallisation dynamique ayant pour effet de réduire la densité de dislocations et les mécanismes de déformation augmentant la densité de dislocations, est rapidement atteint sans pour autant réduire les hétérogénéités locales. L'étude des mécanismes de germination, via l'observation des microstructures post-mortem par EBSD, a permis de caractériser les joints de grains en dents de scie, et également la présence de nombreux sous-joints de flexion et *kink bands* permettant d'accommoder la déformation. Cependant, l'utilisation de la glace granulaire pour l'étude des mécanismes de germination et de leurs liens avec l'évolution du champ de déformation est rapidement limitée à cause du caractère 2D des outils de caractérisation utilisés (mesure d'orientations avec *analyseur automatique de texture –ou Automatic Ice Texture Analyser –* (AITA) ou EBSD, mesure de champ par *corrélation d'images numériques –ou Digital Images Correlations–* (DIC)) et de la faible taille des grains ($\sim mm$). Par conséquent, nous nous sommes tournés vers une glace polycristalline colonnaire proposant une microstructure $2D - 1/2$, qui permet de distinguer sans ambiguïté les nouveaux grains des anciens grains et d'avoir une résolution intra-granulaire plus fine lors de la mesure du champ de déformation grâce aux grains plus larges.

Les essais réalisés sur la glace colonnaire ont permis de caractériser les différents mécanismes de germination accompagnant la recristallisation dynamique dans la glace ([CHAUVE et collab., 2017], chapitre 4). Comme lors des essais sur la glace granulaire, les joints de

grains en dents de scie ainsi que la formation de sous-joints de grains et de *kink bands* sont largement observés et caractérisés à plus haute résolution, en particulier en précisant la nature probable des dislocations impliquées dans leur formation ([CHAUVE et collab., in prep.], chapitre 5). Une forte interaction entre les sous-joints de grains et les joints de grains a été observée. Les sous-joints de grains peuvent servir d'ancrage aux joints de grains et ainsi faciliter le développement de joints de grains en dents de scie. L'ancrage réalisé par les sous-joints de grains sur les joints de grains a été également observé lors de recuit d'échantillons de glace colonnaire préalablement déformés [HIDAS et collab., submitted].

Le mécanisme de *Strain Induced Grain boundary Migration* (SIBM) conduit à la germination par *bulging* qui a été mis en évidence dans la glace. Ce mécanisme de germination développe une nouvelle microstructure le long d'anciens joints de grains ressemblant à un collier de nouveaux grains. La texture des germes est similaire à celle des grains parents car les germes sont issus de l'isolement et de la rotation de sous-grains.

Des nouveaux grains fortement désorientés par rapport aux grains parents ont également été caractérisés comme dans d'autres matériaux [LARSEN et collab., 2005; TREPMANN et collab., 2013; WU et JUUL JENSEN, 2007]. Le modèle de germination spontanée proposé par DUVAL et collab. [2012] ne contraint pas l'orientation du nouveau grain. Par conséquent, ce mécanisme, basé sur la relaxation des contraintes internes dues aux fortes concentrations de dislocations, pourrait permettre d'expliquer leur création.

La nature des dislocations joue un rôle important dans la déformation. Les mesures EBSD à relativement haute résolution, associées à une représentation astucieuse d'une partie du tenseur de Nye sous la forme du *Weighted Burger Vector* (WBV) [WHEELER et collab., 2009], ont permis de caractériser la nature des dislocations impliquées dans la formation des sous-joints ([CHAUVE et collab., in prep.], chapitre 5). La majorité des sous-joints observés sont des sous-joints de flexion constitués de dislocations basales. Ce type de sous-joint est bien documenté dans la glace [PIAZOLO et collab., 2008, 2015] et compose les *kink bands*. Nous avons également observé des *kink bands* dont le sous-joint n'est pas limité à un seul arrangement de dislocations mais possède une certaine épaisseur pour accommoder la déformation [CHAUVE et collab., 2017]. Bien que les sous-structures basales soient plus largement observées, nous avons pu mettre en évidence la présence de sous-structures ayant des dislocations avec un vecteur de Burgers selon **c** ou **c+a**. Ces observations ne se résument pas à une observation locale, mais lors d'essais de torsion, la proportion des sous-structures composées principalement de dislocations **c** est importante ($\sim 13\%$). De plus, cette proportion reste constante au cours de la déformation. La présence de dislocations **c**, qui avaient jusqu'alors été observées dans des conditions spécifiques [HIGASHI, 1988] ou indirectes [WEIKUSAT et collab., 2011], montre qu'il est possible d'en activer lors du fluage de la glace. Ces observations pourraient apporter une justification à la loi de comportement de la glace [SUQUET et collab., 2012] s'il était possible d'évaluer la contribution des dislocations **c** à la déformation cumulée (par un glissement conséquent), au delà d'une contribution limitée à l'accommodation des hétérogénéités de contraintes locales telle que nous avons pour l'instant pu l'observer. Les dislocations **c** nécessitent une contrainte seuil plus importante que les dislocations basales comme le suggèrent les résultats présentés dans DUVAL et collab. [1983], ainsi ces sous-structures se développent préférentiellement dans les zones où la contrainte locale est suffisante en amplitude pour activer ces systèmes défavorables.

Tous ces mécanismes de recristallisation jouent un rôle important pour accommoder la déformation. Afin de mieux comprendre leur lien avec les hétérogénéités de déformation, le champ de déformation a été mesuré au cours des essais de fluages. Le champ de déformation est structuré en bandes de déformation où les mécanismes de recristallisation dynamique sont actifs. Ces bandes ont une longueur supérieure à celle de la taille des grains, ce qui

laisse présager d'une distance d'interaction importante probablement gouvernée par les hétérogénéités du champ de contrainte (~ 5 fois la taille moyenne des grains). La nouvelle microstructure développée lors de la recristallisation redistribue les hétérogénéités de déformation autour de la zone recristallisée. Par conséquent, les zones recristallisées semblent être les plus propices pour recristalliser à nouveau. Ceci montrerait un phénomène d'auto-entretien de la déformation grâce à la recristallisation dynamique, permettant ainsi une ductilité plus importante ([CHAUVE et collab., 2015], chapitres 6 et 7).

Néanmoins, ces analyses se limitent à des déformations macroscopiques inférieure à 5%, il est donc possible que les taux de déformation atteints ne soient pas suffisant pour voir la déformation se localiser à de nouveaux endroits.

Les textures développées lors de la recristallisation dynamique sont fortes et se développent rapidement. Dès 7% de déformation, la texture est déjà très marquée. Afin de permettre le développement de fortes textures, il semble nécessaire d'avoir une germination orientée. Une germination aléatoire associée à un grossissement des grains sélectifs conduirait au développement de textures faibles. Étant donné la forte anisotropie plastique de la glace, les hétérogénéités de déformation sont importantes et aucune orientation cristalline ne semble être plus favorable à la déformation qu'une autre [GRENNERAT et collab., 2012]. Par conséquent, le *bulging* ou la recristallisation continue n'ont pas une probabilité plus importante de se produire pour une orientation particulière. La texture associée aux germes issus de ces mécanismes à la même distribution que celle des grains parents. Le développement des fortes textures, à partir d'une texture uniforme, nécessiterait donc un autre mécanisme. Le mécanisme conduisant à la formation de nouveaux grains fortement désorientés par rapport aux grains parents est un candidat. Il est communément reporté dans la littérature que ces nouveaux grains facilitent la déformation plastique [DUVAL et CASTELNAU, 1995; DUVAL et collab., 2012]. Autrement dit, ces grains sont "bien orientés" soit pour se déformer par glissement de dislocations basales ou permettent de modifier les champs de contraintes locaux afin de rendre la déformation macroscopique plus facile. Les simulations réalisées pour tester ces hypothèses, associées aux observations expérimentales, n'ont pas permis de conclure à la validité de cette proposition de "germe bien orienté" (chapitre 8).

Un modèle qui permettrait de contraindre l'orientation des grains germés par le mécanisme de germination spontanée a été proposé (chapitre 8). Il se base sur la relaxation de l'énergie élastique possible grâce à l'anisotropie élastique du monocristal de glace. Cette relaxation est maximale lorsque l'axe *c* du germe est aligné avec la direction de la contrainte principale locale, favorisant ainsi cette orientation pour le germe. Afin de tester l'impact de ce critère d'orientation pour les germes, des simulations à champ complet (CraFT) ont été réalisées. La texture des germes obtenue selon ce critère, lors de la déformation d'un polycristal ayant une texture isotrope, possède certaines similitudes avec la texture de recristallisation obtenue expérimentalement. Notons, par exemple, que ce critère de germination favorise la disparition rapide des orientations perpendiculaires à la direction de compression comme observé expérimentalement. Néanmoins, ce critère de germination seul n'est pas suffisant pour contraindre complètement le développement des textures de recristallisation observées. Il est donc nécessaire de le coupler avec un autre mécanisme comme la migration de joints de grains par exemple qui est très active lors de nos essais.

Pour conclure, en plus des informations spécifiques concernant les mécanismes de germination ([CHAUVE et collab., in prep.], chapitre 4), ou les dislocations impliquées ([CHAUVE et collab., 2017], chapitre 5) lors de la recristallisation dynamique dans la glace, nous avons montré que les hétérogénéités de déformation et de contrainte, construites à cause de la forte anisotropie plastique du matériau, jouent un rôle important lors de la recristallisation dynamique ([CHAUVE et collab., 2015], chapitres 6, 7 et 8). Dans un polycristal ayant une

texture isotrope, aucune orientation cristallographique ne semble se déformer plus favorablement qu'une autre [GRENNERAT et collab., 2012]. Il semble donc nécessaire de sortir de la vision classique disant que les grains "favorablement" orientés vis à vis de la contrainte macroscopique se déforment plus ou sont plus favorables comme site de germination que les autres. Cette justification est encore souvent utilisée même dans le cas de la glace [CYPYCH et collab., 2016]. Par conséquent, il semble nécessaire, dans le cas des matériaux fortement anisotropes, d'utiliser des modèles à champs complets afin de bien reproduire les hétérogénéités de déformation à la base des mécanismes de germination proposés.

Perspectives

Les hétérogénéités de déformation jouent un rôle essentiel pour la déformation et les mécanismes de recristallisation dynamique dans les matériaux fortement anisotropes comme la glace. Comme mis évidence dans les chapitres 6 et 7, la recristallisation se localise dans les bandes de déformation. Cependant, la relative stabilité du motif de déformation est surprenante car les microstructures sont fortement recristallisées après 7% de déformation macroscopique. Ainsi, l'impact du développement des textures sur les hétérogénéités de déformation reste une question ouverte. Notons que l'adhésion du mouchetis sur la glace limite actuellement la durée des essais à environ 72h. Par conséquent, du fait de ces contraintes techniques, il est nécessaire de trouver une alternative pour investiguer cette question.

Une première solution est de réaliser des essais avec des échantillons ayant une texture initiale différente. Pour cela, il est nécessaire d'être capable de fabriquer ces échantillons ayant une microstructure similaire mais une texture différente. Une solution serait de déformer préalablement l'échantillon pour développer une texture et de la recuire afin de supprimer au maximum les hétérogénéités du champ de dislocations construites lors de la première déformation et les joints de grains en dents de scie, qui pourraient avoir une influence sur la déformation lors de l'essai.

Une seconde solution serait de ré-appliquer le mouchetis à la surface de l'échantillon tous les 2 jours, ce qui, en contre partie lors de la décharge induit une déformation recouverte qui peut être importante [GRENNERAT, 2011].

Une autre limitation importante de nos essais est que nous nous sommes cantonnés à une gamme de températures et de contraintes très restreinte. Les essais réalisés à plus forte contrainte, à la transition ductile-fragile, ont montré des résultats prometteurs. Il serait intéressant d'explorer une gamme de contraintes et de températures plus importante. Par exemple, diminuer la température permettrait de réduire l'effet de la migration de joints de grains et ainsi d'observer plus clairement l'impact de la germination sur le développement des textures. Ce type d'essais permettrait probablement de mieux appréhender la texture associée aux nouveaux grains et potentiellement d'éclairer le mécanisme de germination spontanée proposé par DUVAL et collab. [2012] qui n'a pas encore de validation expérimentale robuste. De plus, cela permettrait également d'investiguer l'effet éventuel de la relaxation d'énergie élastique pour contraindre l'orientation des germes (chapitre 8). Néanmoins, la diminution de la température conduit à des expériences de plus en plus longues, ce qui peut poser des problèmes techniques.

L'exploration d'une plus grande gamme de températures et de contraintes n'est pas le seul axe envisageable. Il serait également intéressant de changer de type d'essai. On peut actuellement faire des essais de torsion et il sera bientôt possible de faire des essais à vitesse de déformation imposée à l'aide d'une nouvelle presse développée en collaboration avec Joël Monnatte et Sylvain Drapier à l'école des Mines de Saint-Étienne.

L'observation indirecte de dislocations **c** pose la question de leur impact sur la déformation et leur prise en compte dans la loi élasto-viscoplastique de la glace. Dans SUQUET et collab. [2012], le glissement de dislocations dans les plans pyramidaux était permis par

nécessité mais extrêmement difficile. Il pourrait être intéressant de ré-investiguer la paramétrisation de cette loi au regard de ces résultats. L'assimilation des données de mesure de champ réalisées par DIC pourrait également être une piste complémentaire pour une meilleure paramétrisation de la loi de comportement de la glace.

Pour finir, la nature et le comportement des joints de grains est une question importante pour la déformation et la recristallisation. Bien que peu étudiées dans cette thèse, de nombreuses observations sont notables et nécessiteraient plus d'investigations. Par exemple, l'interaction avec les sous-joints de grains permettant l'ancrage de sous-joints de grains et le développement de joints de grains en dents de scie ([CHAUVE et collab., 2017], chapitre 4), ou encore la déformation produite par la migration des sous-joints de grains mesurable par DIC ([CHAUVE et collab., 2015], chapitre 6) sont des observations intéressantes pour mieux appréhender le comportement des joints de grains dans la glace. Des essais de recuit, pendant lesquels la migration de joints de grains est très active [HIDAS et collab., submitted], couplés avec des mesures de champs de déformation par DIC pourraient être intéressants pour essayer de mieux comprendre les déformations induites par la migration de joints de grains.

CHAUVE, T., M. MONTAGNAT, F. BAROU, K. HIDAS, A. TOMMASI et D. MAINPRICE. 2017, «Investigation of nucleation processes during dynamic recrystallization of ice using cryo-EBSD», *Phil. Trans. R. Soc. A*, vol. 375, n° 2086, doi: 10.1098/rsta.2015.0345, p. 20150 345, ISSN 1364-503X, 1471-2962. 209, 210, 211, 214

CHAUVE, T., M. MONTAGNAT, S. PIAZOLLO, B. JOURNAUX, J. WHEELER, F. BAROU, A. TOMMASI et D. MAINPRICE. in prep., «Non-basal dislocations in ice revealed by ebsd and weighted burgers vector analysis», . 210, 211

CHAUVE, T., M. MONTAGNAT et P. VACHER. 2015, «Strain field evolution during dynamic recrystallization nucleation ; A case study on ice», *Acta Materialia*, vol. 101, doi: 10.1016/j.actamat.2015.08.033, p. 116–124, ISSN 1359-6454. 211, 214

CYPRYCH, D., S. PIAZOLO, C. J. L. WILSON, V. LUZIN et D. J. PRIOR. 2016, «Rheology, microstructure and crystallographic preferred orientation of matrix containing a dispersed second phase : Insight from experimentally deformed ice», *Earth and Planetary Science Letters*, vol. 449, doi: 10.1016/j.epsl.2016.06.010, p. 272–281, ISSN 0012-821X. 212

DUVAL, P., M. F. ASHBY et I. ANDERMAN. 1983, «Rate-controlling processes in the creep of polycrystalline ice», *The Journal of Physical Chemistry*, vol. 87, n° 21, p. 4066–4074. 209, 210

DUVAL, P. et O. CASTELNAU. 1995, «Dynamic Recrystallization of Ice in Polar Ice Sheets», *Le Journal de Physique IV*, vol. 05, n° C3, doi: 10.1051/jp4:1995317, p. C3–197–C3–205, ISSN 1155-4339. 211

DUVAL, P., F. LOUCHET, J. WEISS et M. MONTAGNAT. 2012, «On the role of long-range internal stresses on grain nucleation during dynamic discontinuous recrystallization», *Materials Science and Engineering : A*, vol. 546, doi: 10.1016/j.msea.2012.03.052, p. 207–211, ISSN 0921-5093. 210, 211, 213

GRENNERAT, F. 2011, *Hétérogénéités de déformation au cours du fluage transitoire de la glace polycristalline. Mesures par corrélation d'images numériques et modélisation*, thèse de doctorat, Grenoble. 213

- GRENNERAT, F., M. MONTAGNAT, O. CASTELNAU, P. VACHER, H. MOULINEC, P. SUQUET et P. DUVAL. 2012, «Experimental characterization of the intragranular strain field in columnar ice during transient creep», *Acta Materialia*, vol. 60, n° 8, doi: 10.1016/j.actamat.2012.03.025, p. 3655–3666, ISSN 1359-6454. [211](#), [212](#)
- HIDAS, K., A. TOMMASI, D. MAINPRICE, T. CHAUVE, F. BAROU et M. MONTAGNAT. submitted, «Microstructural evolution during thermal annealing of ice-Ih», . [210](#), [214](#)
- HIGASHI, A. 1988, *Lattice defects in ice crystals*, Hokkaido University Press. [210](#)
- JACKA, T. et M. MACCAGNAN. 1984, «Ice crystallographic and strain rate changes with strain in compression and extension», *Cold Regions Science and Technology*, vol. 8, n° 3, doi: 10.1016/0165-232X(84)90058-2, p. 269–286, ISSN 0165-232X. [209](#)
- LARSEN, A. W., H. F. POULSEN, L. MARGULIES, C. GUNDLACH, Q. XING, X. HUANG et D. J. JENSEN. 2005, «Nucleation of recrystallization observed in situ in the bulk of a deformed metal», *Scripta Materialia*, vol. 53, n° 5, doi: 10.1016/j.scriptamat.2005.04.053, p. 553–557, ISSN 1359-6462. [210](#)
- MONTAGNAT, M., T. CHAUVE, F. BAROU, A. TOMMASI, B. BEAUSIR et C. FRESSENGEAS. 2015, «Analysis of dynamic recrystallization of ice from ebsd orientation mapping», *Cryospheric Sciences*, doi: 10.3389/feart.2015.00081, p. 81. [209](#)
- PIAZOLO, S., M. MONTAGNAT et J. R. BLACKFORD. 2008, «Sub-structure characterization of experimentally and naturally deformed ice using cryo-EBSD», *Journal of Microscopy*, vol. 230, n° 3, doi: 10.1111/j.1365-2818.2008.02014.x, p. 509–519, ISSN 1365-2818. [210](#)
- PIAZOLO, S., M. MONTAGNAT, F. GRENNERAT, H. MOULINEC et J. WHEELER. 2015, «Effect of local stress heterogeneities on dislocation fields : Examples from transient creep in polycrystalline ice», *Acta Materialia*, vol. 90, doi: 10.1016/j.actamat.2015.02.046, p. 303–309, ISSN 1359-6454. [210](#)
- SUQUET, P., H. MOULINEC, O. CASTELNAU, M. MONTAGNAT, N. LAHELLEC, F. GRENNERAT, P. DUVAL et R. BRENNER. 2012, «Multi-scale modeling of the mechanical behavior of polycrystalline ice under transient creep», *Procedia IUTAM*, vol. 3, doi: 10.1016/j.piutam.2012.03.006, p. 76–90, ISSN 2210-9838. [210](#), [213](#)
- TREPMANN, C. A., J. RENNER et A. DRUIVENTAK. 2013, «Experimental deformation and recrystallization of olivine - processes and timescales of damage healing during postseismic relaxation at mantle depths», *Solid Earth*, vol. 4, doi: 10.5194/se-4-423-2013, p. 423–450. [210](#)
- WEIKUSAT, I., A. MIYAMOTO, S. H. FARIA, S. KIPFSTUHL, N. AZUMA et T. HONDOH. 2011, «Subgrain boundaries in Antarctic ice quantified by X-ray Laue diffraction», *Journal of Glaciology*, vol. 57, n° 201, doi: 10.3189/002214311795306628, p. 111–120, ISSN 00221430, 17275652. [210](#)
- WHEELER, J., E. MARIANI, S. PIAZOLO, D. PRIOR, P. TRIMBY et M. DRURY. 2009, «The weighted Burgers vector : a new quantity for constraining dislocation densities and types using electron backscatter diffraction on 2d sections through crystalline materials», *Journal of Microscopy*, vol. 233, n° 3, doi: 10.1111/j.1365-2818.2009.03136.x, p. 482–494, ISSN 1365-2818. [210](#)

WU, G. L. et D. JUUL JENSEN. 2007, «Orientations of recrystallization nuclei developed in columnar-grained Ni at triple junctions and a high-angle grain boundary», *Acta Materialia*, vol. 55, n° 15, doi: 10.1016/j.actamat.2007.05.019, p. 4955–4964, ISSN 1359-6454. [210](#)