



HAL
open science

Étude de surfaces sous contrainte à l'échelle atomique : application au cas du niobium

Benjamin Douat

► **To cite this version:**

Benjamin Douat. Étude de surfaces sous contrainte à l'échelle atomique : application au cas du niobium. Physique Atomique [physics.atom-ph]. Université de Poitiers, 2018. Français. NNT : 2018POIT2274 . tel-02460672

HAL Id: tel-02460672

<https://theses.hal.science/tel-02460672>

Submitted on 30 Jan 2020

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 l'obtention du grade de
DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE POITIERS

Faculté des Sciences Fondamentales et Appliquées

(Diplôme National - Arrêté du 25 mai 2016)

Ecole Doctorale : SIMMEA

Domaine de recherche : Milieux Denses, Matériaux et Composants

Etude de surfaces sous contrainte à l'échelle atomique : application au cas du niobium

présentée et soutenue publiquement par

Benjamin Douat

le 25 juin 2018

Directeurs de thèse : **Christophe Coupeau & Joël Bonneville**

Jury

Laurent PROVILLE	Chercheur, CEA de Saclay	Rapporteur
Daniel CAILLARD	Directeur de Recherche Emérite, CNRS-CEMES	Rapporteur
Yannick CHAMPION	Directeur de Recherche, CNRS-INP Grenoble	Examinateur
Ludovic DOUILLARD	Chercheur, CEA de Saclay	Examinateur
Christophe COUPEAU	Professeur, Université de Poitiers	Examinateur
Joël BONNEVILLE	Professeur, Université de Poitiers	Examinateur

Institut Pprime

Département Physique et Mécanique des Matériaux

CNRS - Université de Poitiers – ISAE-ENSMA - UPR 3346

11 Boulevard Marie et Pierre Curie BP 30179

F86962 FUTUROSCOPE CHASSENEUIL Cedex, France

Table des matières

Introduction	1
1 Reconstruction de surface du niobium	5
1.1 Etat de l'art	6
1.2 Protocoles expérimentaux	8
1.3 Résultats expérimentaux	10
1.3.1 Surface {100}	10
1.3.2 Surface {111}	12
1.4 Modélisation de la reconstruction en {111}	19
1.5 Conclusion	22
2 Plasticité dans les BCC à l'échelle atomique	25
2.1 Etat de l'art	26
2.1.1 Bref historique	26
2.1.2 Force de frottement de réseau et structures de cœur des dislocations vis	26
2.1.3 Plans de glissement et écart à la loi de Schmid	32
2.2 Protocoles expérimentaux	35
2.3 Détermination expérimentale du vecteur de Burgers	37
2.4 Analyse des traces de glissement	42
2.4.1 Protocole d'analyse	42
2.4.2 Résultats à 200 K et 293 K	45
2.4.3 Résultats à 90 K	48
2.4.4 Discussion	53
2.5 Etude de dipôles	59
2.5.1 Observations expérimentales	59
2.5.2 Simulations atomistiques	63
2.5.3 Interaction de dislocations vis parallèles dans un milieu élastique anisotrope infini	71
2.5.4 Bilan	75
2.6 Conclusions et perspectives	77
3 Interactions entre traces de glissement et marches vicinales	79
3.1 Observations UHV-STM	80
3.2 Modélisation	84

3.2.1	Rappel d'élasticité	84
3.2.2	Elasticité de surface : cas de marches	84
3.2.3	Système modèle	86
3.2.4	Etude des positions d'équilibres : calcul des forces d'interaction élastique	88
3.2.5	Etude du potentiel chimique en surface : vers une étude cinétique de l'évolution de la surface.	93
3.3	Bilan et perspectives	97
Conclusion		101
A Protocole d'analyse des traces de glissement		105
B Tenseur des contraintes d'une dislocation vis dans un milieu anisotrope		109
C Contraintes $\sigma_{(\bar{1}10)}^R$ et $\sigma_{(0\bar{1}1)}^R$		111
D Tenseurs dus à une marche infinie et semi-infinie		115
D.1	Tenseurs dus à une marche infinie	115
D.2	Tenseurs dus à une marche semi-infinie	116
E Tenseurs des contraintes et des déformations d'une dislocation vis dans un milieu isotrope semi-infinie		119
Annexes		105
Glossaire		121
Bibliographie		121

Introduction

La plasticité des matériaux cristallins est principalement régie par les dislocations. L'émergence de dislocations en surface de matériaux se traduit par l'apparition de marches en surface, appelées trace de glissement. Une trace de glissement, induite par une seule dislocation, a une hauteur égale à la composante du vecteur de Burgers normale à la surface et son tracé est lié aux plans de glissement empruntés par la dislocation. Les traces de glissement contiennent donc l'historique des plans de glissement des dislocations et le nombre des dislocations émergentes. De plus, si le nombre de dislocations émergentes est suffisant, leur observation est possible dès l'échelle macroscopique (à l'œil ou par microscopie optique). Pour ces raisons, les traces de glissement ont été très largement utilisées pour appréhender les mécanismes de déformation plastique.

Dans les matériaux cubiques à corps centré –ou *Body Centered Cubic*– (BCC), des traces de glissement "ondulées" ont régulièrement été observées [1] par microscopie optique, Microscopie Electronique à Balayage (MEB) et microscopie à force atomique –ou *Atomic Force Microscope*– (AFM) qui ne permettent pas d'avoir une résolution à l'échelle atomique. Les "faibles" résolutions spatiales rendent difficile (voire impossible) l'identification des plans de glissement associés aux traces de glissement. Il en ressort toutefois que les traces de glissement sont associées à des plans de type $\{110\}$ et $\{112\}$, ou sont associées à un plan moyen qui correspond au plan de contrainte résolue maximale –ou *Maximum Resolved Shear Stress Plane*– (MRSSP) ce que Taylor et Elam [2] avait appelé "pencil glide".

La plasticité des matériaux BCC est étudiée depuis plus de soixante ans. En dessous d'une température T_a , la plasticité est régie par les dislocations vis de vecteur de Burgers $a/2 < 111 >$ qui subissent un fort frottement de réseau [3]. Celui-ci est principalement attribué à une structure de cœur non-plane des dislocations vis. Suivant les simulations atomistiques [1], il est suggéré que les dislocations vis ont une structure de cœur compacte ou dégénérée. Cependant, suivant la configuration de cœur de la dislocation vis, c.-à-d. compacte ou dégénérée, le passage d'une rangée dense à une autre se fait sur le même plan de type $\{110\}$ ou alternativement sur deux plans $\{110\}$ en zone, respectivement. De plus, en dessous d'une température T_c , les matériaux BCC présentent une asymétrie en tension et en compression, ainsi qu'une déviation à la loi de Schmid [1,2].

Dans ce contexte, nous avons étudié des monocristaux de niobium sous contrainte. Le niobium est un matériaux réfractaire principalement utilisé pour ces propriétés supraconductrice [4, 5] et qui est de structure cristallographique BCC. Nous avons utilisé le dispositif expérimental original Nanoplast [6] qui permet, sous environnement Ultra-Haut Vide (UHV), d’observer la surface d’un échantillon par *microscopie à effet tunnel* –ou *Scanning Tunneling Microscope*– (STM) tout en le déformant en compression et en température. L’originalité de nos travaux réside dans la possibilité d’étudier *in situ*, à l’échelle atomique, la surface sous contrainte et donc les traces de glissement.

Le chapitre I présente la procédure expérimentale de préparation de surface et les résultats sur l’état de surface qui en résulte par observation STM et analyse *spectroscopie des électrons Auger* –ou *Auger Electron Spectroscopy*– (AES). Cette étude porte sur les surfaces {100} et {111} de monocristaux de niobium. Elle apporte notamment la connaissance de la surface Nb(111) nécessaire pour les études des chapitres II et III.

Le chapitre II est consacré à l’étude de la plasticité de monocristaux de niobium déformés plastiquement en compression à 90 K, 200 K et 293 K. La surface Nb(111) est observée *in situ* sous contrainte par STM. Les observations de la surface à l’échelle atomique permettent :

- la détermination des vecteurs de Burgers des dislocations émergentes,
- l’analyse des traces de glissement à cette résolution, afin de déterminer les plans de glissement associés et leurs proportions,
- l’étude des configurations de dipôles observés.

Les résultats permettent de discuter de la plasticité des matériaux BCC, notamment de la structure de cœur (compact/dégénéré) des dislocations vis qui régissent la plasticité.

Enfin, le chapitre III est aborde la réorganisation, voire la disparition, de terrasses atomiques observées sur la surface Nb(111) à 200 K et 293 K sous contrainte. Une approche en élasticité isotrope des interactions entre marches vicinales, dislocations émergentes et traces de glissement est développée. Les forces sur les marches et les potentiels chimiques calculés permettent de proposer des scénarios de la disparition des terrasses.

Chapitre 1

Reconstruction de surface du niobium

1.1 Etat de l'art

A l'équilibre thermodynamique, la structure cristalline d'un matériau est définie par la configuration de plus basse énergie, en volume comme en surface. Cependant, la structure de surface ne prolonge pas nécessairement celle du volume. En effet, la création d'une surface engendre des liaisons pendantes qui changent les positions stables des atomes. Cela donne lieu à une relaxation élastique de la surface et possiblement à une reconstruction de surface, *i.e.* à un changement de sa structure cristallographique. Les propriétés de la surface peuvent aussi différer de celles du volume. C'est le cas, par exemple, des propriétés supraconductrices du niobium, sensibles aux impuretés en surface qui affectent la température de transition supraconductrice [7], et utilisé dans les cavités à radiofréquence des accélérateurs de particules [4, 7–9]. Ce constat a justifié par le passé l'étude des surfaces du niobium et notamment les processus d'oxydation de surface. Les surfaces $\{100\}$ et $\{110\}$ ont particulièrement été étudiées [10–16], puisqu'elles correspondent aux directions de texturation induites par le laminage, procédé utilisé pour leur mise en forme. Pour éliminer ces impuretés, des cycles de bombardement ionique et de recuit sont généralement réalisés sous UHV. Le bombardement ionique permet ainsi d'éliminer les impuretés en carbone et azote. Pour l'oxygène, il est nécessaire d'effectuer des recuits à haute température (2500 K) [11], proches de la température de fusion (2750 K). A des températures inférieures, la surface est constituée d'oxydes de niobium qui s'organisent en différentes structures. Sur les surfaces de type $\{110\}$, des chaînes linéaires d'oxyde de niobium se forment avec une rotation de 5° par rapport aux directions de type $\langle 111 \rangle$ [12, 16, 17]. Cette structure est observée même après des recuits à 1930°C et semble se former sur plusieurs couches atomiques. Sur les surfaces de type $\{100\}$, plusieurs structures ont été observées. A des températures de recuit de 1000°C , des cristaux de NbO se forment en surface [13]. An *et al.* [14] ont étudié de façon systématique l'état d'une surface de type $\{100\}$ d'un monocristal de niobium après des recuits sur une gamme de température de 1970 K à 2500 K. Les images de STM de la surface qu'ils ont obtenues sont représentées en Fig. 1.1, ainsi que les clichés de LEED associés. Les positions atomiques des structures y sont indiquées par des points blancs et les mailles cristallographiques par des tracés noirs. Aux plus basses températures, trois structures d'oxyde de niobium ont été identifiées, en fonction des conditions de recuit (température croissante de (a) à (h)). Sur les images de STM (a), (b), (c) et (d), on observe en contraste plus clair des structures en serpentins suivant les directions $[001]$ et $[010]$. Elles sont dues à la formation des structures $(3 \times 1)\text{-O}$ et $(4 \times 1)\text{-O}$ dont seuls les atomes de niobium sont visibles. Ces structures en serpentins sont composées de bandes possédant une structure $c(1 \times 1)\text{-O}$ de $0,31 \text{ nm} \times 0,31 \text{ nm}$. Les structures $(3 \times 1)\text{-O}$ et $(4 \times 1)\text{-O}$ diffèrent par l'espacement entre les bandes qui est de deux fois la distance interatomique pour l'une et de trois fois pour l'autre. Sur les images (e), (f) et (g), on observe la structure $c(2 \times 2)\text{-O}$ formant soit des bandes (image

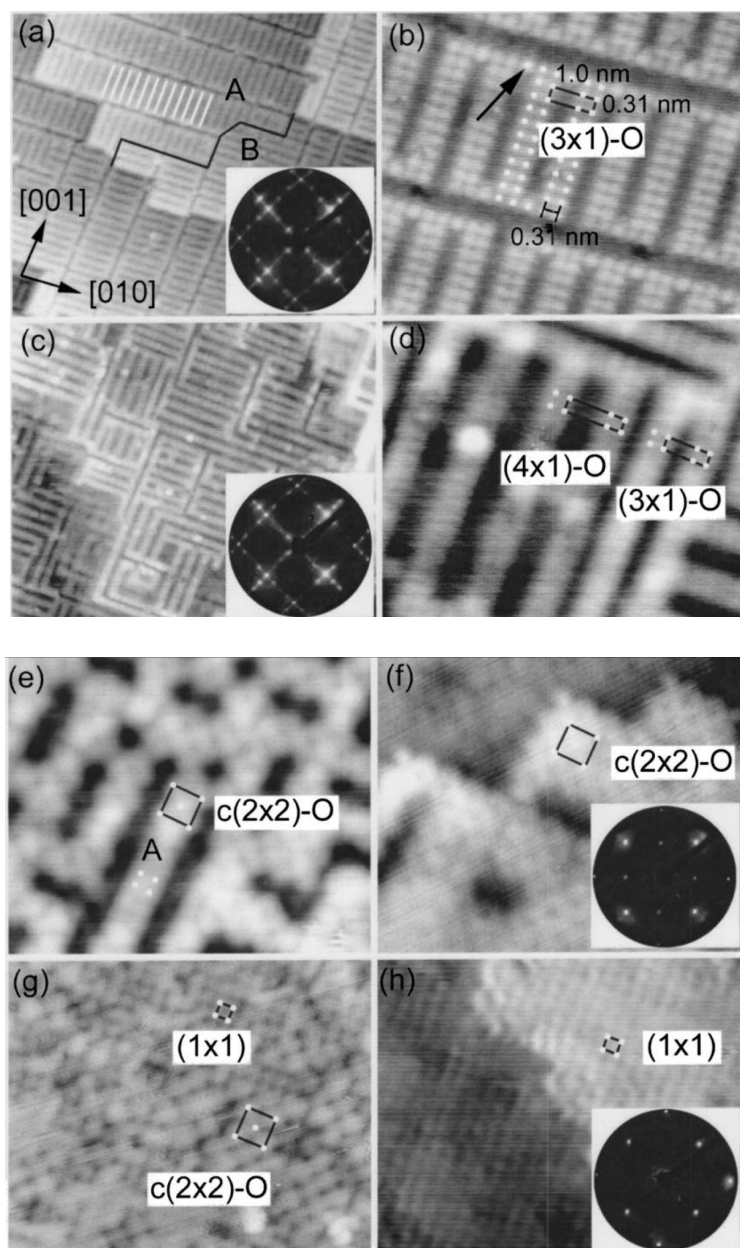


FIGURE 1.1 – Reconstruction de la surface (100) pour différentes conditions de recuit. Après recuit à 1970 K, (a) 40 nm × 33 nm, (b) 8,5 nm × 7 nm. Après recuit à 2270 K, (c) 40 nm × 33 nm, (d) 8,5 nm × 7 nm. Après un recuit à 2370 K, (e) 8,5 nm × 7 nm. Après plusieurs recuits à 2370 K, (f) 40 nm × 33 nm. Après un recuit à 2500 K, (g) 8,5 nm × 7 nm. Après plusieurs recuits à 2500 K, (h) 8,5 nm × 7 nm. (Observation STM et clichés diffraction d'électrons lents –ou *Low Electron Energy Diffraction*– (LEED) correspondants) [14]

(e)) suivant les directions [001] et [010], soit une couche homogène (image (f)) ou partielle sur la structure (1×1) du niobium (image (g)). Chacune des structures est obtenue pour des températures de recuit différentes. La structure (3×1) -O est observée après des recuits à 1970 K et conjointement à la structure (4×1) -O après des recuits à 2270 K. La structure $c(2 \times 2)$ -O est quant à elle observée après des recuits de 2370 K et 2500 K. D'après les analyses par AES, chaque structure se forme à différentes concentrations en oxygène, ce qui est révélé par les ratios d'intensités entre le pic de l'oxygène $I_O =$ à 510 eV et le pic du niobium $I_{Nb} =$ à 167 eV. Les ratios I_O/I_{Nb} des structures (3×1) -O, (4×1) -O et $c(2 \times 2)$ -O sont respectivement de 0,36, 0,26 et 0,16 (ces ratios ne reflètent évidemment pas directement la concentration des éléments). Enfin, la structure (1×1) est attribuée à la surface du niobium sans impureté (image (h)) avec un ratio de $I_O/I_{Nb} = 0,06$, obtenue après plusieurs recuits à 2500 K.

En conclusion, les travaux effectués par le passé sur les surfaces $\{100\}$ et $\{110\}$ indiquent qu'il est nécessaire d'effectuer des recuits à haute température, pouvant aller jusqu'à 0,93 fois la température de fusion, pour éliminer les oxydes de surface. Pour des températures inférieures, la formation d'oxyde a été observée et conduit à différentes structures caractéristiques. Étonnamment, la surface $\{111\}$ du niobium n'a fait, à notre connaissance, l'objet que de peu d'études.

1.2 Protocoles expérimentaux

Nous cherchons à étudier la plasticité de matériaux BCC par l'analyse de traces de glissement à la résolution atomique. Pour ce faire, des spécifications de surface sont nécessaires :

- Pour distinguer les traces de glissement, il est préférable d'avoir des terrasses les plus grandes possibles (> 50 nm de large).
- On a vu dans la partie précédente la complexité des structures d'oxyde de niobium. Par conséquent, nous ne souhaitons pas avoir d'oxyde en surface pour ne pas altérer l'analyse des traces de glissement.
- Pour analyser ces traces à une nouvelle échelle, nous souhaitons avoir la résolution atomique, notamment le long de la trace.

Les surfaces Nb $\{111\}$ et Nb $\{100\}$ que nous avons étudiées ont été préparées sous UHV et observées par UHV-STM sur le banc expérimental Nanoplast [6]. Les échantillons ont été disposés dans un porte-échantillon conçu pour des tests mécaniques, qui laisse libre les déplacements de l'échantillon suivant l'axe de compression, sous réserve des forces de friction. Il permet la mise sous contrainte des échantillons dont les résultats seront présentés aux Chap. 2 et 3. Les dimensions nominales des échantillons sont de 2×2 mm² de section et de 6 mm de longueur. La surface d'observation accessible par la pointe du

STM est d'un peu moins de $2 \times 4 \text{ mm}^2$, celle-ci étant restreinte par la géométrie du porte-échantillon. Les préparations de surface sont effectuées dans une chambre sous un vide initial d'environ $5 \times 10^{-10} \text{ mbar}$. Le stockage des échantillons et les observations **STM** se font dans une deuxième chambre connexe sous un vide d'environ $5 \times 10^{-11} \text{ mbar}$. Les échantillons utilisés ont été orientés et polis par la société **Surface Preparation Laboratory (SPL)**. Les monocristaux de niobium sont garantis de haute pureté, avec moins de 0,01%at. d'impuretés, les principales étant le tantale, le carbone, le silicium et l'oxygène (Tab. 1.1). Si l'on prend l'exemple du tantale qui est l'impureté la plus présente, une surface $\{111\}$ de niobium de $100 \times 100 \text{ nm}^2$ présente environ $\frac{100^2}{\sqrt{3} \times a^2} \approx 53017$ atomes de niobium, pour un peu moins de dix atomes de tantale. Ces faibles concentrations permettent de négliger les effets des impuretés sur les dislocations et notamment sur leur mouvement visible en surface. Les échantillons sont orientés à partir de deux clichés Laue et découpés aux orientations souhaitées. Par la suite, ils sont polis mécaniquement jusqu'à avoir un cliché Laue sans astérisme et bien orienté. La face qui sera observée par **STM** est finalement polie mécaniquement jusqu'à une rugosité inférieure à 50 nm et une orientation de la surface avec une erreur inférieure à $0,5^\circ$, limitant le nombre de terrasses vicinales.

TABLEAU 1.1 – Composition des monocristaux de niobium de haute pureté (99,99%) fournis par **SPL** (les éléments avec une concentration $< 1 \text{ ppm}$ sont omis).

Éléments	Ta	C	Si	O	N	Al	Fe	Cr
Concentration (ppm)	180	25	17	15	5	3,6	3,4	1,8

Après réception des échantillons, ceux-ci sont introduits dans la chambre de préparation et subissent des cycles de préparation, afin d'éliminer la contamination de surface opérée sous air. L'environnement **UHV** permet d'ailleurs de réduire significativement le temps de contamination, permettant quelques jours d'observation d'une surface initialement "propre". Chaque cycle de préparation est composé d'un bombardement ionique d'argon Ar^+ suivi d'un recuit, à l'exception du premier qui ne comprend qu'un recuit servant à dégazer l'ensemble porte-échantillon/échantillon. Il est généralement nécessaire d'effectuer la montée en température de ce recuit sur plus d'une journée, afin d'éviter d'atteindre un vide supérieur à $5 \times 10^{-7} \text{ mbar}$ dans l'enceinte de préparation. Les bombardements ioniques d'argon Ar^+ permettent un décapage de la surface grâce aux chocs générés par les ions incidents, sous incidence normale [6]. Ils sont caractérisés par la tension d'accélération et le courant d'émission utilisés, ainsi que par le temps de bombardement ionique. Pour la préparation des échantillons de niobium, nous avons utilisé une tension de 1 kV, un courant de $6 \mu\text{A}$ et des temps de bombardement ionique allant de 5 à 20 min. Par la suite, les recuits suivant chaque bombardement ionique permettent de recristalliser la surface éventuellement amorphisée et de désorber les impuretés

restantes. Ils sont réalisés dans un four radiatif entouré d'écran thermique en molybdène, permettant d'atteindre des températures d'environ 1000 °C pour un courant de près de 11 A. Le courant peut être augmenté jusqu'à 12 A pour accéder à des températures supérieures mais, dans ce cas, la pression dans la chambre dépasse les 10^{-7} mbar. Les recuits des échantillons ont donc été réalisés à des températures nominales de 1000 °C avec des temps de maintien allant de 5 min à 3 h. Le refroidissement s'effectue four éteint, principalement par radiation¹. L'état de surface (structure atomique et largeur des terrasses) est contrôlé par STM après environ cinq cycles de préparation. On réalise par la suite de nouveaux cycles en changeant, si nécessaire, les paramètres jusqu'à obtenir une surface cristalline en accord avec nos spécifications. Une analyse AES de la surface est finalement réalisée afin de connaître l'évolution de la contamination de surface après préparation.

1.3 Résultats expérimentaux

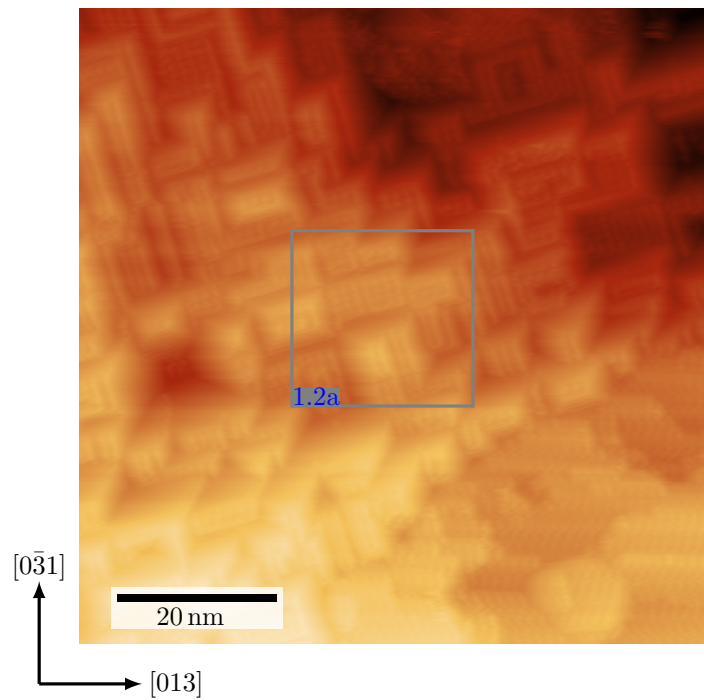
1.3.1 Surface {100}

Dans notre recherche de paramètres de préparation pour obtenir une surface composée de larges terrasses et exemptes d'impuretés, nous avons gardé une tension d'accélération de 1 kV et un flux de 6 μ A pour le bombardement ionique. Les recuits ont été faits à la température maximale accessible par le four et une montée en pression inférieure à 5×10^{-8} mbar, soit environ 1000 °C. Nous avons fait varier les temps de préparation, en commençant par des temps de bombardement ionique de 10 min et des temps de recuit de 5 min, jusqu'à des temps respectifs de 20 min et 3h. Après les premiers cycles de préparation, la surface a été observée par STM. La Fig. 1.2a montre une image caractéristique de la surface (100) du Nb. La surface est principalement composée d'îlots de plusieurs plans atomiques en épaisseur, sans présenter de réelles terrasses. On reconnaît sur le zoom en Fig. 1.2b la structure (3×1) -O en serpent (traits noirs) décrite dans la littérature (*cf.* Fig. 1.1). Cette structure forme des pyramides dues à la formation d'oxyde sur plusieurs plans atomiques.

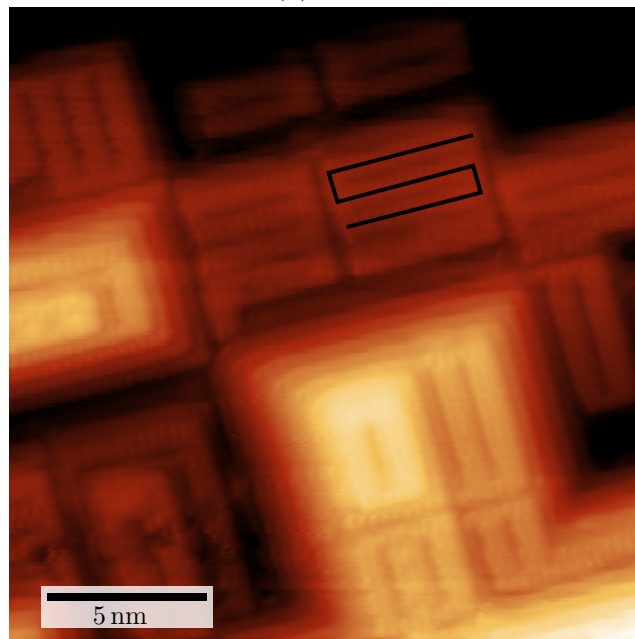
L'analyse de la surface par AES est reportée en bleu en Fig. 1.3. L'ensemble des pics visibles en dessous de 200 eV sont caractéristique² du niobium [18], notamment le pic le plus intense à 167 eV. L'intensité relative des autres pics sera déterminée par rapport à ce pic. Les pics correspondant au carbone et à l'oxygène ont été indexés à 272 eV et à 510 eV, respectivement [18]. L'intensité relative du pic de l'oxygène $I_O/I_{Nb} = 0,08$ est inférieure à la valeur de 0,36 [14] attendue pour la structure (3×1) -O.

1. D'après la loi de Stefan-Boltzmann, le flux d'énergie émis par radiation est proportionnel à T^4 .

2. Pour toute l'étude, les indexations des pics sont faites à leurs minimums afin de pouvoir être comparées aux indexations de la littérature.



(a)



(b)

FIGURE 1.2 – Surface Nb(100) après des cycles de 10 min de bombardement ionique et 5 min de recuit. (a) Zone de 80 nm × 80 nm. (b) Zoom de l'encadré bleu de (a) de 20 nm × 20 nm (observations STM en mode topographique à température ambiante).

Des cycles de préparation avec des temps de recuit de 2h et des temps de bombardement ionique de 20 min ont également été effectués. L'image caractéristique des zones observées (Fig. 1.4) montre des terrasses de plusieurs dizaines de nanomètres en largeur. On observe toujours la structure (3×1) -O en serpentín (traits noirs) principalement en bord de terrasses. Dans les zones exemptes de cette structure (cadre noir), nous n'avons pas pu imager la structure atomique. On peut supposer que ces zones sont soit la structure (1×1) , soit composées d'un oxyde de structure $c(2 \times 2)$ -O. La faible intensité du pic AES d'oxygène (courbe rouge de la Fig. 1.3) $I_O/I_{Nb} = 0,06$ [14] suggère plutôt la structure (1×1) du niobium. Ce temps de recuit plus long a, par ailleurs, permis de diminuer le carbone présent en surface, son pic ayant disparu (courbe rouge de la Fig. 1.3). Enfin, nous avons aussi testé des temps de recuit encore plus longs (jusqu'à 3h), sans obtenir de changement significatif de l'état de surface.

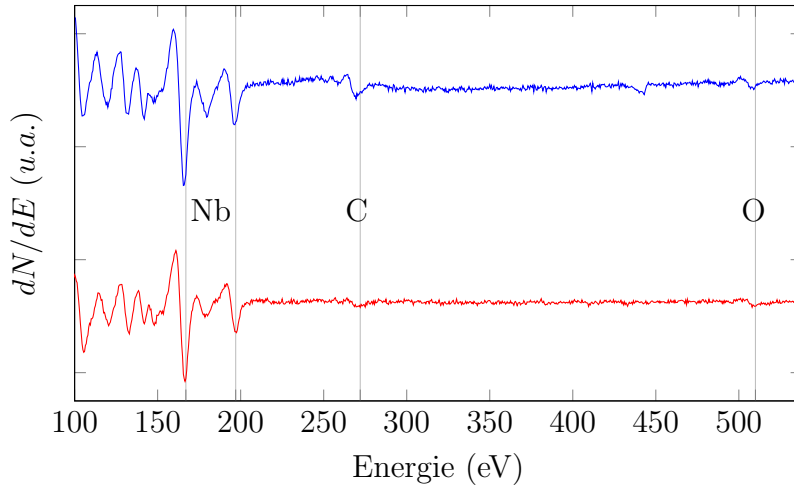


FIGURE 1.3 – Spectroscopie Auger de la surface Nb(100), en bleu après des bombardements ioniques de 10 min et des recuits de 5 min en rouge (resp. 20 min et 2h, en rouge).

1.3.2 Surface $\{111\}$

Les premières préparations de cette surface ont été faites avec des bombardements ioniques de 5 min, à 1 kV et 6 μ A. Les recuits ont été effectués à environ 960 °C. La surface alors observée par STM (Fig. 1.5) présente des terrasses relativement petites, comme on peut le voir sur l'image en mode signal d'erreur. Ce mode est assimilable à la dérivée de l'image topographique; les bords des terrasses correspondent ainsi à des lignes au contraste blanc ou noir. Les terrasses font au plus 20 nm \times 20 nm de côté, comme celle encadrée en gris en Fig. 1.5. Sur le zoom présenté en Fig. 1.6a, les points en contraste plus clair correspondent aux atomes qui composent la surface. Les trois derniers

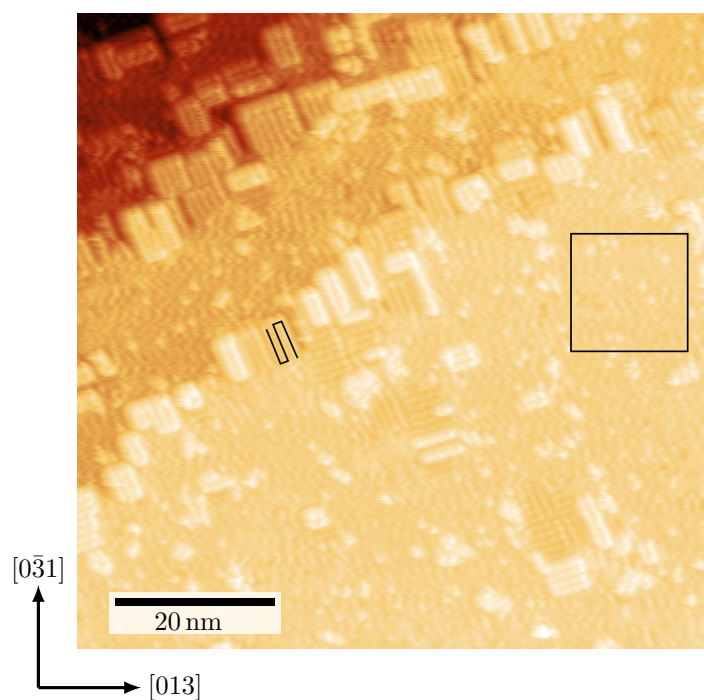


FIGURE 1.4 – Surface Nb(100) après des cycles de 20 min de bombardement ionique et 2h de recuit. (Observations STM en mode topographique à température ambiante).

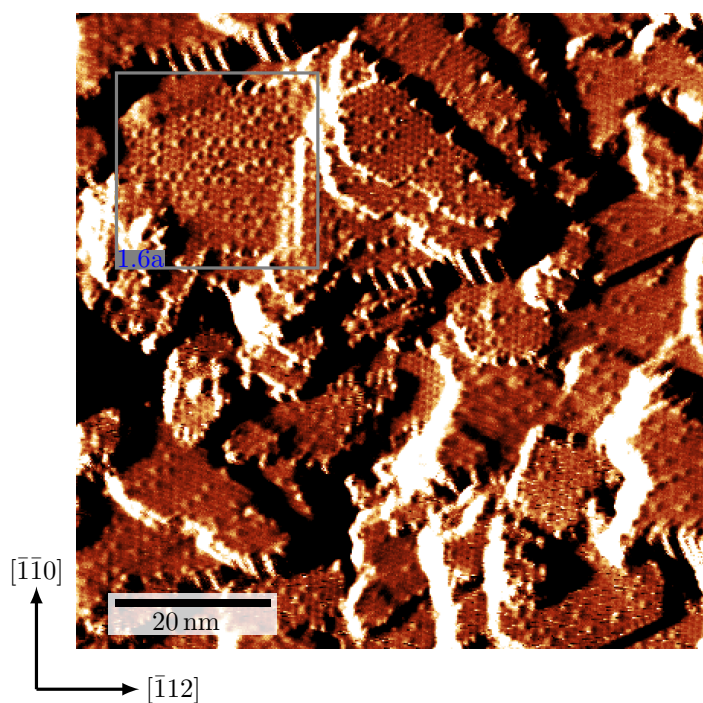


FIGURE 1.5 – Surface Nb($\bar{1}\bar{1}1$) après des cycles de 10 min de bombardement ionique et 5 min de recuit (observations STM en mode signal d'erreur à température ambiante).

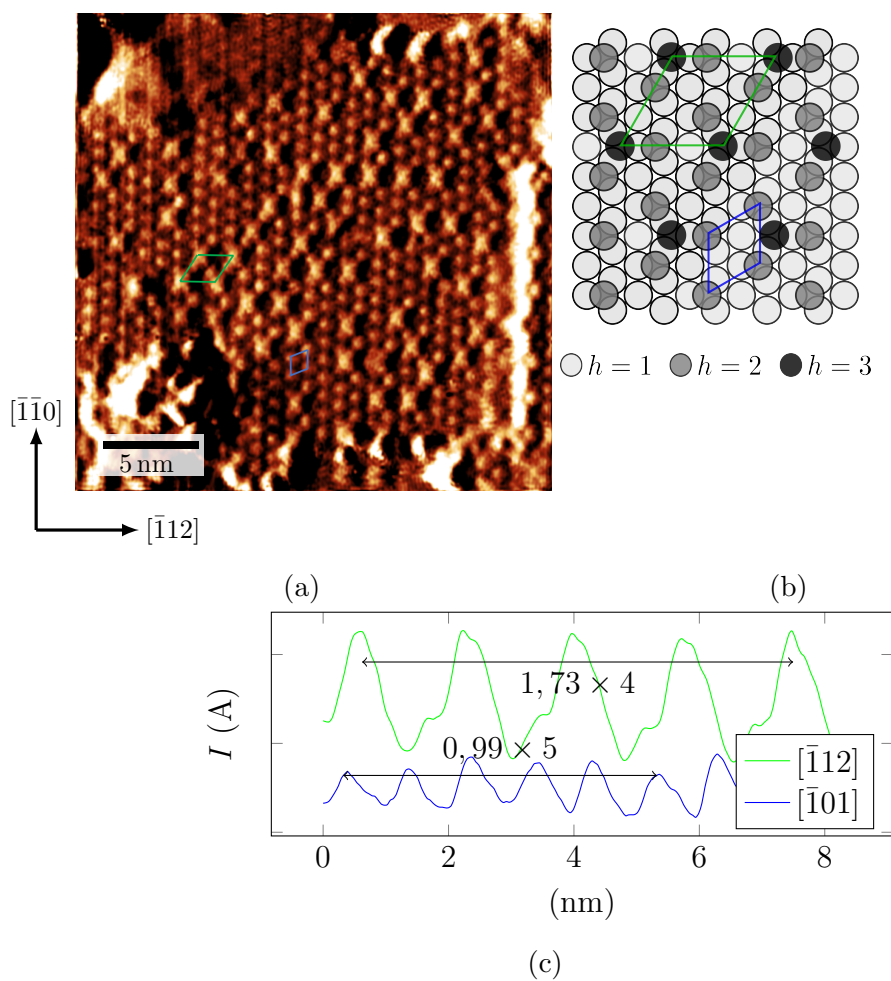


FIGURE 1.6 – (a) Zoom de l’encadré bleu en Fig. 1.5 de $25 \text{ nm} \times 25 \text{ nm}$. (Observation STM en mode signal d’erreur à température ambiante). (b) Schéma de la reconstruction de surface, h indique le niveau des atomes. (c) Profils réalisés en Fig. 1.6a. En vert la coupe est suivant la direction $[\bar{1}12]$ et en bleu suivant la direction $[\bar{1}01]$.

plans atomiques de la surface sont schématisés en Fig. 1.6b. Le plan le plus en volume, $h = 1$, est présenté suivant une structure hexagonale avec une distance interatomique de $a\sqrt{2} \approx 0,47$ nm (structure (1×1)). Cette structure n'est pas visible sur l'image STM, mais nous sert de référence pour l'identification des reconstructions des plans supérieurs $h = 2$ et $h = 3$. Le niveau supérieur $h = 2$ est quant à lui visible sur nos images STM. Il est composé d'une reconstruction hexagonale qui suit les directions denses de type $\langle 110 \rangle$ de la surface. Le motif élémentaire en losange de cette reconstruction est représenté en bleu sur le schéma et sur l'image STM. Le profil hors-plan, suivant une direction dense de type $\langle 110 \rangle$, de cette reconstruction est reporté sur la Fig. 1.6c (courbe en bleu). La distance interatomique mesurée est d'environ 1 nm, soit deux fois la distance interatomique de la structure (1×1) . Cette reconstruction (2×2) avait déjà été détectée par le passé par diffraction des rayons X [10], mais jamais visualisée directement à notre connaissance. Le dernier niveau $h = 3$ est une reconstruction partielle présente sur l'image STM. Elle tend aussi vers une structure hexagonale (représentée par les atomes en noir sur le schéma en Fig. 1.6b). Le motif élémentaire en losange est représenté en vert sur l'image et le schéma, les directions denses de cette deuxième reconstruction sont cette fois tournées de 30° par rapport aux directions denses et se trouvent suivant les directions $\langle 112 \rangle$ de la surface. Cette seconde reconstruction est de type $(2\sqrt{3} \times 2\sqrt{3})R30^\circ$. Son profil hors-plan, suivant une direction de type $\langle 112 \rangle$, est reporté sur la Fig. 1.6c (courbe en vert). On y voit les pics correspondants aux positions atomiques de cette reconstruction, ainsi que des épaulements qui sont dus à la structure (2×2) du niveau inférieur ($h = 2$). La distance interatomique mesurée est d'environ 1,7 nm, soit $2\sqrt{3}a$ fois la distance interatomique (1×1) . Le spectre AES réalisé sur cette surface est reporté en Fig. 1.7. On retrouve les pics du niobium, du carbone et de l'oxygène qui est très faible [14] avec une intensité de $I_O/I_{Nb} < 0,07$.

De même que pour la surface (100), nous avons testé d'autres paramètres de préparation, en jouant principalement sur le temps de recuit. L'analyse AES (courbe en rouge en Fig. 1.7) montre une diminution du pic du carbone suite à des recuits longs de 2h. L'image en mode signal d'erreur présentée en Fig. 1.8 montre l'état de surface correspondant. Les images précédentes étaient de 512 points par 512 points, en Fig. 1.8 la résolution est de 1128 points par 1128 points. Cela engendre un temps d'imagerie plus long, d'environ 30 min (5 min pour la résolution plus faible), mais permet d'avoir la résolution atomique sur une zone plus grande (ici $150 \text{ nm} \times 150 \text{ nm}$). Les lignes blanches qui "traversent" l'image sont des marches de plusieurs hauteurs atomiques qui bordent les terrasses (marches vicinales). Les terrasses sont beaucoup plus larges, supérieures à la cinquantaine de nanomètres.

La reconstruction (2×2) est cette fois beaucoup plus visible, de par l'absence de la reconstruction $(2\sqrt{3} \times 2\sqrt{3})R30^\circ$. Deux défauts cristallographiques sont principalement observés. Ils sont mieux visibles en Fig. 1.9a, où ils sont repérés par des flèches. Le premier défaut (flèches noires) cristallographique est

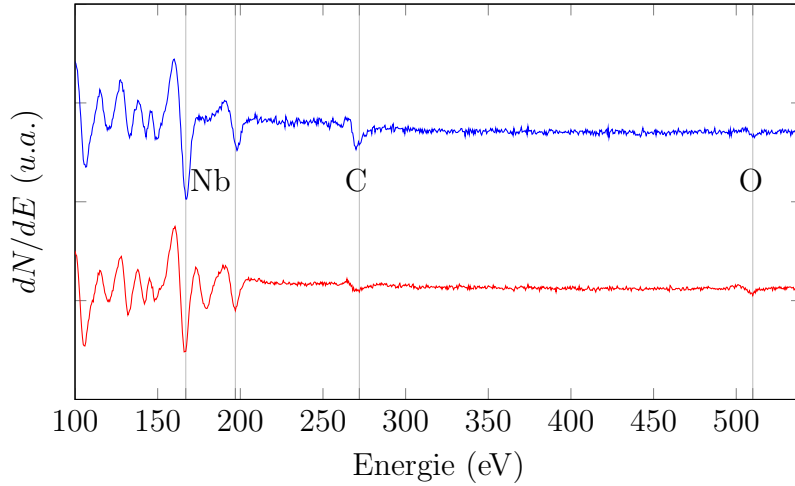


FIGURE 1.7 – Spectroscopie Auger de la surface Nb(111), en bleu après des bombardements ioniques de 10 min et des recuits de 5 min et en rouge pour des temps respectifs de 10 min et 120 min.

associé à trois atomes possédant un contraste plus clair sur l'image topographique (Fig. 1.9a). Ce contraste peut être dû à la présence d'un atome sur la couche supérieure qui modifie localement la densité électronique. Le deuxième défaut cristallographique est composé de quatre atomes (points rouges et bleu en Fig. 1.9a). Un arrangement atomique est proposé sur le schéma en Fig. 1.9c pour expliquer ce contraste. Il représente les deux derniers plans atomiques de la surface, avec la couche de volume ($h = 1$) et la couche supérieure ($h = 2$) reconstruite en (2×2) . Les quatre atomes qui composent le défaut cristallographique sont en rouge et bleu comme en Fig. 1.9a. L'arrangement proposé revient à déplacer trois atomes (en rouge) de la reconstruction initiale (2×2) sur d'autres sites atomiques et à y insérer un atome supplémentaire (en bleu). Dans cette configuration, la distance entre les atomes en rouge et l'atome en bleu est de $a\sqrt{6} \approx 0,8$ nm, soit approximativement la valeur trouvée expérimentalement.

Nous ne l'avons pas évoqué avant, mais la reconstruction (2×2) peut se disposer dans trois configurations différentes sur la structure du volume (1×1) . Ces trois configurations sont équivalentes par translation suivant les directions de type $\langle 110 \rangle$ de la surface. Deux configurations de la reconstruction sont observées en Fig. 1.9b. Elles sont équivalentes par une translation dans le plan suivant la direction $[\bar{1}01]$. Les points blancs sur la Fig. 1.9b permettent de mieux visualiser cette translation. Ils reportent la structure atomique du haut de l'image sur la structure du bas de l'image, où les points blancs se trouvent décalés par rapport au réseau atomique. A la jonction des deux configurations, le motif atomique n'est plus respecté et on observe une paroi de domaine (tirets blancs) en contraste plus clair.

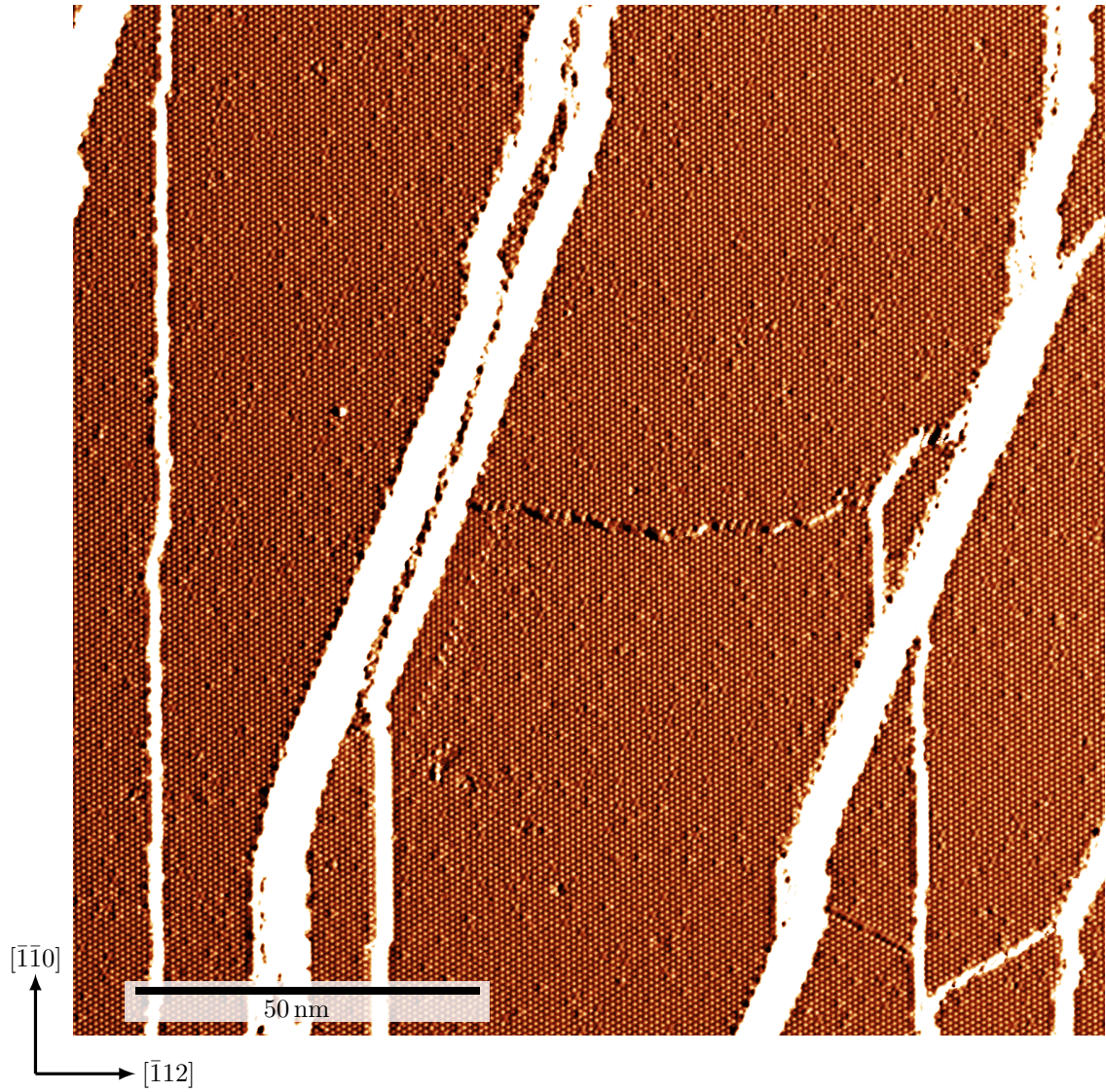


FIGURE 1.8 – Surface Nb($1\bar{1}\bar{1}$) après des cycles de 10 min de bombardement ionique et 2h de recuit (observation *STM* en mode signal d'erreur à température ambiante).

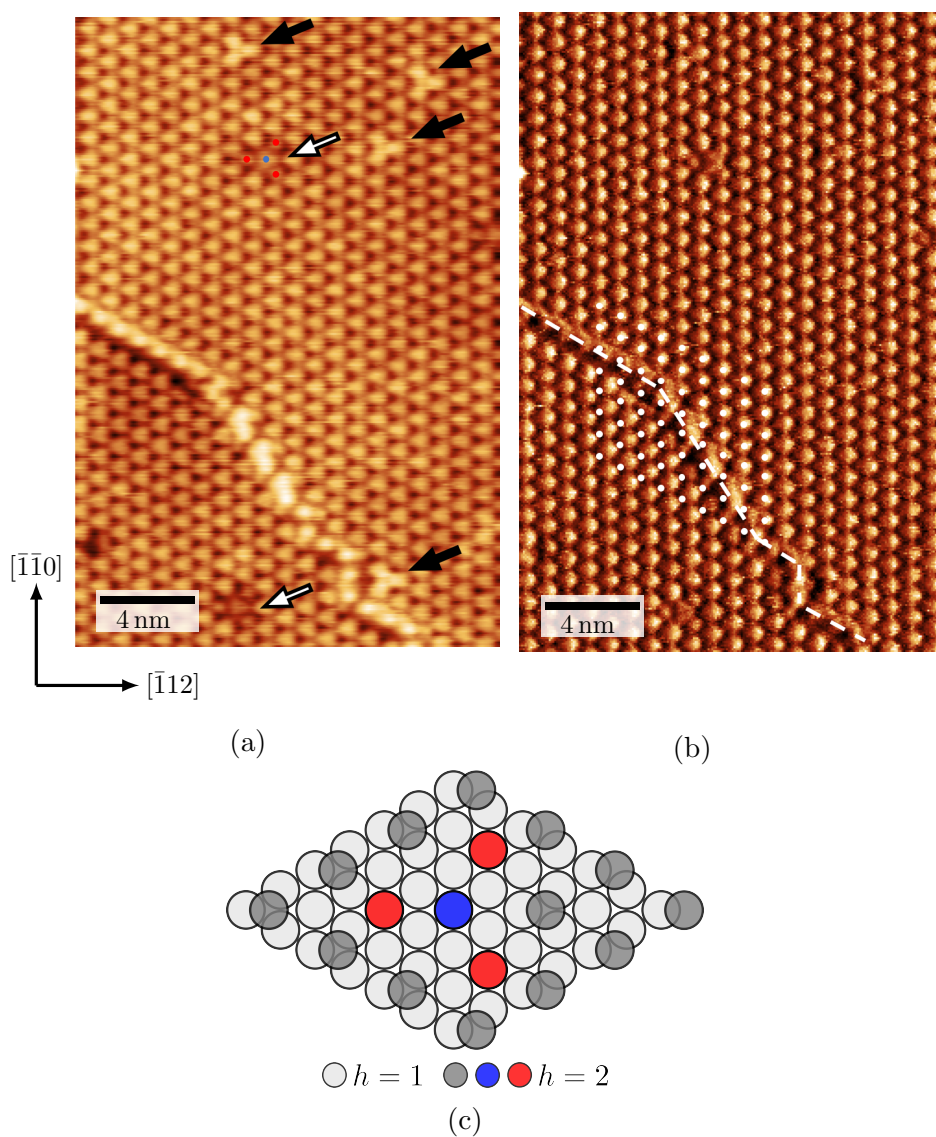


FIGURE 1.9 – Défauts cristallographiques de la reconstruction (2×2) de la surface $\text{Nb}(1\bar{1}\bar{1})$. En (a) et (b), observations **STM** de la surface, les défauts cristallographiques sont indiqués par des flèches et des points de couleurs sur l'image topographique (a). Sur l'image en mode signal d'erreur (b) les points blancs indiquent les positions atomiques de la structure au-dessus des traitillés blancs qui indiquent une paroi de reconstruction. (Observation **STM** à température ambiante). (c) Schéma du défaut cristallographique indiqué par les points bleu et rouge en (a), avec la structure de volume (1×1) au niveau $h = 1$ et au-dessus la reconstruction (2×2) au niveau $h = 2$.

1.4 Modélisation de la reconstruction en $\{111\}$

Afin de mieux comprendre les reconstructions (2×2) et $(2\sqrt{3} \times 2\sqrt{3})R30^\circ$ observées expérimentalement sur la surface Nb $\{111\}$ (Fig. 1.6), les énergies de surface associées ont été calculées par simulation atomistique, en utilisant la [théorie de la fonctionnelle de la densité](#) –ou *Density Functional Theory*– (DFT). Ces simulations *ab initio* ont été réalisées par Julien Durinck (enseignant-chercheur à l’institut Pprime) à l’aide du programme *Vienna Ab initio Simulation Package (VASP)* [19]. Les énergies de surface, E_s , de quatre surfaces ont été calculées :

- Surface non-reconstruite (1×1) (Fig. 1.10a).
- Surface reconstruite (2×2) (Fig. 1.10b).
- Surface reconstruite $(2 \times 2)^*$ (Fig. 1.10c).
- Surface reconstruite $(2\sqrt{3} \times 2\sqrt{3})R30^\circ$ (Fig. 1.10d).

Ces surfaces sont rappelées en Fig. 1.10. Les niveaux de gris des atomes indiquent la couche h à laquelle ils appartiennent. Le plan atomique non-reconstruit (1×1) est à chaque fois pris comme le niveau $h = 1$. La surface $(2 \times 2)^*$ correspond à une surface ”épaisse” (2×2) reconstruite sur deux plans atomiques. Cette reconstruction a été étudiée car l’on ne dispose pas d’informations sur le plan atomique en dessous de la reconstruction (2×2) observée expérimentalement (Fig. 1.8).

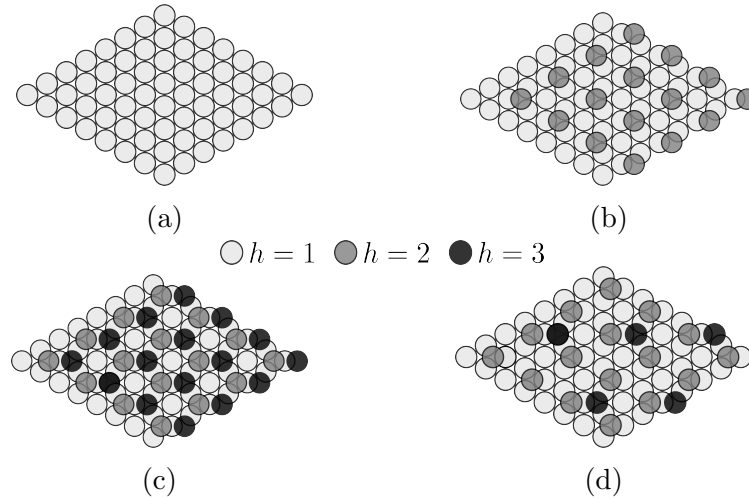


FIGURE 1.10 – Surfaces simulées en DFT (Tab. 1.2), h indique le niveau des atomes. (a) Surface (1×1) . (b) Surface (2×2) reconstruite. (c) Surface $(2 \times 2)^*$ reconstruite sur deux niveaux de structure (2×2) . (d) Surface $(2\sqrt{3} \times 2\sqrt{3})R30^\circ$ reconstruite selon (2×2) au niveau $h = 2$ et selon $(2\sqrt{3} \times 2\sqrt{3})R30^\circ$ au niveau $h = 3$.

Les énergies de surface ont été calculées ($T = 0K$) à partir d’une boîte de simulation triclinique orientée et périodique suivant les axes donnés en Tab. 1.2, et de surfaces libres (111). Pour déduire l’énergie de surface E_s correspondante

à chaque système, l'énergie totale $E(n)$ a été calculée par minimisation de l'énergie. $E(n)$ dépend de l'énergie des atomes en volume et de ceux en surface par (Eq. 1.1) :

$$E(n) = n.E_v + 2.S.E_s \quad (1.1)$$

avec n le nombre d'atomes en volume constituant la boîte de simulation, E_v et E_s respectivement, l'énergie d'un atome en volume et l'énergie d'un atome en surface par unité d'aire, et S l'aire de la surface considérée. On remarque que, si n tend vers zéro $E(n) = 2 \times E_s$. Cela reviendrait à avoir une boîte de simulation constituée uniquement de deux surfaces, soit d'une épaisseur de deux couches atomiques. Dans de telles conditions, il y aurait une forte interaction entre les surfaces, biaisant les résultats. Afin de déterminer E_s , les énergies totales des quatre systèmes ont donc été calculées pour différentes épaisseurs de système, soit différentes valeurs de n . L'énergie de surface, E_s , est alors obtenue par extrapolation de la valeur à l'ordonnée à l'origine. Les courbes de la Fig. 1.11 donnent un exemple, pour les surfaces (1×1) et (2×2) , des énergies obtenues en fonction du nombre d'atome n , ainsi que les deux ajustements linéaires permettant de déterminer les ordonnées à l'origine.

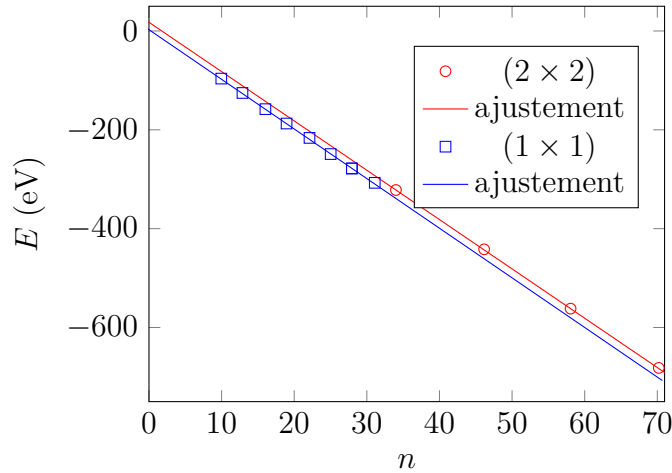


FIGURE 1.11 – Énergie totale du monocristal de niobium, orientée (111), en fonction du nombre d'atomes n . En bleu, pour une surface (1×1) et en rouge pour une surface (2×2) .

Les énergies de surface obtenues sont reportées en Tab. 1.2 et sont en accord avec celles obtenues par des études précédentes [20] pour la surface (1×1) .

La configuration la plus stable, au regard des énergies de surface obtenues, correspond ainsi à la surface non reconstruite (1×1) , vient ensuite la reconstruction (2×2) , puis $(2\sqrt{3} \times 2\sqrt{3})R30^\circ$ et finalement la reconstruction $(2 \times 2)^*$. La reconstruction épaisse $(2 \times 2)^*$ est donc la moins favorable, ce qui confirme la couche supposée non-reconstruite ($h = 1$) de nos schémas en Fig. 1.10.

La structure (1×1) qui apparaît en DFT comme la plus stable n'est ainsi pas celle observée expérimentalement. L'hypothèse que nous avons formulée

TABEAU 1.2 – Résultats de simulations DFT présentant les surfaces simulées, les axes périodiques de la simulation et l'énergie de surface obtenue.

Surface	axes	E_s (J.m ⁻²)
(1 × 1)	$\begin{bmatrix} \bar{1}01 \\ 1\bar{1}0 \end{bmatrix}$	2,40±0,02
(2 × 2)	$\begin{bmatrix} \bar{1}01 \\ 1\bar{1}0 \end{bmatrix}$	2,42±0,01
(2 × 2)*	$\begin{bmatrix} \bar{2}11 \\ 1\bar{2}1 \end{bmatrix}$	2,96±0,01
(2√3 × 2√3)R30	$\begin{bmatrix} \bar{2}11 \\ 1\bar{2}1 \end{bmatrix}$	2,58±0,01

est que la dimension des terrasses peut jouer un rôle significatif sur les énergies de surface.

Supposons une zone de côté l (Fig. 1.12), possédant n_s atomes de surface en excès sur la structure (1 × 1) du volume. Nous avons fait comme hypothèses que :

- l'énergie de ligne d'une marche est calculable à partir de l'énergie de surface (multipliée par la hauteur de la marche) de même orientation, indépendamment de l'orientation de la marche,
- les zones S_t et S_i ont une forme en losange respectant la cristallographie de surface,
- les marches en bord de la zone S_t peuvent être négligées.

Considérons deux configurations, l'une où les n_s atomes d'une zone forment la structure (2 × 2) sur une épaisseur d mono-atomique (Fig. 1.12a), et l'autre où les n_s atomes forment un îlot de structure (1 × 1) sur une épaisseur d mono-atomique (Fig. 1.12b), découvrant les atomes de la couche inférieure eux-mêmes dans la structure de volume (1 × 1). L'énergie de surface de la première configuration est de $S_t \times E_{(2 \times 2)}$ et l'autre de $S_t \times E_{(1 \times 1)} + E_m \times p$, avec E_m l'énergie par unité de longueur d'une marche, p le périmètre de l'îlot et S_t la surface considérée. Pour que la reconstruction (2 × 2) soit favorable, on doit alors avoir :

$$S_t \times E_{(2 \times 2)} < S_t \times E_{(1 \times 1)} + E_m \times p \quad (1.2)$$

La reconstruction (2 × 2) est quatre fois moins dense que la structure (1 × 1). Pour avoir le même nombre d'atomes n_s dans les deux configurations, l'îlot doit avoir une surface S_i quatre fois plus petite que S_t . De part notre hypothèse d'une zone en losange (suivant les directions denses de type $\langle 110 \rangle$ de la surface), on a $S_t = \frac{\sqrt{3}}{2}l^2$ et $p = 2l$. On en déduit que la reconstruction (2 × 2)

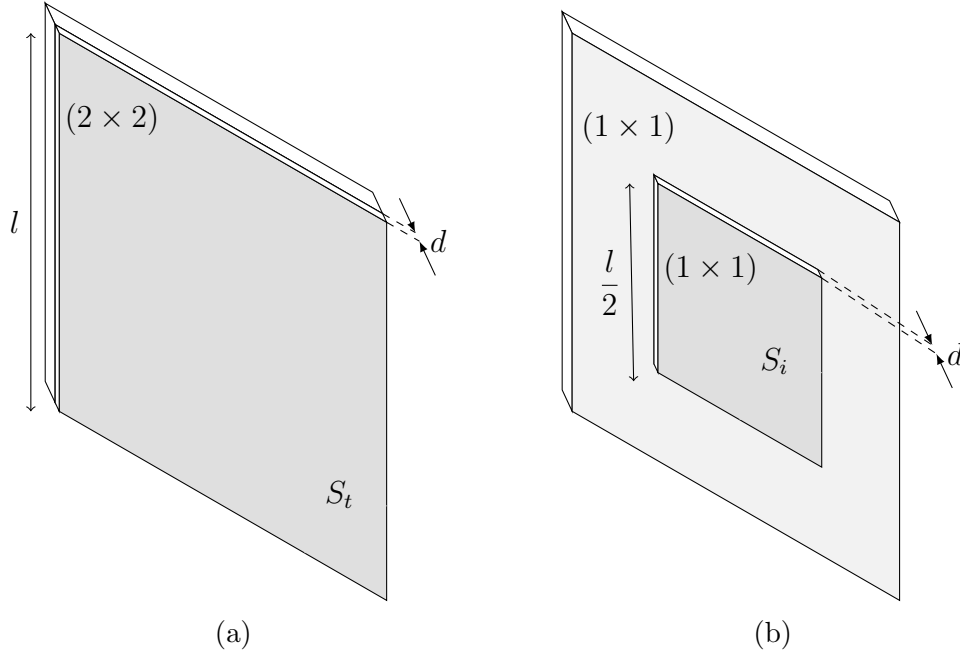


FIGURE 1.12 – Schéma d’une zone en losange de côté l et de surface S_t , (a) reconstruite en (2×2) sur une épaisseur d , (b) reconstruite en (1×1) avec un îlot en losange de côté $l/2$ et d’épaisseur d .

est favorisée pour une valeur de l inférieure à une valeur l^* , définie par :

$$l^* = \frac{4}{\sqrt{3}} \frac{E_m}{E_{(1 \times 1)} - E_{(2 \times 2)}} \quad (1.3)$$

D’après nos hypothèses, on a : $E_m \approx E_{(1 \times 1)} \times d$, avec $d = \frac{a}{2\sqrt{3}}$ la hauteur d’une marche mono-atomique. En considérant les énergies calculées par DFT (Tab. 1.2), on en déduit une dimension critique $l^* \approx 27$ nm. Dans le cas des observations expérimentales après des recuits courts, on trouve bien une reconstruction (2×2) associée à des terrasses de dimensions inférieures à 27 nm (Fig. 1.6). En revanche, pour des préparations avec des temps de recuit long, on a des terrasses de dimensions supérieures à l^* présentant une reconstruction (2×2) . Les hypothèses prises pour notre modélisation apparaissent à ce stade trop limitantes pour rendre compte de l’ensemble des observations faites (approximation sur l’énergie de marche E_m , marches qui bordent la terrasse S_t non-prises en compte).

1.5 Conclusion

Cette étude sous UHV des surfaces $\{100\}$ et $\{111\}$ du niobium nous a permis de conclure qu’une augmentation du temps de recuit, des cycles de préparation, entraîne une diminution des impuretés de surface et une augmentation

de la taille des terrasses visibles par [STM](#). Pour la surface $\{100\}$, nous avons retrouvé des structures d'oxyde de niobium déjà observées par le passé [[13](#), [14](#)]. Des recuits à 2500 K pourront peut-être être réalisés sur cette surface dans la future chambre [UHV](#) haute température, afin d'obtenir la structure (1×1) . La surface $\{111\}$ n'avait jamais été observée directement. Les résultats que nous avons obtenus sur cette surface ont fait l'objet d'une publication dans *Surface Science* [[21](#)]. Le papier présente les deux reconstructions (2×2) et $(2\sqrt{3} \times 2\sqrt{3})R30^\circ$ observées expérimentalement, les calculs [DFT](#) des énergies de surface (effectués par Julien Durinck) et le modèle analytique proposé qui met en évidence la compétition entre la taille des terrasses et la reconstruction de surface (2×2) . Enfin, les bombardements ioniques à 1 kV et 6 μA pendant 10 min associés aux recuits de 2 h à 1000 °C de la surface $\{111\}$ du niobium, ont permis d'obtenir une surface avec les spécifications recherchées : de grandes terrasses (> 50 nm de large), pas d'oxydes en surface, la résolution atomique des atomes de niobium. Cet état a permis l'étude des traces de glissement induites en surface par l'émergence de dislocations, étude qui fait l'objet du chapitre suivant.

Chapitre 2

Plasticité dans les BCC à l'échelle atomique

2.1 Etat de l'art

2.1.1 Bref historique

L'étude de la déformation des métaux est très ancienne. Leibniz reporta, dès 1690, un comportement non linéaire (plastique) lors d'essais de déformation. Les dislocations qui allaient permettre de rendre compte de ce comportement furent d'abord introduites dans le cadre de l'élasticité linéaire sous une forme mathématique. C'est Volterra [22] qui définit, par ses modélisations dans un milieu élastique isotrope homogène, six types de "distorsions" dont trois correspondaient à ce qui fut appelé en 1920 des dislocations [23]. Il montra ainsi qu'il pouvait exister à l'intérieur d'un solide des discontinuités de déplacement, correspondant à des contraintes internes, sans qu'il y ait pour autant nécessité de contraintes extérieures. Quelques années plus tard, en 1934, Orowan [24], Polanyi [25] et Taylor [26] ont transposé ces discontinuités de champ de déplacement, i.e. les dislocations, dans un réseau cristallin. Lors d'observations de croissance de cristaux [27–29] et d'attaques chimiques d'échantillons préalablement déformés [30], les défauts révélés étaient cohérents avec le concept de dislocations. Cependant, ce n'est que plus tard, avec l'invention du [Microscope Electronique à Transmission \(MET\)](#), que l'existence des dislocations sera directement confirmée [31, 32].

2.1.2 Force de frottement de réseau et structures de cœur des dislocations vis

Dans les matériaux [Cubiques à Faces Centrées](#) –ou *Face Centered Cubic* (FCC), les dislocations ont pour vecteur de Burgers $\frac{1}{2} \langle 110 \rangle$ (plus petit vecteur de translation qui respecte la périodicité du réseau de Bravais de la structure cristalline FCC) et glissent dans les plans denses de type $\{111\}$. Le frottement de réseau qui s'oppose au mouvement des dislocations est faible et le système de glissement (plan de glissement et vecteur de Burgers) principalement activé, appelé système primaire, suit la loi de Schmid [33]. Dans les matériaux [BCC](#), le vecteur de Burgers des dislocations est de type $\frac{a}{2} \langle 111 \rangle$. La limite d'élasticité de ces matériaux est aux basses températures fortement dépendante de celles-ci [34]. A titre d'exemple, en Fig. 2.1 est présentée la limite d'élasticité de différents métaux polycristallins, en fonction de T/T_m , où T_m est la température de fusion du matériau considéré (T et T_m sont exprimées en K). On constate clairement que la limite d'élasticité des matériaux [BCC](#) (vanadium, tantale, tungstène et molybdène) augmente fortement vers les basses températures, contrairement aux matériaux [FCC](#) (argent et cuivre) et hexagonale compacte (zirconium).

Les observations en [MET](#) sur des matériaux [BCC](#) montrent de longs segments de dislocations vis rectilignes [3, 35], comme on peut le voir sur la Fig. 2.2 d'un monocristal de niobium déformé à basse température. Des faibles valeurs de volumes d'activation (nombre d'atomes mis en jeu dans le mécanisme de

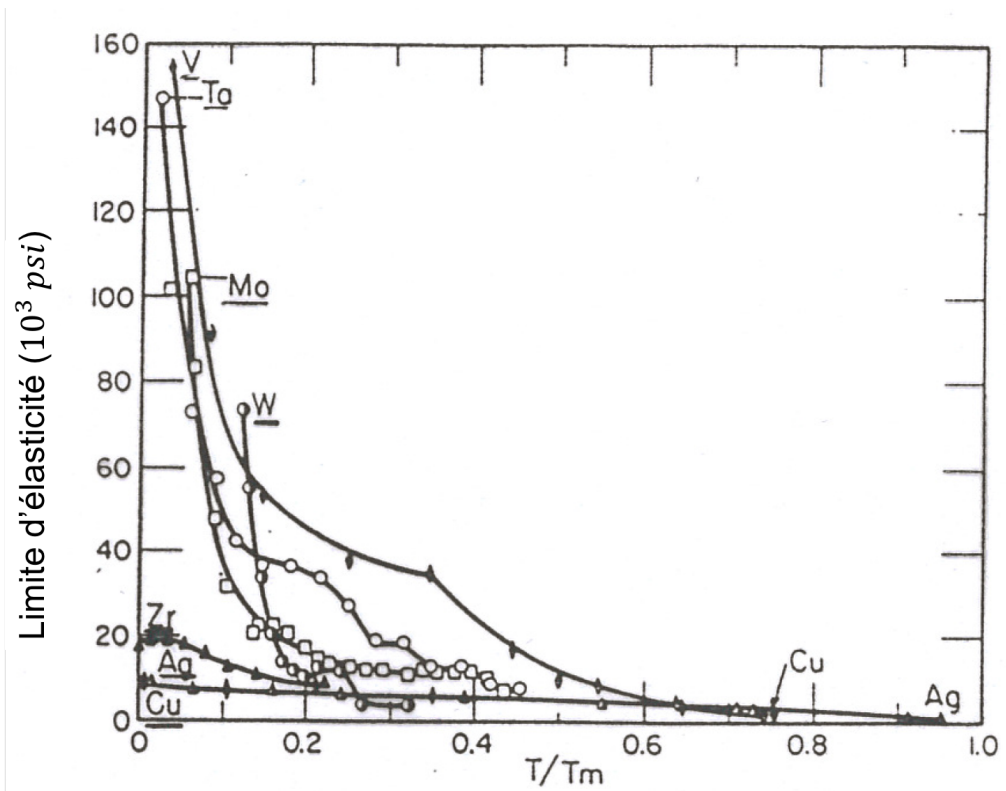


FIGURE 2.1 – Limite d'élasticité, en milliers de psi, de métaux polycristallins en fonction de T/T_m , avec T la température (en Kelvin) et T_m la température de fusion du matériau [34]. (1000 psi \approx 6,9 MPa).

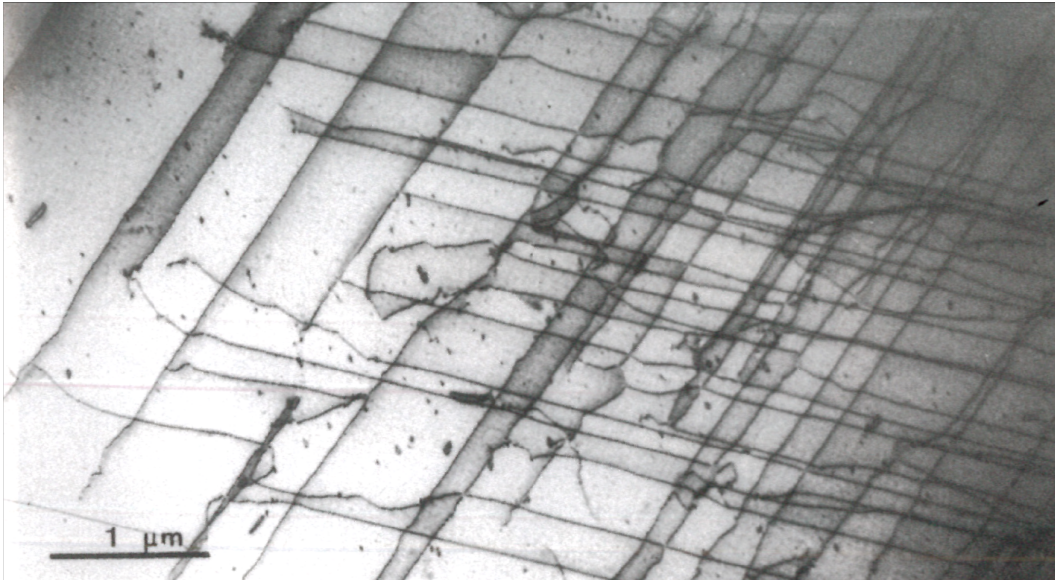


FIGURE 2.2 – Image MET de dislocations vis dans un monocristal de niobium déformé à basse température (Image de F. Louchet extraite de [43]).

déformation plastique lorsque celui-ci est exprimé en unité de b^3), de l'ordre de $10b^3$, ont été déterminées par des essais de relaxation de contrainte [36–39]. Des valeurs d'énergie d'activation (énergie nécessaire au mécanisme thermiquement activé contrôlant le mouvement des dislocations), de l'ordre de 0,3 eV, ont également été extraites d'essais de traction [36–39] et d'expériences de mécanique spectroscopique [40, 41]. Ces paramètres d'activation ont été interprétés comme pouvant correspondre à un mécanisme de nucléation et de propagation de paires de décrochements sur les segments vis des dislocations [1, 42], les dislocations coins étant considérées comme très mobiles. Les décrochements, de caractère mixte, se propagent par glissement le long des segments vis, les faisant ainsi passer d'une rangée atomique dense $\{111\}$ à la suivante. Ce mécanisme contrôle le mouvement des dislocations en dessous d'une température $T_a \approx 340\text{ K}$ pour le niobium [39] (appelée température athermique), à partir de laquelle les segments vis subissent un fort frottement de réseau [3], appelé 'pseudo-Peierls', principalement attribué à la structure de cœur de ces dislocations.

Historiquement, de nombreuses structures de cœur ont été proposées. Bien que les énergies de défauts d'empilement étaient considérées comme étant très certainement élevées, les configurations de cœur des dislocations vis étaient supposées, comme pour les métaux FCC, dissociées en dislocations partielles bordant des défauts d'empilement. A titre d'exemple, la Fig. 2.3 montre deux structures de cœur (et leurs structures symétriques), extraites de [44] obtenues par dissociation dans les plans denses de type $\{110\}$ (en bleu en Fig. 2.3a) ou $\{112\}$ (en vert en Fig. 2.3b). En Fig. 2.3a, la dislocation de vecteur de Burgers \vec{b} est composée de quatre dislocations partielles : trois partielles $a/8\{110\}$ et

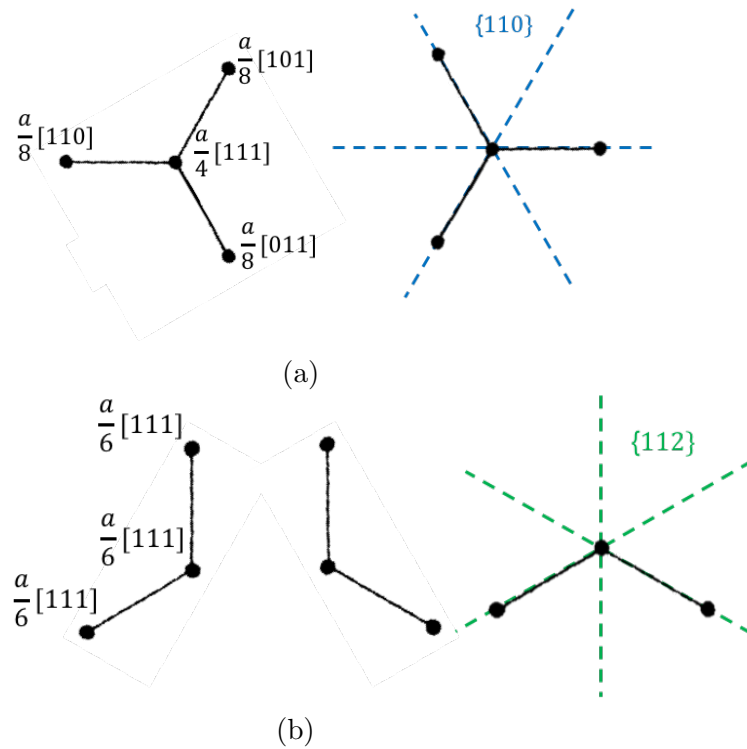


FIGURE 2.3 – Structures de cœur de dislocations vis de vecteur de Burgers $a/2[111]$ dans les cristaux BCC proposées dans [44]. Le cœur est dissocié suivant des plans (a) de type $\{110\}$ et (b) de type $\{112\}$.

une partielle $a/4\{111\}$, i.e. $(\vec{b}/2)$, au centre. En Fig. 2.3b, la dislocation est composée de trois partiels $a/6\{111\}$, i.e. $(\vec{b}/3)$. Il a été montré par suite, avec le développement des simulations atomistiques utilisant des potentiels pseudo-empiriques, que le concept de dissociation et de dislocations partielles, tel que transposé des métaux FCC, n'était pas approprié à la description de la configuration du cœur des dislocations vis dans les matériaux BCC et qu'il convenait plutôt de décrire celui-ci par des 'extensions' de cœur dans les plans de type $\{110\}$. Il a également été montré pour le molybdène que, en fonction du potentiel utilisé, ces extensions peuvent être symétriques ou asymétriques conduisant à deux structures possibles de cœur [1, 45, 46]. Ces deux structures de cœur possibles pour une dislocation vis dans le molybdène [46] sont représentées en Fig. 2.4. Il est possible, d'après [45], de donner un critère énergétique permettant de différencier l'existence de l'une ou l'autre de ces configurations. En effet, si l'énergie de défaut d'empilement dans un plan de type $\{110\}$ cisailé de $b/3$ est inférieure à deux fois l'énergie de défaut d'empilement pour un cisaillement de $b/6$, alors la configuration asymétrique est la plus stable et inversement pour la configuration de cœur symétrique. De plus, il a été démontré que les déplacements hors-plan (suivant $[111]$) des structures de cœur sont équivalents d'un matériau BCC à un autre.

Il existe une nomenclature spécifique correspondant aux différentes possi-

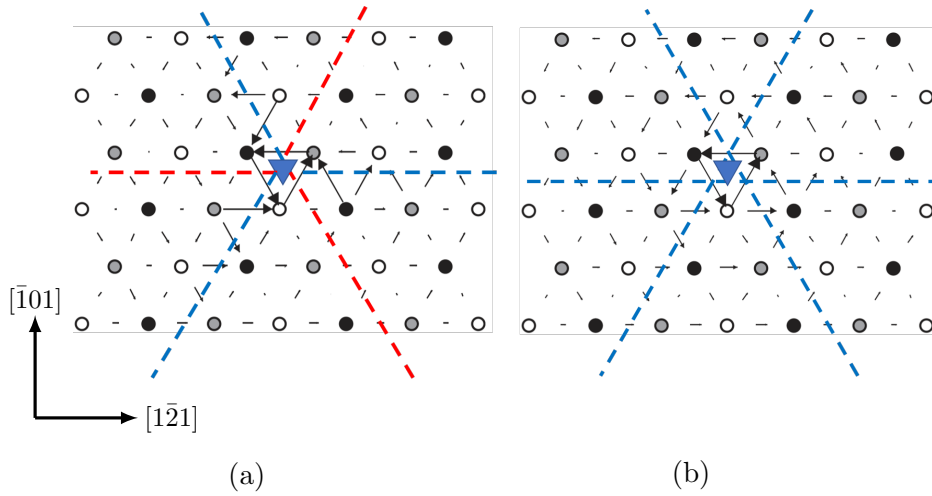


FIGURE 2.4 – Structures de cœur de dislocations vis suivant $[111]$ obtenues par simulations atomistiques utilisant des potentiels pseudo-empiriques, dans un monocristal de molybdène [46]. En (a) cœur dégénéré et en (b) cœur compact. Les cercles blancs, gris et noirs correspondent aux atomes respectifs de trois plans (111) successifs dans le cristal parfait. Les triangles indiquent la position du cœur de la dislocation vis de vecteur Burgers $a/2 < 111 >$. Les plans de type $\{110\}$ contenant en zone avec le vecteur de Burgers sont donnés par les traitillés. Les flèches donnent les déplacements relatifs hors-plan suivant la direction $[111]$. Un déplacement hors-plan (suivant $[111]$) d'un atome relativement à l'un de ces voisins est indiqué par les différentes flèches entre atomes. Le déplacement relatif de $a/6[111]$ correspond à une flèche de longueur égale à la distance entre deux atomes voisins, projeté dans le plan (111) .

bilités de configuration de cœur des dislocations vis dans les métaux BCC. Lorsque les déplacements sont principalement localisés dans les plans de type $\{110\}$ de façon asymétrique (traitillés en bleu en Fig. 2.4a), le cœur est dit 'dégénéré'. La configuration symétrique, plan miroir $\{1\bar{2}1\}$, où les déplacements relatifs sont également localisés suivant des plans de type $\{110\}$ en traitillés rouge, correspond aussi à un cœur dégénéré. On remarquera que l'on retrouve ici la configuration de cœur déjà proposée en Fig. 2.3a, bien que maintenant il ne s'agisse plus de défauts d'empilement bordés par des dislocations partielles mais seulement d'extensions du cœur sur quelques distances inter-atomiques. Lorsque les déplacements sont principalement localisés sur les six atomes premiers voisins du cœur de la dislocation (Fig. 2.4b), sans asymétrie suivant les différents plans de type $\{110\}$ (traitillés en bleu), le cœur est dit 'compact'. Cette structure de cœur compact correspond à celle qui a été plus récemment obtenue par simulations atomistiques *ab initio* utilisant la DFT [47, 48]. Il est important de noter que les deux structures de cœur, dégénérée et compacte, donnent lieu à des plans de glissement différents. En effet, le cœur dégénéré impose une succession alternée de paires de décrochements dans des plans de type $\{110\}$ différents donnant lieu à un glissement moyen dans les plans de type $\{112\}$, tandis que le cœur compact autorise la nucléation de paires de

décrochements successives dans un même plan de type $\{110\}$.

Enfin, les extensions de cœur sur les différents plans de type $\{110\}$ peuvent également être modifiées sous l'effet d'une contrainte appliquée. Le cœur est alors dit 'polarisé' et, dans ce cas, le mouvement des dislocations est alors plus particulièrement confiné dans un plan de type $\{110\}$ [46, 49–52]. En Fig. 2.5 sont présentées des structures de cœur polarisé dans un monocristal de molyb-

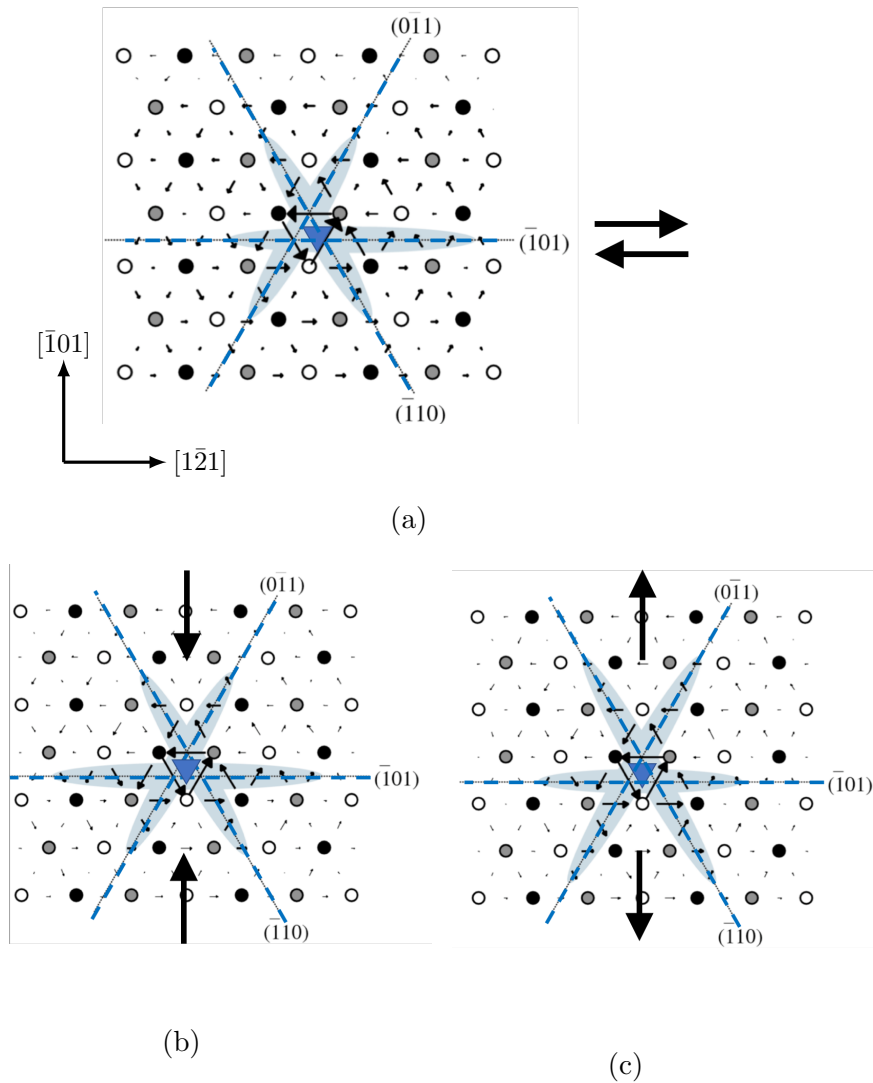


FIGURE 2.5 – Structures de cœur compact, sous contrainte (cœur polarisé), de dislocations vis suivant la direction $[111]$, dans un monocristal de molybdène [51]. En (a) sous une contrainte de cisaillement appliquée dans le plan $(\bar{1}01)$, en (b) sous une sollicitation en compression (flèches) perpendiculaire au plan $(\bar{1}01)$ et en (c) tension. Les cercles blancs, gris et noirs correspondent aux atomes respectifs de trois plans (111) successifs dans le cristal parfait. Les triangles indiquent la position du cœur de la dislocation vis de vecteur Burgers $a/2[111]$. Les plans de type $\{110\}$ contenant le vecteur de Burgers sont donnés par les traitillés. Les flèches donnent les déplacements relatifs hors-plan suivant la direction $[111]$.

dène [51]. Les ombrages sont utilisés pour mettre en évidence la polarisation des cœurs. Dans le cas d'une contrainte de cisaillement appliquée dans le plan $(\bar{1}01)$ (Fig. 2.5a), les déplacements sont alors plus particulièrement localisés dans ce plan et la position du cœur de la dislocation est alors excentrée par rapport à celle de la dislocation non contrainte. Lorsque la contrainte (flèches) est perpendiculaire au plan $(\bar{1}01)$, la position du cœur de la dislocation n'est pas altérée par rapport à celle de la dislocation non contrainte et les déplacements atomiques sont alors plus particulièrement localisés, soit dans le plan $(\bar{1}01)$ pour une sollicitation en compression (Fig. 2.5b), soit dans les plans $(\bar{1}10)$ et $(0\bar{1}1)$ pour une sollicitation en tension (Fig. 2.5c).

2.1.3 Plans de glissement et écart à la loi de Schmid

Les traces de glissement laissées par le mouvement des dislocations à la surface d'échantillons déformés plastiquement ont été et sont encore beaucoup étudiées afin de déduire les éventuels plans impliqués dans le déplacement de celles-ci. Il a été observé dans le cas des métaux BCC que les traces de glissement dépendaient de la température, de l'axe de déformation et du sens de la direction de déformation (tension/compression). Des traces de glissement "ondulées" ont été régulièrement observées, rendant difficile (voire impossible) l'identification des plans de glissement associés. Il en ressort toutefois que très majoritairement les traces de glissement correspondent à des plans de type $\{110\}$ et $\{112\}$ [1, 53]. A titre d'exemple, en Fig. 2.6 est présentée la surface d'un échantillon de niobium déformé *in situ* en compression à température ambiante [54] suivant une direction de type $\{001\}$. Sur cette image obtenue par AFM, les traces de glissement apparaissent sous formes de lignes noires et blanches correspondant à des vecteurs de Burgers différents et à des marches d'inclinaisons opposées. On remarque que certaines des traces ont une forme dite en "boomerang". Ces traces de glissement ont été interprétées comme résultant de changements de plans de glissement, entre plans de type $\{110\}$, les autres traces de glissement étant elles associées à des plans de glissement uniques de type $\{110\}$. Les traces de glissement "ondulées", historiquement observées à faible résolution en microscopie optique, correspondent en moyenne généralement au MRSSP. Le MRSSP est le plan pour lequel le facteur de Schmid est maximal, pour un vecteur de Burgers et un axe de déformation donnés. On peut le déterminer aisément à partir d'une projection stéréographique (Fig. 2.7). Pour un vecteur de Burgers $a/2[111]$, le MRSSP a pour normale la direction à l'intersection du plan (111) et du plan contenant la direction $[111]$ et l'axe de déformation ($[\bar{1}12]$ dans l'exemple de la projection stéréographique en Fig. 2.7). On définit ainsi deux angles, χ l'angle entre la direction $[\bar{1}01]$ et la direction normale au MRSSP (Fig. 2.7), et l'angle ψ entre la direction $[\bar{1}01]$ et la normale du plan de glissement observé expérimentalement. En Fig. 2.8a et Fig. 2.8b, les valeurs expérimentales de ψ en fonction de χ (i.e. de différentes directions de déformation) sont tracées pour des mo-

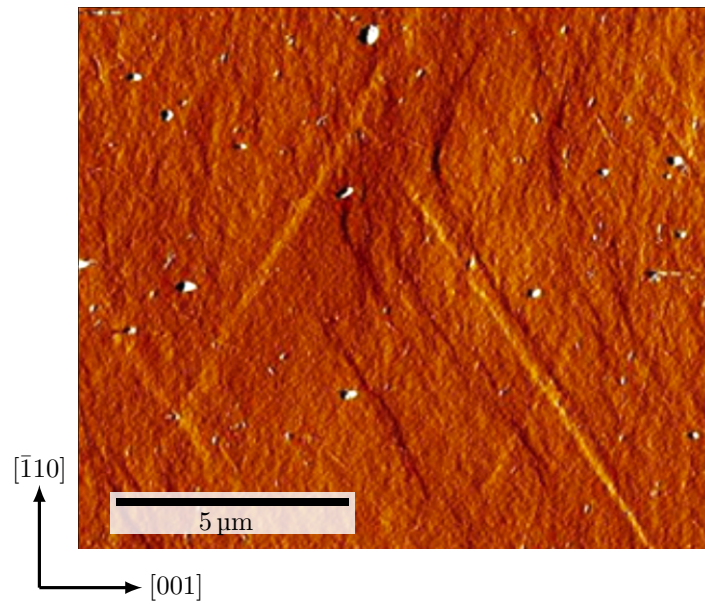


FIGURE 2.6 – Surface Nb(110) après déformation *in situ* en compression. Les lignes noires et blanches correspondent aux traces de glissement [54] (observation AFM à température ambiante).

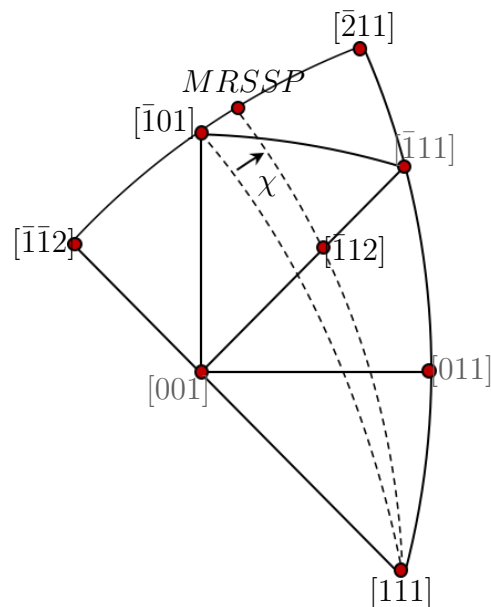


FIGURE 2.7 – Projection stéréographique montrant le MRSSP et l'angle χ associés au vecteur de Burgers [111] et à un axe de compression suivant $[112]$.

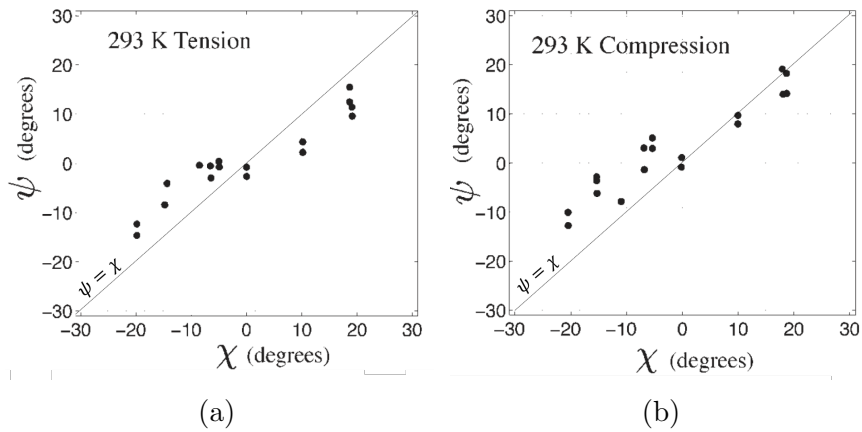


FIGURE 2.8 – Valeurs de ψ en fonction de χ , pour un monocristal de Fe-3% Si déformé à 293 K en tension (a) et en compression (b) [55].

nocristaux de Fe-3%Si déformées à 293 K en tension (a) et en compression (b) [55]. L'ensemble des points montre bien que les plans de glissement moyens sont associés au MRSSP ($\psi \approx \chi$).

Les matériaux BCC sont aussi bien connus pour présenter des déviations par rapport à la loi de Schmid et une asymétrie maillage/antimaillage en-dessous d'une température T_c (appelé température critique) ; pour le niobium, $T_c \approx 175 K$ [1]. En-dessous de T_c , la limite d'élasticité dépend de l'orientation et du sens de la contrainte appliquée. En tension, la limite d'élasticité est plus faible quand le MRSSP est dans le sens maillage ($\chi > 0$), alors qu'elle est plus élevée quand le MRSSP est dans le sens antimaillage ($\chi < 0$). Les résultats sont inverses en compression, les sens maillage et antimaillage étant inversés. Les plans de glissement déduits des traces de glissement ne correspondent ainsi plus forcément au MRSSP. A basse température ($< T_c$) pour des déformations en compression et pour $\chi < 0$ (sens antimaillage), $\psi = 0^\circ$ correspondant à du glissement sur le plan de glissement $\{110\}$ ayant le plus fort facteur de Schmid. Pour $\chi > 0$ (sens maillage), on retrouve le même comportement que précédemment, les traces de glissement ayant tendance à suivre un plan moyen correspondant au MRSSP. En tension, rappelons-le, les sens de maillage et d'antimaillage sont inversés. Ceci est illustré Fig. 2.9 pour des monocristaux de Fe-3%Si déformé à 77 K en compression 2.9b et en tension Fig. 2.9a [55]. Il est constaté que la courbe $\psi(\chi)$ n'est plus une droite de pente 1, comme dans la cas de la Fig. 2.8, mais présente un plateau pour $\chi < 0$ en compression et pour $-10^\circ < \chi < 10^\circ$ en tension. Les récents travaux de Dezerald *et al.* [56] ont montré que ces différences de comportement pouvaient éventuellement s'expliquer par la trajectoire prise par le cœur des dislocations vis pour passer d'une rangée dense à une autre.

Dans ce contexte, le banc d'essais Nanoplast [6] qui permet d'observer et d'analyser sur une gamme en température [90-600 K] à l'échelle atomique les surfaces d'échantillons sous contrainte [0-500 MPa], s'avère un outil de choix

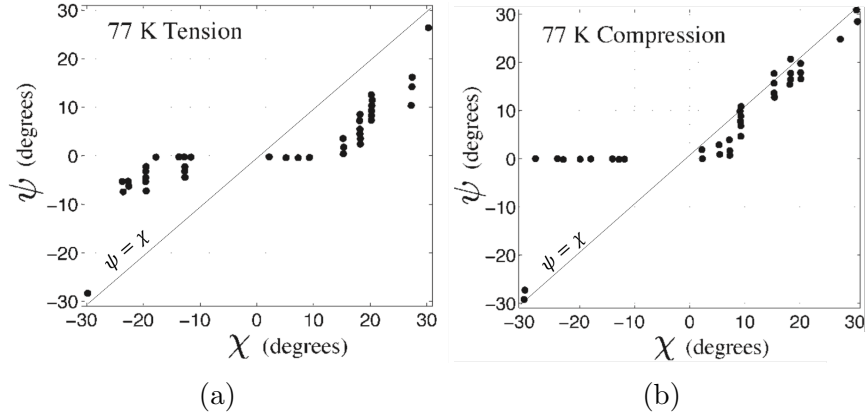


FIGURE 2.9 – Valeurs de ψ en fonction de χ , pour un monocristal de Fe-3% Si déformé à 77 K en tension (a) et en compression (b) [55].

pour l'étude des traces de glissement associées à la plasticité des matériaux. Des monocristaux de niobium ont été déformés à des températures comprises entre T_c et T_a et à une température inférieure à T_c , afin de déterminer à l'échelle atomique les plans pouvant être associés aux traces de glissement résultant du mouvement des dislocations dans le volume et de leur émergence à la surface. Le but est de confronter ces résultats expérimentaux et les nouvelles informations qu'ils nous apportent, aux toutes dernières simulations atomistiques *ab initio* utilisant la DFT [47, 48] et en simulations atomistiques *Bond-Order Potentials* (BOP) [51, 57, 58], expériences et simulations présentent le fort intérêt d'être aux mêmes échelles spatiales.

2.2 Protocoles expérimentaux

Les essais de déformation ont été réalisés sur le banc expérimental Nanoplast [6] qui permet de déformer sous ultra vide ($\approx 5 \times 10^{-11}$ mbar) des échantillons en compression à différentes températures, tout en observant *in situ* la surface par microscopie champ proche (AFM, STM). La surface d'observation des monocristaux de niobium est de type $\{111\}$. Des cycles de préparation optimum de surface (bombardement ionique de 10 min et recuit à 1000°C pendant 2h), permettant d'atteindre la résolution atomique en surface, ont été mis au point et rappelés au Chap. 1. Ces cycles de préparation permettent d'obtenir une surface non oxydée, présentant de larges terrasses (>50 nm) avec la résolution atomique de la cristallographie de surface.

La géométrie de nos échantillons est présentée en Fig. 2.10. Les dimensions nominales des échantillons sont de 2×2 mm² de section et de 6 mm de longueur. La contrainte de compression σ est appliquée suivant la direction $[\bar{1}12]$. En Fig. 2.10 est également schématisée une trace de glissement créée par le mouvement d'une dislocation vis dans un plan de glissement représenté en rouge. La trace de glissement fait avec l'axe de compression $[\bar{1}12]$ un angle θ ,

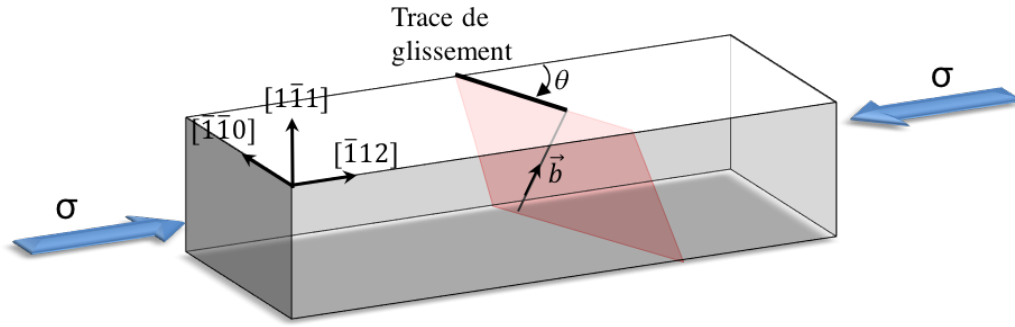


FIGURE 2.10 – Géométrie des échantillons, dislocation vis de vecteur de Burgers \vec{b} et sa trace de glissement (le plan de glissement est en rouge). La contrainte σ est appliquée suivant la direction $[\bar{1}12]$. L'angle θ est défini par la trace de glissement et l'axe de compression $[\bar{1}12]$. La surface est orientée suivant la direction $[1\bar{1}1]$.

angle qui sera utilisé par la suite dans la procédure expérimentale d'analyse des traces de glissement (décrite dans la partie 2.4.1).

Les plans de glissement les plus fréquemment mentionnés dans la littérature associés au vecteur de Burgers $a/2[111]$ sont donnés en Tab. 2.1, ainsi que les facteurs de Schmid correspondants. Les systèmes de glissement ayant pour vecteur de Burgers $a/2[11\bar{1}]$ sont équivalents à ceux de vecteur de Burgers $a/2[111]$ et n'ont donc pas été reportés. A noter que, pour ces conditions d'orientations, les systèmes $a/2[111](\bar{1}01)$ et $a/2[111](\bar{2}11)$ ont des facteurs de Schmid très proches, qui ne diffèrent pas de plus de 5%, et que le MRSSP coïncide avec le plan $(\bar{5}14)$ ($\chi = 11^\circ$).

Vecteur de Burgers	Plan de glissement	Facteur de Schmid
$\frac{a}{2}[111]$	$(\bar{1}01)$	0.41
	$(\bar{2}11)$	0.39
	$(11\bar{2})$	0.31
	$(\bar{1}10)$	0.27
	$(0\bar{1}1)$	0.14

TABLEAU 2.1 – Facteur de Schmid des systèmes de glissement de vecteur de Burgers $a/2[111]$, pour un axe de compression suivant $[\bar{1}12]$.

Les échantillons ont été déformés à trois températures : 293 K, 200 K et 90 K, inférieures à la température athermique du niobium ($T_a \approx 380$ K), la dernière température étant en dessous de $T_c \approx 175$ K). Les échantillons sont refroidis par l'intermédiaire d'un cryostat contenant de l'azote liquide pour atteindre 200 K et de l'hélium liquide pour atteindre 90 K. A noter qu'en raison des pertes thermiques, principalement liées au cryostat et au système de

compression, la température de 90 K est la température la plus basse que l'on puisse, pour l'instant, atteindre avec le dispositif actuel. La déformation est assurée, dans un premier temps, par deux moteurs externes en configuration symétrique par rapport à l'échantillon. La platine du microscope est, au cours de cette première étape, reliée mécaniquement au bâti ce qui, dû aux diverses vibrations parasites, n'autorise pas l'observation par microscopie champ proche. Lorsque la zone de contrainte/déformation d'intérêt est atteinte, les moteurs externes sont désengagés, tout en maintenant la contrainte sur l'échantillon. La platine supportant le microscope champ proche et l'ensemble du dispositif de compression est alors désolidarisée du bâti et tenue en suspension par un système assurant l'amortissement des vibrations. Des actionneurs piézo-électriques sont ensuite utilisés pour poursuivre la déformation *in situ*. Ils sont disposés symétriquement par rapport à l'échantillon afin de limiter la dérive mécanique lors de l'imagerie de la surface par AFM/STM¹. Les échantillons sont déformés à une vitesse de déformation nominale d'environ 10^{-5}s^{-1} .

2.3 Détermination expérimentale du vecteur de Burgers

Une dislocation est définie par son vecteur de Burgers \vec{b} et son vecteur de ligne \vec{l} . L'angle entre \vec{b} et \vec{l} détermine son caractère : celle-ci est dite vis, lorsque son vecteur de Burgers \vec{b} est parallèle à son vecteur de ligne \vec{l} , coin, lorsque son vecteur de Burgers \vec{b} est perpendiculaire à son vecteur de ligne \vec{l} et mixte, dans tous les autres cas. Lorsqu'une dislocation émerge à la surface d'un échantillon, elle cisaille celle-ci d'une translation correspondant à son vecteur de Burgers \vec{b} . Cette translation peut se décomposer en une composante hors-plan (marche en surface) correspondant à la projection de son vecteur de Burgers \vec{b} suivant la normale au plan de la surface et en une composante de cisaillement dans le plan de la surface correspondant à la projection de son vecteur de Burgers \vec{b} dans celle-ci.

Expérimentalement, la microscopie STM permet d'obtenir une résolution hors-plan inférieure à 15 pm. Les Fig. 2.11a et 2.11b présentent des images en mode topographique et en mode signal d'erreur d'une trace de glissement obtenue par déformation à la température ambiante sous une contrainte de résolu $\tau = 35$ MPa. On retrouve ici en surface la structure atomique reconstruite (2×2) décrite au Chap. 1 La trace de glissement va du coin supérieur gauche jusqu'au milieu de l'image et est associée au plan $(\bar{1}01)$, les autres traces de surface (plus particulièrement visibles en Fig. 2.11b) étant des marches vicinales de la surface du Nb($1\bar{1}1$). A l'extrémité de cette trace de glissement se trouve la dislocation qui l'a créée (*c.f.* Fig. 2.11a et 2.11b). On remarque sur

1. Le système de compression et de mise en température sont détaillés dans [6] et dans [59]

la Fig. 2.11a une évolution du contraste (clair \rightarrow sombre) qui traduit la montée en hélice liée à la composante hors-plan du vecteur de Burgers de cette dislocation. Un profil hors-plan de la surface réalisé perpendiculairement à la trace de glissement (traitillés blancs Fig. 2.11a) est présenté en Fig. 2.11c. La hauteur de la trace de glissement, correspondant à la composante hors-plan du vecteur de Burgers de la dislocation, est de 97 pm, soit $0,294a \frac{[111]}{\sqrt{3}}$.

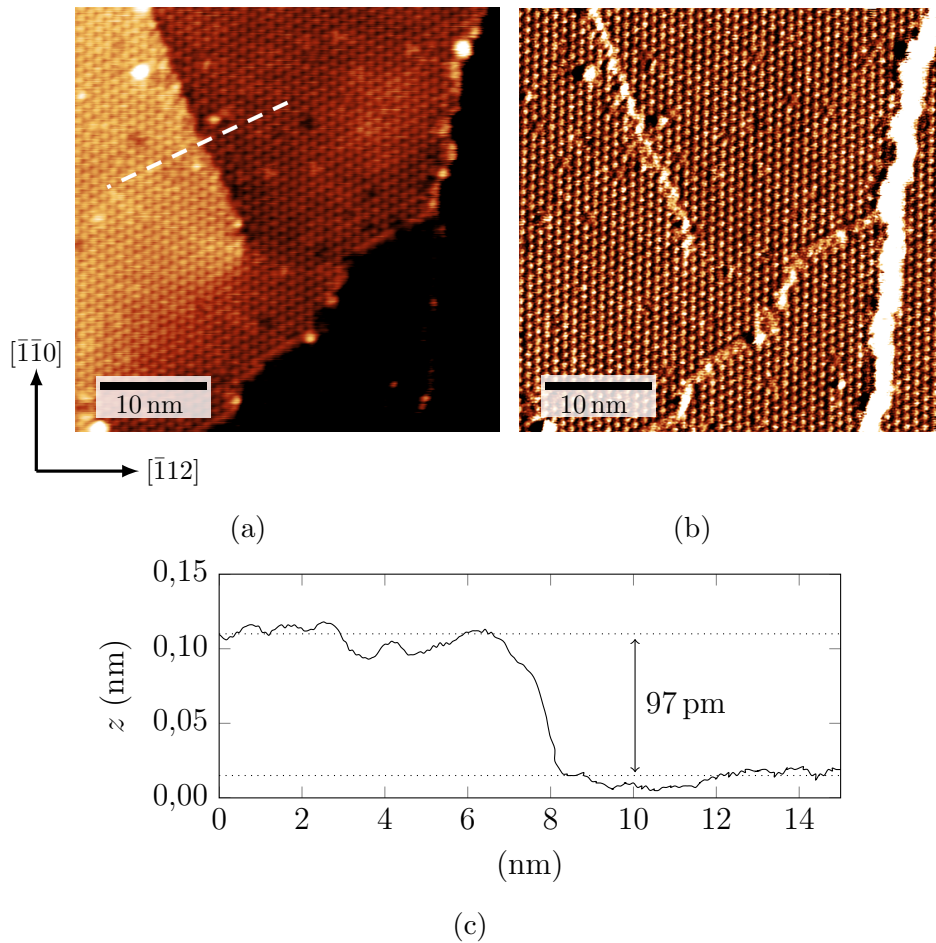


FIGURE 2.11 – Surface Nb(111), après déformation, présentant une trace de glissement arrêtée au milieu des images STM : (a) mode topographique, (b) mode signal d'erreur (observation à 293 K, $\tau = 35$ MPa). En (c), profil hors-plan réalisé selon les traitillés sur l'image topographique en (a).

Afin d'accéder à une détermination complète du vecteur de Burgers \vec{b} , il est nécessaire de connaître la composante de cisaillement dans le plan de la surface. Ce cisaillement dans le plan de la surface peut être déterminé directement à partir de l'image STM en mesurant le déplacement des rangées atomiques de part et d'autre de la trace de glissement. Cette méthode s'avère toutefois très peu précise. Afin d'obtenir une meilleure résolution, nous avons

opté² pour une technique utilisée en imagerie haute résolution MET. Cette méthode est basée sur la détermination des champs de déplacement à partir de la transformée de Fourier (Fig. 2.12a) de l'image de la surface en mode signal d'erreur (Fig. 2.11b). Le champ de déplacement, calculé avec le module *Geometric Phase Analysis* (GPA) du programme DigitalMicrograph, suivant une direction cristallographique particulière est obtenue à partir de son spot ('vecteur de diffraction') correspondant de la transformée de Fourier (Fig. 2.12a). La variation du champ de déplacement dû à la trace de glissement sur la surface expérimentale est alors déterminée en chaque point par comparaison avec le champ de déplacement obtenu à partir d'une image simulée d'une surface parfaite. A noter que la transformée de Fourier inverse utilisant le même spot donne une image des rangées atomiques correspondantes.

En Fig.2.12b et 2.12c sont reportés une visualisation des champs de déplacement obtenus suivant les directions [121] et [10 $\bar{1}$], respectivement. Celle suivant [121] (Fig.2.12b) a été obtenue à partir du spot [121] encadré en Fig. 2.12a et celle suivant [10 $\bar{1}$] (Fig.2.12c) à partir du spot [10 $\bar{1}$] (encadré en Fig. 2.12a). Sur la cartographie du champ de déplacement suivant [121] (Fig. 2.12b), on observe clairement une variation abrupte du contraste de part et d'autre de la trace de glissement, tandis que le contraste associé au champ de déplacement suivant [10 $\bar{1}$] (Fig. 2.12c) reste le même. Les profils du champ de déplacement suivant les traitillés verts (Fig. 2.12b) et bleus (Fig. 2.12c) sont présentés en Fig. 2.12d. La variation du champ de déplacement au franchissement de la trace de glissement suivant [121] (courbe verte) est de 0,26 nm, soit $0,79a^{[121]}/\sqrt{6}$, tandis que, suivant [10 $\bar{1}$], cette variation peut être raisonnablement considérée comme nulle (courbe en bleu). Les vecteurs [121] et [10 $\bar{1}$] formant une base du plan vectoriel de la surface ($\bar{1}\bar{1}1$), on détermine ainsi aisément que la projection dans le plan de la surface ($\bar{1}\bar{1}1$) du vecteur de Burgers de la dislocation située à l'extrémité de la trace de glissement est de 0,26 nm suivant [121]. A partir des composantes vectorielles hors-plan et dans le plan mesurées expérimentalement, on obtient comme cisaillement global du cristal, i.e. comme vecteur de Burgers de la dislocation :

$$\vec{b} = 0,294 \times \frac{a}{\sqrt{3}} \begin{pmatrix} 1 \\ \bar{1} \\ 1 \end{pmatrix} + 0,79 \times \frac{a}{\sqrt{6}} \begin{pmatrix} 1 \\ 2 \\ 1 \end{pmatrix} + 0 \times \frac{a}{\sqrt{2}} \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \\ \bar{1} \end{pmatrix} \quad (2.1)$$

$$\approx \frac{a}{2} \begin{pmatrix} 0,98 \\ 0,95 \\ 0,98 \end{pmatrix} \quad (2.2)$$

$$\sim \frac{a}{2} \begin{pmatrix} 1 \\ 1 \\ 1 \end{pmatrix} \quad (2.3)$$

On retrouve donc ici, sans grande surprise pour un métal BCC, un vecteur

2. En collaboration avec Frédéric Pailloux (Institut Pprime).

de Burgers de type $a/2 \langle 111 \rangle$, déterminé expérimentalement depuis bien longtemps en MET [60]. Ce que nous venons simplement de montrer ici est qu'il est dorénavant possible dans le cas de matériaux cristallins pouvant être 'difficilement observés' en MET et lorsque la cristallographie atomique de surface peut être obtenue, de déterminer à partir d'observations STM les vecteurs de Burgers des dislocations à la fois en norme et en direction. Notons également que les observations en MET autorisant une détermination des vecteurs de Burgers à la fois en norme et en direction sont généralement complexes à mettre en œuvre et requièrent des techniques de caractérisation sophistiquées comme le LACBED [61] ou de simulations d'images 'en faisceau faible' dans le cas de dislocations dissociées [62]. Enfin, cela permet dans le cas où des échantillons monocristallins sont déformés en orientation symétrique avec plusieurs vecteurs de Burgers actifs, de connaître précisément le vecteur de Burgers associé de chaque trace de glissement.

Pour conclure, il a été montré, dans le chapitre précédent, que la structure atomique de la surface Nb{111} était accessible par STM pour des conditions de préparation de surface spécifiques. Grâce au dispositif unique de compression développé au laboratoire (banc d'essais Nanoplast), cette résolution n'est pas altérée lorsque l'échantillon est mis sous contrainte et/ou en température, autorisant ainsi des observations de dislocations émergentes et de leurs traces de glissement éventuelles sous diverses conditions expérimentales. La résolution atomique de la structure de surface a permis, en utilisant une procédure d'extraction des champs de déplacement développée dans le cadre de la METHR, de déterminer les vecteurs de Burgers de ces dislocations émergentes. Il apparaît donc que, dans le cadre de la présente étude, la configuration de cœur des dislocations vis dans le Nb n'est pas directement accessible expérimentalement. Nous allons cependant montrer, dans ce qui suit, qu'une analyse indirecte à partir des traces de glissement à l'échelle atomique peut néanmoins apporter des informations décisives relatives aux cœurs des dislocations dans le Nb.

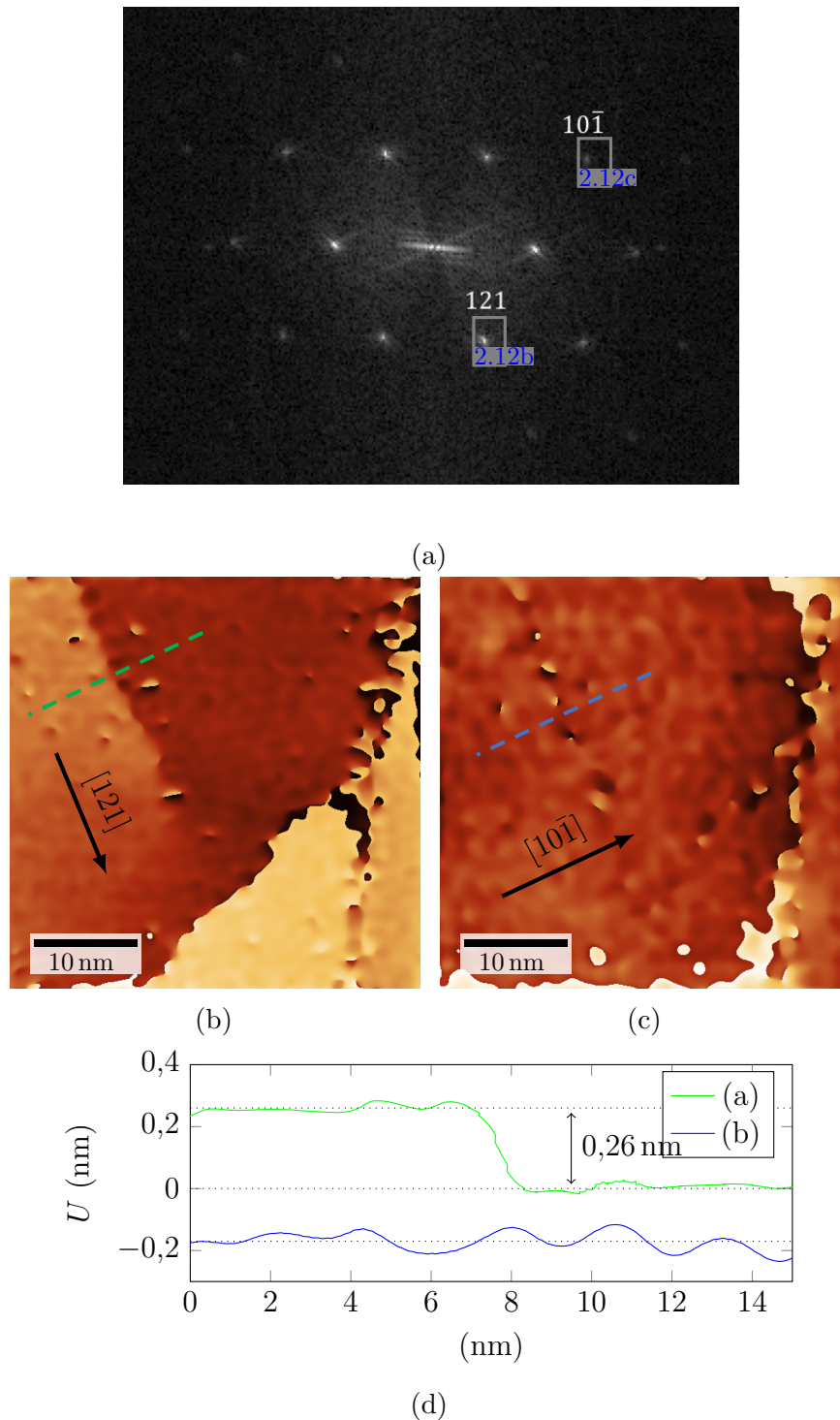


FIGURE 2.12 – Champ de déplacement dans le plan obtenu à partir de l'image en Fig. 2.11. En (a), la transformée de Fourier de l'image en Fig. 2.11b (les encadrés indiquent les spots utilisés pour les images (b) et (c)). (b) Champ de déplacement suivant $[121]$ et (c) suivant $[10\bar{1}]$. (Calcul réalisé avec le module GPA du programme DigitalMicrograph). En (d), profils des champs de déplacement réalisés selon les traitillés sur les images (a) et (b).

2.4 Analyse des traces de glissement

D'une manière générale, nous verrons par la suite que les images STM montrent que les traces de glissement, même à l'échelle atomique, ont un aspect sinueux ne pouvant être associé à un plan unique (voir pour exemple la Fig. 2.16). Il convient donc de définir en premier lieu une méthode d'analyse qui permette d'identifier sans ambiguïté à l'échelle atomique les différents plans associés aux mouvements des dislocations. Nous présentons donc, ci-dessous, avant les résultats expérimentaux, le protocole d'analyse adopté.

2.4.1 Protocole d'analyse

Les plans d'intérêt associés à un axe de compression $[\bar{1}12]$ sont $(\bar{1}01)$, $(\bar{2}11)$, $(11\bar{2})$, $(\bar{1}10)$ et $(0\bar{1}1)$, qui sont ceux de facteur de Schmid les plus élevés pour des dislocations de vecteur de Burgers $a/2[111]$ (Tab. 2.1). A toute échelle d'observation supérieure à l'échelle atomique, lorsque le mouvement d'une dislocation est confiné dans un seul plan, l'intersection de son plan de glissement avec la surface d'observation, correspondant à une trace de glissement, apparaît comme une droite que l'on peut caractériser par l'angle macroscopique θ qu'elle fait avec l'axe de compression (Tab. 2.2). Cependant, à l'échelle atomique, cette même trace de glissement doit nécessairement respecter la cristallographie de surface (Fig. 2.13) et n'apparaît plus nécessairement comme une droite (Fig. 2.14). Sur cette figure sont représentées à l'échelle atomique

Vecteur de Burgers	Plan de glissement	θ
$\frac{a}{2}[111]$	$(\bar{1}01)$	60°
	$(\bar{2}11)$	71°
	$(11\bar{2})$	49°
	$(\bar{1}10)$	90°
	$(0\bar{1}1)$	30°

TABLEAU 2.2 – Angle θ des traces de glissement avec l'axe de compression $[\bar{1}12]$, pour chaque système de glissement possible.

les traces de glissement des différents plans considérés, ainsi que l'angle macroscopique θ associé. Chacun des plans donne lieu à un motif atomique différent, celui-ci pouvant aussi être une combinaison de motifs d'autres plans.

L'analyse d'une trace de glissement consistant à suivre les atomes en bord de celle-ci, il serait possible de faire une analyse statistique de l'apparition de chacun de ces motifs le long de la trace de glissement. Cette analyse apparaît toutefois très subjective à cause de l'imbrication des motifs. Nous avons donc choisi une méthode plus globale qui s'appuie, comme pour les traces macroscopiques, sur l'angle mesuré entre la trace de glissement à l'échelle atomique et

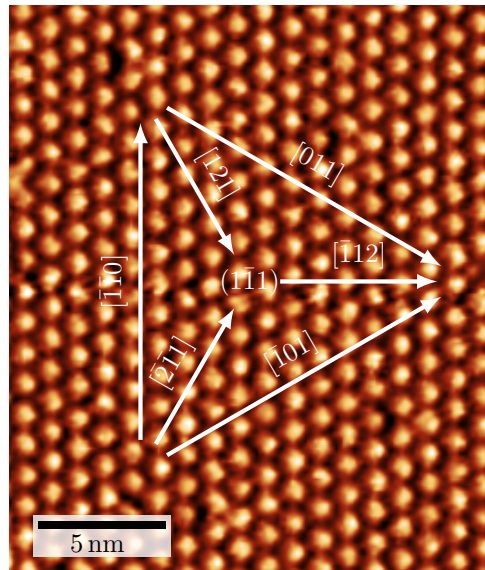


FIGURE 2.13 – Surface Nb($\bar{1}\bar{1}1$) présentant une reconstruction (2×2). Les directions denses de la surface sont rappelées. (Observation STM en mode signal d'erreur).

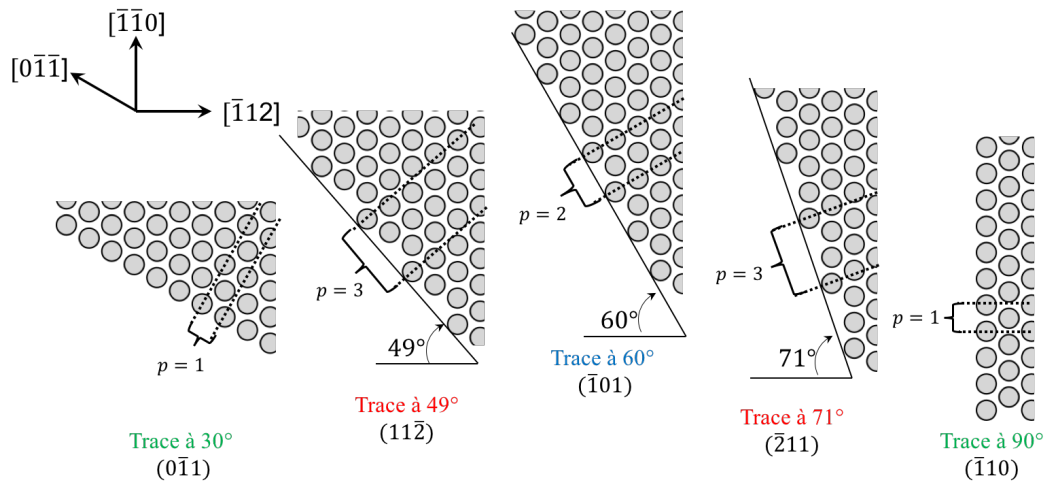


FIGURE 2.14 – Schéma à l'échelle atomique de traces, avec p la période du motif atomique, pour différents plans pouvant être associés aux traces de glissement. L'angle macroscopique θ de chaque trace de glissement est rappelé.

l'axe de compression (voir les angles θ en Fig. 2.14). Il est facile de voir sur la Fig. 2.14 que les traces de glissement à 30° (direction $[0\bar{1}\bar{1}]$) et à 90° (direction $[\bar{1}\bar{1}0]$), correspondant aux plans $(0\bar{1}1)$ et $(\bar{1}10)$ sont obtenus dès un seul pas atomique, tandis qu'une trace de glissement à 60° (plan $[\bar{1}\bar{1}0]$) nécessite au moins la combinaison de deux pas atomiques suivant les directions $[\bar{1}\bar{1}0]$ et $[0\bar{1}\bar{1}]$. Pour les traces à 49° et 71° , correspondant aux plans $(11\bar{2})$ et $(\bar{2}11)$, il est alors nécessaire de faire intervenir trois pas atomiques associant un pas atomique suivant $[\bar{1}\bar{1}0]$ et deux pas atomiques suivant $[0\bar{1}\bar{1}]$ ou un pas atomique suivant $[0\bar{1}\bar{1}]$ et deux pas atomiques suivant $[\bar{1}\bar{1}0]$. Cela implique donc pour cette méthode que le nombre de pas atomiques consécutifs minimum permettant d'obtenir sur une trace de glissement les cinq motifs correspondant aux différents plans, doit être un multiple commun (PPCM : plus petit commun multiple) de 1, 2, 3, soit 6. Cela implique, réciproquement l'unicité du motif associé à cet angle c'est à dire du plan, pour toute séquence de six pas atomiques correspondant exactement à un des angles précédemment cités (voir Fig. 2.14 et 2.15). Une séquence de 6 pas atomiques correspond à une longueur maximale de $6\sqrt{2}a = 5,6\text{nm}$ le long d'une trace de glissement. Une démonstration plus complète peut être trouvée dans l'Annexe A.

L'analyse des plans associés à une trace de glissement se fait alors tout simplement en la divisant, à partir d'une origine aléatoire, en segments successifs de six pas atomiques. L'angle que fait chacun de ces segments avec l'axe de compression est mesuré et à chaque segment est associé le plan correspondant à cet angle.

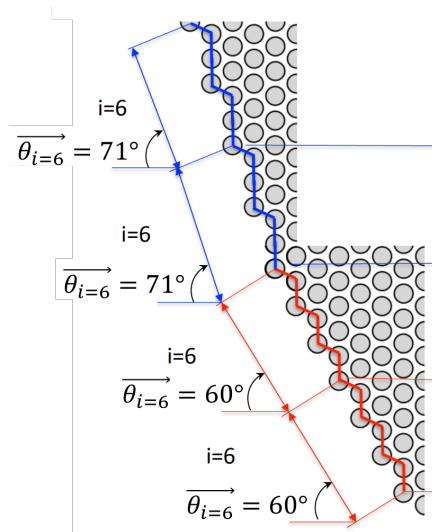


FIGURE 2.15 – Exemple idéalisé de l'analyse d'une trace de glissement à l'échelle atomique avec un pas $i = 6$.

2.4.2 Résultats à 200 K et 293 K

Les images *STM* présentées en Fig. 2.16 sont caractéristiques des traces de glissement observées à 200 K et 293 K. A noter que ces deux figures ne sont pas à la même échelle. Ces images ont été obtenues à des contraintes projetées de $\tau = 68$ MPa et $\tau = 35$ MPa. En Fig. 2.16a, les lignes fines en diagonale

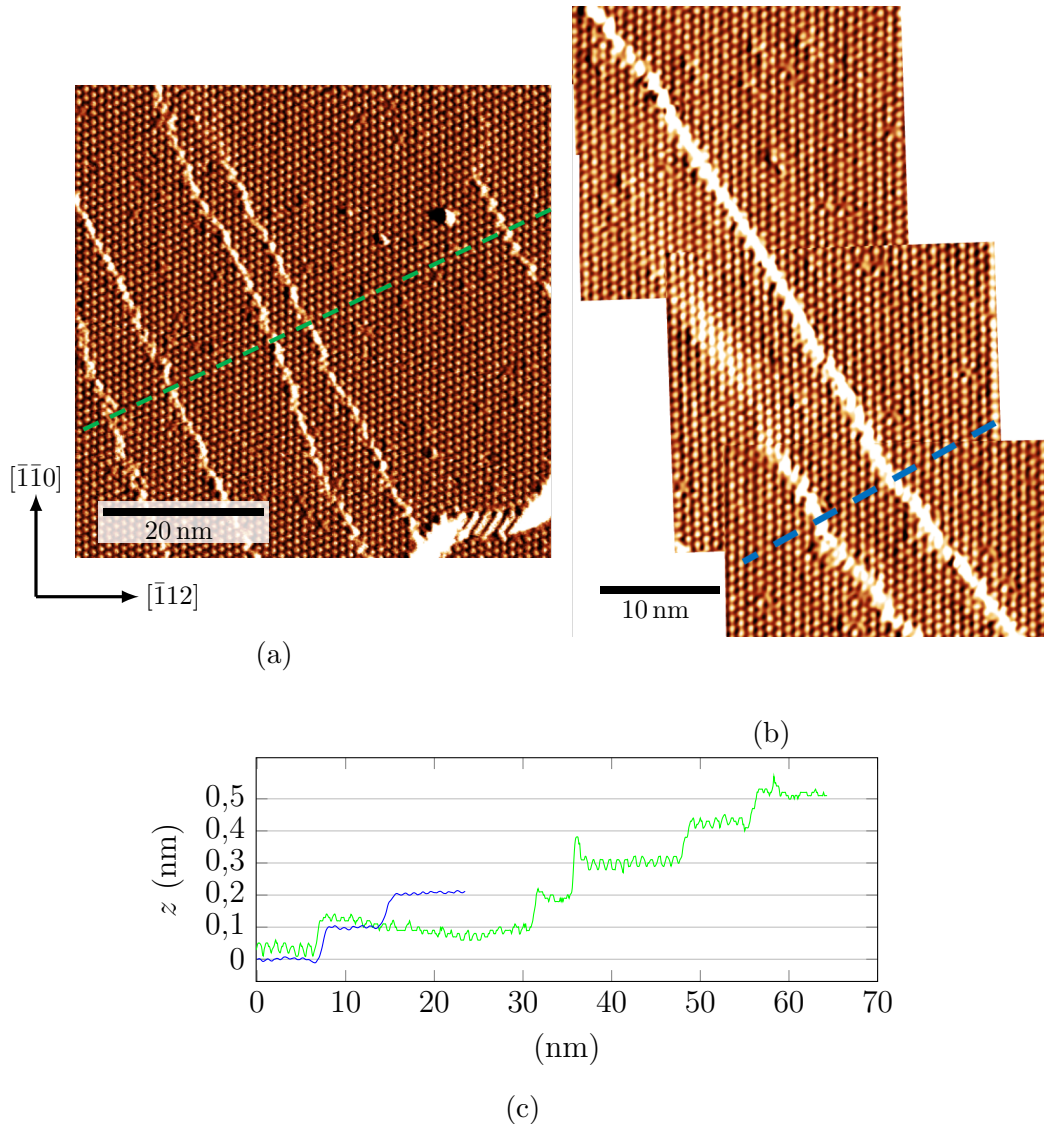


FIGURE 2.16 – Surface Nb($1\bar{1}1$) après déformation, présentant plusieurs traces de glissement. (a) observation *STM* à 200 K, $\tau = 68$ MPa et (b) observation *STM* à 293 K, $\tau = 35$ MPa). En (c) les profils hors-plan réalisés suivant les traitillés.

sont des traces de glissement, tandis que la ligne épaisse (en bas à droite) est une marche vicinale composée de plusieurs marches atomiques. On remarquera, bien que l'image ait été réalisée à basse température (cryostat) et sous contrainte (système de compression), l'extrême 'finesse' de la structure atomique de surface permettant de suivre atome par atome le bord des traces de

glissement. De plus, la presque parfaite cristallographie de surface révèle non seulement une très faible pollution de surface, mais également la grande pureté chimique de nos échantillons. Les résultats obtenus aux deux températures sont très similaires et nous ne présenterons donc par la suite que ceux obtenus à 200 K, ceux-ci étant plus complets. D'une manière générale, la déformation est relativement hétérogène et les traces de glissement analysées sont souvent localisées dans une même zone, de l'ordre d'une centaine de nanomètres de large.

Comme nous l'avions indiqué au début de la partie 2.4, les traces de glissement apparaissent sinueuses révélant ainsi qu'elles appartiennent nécessairement à plusieurs plans cristallographiques. Certaines traces de glissement traversent toute l'image, tandis que d'autres s'arrêtent à l'intérieur de celle-ci. Il est clair que, dans ce cas, la trace de glissement se termine sur une dislocation qui vient émergée en surface et dont la présence sous celle-ci pourrait être à l'origine du léger renforcement du contraste des atomes situés un peu au delà de la trace de glissement, ceci étant plus particulièrement visible sur la Fig. 2.16b. Les systèmes symétriques de vecteurs de Burgers $a/2[111]$ et $a/2[11\bar{1}]$ ont été observés. Cependant, dans un souci de simplification et surtout de clarté, nous ne reporterons que les résultats relatifs aux systèmes ayant comme vecteur de Burgers $a/2[111]$. Afin de vérifier qu'il n'y a pas de diffusion des atomes le long des traces de glissement, comme cela a pu être observé sur l'or par exemple [63], la même zone a été imagée successivement pour différents temps. Aucun changement notable n'étant *a priori* détecté sur plusieurs heures, on peut affirmer que le caractère sinueux des traces de glissement ne résulte pas d'une éventuelle diffusion atomique le long des traces de glissement³. La Fig. 2.16c montre les profils hors plan du relief des surfaces des Fig. 2.16a (ligne verte) et 2.16b (en bleue), réalisés de la droite vers la gauche le long des lignes traitillées. Les petites oscillations, notamment visibles à 200 K, proviennent de la structure atomique des surfaces, tandis que les marches d'environ 0,1 nm de hauteur sont produites à chaque passage d'une trace de glissement. Ainsi chaque trace de glissement résulte du passage d'une seule dislocation. L'angle moyen de chaque trace de glissement va de $56,3^\circ$ à $69,2^\circ$, avec une moyenne autour de $61,3^\circ$. A noter que l'utilisation de la cristallographie de surface permet de déterminer très précisément la direction de l'axe de compression, ainsi que l'orientation moyenne des traces de glissement. Ces angles indiquent, encore une fois, que les traces de glissement résultent nécessairement d'une combinaison de plusieurs plans, puisqu'ils ne correspondent à aucun plan cristallographique. Ils ne correspondent pas non plus au MRSSP ($63,7^\circ$). Cependant, comme l'angle moyen ($61,3^\circ$) est supérieur à 60° , il apparaît que la direction de glissement dans le sens maclage est plus abondante et, par conséquent, plus favorable pour nos

3. Nous verrons dans le Chap. 3 que l'interaction entre une trace de glissement arrêtée et une terrasse vicinale peu entrainer la disparition de la terrasse, certainement par diffusion. Cependant cela n'affecte pas la trace de glissement, ne remettant pas en cause l'absence de diffusion le long des traces de glissement.

conditions expérimentales. Il n'en reste pas moins qu'avec un angle inférieur à 60° , certaines traces de glissement indiquent que du glissement dans le sens antimaclage se produit également.

En Fig. 2.17 sont présentés les résultats de l'analyse (décrite dans la partie 2.4.1) des traces de glissement observées à la résolution atomique. La longueur totale de traces de glissement analysée est d'environ 352 nm et celles-ci ont une longueur moyenne d'environ 44 nm. Ces longueurs peuvent certes apparaître comme relativement faibles, mais à l'échelle atomique et afin de bien suivre le contour des traces de glissement, elles correspondent en fait à l'analyse de plusieurs centaines d'images STM. Nous avons vérifié sur quelques traces de glissement que le choix de l'origine du découpage en segments de six pas atomiques n'avait pas d'influence notable sur les résultats.

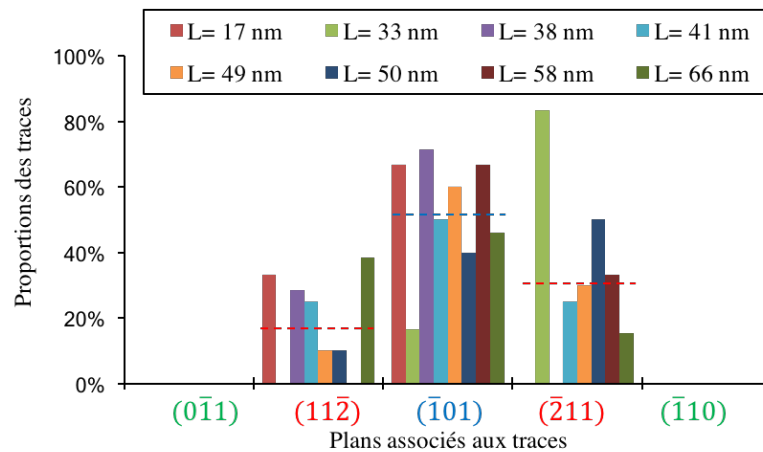


FIGURE 2.17 – Proportion des traces de glissement (à 200 K) en fonction des plans associés, les traitillés donnent les proportions moyennes de chaque plan et L la longueur des traces.

La proportion de plans pouvant être associée à une trace de glissement est très hétérogène d'une trace de glissement à une autre. Par exemple, pour la trace de glissement de 17 nm (en rouge), environ 30% de sa longueur est associée au plan $(11\bar{2})$ et tout le reste de la trace de glissement, soit 70% de sa longueur, est associée au plan $(\bar{1}01)$. *A contrario*, la longueur de la trace de glissement de 33 nm (en vert) est associée à hauteur de 20% au plan $(\bar{1}01)$ et de 80% au plan $(\bar{2}11)$. A chacune de ces deux traces de glissement n'est associée que deux plans, tandis que pour d'autres au moins trois plans sont identifiés. Nous avons vérifié que cette forte hétérogénéité n'était pas liée à la longueur des traces de glissement. Pour cela, sont reportés Fig. 2.18 les proportions des plans $(11\bar{2})$, $(\bar{1}01)$ et $(\bar{2}11)$ en fonction de la longueur des traces de glissement L . Les courbes de tendance, tracées en pointillés, montrent qu'à cette température la longueur des traces de glissement L n'a *a priori* pas d'influence significative sur les proportions des plans associés aux traces de glissement.

Il est important de remarquer que toutes les traces de glissement ont au

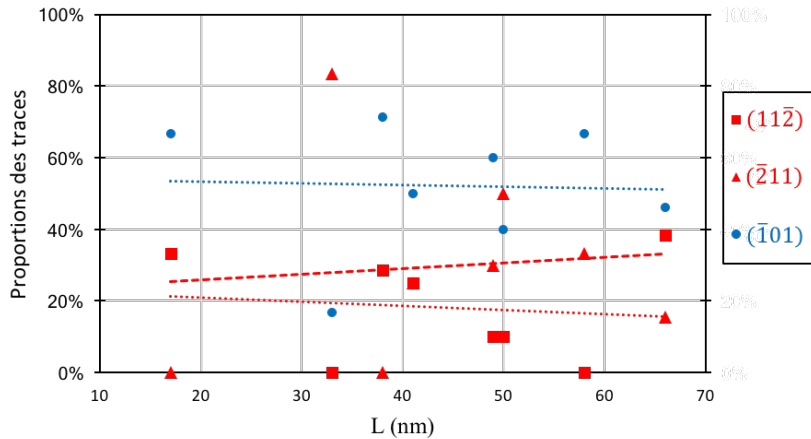


FIGURE 2.18 – Proportion des traces de glissement (à 200 K) en fonction de L pour les plans $(11\bar{2})$, $(\bar{1}01)$ et $(\bar{2}11)$. Les pointillés correspondent aux courbes de tendance des plans $(\bar{1}01)$ et $(\bar{2}11)$ (en bleu et en rouge), et les traitillés en rouge correspondent à la courbe de tendance du plan $(11\bar{2})$.

moins une portion de longueur correspondant au plan $(\bar{1}01)$. Les proportions moyennes de longueur pouvant être attribuées à chacun des plans sur l'ensemble des traces de glissement sont données en traitillés sur la Fig. 2.17. On voit que la proportion moyenne de longueur associée au plan $(\bar{1}01)$ est prédominante avec 52%. Celles-ci sont respectivement de 18% et 30% pour les plans $(11\bar{2})$ et $(\bar{2}11)$. Ce dernier point confirme, comme nous l'avons déjà précédemment déduit de l'angle moyen des traces de glissement, que la direction $(\bar{2}11)$ dite de 'maillage' est plus favorable que celle $(11\bar{2})$ dite 'd'antimaillage'. Enfin, nos résultats ne détectent aucune portion de trace de glissement pouvant être associée aux plans $(0\bar{1}1)$ et $(\bar{1}10)$, qui correspondrait à du glissement dit "anomal" sur des plans à petit facteur de Schmid.

2.4.3 Résultats à 90 K

En Fig. 2.19 est présentée la courbe contrainte-déformation projetées d'un essai réalisé à la température de $90\text{ K} < T_c$. L'échantillon a tout d'abord été déformé avec les moteurs externes jusqu'au point vert où les moteurs ont été arrêtés. Après relaxation dans cette configuration de chargement, les moteurs ont été désengagés, visible à une petite chute brutale de contrainte sur la courbe, et une nouvelle relaxation de l'ensemble du système de compression embarqué est observée. La déformation de l'échantillon est ensuite reprise avec les actionneurs piézo-électriques, jusqu'à environ 2,0% de déformation projetée et 278 MPa de contrainte projetée, où les actionneurs piézo-électriques ont été arrêtés et l'échantillon mis à nouveau sous condition de déformation en relaxation. Après cette déformation et relaxation de l'échantillon, les images STM ont été réalisées au niveau du point rouge pour une déformation plastique projetée

de l'ordre de 2,7% et une contrainte projetée d'environ 235 MPa. La vitesse de déformation plastique $\dot{\gamma}$ devient en effet suffisamment petite ($\dot{\gamma} \sim 10^{-7} \text{s}^{-1}$) pour que la variation de contrainte soit négligeable pendant les observations STM. On remarque sur la Fig. 2.19 :

- le pied de courbe assez important dû à l'alignement des différentes pièces du système de compression, mais dont le niveau de contrainte de l'ordre de 75 MPa n'influe pas sur les observations réalisées à plus de 200 MPa,
- la petite chute de contrainte enregistrée lors du passage moteurs-piézoélectriques qui garantit la stabilité de la microstructure de dislocations sous contrainte,
- l'importance de la contrainte relaxée pendant la relaxation précédant les observations STM, qui traduit le caractère thermiquement activé du mécanisme de déformation contrôlant la plasticité du Nb.

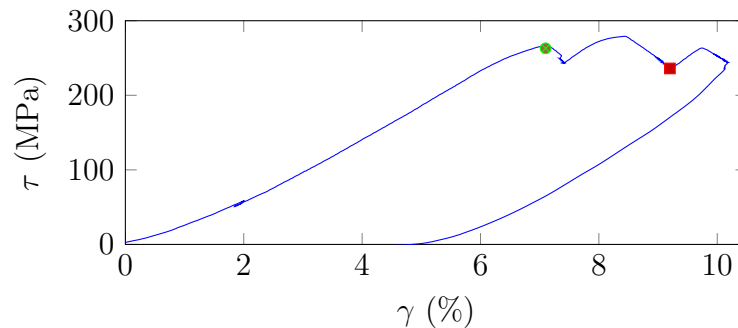


FIGURE 2.19 – Courbe de contrainte projetée et déformation projetée de l'essai à 90 K.

En Fig. 2.20 sont présentées des traces de glissement obtenues à une contrainte projetée $\tau = 235$ MPa, caractéristiques des traces de glissement observées à 90 K. Encore une fois, il convient de signaler que, malgré les conditions de forte contrainte (montage de compression) et de basse température (cryostat), la résolution atomique de surface est obtenue, ce qui autorise la même analyse que précédemment des différents plans associés aux traces de glissement. Les traces de glissement sont ici visibles sous forme de lignes fines en contraste clair, les traces plus épaisses correspondant à nouveau à des marches vicinales. Ces traces de glissement correspondent au système de vecteur de Burgers $a/2[111]$, les systèmes symétriques de vecteur de Burgers $a/2[11\bar{1}]$ sont aussi observés. Cependant, comme précédemment, nous ne nous intéresserons par la suite qu'aux systèmes de vecteur de Burgers $a/2[111]$. Un profil hors-plan de la surface réalisé suivant les pointillés en Fig. 2.20 est présenté en Fig. 2.21. Ce profil ne permet plus de distinguer, comme aux températures précédentes de 200 K et 293 K, le profil atomique de la surface qui apparaît maintenant comme un fond 'bruité', mais permet de déterminer sans ambiguïté que la hauteur des marches associées à chaque trace de glissement est d'environ 100 pm, c'est à dire due à l'émergence d'une seule dislocation. Les traces de glissement présentent toujours un caractère très sinueux. On peut observer sur l'image en

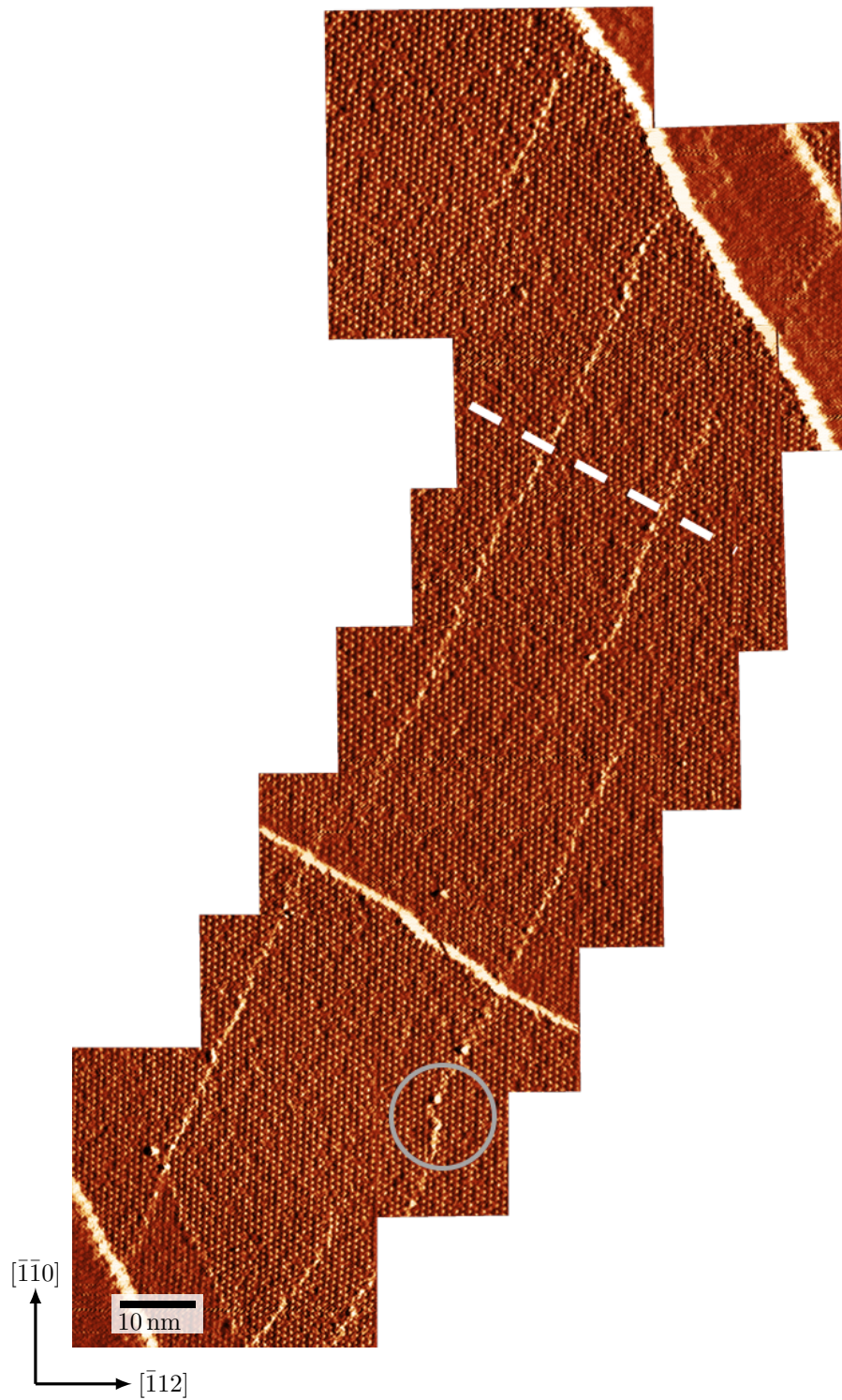


FIGURE 2.20 – Surface Nb($\bar{1}\bar{1}1$) après déformation en compression, présentant plusieurs traces de glissement (observation STM à 90 K, $\tau = 235$ MPa).

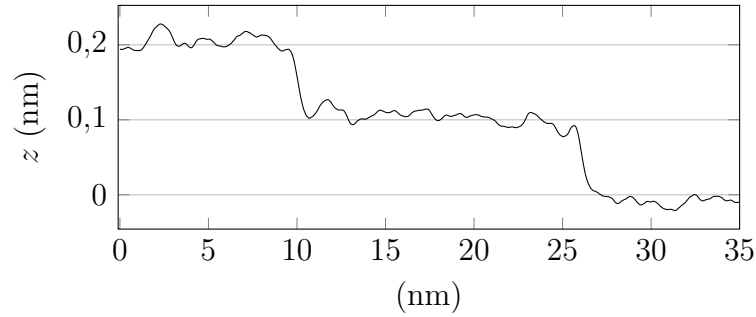


FIGURE 2.21 – Profil hors-plan réalisé selon les traitillés en Fig. 2.20.

Fig. 2.20 (entouré en gris) un changement drastique d'orientation qui pourrait éventuellement correspondre à la jonction de deux traces de glissement, par l'annihilation des deux dislocations à leur extrémité formant un dipôle.

L'angle moyen des traces de glissement avec l'axe de compression est de $65,8^\circ$. Il ne correspond donc pas au MRSSP ($63,7^\circ$), mais est au-delà de celui-ci indiquant des changements de plans très préférentiels dans le sens maclage. L'analyse à l'échelle atomique (en Fig. 2.22) des traces de glissement permet de voir que maintenant seuls les plans $(\bar{1}01)$ et $(\bar{2}11)$ sont identifiés. L'absence des plans $(11\bar{2})$ confirme clairement qu'à cette température, le glissement des dislocations dans le sens antimaclage est désormais complètement inhibé. La longueur totale de traces de glissement analysée est d'environ 566 nm et celles-ci ont une longueur moyenne d'environ 45 nm. Toutes les traces de glissement ont une portion correspondant au plan $(\bar{1}01)$. La proportion moyenne de longueur de traces de glissement, traitillés sur la Fig. 2.22, dans ce plan est de 47% et de 53% pour le plan $(\bar{2}11)$. En Fig. 2.23 sont reportées les proportions des plans $(\bar{1}01)$ et $(\bar{2}11)$ en fonction des longueurs L des traces de glissement analysées. Les courbes de tendance, tracées en pointillés, montrent cette fois que les proportions des plans $(\bar{1}01)$ et $(\bar{2}11)$ semble dépendre de celles-ci, la proportion des plans $(\bar{1}01)$ diminuant avec l'augmentation de L au profit de celle des plans $(\bar{2}11)$, ceci de manière à peu près linéaire.

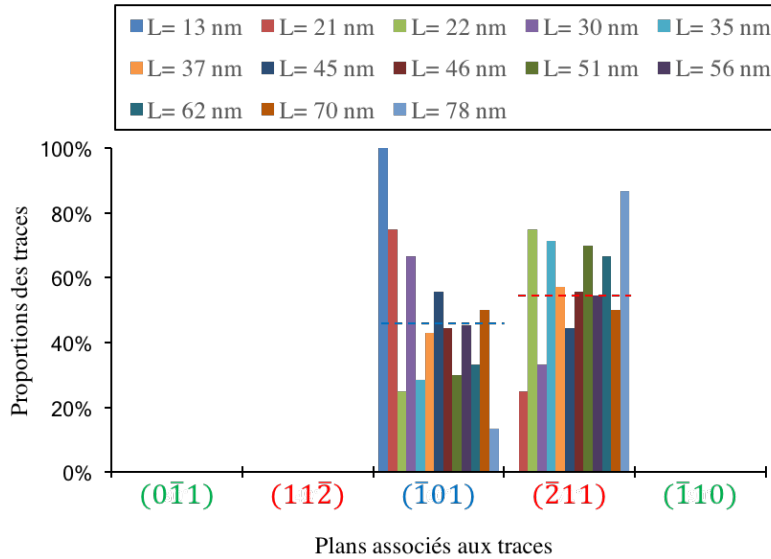


FIGURE 2.22 – Proportions des traces de glissement après déformation à 90 K, en fonction des plans associés. Les traitillés donnent les proportions moyennes de chaque plan et L la longueur de chaque trace.

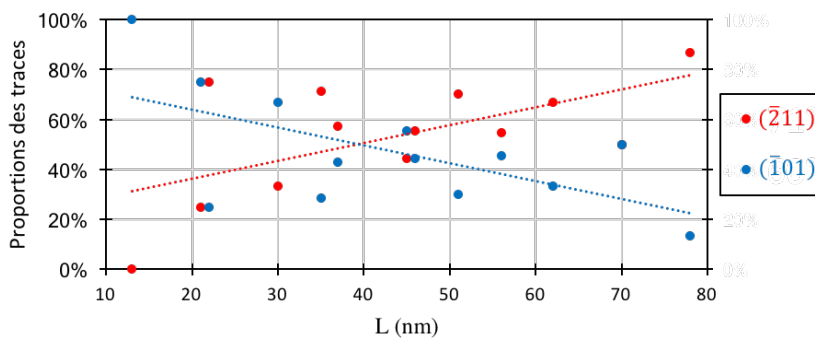


FIGURE 2.23 – Proportion des traces de glissement après déformation à 90 K, en fonction de L pour les plans $(\bar{1}01)$ et $(\bar{2}11)$. Les pointillés correspondent aux courbes de tendance.

2.4.4 Discussion

A l'issue de déformations plastique à 90 K, 200 K et 293 K, des traces de glissement ont pu être étudiées à l'échelle atomique. Il est important de noter que les traces de glissement que nous avons observées révèlent le passage d'une seule dislocation de vecteur de Burgers $a/2[111]$ ou $a/2[11\bar{1}]$. Elles sont ondulées indiquant de nombreux changements de plans de glissement. Leur plan de glissement moyen n'est pas de type $\{110\}$ ou $\{112\}$, ce que Taylor et Elam [2] avait appelé "pencil glide". Aucune périodicité dans ces ondulations n'est présente, montrant le caractère aléatoire d'une activation thermique des changements de plans. Notre analyse à l'échelle atomique révèle que toutes les traces de glissement ont des portions associées au glissement dans le plan $(\bar{1}01)$ sur plusieurs nanomètres.

A haute température (293 K et $200\text{ K} > T_c$), la proportion moyenne correspondant au plan $(\bar{1}01)$ (52% de la longueur des traces de glissement) est supérieure à celle du plan $(\bar{2}11)$ (30% de la longueur des traces de glissement), alors même que les facteurs de Schmid des systèmes de glissement associés sont égaux à moins de 5% près. Le plan d'antimaclage $(11\bar{2})$ a avec une proportion moyenne de 18%.

A basse température ($< T_c$), le plan d'antimaclage $(11\bar{2})$ n'est plus activé, en accord avec les observations faites dans la littérature [1]. La proportion moyenne du plan de maclage $(\bar{2}11)$ (53%) devient plus élevée que celle du plan $(\bar{1}01)$ (47%).

Tout d'abord, les traces de glissement ne révélant le passage que d'une seule dislocation pose la question des sources de dislocation en volume. En Fig. 2.24 sont schématisées des dislocations issues d'une source de Frank-Read proche d'une surface (la Fig. est extraite de [64]). A chaque fois que la source "cycle", une dislocation est générée dans le même plan de glissement. Les parties mixtes et coins sont confinés dans leur plan de glissement mais les parties vis des dislocations peuvent en dévier, ce qui est schématisé par des flèches en Fig. 2.24. On s'attend alors à avoir en surface une structure de traces de glissement en "bow tie" (Fig. 2.24), avec un empilement en surface des traces de glissement des parties mixtes des dislocations et une dispersion de traces de glissement ondulées induites par les parties vis des dislocations. Cela a été observé [64] par AFM à la surface de monocristaux de $Fe_{80}Al_{20}$ déformés en compression à température ambiante. Un autre type de source de dislocation est celui observé par Caillard *et al.* [65] dans des monocristaux de Fe déformés à température ambiante et observés en MET (schématisée en Fig. 2.25 extraite de cette publication). Les lignes des dislocations sont en couleur et numérotées en fonction des étapes du clyclage de la source. Le point au centre est un point d'épinglage de la dislocation. Sous l'effet de la contrainte, la dislocation se déplace suivant les flèches laissant des traces de glissement aux surfaces de l'échantillon. La trace de glissement est associée à un seul plan de glissement (en Fig. 2.25 le plan de glissement $(\bar{1}10)$) quand la dislocation est mixte et à plusieurs plans de glissement (en Fig. 2.25 des plans de types $\{112\}$, composés

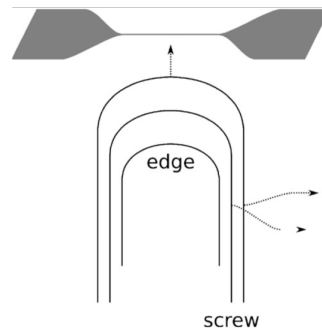


FIGURE 2.24 – Structure de traces de glissement en "bow tie" induit par les boucles de dislocations issues d'une source de Frank-Read. Les flèches indiquent le mouvement des dislocations.

de plans de glissement de type $\{110\}$) quand la dislocation est vis. Ce type de source génère des traces de glissement proches les unes des autres et possiblement ondulées. Cependant, elle nécessite que la dislocation traverse tout le cristal pour cycler.

Nos observations [STM](#), ne révèlent pas de "bow tie" et principalement des petites traces de glissement (environ 45 nm en moyenne). On ne peut donc pas les associer à des sources de Frank-Read ou aux sources observées par Caillard *et al.*. La question des sources de dislocations reste ouverte, au vu de nos observations à l'échelle atomique.

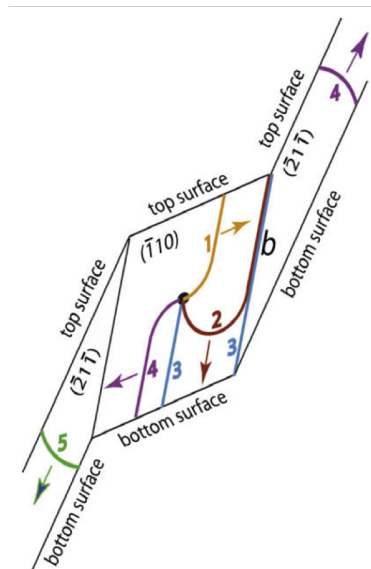


FIGURE 2.25 – Source de dislocations observée par Caillard *et al.* [65] dans une lame mince de *Fe* déformées à température ambiante. Les lignes des dislocations sont en couleur et numérotées en fonction des étapes du cyclage de la source. Le point au centre est un point d'épinglage de la dislocation. Les flèches indiquent le mouvement des dislocations.

L'analyse à l'échelle atomique des traces de glissement a permis de déterminer les proportions des plans associés à celles-ci. Or, dans la partie 2.1, nous avons précisé que le cœur des dislocations vis influençait leur glissement. En Fig. 2.26 sont présentés les glissements associés à un cœur compact (en (a)) et à un cœur dégénéré (en (b)) d'une dislocation vis. Les extensions des structures de cœur dans les plans $\{110\}$ sont schématisées par des traits. Le passage d'une rangée dense $\langle 111 \rangle$ à la suivante ne peut se faire que suivant ces extensions. Les numéros en Fig. 2.26 indiquent les étapes du passage de trois rangées atomiques denses. En Fig. 2.26a, le cœur compact peut glisser dans tous les plans de glissement $\{110\}$ en zone. Ainsi, à l'étape (2), il peut rester dans le même plan de glissement qu'en (1). *A contrario*, en Fig. 2.26b, le cœur dégénéré ne peut glisser que dans trois des plans de glissement $\{110\}$ en zone. Après l'étape (1), le cœur de la dislocation ne peut maintenant glisser, à l'étape (2), que dans les trois autres plans de glissement $\{110\}$ en zone.

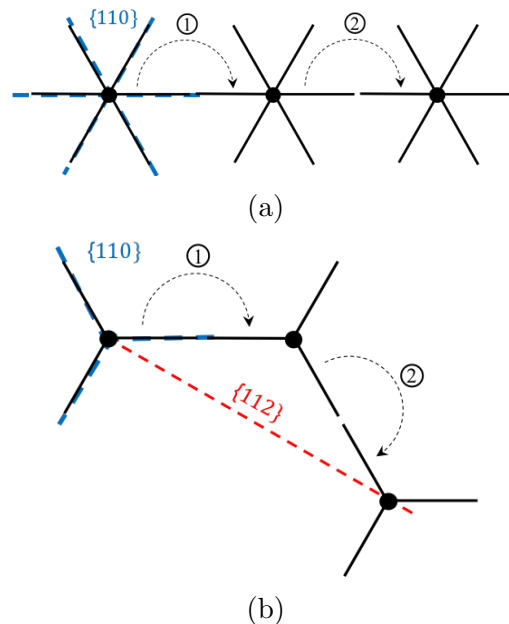


FIGURE 2.26 – Glissement d'une dislocation vis avec un cœur compact (en (a)) et un cœur dégénéré (en (b)). Les extensions des structures de cœur dans les plans $\{110\}$ sont schématisées par des traits.

Toutes les traces de glissement observées ont des portions associées au glissement dans le plan $(\bar{1}01)$. Cela nous donne une indication sur la structure de cœur des dislocations vis, confirmant la structure de cœur compact (qui permet le glissement dans un même plan de glissement $\{110\}$) obtenue par les simulations atomistiques *ab initio* en DFT, hors contrainte.

En Fig. 2.27 sont présentées les zones explorées par les dislocations. Une dislocation vis vue de dessus est schématisée par un triangle. Les atomes en blanc, gris et noir correspondent à trois plans (111) successifs. Les traits de

couleur indiquent les plans de type $\{110\}$ et $\{112\}$ en zone, et les flèches noires indiquent la compression dans ce plan. Il ressort qu'aux températures étudiées (90 K, 200 K et 293 K), les dislocations n'explorent pas les mêmes zones :

- A 200 K et 293 K, les dislocations explorent une zone (en gris en Fig. 2.27) comprise entre les plans $(11\bar{2})$ et $(\bar{2}11)$ (en rouge en Fig. 2.27).
- A 90 K, les dislocations explorent une zone (en hachurée en Fig. 2.27) comprise entre les plans $(\bar{1}01)$ et $(\bar{2}11)$ (en rouge en Fig. 2.27).

En considérant que les glissements élémentaires se font dans les plans de type $\{110\}$, les plans de type $\{112\}$ considérés doivent être décomposés en plans de glissement : $(\bar{1}01)$ et $(\bar{1}10)$ pour le plan $(\bar{2}11)$, et $(\bar{1}01)$ et $(0\bar{1}1)$ pour le plan $(11\bar{2})$. Le glissement "anormal" a donc lieu mais sur des distances élémentaires qui ne permettent pas d'identifier ces plans. A 200 K et 293 K, on peut estimer qu'il y a 76% des événements élémentaires qui ont eu lieu sur le plan de glissement $(\bar{1}01)$, 15% sur le plan de glissement $(\bar{1}10)$ et 9% sur le plan de glissement $(0\bar{1}1)$. Et à 90 K, on peut estimer qu'il y a 73,5% dans le plan de glissement $(\bar{1}01)$, 26,5% dans le plan de glissement $(\bar{1}10)$ et 0% dans le plan de glissement $(0\bar{1}1)$. Les facteurs de Schmid associés aux plans de glissement $(\bar{1}01)$, $(\bar{1}10)$ et $(0\bar{1}1)$ sont 0,41, 0,27 et 0,14, respectivement. On retrouve alors l'ordre des facteurs de Schmid associés aux systèmes de glissement de ces plans de glissement. Aux deux plages de température ($90 \text{ K} < T_c$ et $200 \text{ K}, 293 \text{ K} > T_c$), les proportions de glissement dans le plan $(\bar{1}01)$ sont les mêmes. En revanche, on ne trouve pas, à 90 K, de proportion associée au plan de glissement $(0\bar{1}1)$ et la proportion associée au plan de glissement $(\bar{1}10)$ est plus importante. Ces différences peuvent provenir de la trajectoire prise par la dislocation vis pour passer d'une rangée dense $< 111 >$ à la suivante. Au dessus de T_c , celle-ci serait proche d'une ligne droite contenue dans le plan de glissement de type $\{110\}$. La loi de Schmid revenant à projeter la contrainte appliquée sur le plan de glissement, celle-ci serait valide pour ces températures. En dessous de T_c , la trajectoire prise par la dislocation vis ne serait pas une ligne droite, expliquant la déviation à la loi de Schmid à basse température.

Dezerald *et al.* [56] ont déterminé par simulations atomistiques *ab initio* en DFT que la trajectoire prise par la dislocation vis pour passer d'une rangée dense $< 111 >$ à la suivante était courbe et non une ligne droite contenue dans le plan de glissement de type $\{110\}$. En Fig. 2.28 sont schématisées les trajectoires (traits bleus) prises par une dislocation vis (triangles bleus) de vecteur de Burgers $a/2[111]$ pour glisser dans les plans $\{110\}$ en zone. Les atomes en blanc, gris et noir correspondent à trois plans (111) successifs. La trajectoire est caractérisée par un angle α , angle entre le plan de glissement de type $\{110\}$ et la première section de la trajectoire. L'allure de la trajectoire ne dépend pas du matériau, seule l'amplitude, caractérisée par l'angle α , varie de $-1,7^\circ$ pour le Fe à $-21,7^\circ$ pour le Nb.

Dezerald *et al.* proposent de modifier la loi de Schmid en projetant la contrainte appliquée sur la première section de la trajectoire des dislocations vis plutôt que sur le plan de glissement. On peut déterminer les facteurs m' de

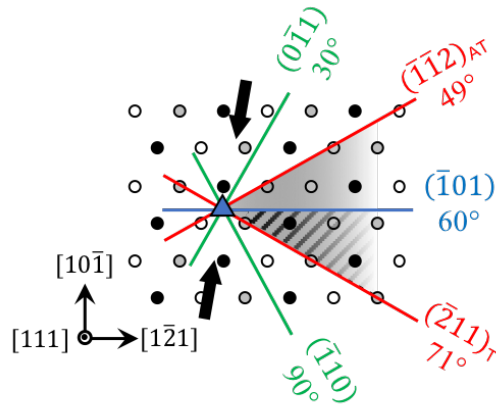


FIGURE 2.27 – Dislocation vis, de vecteur de Burgers $a/2[111]$, vue de dessus. Les atomes de trois plans (111) successifs sont en blanc, gris et noir. Les flèches noires indiquent la compression dans ce plan induit par une compression suivant l'axe $[\bar{1}12]$.

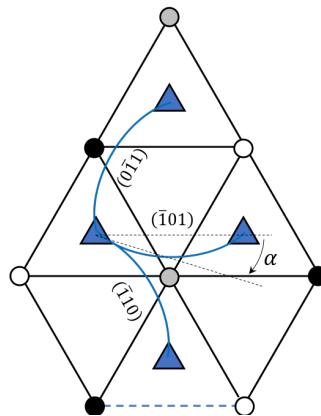


FIGURE 2.28 – Trajectoires (traits bleus) d'une dislocation vis (triangles bleus) de vecteur de Burgers $a/2[111]$ pour glisser dans les plans $\{110\}$ en zone. Les atomes de trois plans (111) successifs sont en blanc, gris et noir.

la loi de Schmid modifiée, comme :

$$m' = \cos(\phi) \cdot \cos(\beta) \quad (2.4)$$

avec ϕ l'angle entre l'axe de compression et le vecteur de Burgers, et β l'angle entre l'axe de compression et la trajectoire des dislocations vis. Le coefficient projecteur $\cos(\beta)$ de la contrainte appliquée sur la première section de la trajectoire des dislocations vis peut être décomposé, donnant :

$$m' = \cos(\phi) \cdot \cos(\gamma) \cdot \cos(\xi + \alpha) \quad (2.5)$$

CHAPITRE 2. PLASTICITÉ DANS LES BCC À L'ÉCHELLE
ATOMIQUE

avec γ l'angle entre l'axe de compression et la direction du MRSSP, et ξ l'angle entre la direction du MRSSP et le plan de glissement. Les valeurs des facteurs m' de la loi de Schmid modifiée (pour l'axe de compression utilisé dans nos expériences, $[\bar{1}12]$, et le vecteur de Burgers $a/2[111]$) sont donnés en Tab. 2.3.

Vecteur de Burgers	Plan de glissement	m'
$\frac{a}{2}[111]$	$(\bar{1}01)$	0.41
	$(\bar{1}10)$	0.37
	$(0\bar{1}1)$	-0.02

TABLEAU 2.3 – Facteur de Schmid des systèmes de glissement de vecteur de Burgers $a/2[111]$, pour un axe de compression suivant $[\bar{1}12]$.

On remarque que pour le plan de glissement $(0\bar{1}1)$ m' est presque nul, ce qui expliquerait que nos expériences ne révèlent pas de glissement dans ce plan de glissement à basse température. Dezerald *et al.* n'ont pas pris en compte la contrainte appliquée perpendiculaire au plan de glissement et donc son effet de polarisation du cœur des dislocations vis. Pour notre axe de compression, les extensions de cœur des dislocations vis seraient principalement dans le plan de glissement $(\bar{1}01)$ favorisant le glissement dans celui-ci. La polarisation du cœur des dislocations vis pourrait donc être à l'origine des fortes proportions de glissement élémentaire déduites pour le plan de glissement $(\bar{1}01)$.

2.5 Etude de dipôles

Nous avons mentionné au chapitre précédent que sur certaines images en *STM* on observait des traces de glissement qui se terminaient dans ces images et qu'en analysant ces traces de glissement on pouvait déterminer le vecteur de Burgers (composantes de cisaillement dans le plan et hors plan) de la dislocation qui bordait leur extrémité. Ceci nous a permis d'identifier à plusieurs reprises des traces de glissement de vecteurs de Burgers de signes opposés et dont les extrémités étaient très proches l'une de l'autre (voir Fig. 2.29). Dans ce cas, les deux dislocations bordant chacune des traces de glissement sont suffisamment proches pour que leur interaction soit significative et qu'elles constituent un dipôle. Nous avons donc étudié ces dipôles à partir d'observations en *STM* de surface de Nb{111} sous contrainte afin de connaître si les positions des dislocations composant ces dipôles correspondaient aux positions d'équilibre que l'on peut déterminer dans le cadre de l'élasticité linéaire anisotrope. Dans un premier temps, nous présenterons ces observations et les paramètres géométriques expérimentaux nécessaires à une caractérisation complète de ces dipôles. Cependant, comme il est bien connu que les surfaces peuvent avoir une influence notable sur la forme des dislocations proches celles-ci et ainsi influencer sur la position des points d'émergences des dislocations, les paramètres géométriques expérimentaux pertinents mesurés en surface ont été définis à partir de simulations atomistiques des configurations des dislocations en dessous la surface. Ces simulations atomistiques réalisées en collaboration avec R. Gröger de l'Institut CEITEC (Brno, République Tchèque) seront ensuite présentées. Enfin, à partir de ces résultats, nous proposerons une estimation de la contrainte de frottement de réseau dans le Nb.

2.5.1 Observations expérimentales

Parmi les traces de glissement imagées par *STM*, nous avons pu observer à plusieurs occasions des configurations de traces de de glissement composées de deux traces de glissement dont les extrémités étaient à des distances de l'ordre de quelques nanomètres l'une de l'autre. Deux exemples sont présentés en Fig. 2.29. Ces images *STM* en mode topographique, de surface Nb{111}, ont été obtenues à 293 K pour une contrainte projetée de 35 MPa (Fig. 2.29a) et à 200 K pour une contrainte projetée de 68 MPa (Fig. 2.29b); l'axe de compression est suivant la direction $[\bar{1}12]$. La cristallographie de surface présente toutes les caractéristiques déjà évoquées précédemment. Chacune des images montre deux traces de glissement s'arrêtant proches l'une de l'autre, les extrémités de celles-ci étant bordées par des dislocations émergeant en surface. Le contraste topographique met en évidence une variation de celui-ci (sombre \rightarrow clair) à l'extrémité de chacune des traces de glissement autour de ces dislocations (flèches circulaires bleues) dues à la composante hors-plan de leur vecteur de Burgers. Cette variation de contraste est cependant inversée pour chacune des dislocations, puisqu'elle est dans le sens trigonométrique pour la trace (1),

tandis qu'elle est dans le sens anti-trigonométrique pour la trace (2). Ceci traduit le caractère opposé des composantes hors-plan des vecteurs Burgers de ces deux dislocations, que l'on assimilera à des vecteurs de Burgers opposés, c'est à dire respectivement $\vec{b} = \frac{a}{2}[111]$ pour la trace (1) et $\vec{b} = \frac{a}{2}[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ pour la trace (2). En Fig. 2.29a, il y a en plus deux autres traces de glissement qui traversent entièrement la zone d'observation STM, tandis que la ligne verticale Fig. 2.29b est une marche vicinale composée de plusieurs marches atomiques.

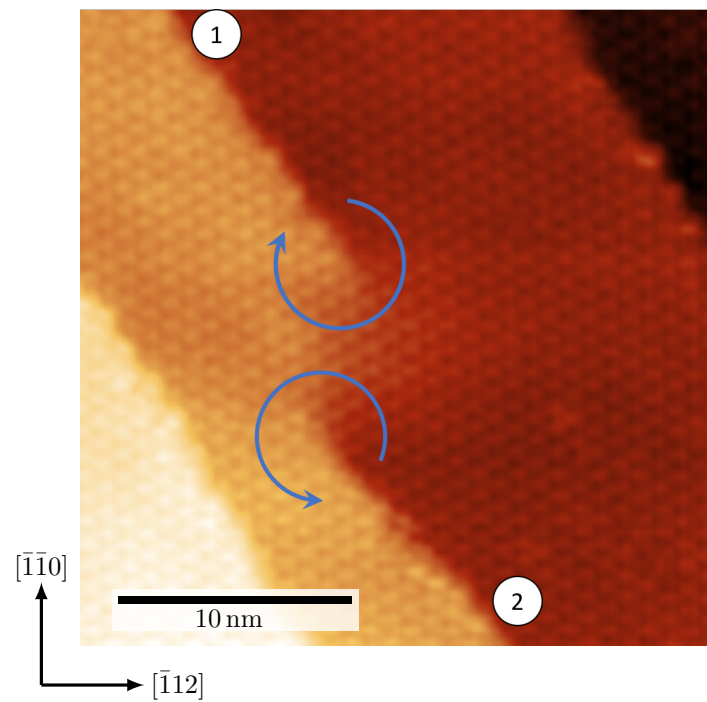
Au total, dix dipôles ont été observés pour l'ensemble des trois températures : 293 K, 200 K et 90 K, un seul l'a été sous contrainte nulle (voir Table 3.3) . Pour caractériser les dipôles observés, nous avons choisi sur la surface d'observation (1 $\bar{1}$ 1) un repère $\mathcal{R}_s(\vec{i}_s, \vec{j}_s, \vec{k}_s)$ ayant pour origine l'extrémité de l'une des traces de glissement (voir Fig. 2.30). L'axe \vec{k}_s est défini suivant la normale à la surface (1 $\bar{1}$ 1), l'axe \vec{i}_s dans le long de la trace de glissement et l'axe \vec{j}_s perpendiculaire à la trace de glissement (Fig. 2.30). La majorité des traces de glissement observées pour les dipôles étant associée aux plans (1 $\bar{0}$ 1), correspondant à une orientation de celles-ci suivant la direction [121], le vecteur \vec{i}_s a été choisi suivant cette direction. Enfin, l'axe \vec{j}_s a été pris suivant la direction [$\bar{1}$ 01], afin de former une base orthonormée directe. Les distances entre les extrémités des traces de glissement sont notées x_s suivant l'axe \vec{i}_s et y_s suivant l'axe \vec{j}_s .

Les distances caractéristiques (x_s, y_s) de surface des dix dipôles observés sont présentées en Tab. 2.4. Les dipôles sont numérotés de 1 à 10, les dipôles n°2 et n°4 correspondant à ceux présentés en Fig. 2.29a et Fig. 2.29b, respectivement. Les deux dernières colonnes du tableau indiquent la contrainte

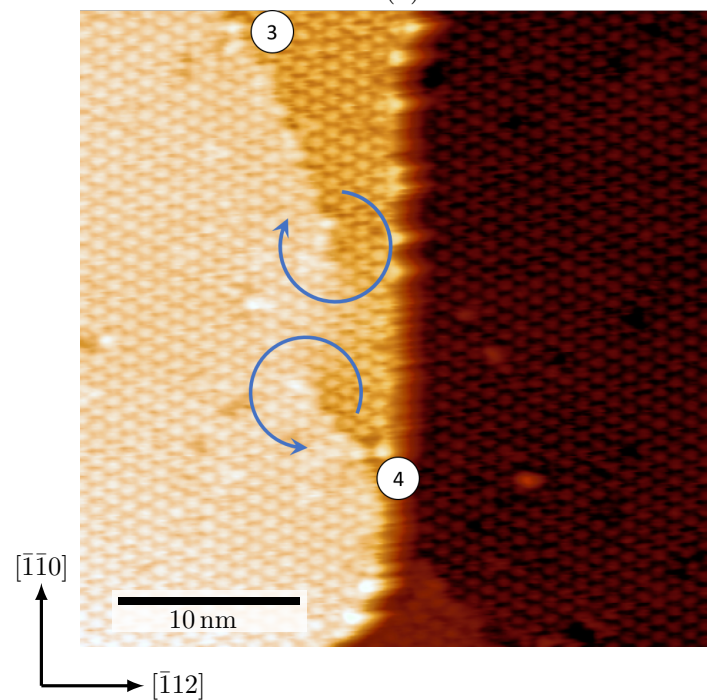
Dipôle	x_s	y_s	σ_a	T
n°1	-3,4 nm	7,2 nm	0 MPa	293 K
n°2	-4,0 nm	5,5 nm	85 MPa	293 K
n°3	-3,7 nm	5,2 nm	85 MPa	293 K
n°4	-5,4 nm	5,9 nm	166 MPa	200 K
n°5	-5,1 nm	4,7 nm	166 MPa	200 K
n°6	-3,2 nm	4,5 nm	166 MPa	200 K
n°7	-2,5 nm	3,5 nm	166 MPa	200 K
n°8	-3,2 nm	4,4 nm	166 MPa	200 K
n°9	-8,9 nm	7,8 nm	576 MPa	90 K
n°10	-4,1 nm	3,8 nm	576 MPa	90 K

TABLEAU 2.4 – Caractéristiques des dipôles (n°1 à 10) observés par STM, avec x_s et y_s les coordonnées représentées en Fig. 2.30, σ_a la contrainte appliquée et T la température d'observation.

appliquée σ_a sur l'échantillon et la température T durant l'imagerie STM. L'in-



(a)



(b)

FIGURE 2.29 – Surface $(\bar{1}\bar{1}1)$ d'un monocristal de niobium (a) déformée et observée *in situ* par STM à 293 K et $\tau = 35$ MPa (b) déformée et observée *in situ* par STM à 200 K et $\tau = 68$ MPa.

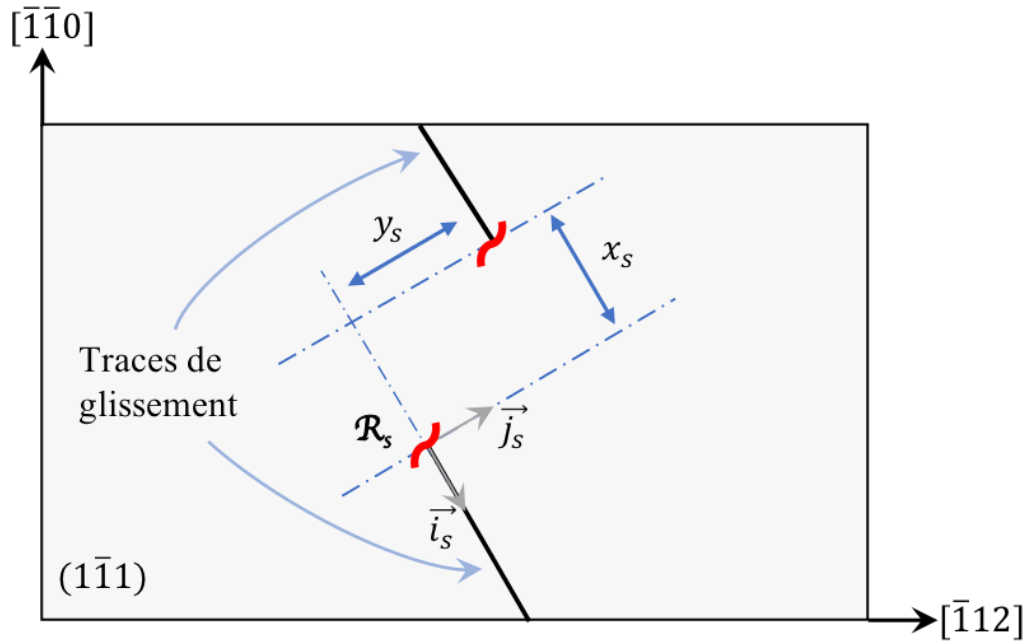


FIGURE 2.30 – Représentation schématique des traces de glissement d'un dipôle constitué de deux dislocations émergentes (en rouge), de vecteurs de Burgers opposés $\pm \frac{a}{2}[111]$.

certitude de mesure sur x_s et y_s est estimée à $\pm 0,5$ nm. Seul le dipôle n°1 a été observé après décharge de la contrainte appliquée ($\sigma_a = 0$ MPa).

L'étude de ces dipôles nécessite de connaître le caractère des dislocations qui le composent, afin de pouvoir calculer leur interaction. On peut raisonnablement supposer que, dans le massif, les dislocations sont vis les échantillons ayant été déformés au delà du stade de microplasticité (voir Fig. 1.2), dans la mesure où les dislocations vis sont également supposées contrôler la plasticité du niobium [3]. Proche de la surface, le caractère des lignes de dislocation est plus difficile à appréhender. Il a été établi théoriquement et vérifié expérimentalement [60, 66] que proche d'une surface les dislocations ont généralement tendance à s'orienter perpendiculairement à celle-ci. Afin de pouvoir utiliser nos données surfaciques il est donc nécessaire de connaître (1) la profondeur sous la surface sur laquelle le caractère vis des dislocations est perturbé et (2) quel est le point réel d'émergence des dislocations par rapport à celui de dislocations qui garderaient un caractère vis jusqu'à la surface. Nous avons pour cela entrepris en collaboration avec R. Gröger (Institut CEITEC, République Tchèque) des simulations atomistiques utilisant la méthode de modélisation à l'échelle atomique BOP (Bond-order potential). Les résultats de cette étude sont présentés dans ce qui suit.

2.5.2 Simulations atomistiques

a. Influence d'une surface Nb($\bar{1}\bar{1}1$) sur le caractère d'une ligne d'une dislocation vis $\vec{b} = \frac{a}{2}[111]$

Les simulations atomistiques statiques à partir d'un potentiel BOP spécifiquement développé le niobium [67] ont été réalisées sur un monocristal initialement parfait, orienté suivant le repère \mathcal{R}_s présenté en Fig. 2.31. Il est considéré dans cette modélisation que chaque atome interagit avec les atomes proches voisins contenus dans une sphère de rayon $r_{cut} = 5 \text{ \AA}$, défini par le potentiel utilisé [67] (voir Fig. 2.32). De plus, à l'exception de ceux de la surface d'observation ($\bar{1}\bar{1}1$), les positions des atomes proches des surfaces du monocristal (zones grisées) sont maintenues fixes. Aucune relaxation de surface n'est donc autorisée pour ces cinq surfaces du monocristal. L'épaisseur des zones où les positions des atomes sont figées est deux fois plus grande que r_{cut} , ce qui implique que les atomes libres de se mouvoir n'interagissent pas avec les atomes figés de la surface du monocristal. Ceci est illustré en Fig. 2.32 où les atomes proches de la surface (en gris) ont des positions fixes, tandis que les autres atomes (en blanc) sont libres de bouger. Les positions fixes des atomes sur les cinq surfaces de la boîte de simulation permettent en fait de simuler un monocristal semi-infini. Telle que construite, cette boîte de simulation est ensuite 'relaxée' par minimisation de son énergie potentielle, ce qui entraîne dû aux déplacements des atomes 'libres' une légère contraction suivant la normale à la surface d'observation.

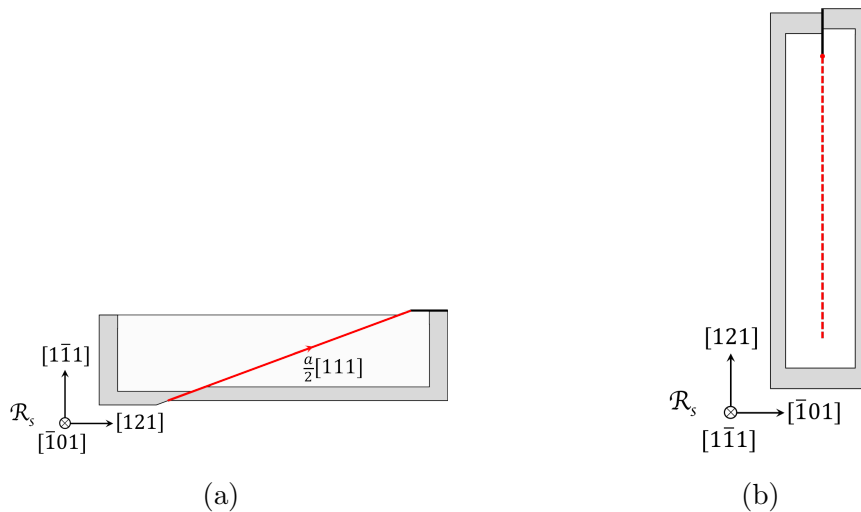


FIGURE 2.31 – Monocristal avant minimisation de l'énergie du système. En gris, la zones des atomes aux positions fixes et en rouge la position de la dislocation vis. (a) Vue en coupe du monocristal. (b) Vue du dessus du monocristal.

Afin de déterminer l'influence de la surface libre Nb($\bar{1}\bar{1}1$) sur une dislocation vis de vecteur de Burgers $\frac{a}{2}[111]$, on introduit celle-ci dans la boîte de simulations précédente en appliquant le champ de déplacement élastique ani-

sotrope qui lui est associé [60, 68] et on minimise à nouveau l'énergie totale du système. A noter que cette fois tous les atomes de la boîte de simulations sont concernés, suivant leurs positions dans celle-ci, par le champ de déplacement de la dislocation. Ceci est illustré en Fig. 2.31a où l'on peut observer, comme il se doit, le cisaillement de la surface inférieure de la boîte de simulations. A signaler également qu'avec cette boîte de simulations l'extrémité de la dislocation émergeant sur la surface d'observation est libre de se mouvoir, tandis que celle sur la surface opposée est fixe de part les conditions de bord imposées. Nous avons donc testé la forte contrainte imposée à la dislocation d'avoir une extrémité fixe sur une des surfaces en utilisant deux hauteurs de boîte de simulations (environ 8 nm et 11 nm) suivant la direction $[1\bar{1}1]$. Pour la plus faible épaisseur, le caractère vis de la ligne de dislocation semble altéré sur à peu près toute sa longueur indiquant que l'influence de la surface libre ($1\bar{1}1$) pourrait se faire ressentir jusqu'à la surface opposée, où les positions des atomes ont été fixées. Cela n'est plus le cas pour la deuxième épaisseur testée où l'on voit clairement (Fig. 2.33a) que le caractère vis de la dislocation est préservé sur une distance non négligeable de la surface où elle est ancrée. Par précaution, toutes les simulations ont donc été réalisées en utilisant cette dernière épaisseur de boîte de simulations.

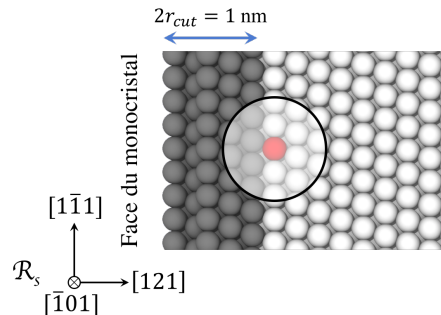


FIGURE 2.32 – Conditions aux bords. En gris, les atomes aux positions fixées et en rouge l'atome dont le rayon d'interaction est représenté par un cercle.

En Fig. 2.33a est présenté le résultat d'une simulation obtenue, après minimisation de l'énergie, d'une dislocation de vecteur de Burgers $\frac{a}{2}[111]$ en interaction avec la surface libre du Nb($1\bar{1}1$). Seuls les atomes (en bleu) n'étant localement pas associés à la structure cristallographique BCC parfaite⁴ et les atomes aux positions fixées (en gris) sont représentés. Les atomes en bleu constituent ainsi le cœur de la dislocation vis. On remarque sur la Fig. 2.33a que les atomes de la surface sont aussi en bleu puisqu'ils répondent au critère défini précédemment. L'interaction de la dislocation avec la surface libre

4. La structure cristallographique locale de chaque atome est déterminée en utilisant l'algorithme CNA (Common Neighbor Analysis) [69] du logiciel OVITO [70]. L'analyse se base sur les liaisons entre atomes, deux atomes sont considérés comme liés s'ils sont à moins de 0,4 nm l'un de l'autre, pour le niobium.

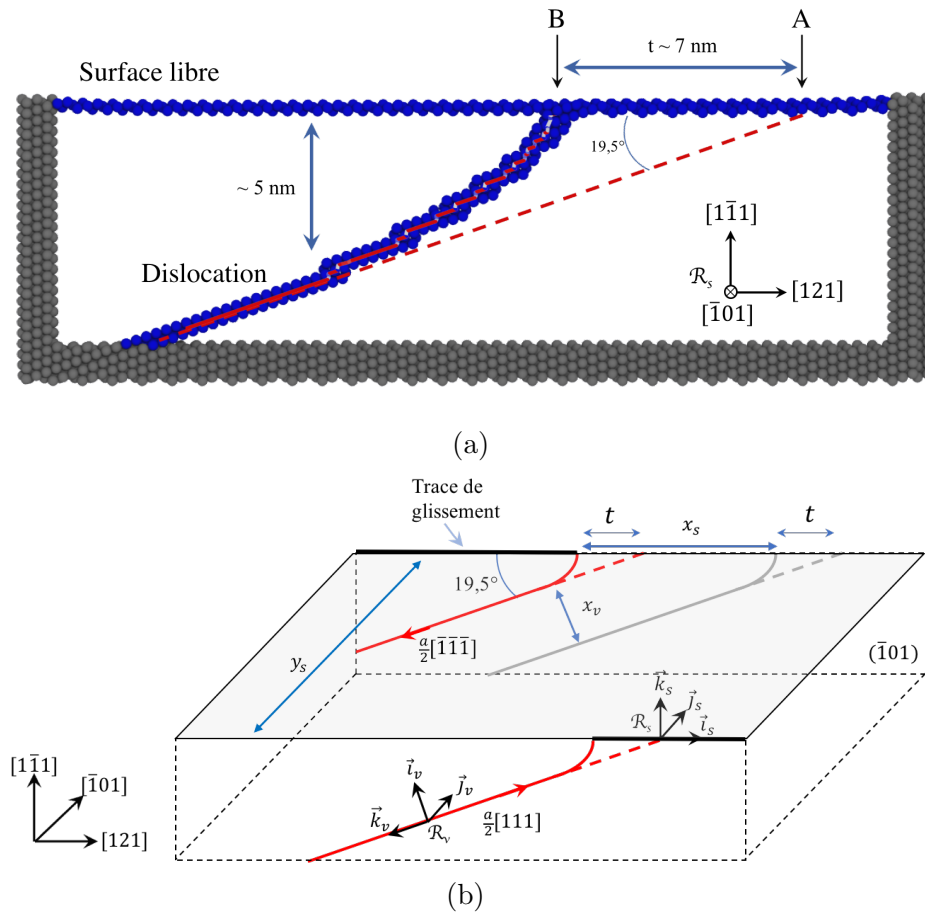


FIGURE 2.33 – Courbure de dislocations vis proche d’une surface $(1\bar{1}1)$ obtenue en simulation atomistique statique (collaboration avec R.Gröger). (a) Visualisation pour une dislocation vis, seuls les atomes de la surface libre et du cœur de la dislocation sont présentés. (b) Lignes de dislocations formant un dipôle (en rouge) émergent à la surface $(1\bar{1}1)$, la ligne grise est la projection de la dislocation de vecteur de Burgers $\frac{a}{2}[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ dans le plan $(\bar{1}01)$ qui contient l’autre dislocation de vecteur de Burgers $\frac{a}{2}[111]$.

provoque une courbure de celle-ci, qui l'amène à émerger presque perpendiculairement. Dû à la discrétisation atomique et la faible extension de cœur, la ligne de dislocation apparaît fragmentée en portions vis reliées entre elles par de petits segments dont la faible longueur ne permet pas de distinguer un caractère particulier. La ligne de la dislocation vis sans influence de la surface est représentée par un traitillet rouge. A noter que bien que le point d'émergence de la ligne de dislocation ait clairement évolué entre la configuration initiale et finale (Fig. 2.33a), les simulations ne permettent pas de définir précisément suivant quelle trajectoire (trace de glissement) cette migration s'est faite.

L'influence de la surface sur la ligne de la dislocation apparaît négligeable au-delà d'une profondeur d'environ 5 nm, cette profondeur étant un peu inférieure à notre boîte de simulations de plus petite dimension. La ligne de dislocation passe alors du caractère vis à un caractère mixte juste en dessous de la surface. La courbure de la dislocation a pour conséquence de décaler son point d'émergence en surface (point d'arrêt de la trace de glissement) d'une distance notée $t = AB \simeq 7$ nm pour les conditions de simulations utilisées. Nous allons considérer par la suite que les points d'émergence des dislocations reflètent, d'une part, l'interaction des dislocations avec la surface libre et, d'autre part, celle entre les portions vis des deux dislocations dans le volume, en négligeant celle pouvant provenir des petits segments mixtes proches de la surface. Avec ces hypothèses, la translation t des points d'émergences, induite par l'interaction des dislocations avec la surface libre, étant la même pour les deux dislocations, les positions relatives des points d'émergence ne sont pas modifiées et on peut ainsi facilement remonter aux caractéristiques géométriques du dipôle en volume.

En Fig. 2.33b sont schématisées (en rouge) deux dislocations émergentes d'un dipôle, de vecteurs de Burgers respectifs $\frac{a}{2}[111]$ et $\frac{a}{2}[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$. Sont représentées sur cette figure (en rouge) en trait plein les lignes des dislocations qui tiennent compte de l'influence de la surface, en traitillé celles qu'auraient les dislocations si elles restaient vis jusqu'à la surface, c'est à dire sans influence de la surface, et (en gris) la projection de la ligne de dislocation de vecteur de Burgers $\frac{a}{2}[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ dans le plan P ($\bar{1}01$) de l'autre dislocation. On définit par :

- x_v la distance entre les deux dislocations dans le plan de projection P,
- y_v la distance entre la ligne de dislocation de vecteur de Burgers $\frac{a}{2}[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ et sa projection dans le plan P,
- $\mathcal{R}_v(\vec{i}_v, \vec{j}_v, \vec{k}_v)$ un repère en volume, avec l'axe \vec{i}_v suivant $[1\bar{2}1]$, l'axe $\vec{j}_v \equiv \vec{j}_s$ suivant $[\bar{1}01]$ et l'axe \vec{k}_v suivant $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$.

On a ainsi comme distance en volume entre les deux dislocations vis constituant le dipôle :

$$r = \sqrt[3]{x_v^2 + y_v^2} = \sqrt[3]{(-x_s \sin(19, 5^\circ))^2 + y_s^2} \quad (2.6)$$

Une autre représentation (plus utile) du dipôle est donnée Fig. 2.34 où

les deux dislocations vis de vecteurs de Burgers $\frac{a}{2}[111]$ (en rouge) et $\frac{a}{2}[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ (en vert) sont vues 'de bout', c'est à dire parallèlement à leurs vecteurs de Burgers. Les traitillés représentent les plans de glissement $(\bar{1}01)$, $(\bar{1}10)$ et $(0\bar{1}1)$ possibles des dislocations. Les caractéristiques géométriques x_v et y_v , ainsi que leurs équivalences en coordonnées polaires⁵ ($r, \theta = \arctan(y_v/x_v)$) déduites des coordonnées cartésiennes sont représentées et données Tab. 2.5. L'incertitude de mesure est estimée à ± 0.2 nm pour x_v et de ± 0.5 nm pour y_v .

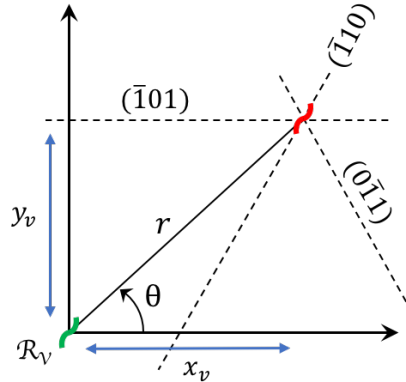


FIGURE 2.34 – Repère \mathcal{R}_v des dislocations vis de vecteurs de Burgers $\frac{a}{2}[111]$ (en rouge) et $\frac{a}{2}[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ (en vert).

Dipôle	r	θ	σ_a	T
n°1	7,3 nm	81°	0 MPa	293 K
n°2	5,7 nm	76°	85 MPa	293 K
n°3	5,3 nm	77°	85 MPa	293 K
n°4	6,2 nm	73°	166 MPa	200 K
n°5	5,0 nm	70°	166 MPa	200 K
n°6	4,6 nm	77°	166 MPa	200 K
n°7	3,1 nm	77°	166 MPa	200 K
n°8	3,5 nm	70°	166 MPa	200 K
n°9	8,3 nm	69°	576 MPa	90 K
n°10	3,1 nm	70°	576 MPa	90 K

TABLEAU 2.5 – Caractéristiques en volume des dipôles (n°1 à 10) observés par STM, r et θ les coordonnées polaires en Fig. 2.34, σ_a la contrainte appliquée et T la température.

5. Celles-ci seront préférées aux coordonnées cartésiennes pour les expressions analytiques de la partie suivante.

b. Énergie d'interaction entre deux dislocations vis parallèles

Compte tenu des résultats précédents, nous avons dans ce qui suit négligé les effets de la surface libre sur les lignes de dislocation qui induisent de petites portions de dislocations de caractère mixte, les contributions de ces dernières pouvant être raisonnablement considérées comme négligeables comparative-ment aux longs segments vis en volume. Nous avons utilisé un monocristal avec deux dislocations vis parallèles, de vecteurs de Burgers opposés $\frac{a}{2}[111]$ et $\frac{a}{2}[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$. La boîte de simulation est orientée suivant les directions du repère \mathcal{R}_v et des conditions périodiques sont appliquées suivant ces directions. L'énergie potentielle du système a été calculée pour différentes configurations (distances x_v et y_v entre les dislocations), par simulations atomistiques statiques avec le potentiel BOP du niobium [67]. A noter que toutes les simulations ont été réalisées pour une contrainte appliquée nulle.

La méthode Nudged Elastic Band (NEB) a été utilisée et plus particulièrement la version NEB+r [71]. La méthode NEB consiste à déterminer le "chemin" énergétique le plus favorable entre une configuration initiale (ici $i = 0$) et une configuration finale données (ici $i = 56$). Le choix de la version NEB+r utilise ce principe, mais au lieu de considérer l'ensemble des atomes de la boîte de simulation seules les positions des atomes proches des dislocations sont modifiées pour minimiser l'énergie du système, ce qui permet un gain de temps de simulation appréciable. Dans le cas présenté en Fig. 2.35, la configuration initiale a été fixée à une distance $x_v = 3,4$ nm, donc supérieure à toutes les valeurs expérimentales mesurées, et $y_v = 6,1$ nm, soit un angle de 60° inférieur à tous ceux expérimentalement déterminés, et la configuration finale à $x_v = 0$ nm et $y_v = 6,1$ nm, c'est à dire que les deux dislocations seront dans le repère \mathcal{R}_v à l'aplomb l'une de l'autre. On peut considérer que, d'une certaine manière, ces conditions englobent l'ensemble des résultats expérimentaux. Le passage de la configuration initiale à celle finale est obtenu en minimisant l'énergie des configurations intermédiaires $i = 1$ à 55, le choix de 57 configurations intermédiaires est arbitraire et a été utilisé comme étant a priori un bon compromis entre le temps de calcul (environ une semaine) et une optimisation pour la détermination du 'chemin' d'énergie minimum. La Fig. 2.35 montre les configurations dipolaires obtenues pour $i = 0, 47, 54$ et 56. Les atomes de trois plans atomiques $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ successifs sont représentés en bleu, les atomes qui constituent le cœur des dislocations sont en blanc. La position du cœur des dislocations vis est indiquée par des triangles, rouges pour la dislocation de vecteur de Burgers $\frac{a}{2}[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ et verts pour celle de vecteur de Burgers $\frac{a}{2}[111]$.

La Fig. 2.36 montre l'évolution énergétique en unité de b du dipôle en fonction des énergies calculées pour chacune des configurations obtenues en faisant varier i de 0 à 56. A noter que (1) Fig. 2.36 l'énergie par unité de b du dipôle dans sa configuration initiale ($i = 0$) a été choisie comme référence et soustraite à celles de toutes les autres configurations et (2) que les distances indiquées pour les minima d'énergie ne sont que des estimations pour x_v , la détermination précise de la position des dislocations étant difficile à déterminer [71]. Il est

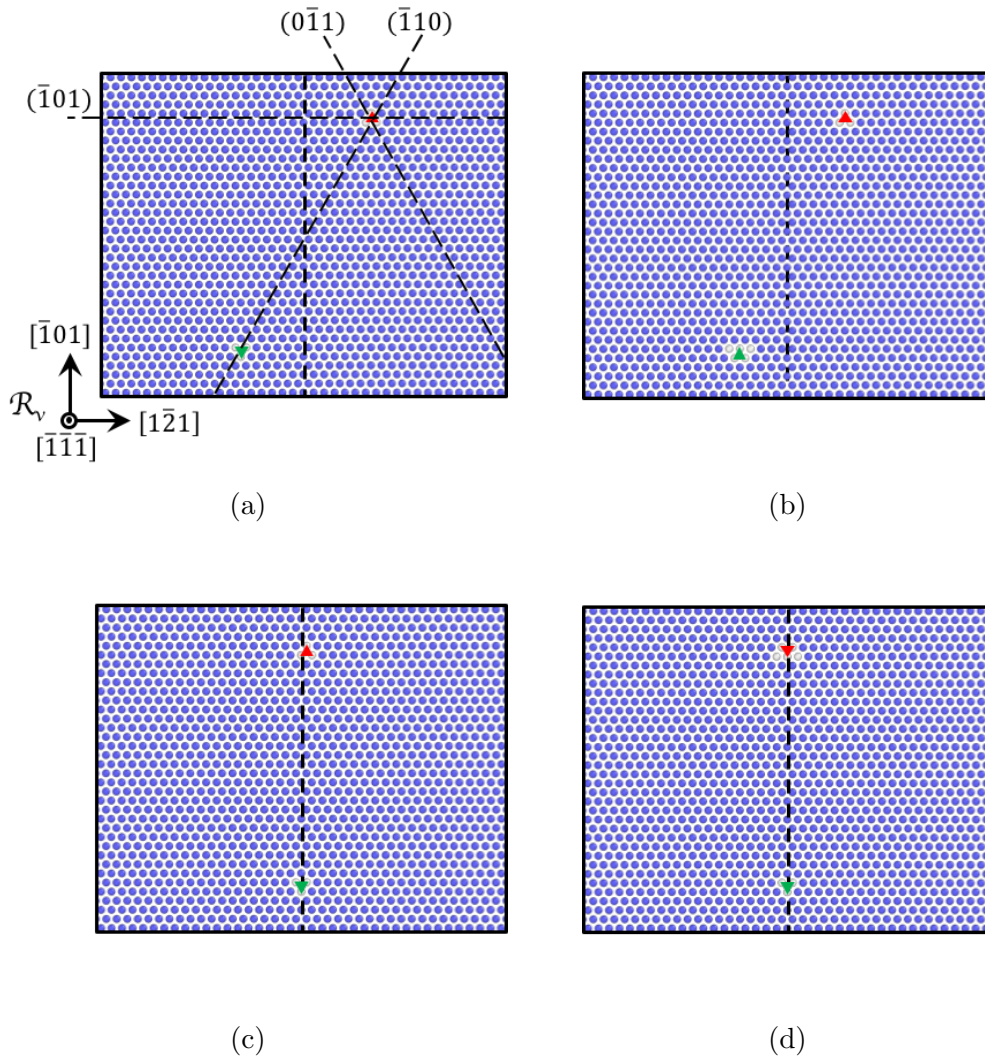


FIGURE 2.35 – Configurations des dislocations formant un dipôle pour (a) $i = 0$, (b) $i = 11$, (c) $i = 54$ et (d) $i = 56$. Les points bleus représentent les atomes de trois plans atomiques (111) successifs, les atomes en blanc correspondent aux cœurs des dislocations. La position des dislocations vis est indiquée par des triangles, en rouge la dislocation de vecteur de Burgers $\frac{a}{2}[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ et en vert celle de vecteur de Burgers $\frac{a}{2}[111]$. Pour la configuration initiale $i = 0$ en (a), $x_v = 3,4$ nm et $y_v = 6,1$ nm. Pour la configuration finale $i = 56$ en (d), $x_v = 0$ nm et $y_v = 6,1$ nm.

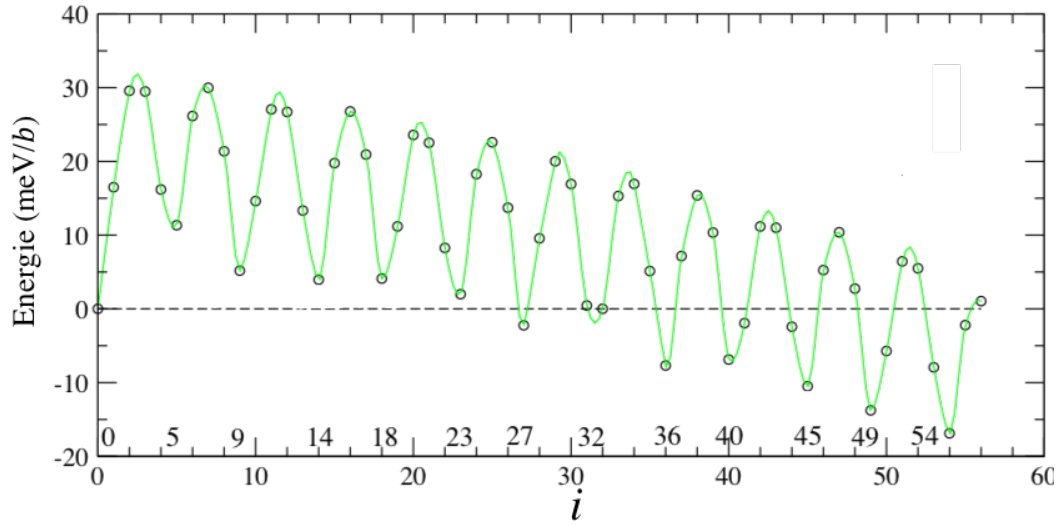


FIGURE 2.36 – Énergie relative des dislocations d'un dipôle en fonction de i . (Les images $i = 0$ et $i = 56$ correspondent respectivement aux configurations initiale et finale).

remarquable également que la valeur de y_v est la même pour toutes les configurations (environ 6,1 nm) indiquant que chacune des dislocations formant le dipôle restent dans le même plan ($\bar{1}01$). On remarque Fig. 2.36 que l'énergie du dipôle ne décroît pas de manière monotone vers la position la plus stable obtenue pour $i = 54$, mais présente une succession de minima et maxima. Ceux-ci correspondent à des structures de cœur différentes des dislocations pendant leur mouvement. Chaque minima correspond à une configuration métastable où les deux dislocations ont des cœurs compacts, comme pour $i = 54$ en Fig. 2.35c. Les maxima correspondent à des configurations instables où l'une des deux dislocations a un cœur polarisé, comme pour $i = 11$ en Fig. 2.35b. La barrière énergétique entre deux configurations métastables est d'environ 20 meV/b (en bon accord avec les valeurs obtenues en simulations atomistiques *ab initio* [56]). La configuration la plus stable est obtenue pour $i = 54$ (présentée en Fig. 2.35c). Pour cette configuration, les dislocations ont des cœurs compacts et sont presque en vis-à-vis ($x_v \approx 0,1$ nm). Expérimentalement, les dislocations des dipôles ne sont pas observées en vis-à-vis ($x_v \neq 0$, Tab. 2.5) et ne correspondent donc pas à la position d'équilibre la plus stable prévue par nos simulations. On peut supposer qu'elles soient dans une des configurations métastables équivalentes à celles obtenues en simulation atomistique et que leurs positions 'hors d'équilibre' reflètent l'existence d'une force qui, s'opposant à leur mouvement, ne leur permettent pas d'arriver à l'état d'équilibre le plus stable. Cette force peut être assimilée à la force de frottement de réseau dû à la structure particulière du cœur des dislocations vis dans la structure BCC. Celle-ci a été calculée par simulations atomistiques mais est très systématiquement surestimée [71], bien que, comme précisé dans cette dernière référence, les

raisons soient encore mal connues [72, 73]. Il convient cependant de souligner qu'à un facteur correctif près ces simulations atomistiques sont, par exemple, en très bon accord avec la variation de la limite d'élasticité du tungstène avec la température.

Afin d'essayer d'estimer à partir de nos mesures expérimentales (Tab. 2.5) une valeur de la contrainte de 'frottement de réseau' dans le niobium, nous avons opté pour une approche mieux adaptée dans le cadre de l'élasticité linéaire anisotrope, pour laquelle il existe, pour les configurations dipolaires considérées, des solutions analytiques [J. Douin (CEMES, Toulouse), communication privée].

2.5.3 Interaction de dislocations vis parallèles dans un milieu élastique anisotrope infini

Dans le cas d'un dipôle de dislocations vis, le calcul des forces d'interaction en élasticité linéaire anisotrope est primordial puisque le niobium est élastiquement fortement anisotrope ($A = 0,5$) et que l'élasticité linéaire isotrope ne rend compte que du terme radial d'interaction, le terme de couple étant nul. La force d'interaction par unité de longueur entre deux dislocations, notées (1) et (2), est donnée par la relation de Peach-Koehler :

$$\vec{F} = -(\vec{b}_1 \overline{\sigma}_2) \wedge \vec{l}_1, \quad (2.7)$$

où \vec{b}_1 est le vecteur de Burgers de la dislocation (1), \vec{l}_1 son vecteur de ligne et σ_2 le tenseur des contraintes de la dislocation (2) agissant sur la dislocation (1). La dislocation (2) est prise comme origine et la dislocation (1) est positionnée en (x_v, y_v) . Par commodité, nous utiliserons les coordonnées polaires (r, θ) pour les calculs analytiques.

La dislocation (2), en vert en Fig. 2.34, est fixe tandis que la dislocation (1), en rouge en Fig. 2.34, peut glisser dans les différents plans de glissement de type $\{110\}$.

Le calcul du tenseur des contraintes d'une dislocation vis, dans le repère \mathcal{R}_v , est reporté en Annexe B. On obtient ainsi avec la relation en Eq. 2.7 :

$$\vec{F} = \begin{pmatrix} F_x \\ F_y \\ F_z \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} -b \sigma_{23} \\ b \sigma_{13} \\ 0 \end{pmatrix} \quad (2.8)$$

avec δ , paramètre dépendant des complaisances S_{11} , S_{15} et S_{44} , complaisances dans le repère \mathcal{R}_v défini précédemment (Annexe B), $\delta = 0,078$ pour le niobium. F_x , F_y et F_z sont les forces par unité de longueur agissant respectivement suivant les directions $[\bar{1}21]$, $[10\bar{1}]$ et $[111]$. Les traces de glissement associées aux dislocations formant les dipôles correspondent très majoritairement au plan de

glissement $(\bar{1}01)$, en accord avec les simulations atomistiques précédentes, *i.e.* y_v est constant, et il est par conséquent nécessaire de considérer que la composante F_x de la force dans le plan $(\bar{1}01)$ pour obtenir les positions d'équilibre possibles des dislocations du dipôle. Une analyse plus complète des différentes forces dans les plans d'intérêt $\{011\}$ est donnée en annexe. Nous avons donc à résoudre comme équation :

$$F_x = -b \sigma_{23} = -\frac{b^2 (\cos(\theta) - \delta \cos(2\theta) \cos(3\theta))}{2\pi S_{44} \sqrt{1 - \delta} (1 - \delta \cos^2(3\theta)) r} = 0 \quad (2.9)$$

Une des solutions évidente est la position d'équilibre lorsque $r \rightarrow \infty$, qui ne présente cependant que peu d'intérêt pour notre étude. Il faut donc trouver comme solutions les valeurs de θ qui annulent le numérateur de l'Eq. 2.9, tout en gardant le dénominateur différent de zéro. En utilisant les relations :

$$\cos(2\theta) = 2 \cos^2(\theta) - 1 \quad (2.10)$$

et

$$\cos(3\theta) = 4 \cos^3(\theta) - 3 \cos(\theta), \quad (2.11)$$

on obtient

$$F_x = -\frac{b^2 \cos(\theta) (8\delta \cos^4(\theta) - 10\delta \cos^2(\theta) + 3\delta - 1)}{2\pi S_{44} \sqrt{1 - \delta} (1 - \delta \cos^2(3\theta)) r} = 0 \quad (2.12)$$

qui donne comme positions d'équilibres possibles⁶ :

$$\cos(\theta) = 0 \quad (2.14)$$

et

$$\cos^2(\theta) = \frac{5 \pm \sqrt{1 + \frac{8}{\delta}}}{8}. \quad (2.15)$$

L'Eq. 2.15 n'admet pas de solution pour $\delta < 1/3$ puisque l'on a respectivement pour les signes + et - : $\cos^2(\theta) > 1$ et $\cos^2(\theta) < 0$. Le nombre de solutions θ de ce système d'équations, Eq. 2.14 et 2.15, en fonction de la valeur de δ est discuté plus en détail dans l'annexe. Pour le niobium, le coefficient δ vaut environ 0,078 [74] et la seule position d'équilibre est donc donnée par l'Eq. 2.15, c'est à dire pour $\theta = 90^\circ$. Ce résultat est celui déjà obtenu avec les simulations atomistiques. La Fig. 2.37 donne par ailleurs la variation de F_x en

6. Le cas $\delta = 0$ correspond aux matériaux isotropes pour lesquels nous retrouvons $S_{44} = \mu^{-1}$, μ le module de cisaillement, et la force d'interaction par unité de longueur définies par :

$$F_{(\bar{1}01)}^{isotrope} = -\frac{b^2 \mu \cos(\theta)}{2\pi r} \quad (2.13)$$

fonction de θ . Les valeurs de x_v reportées sur l'axe supérieur correspondent au cas particulier étudié lors des simulations atomistiques précédentes, c'est à dire pour un y_v de 6,1nm. Nous avons également fait figurer, en Fig. 2.37, l'ensemble des angles mesuré dans cette étude (zone grisée). On peut constater que toutes les configurations observées sont bien au delà de la force maximale d'interaction entre les deux dislocations obtenue pour un angle d'environ 45° (respectivement 135°).

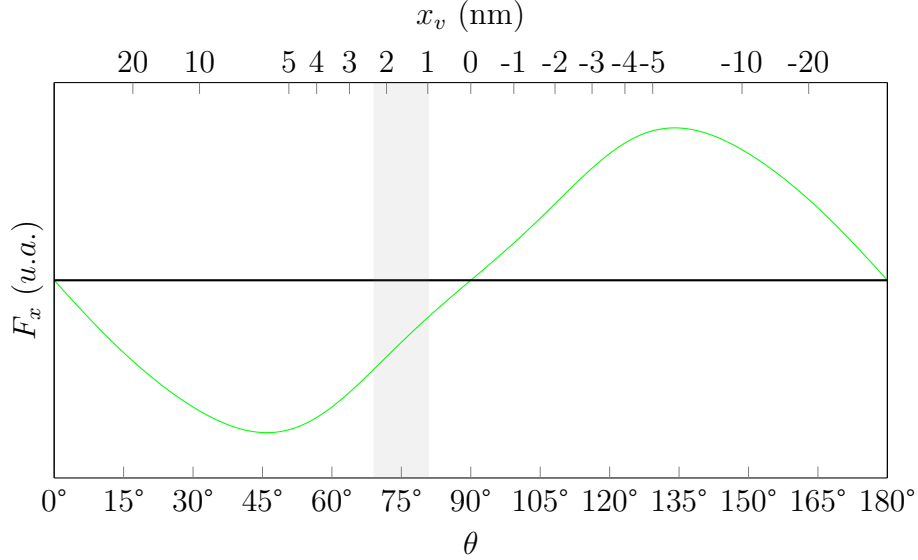


FIGURE 2.37 – Force d'interaction, dans le plan de glissement $(\bar{1}01)$, entre deux dislocations vis de vecteur de Burgers opposés. ($\delta = 0,07$, les valeurs de x_v sont données pour $y_v = 6,1$ nm).

Les dislocations des dipôles expérimentalement observées étant immobiles, celles-ci sont donc *a priori* à l'équilibre par rapport au système de forces qu'elles ressentent. Les forces d'interaction seules entre les dislocations ne permettent pas de rendre compte des configurations dipolaires observées, ceci étant d'autant plus vrai ici que dans le cas d'une force appliquée celle-ci contribue positivement à l'interaction des dislocations jusqu'à un angle $\theta = 90^\circ$. Cela suggère qu'il existe dans le plan de glissement des dislocations une force qui s'oppose à leur mouvement, celle-ci pouvant résulter de plusieurs contributions (frottement de réseau, contrainte interne, etc.). Nous allons dans ce qui suit estimer à partir des relations analytiques précédentes déduites de l'élasticité linéaire anisotrope la force nécessaire s'opposant aux forces d'interaction et appliquée pour que les configurations observées expérimentalement correspondent à des configurations à l'équilibre. Ce type d'approche a déjà été utilisée en dynamique moléculaire pour déterminer la contrainte de Peierls du Ta [75]. Dans ce qui suit toutes les forces sont considérées comme étant par unité de longueur. La force sur les dislocations s'opposant à leur mouvement dans leur plan de glissement $(\bar{1}01)$ respectif est notée $F_{(\bar{1}01)}^R$, à laquelle est associée une

contrainte $\sigma_{(\bar{1}01)}^R$. La force $F_{(\bar{1}01)}^R$ s'oppose à la force due à la fois à la force $F_{(\bar{1}01)}^a$ appliquée sur les échantillons et à la force d'interaction F_x entre les dislocations. A partir de Eq. 2.8, on obtient comme expression de la force totale $F_{(\bar{1}01)}^T$ agissant sur la dislocation mobile (1) dans son plan de glissement :

$$\begin{aligned}\vec{F}_{(\bar{1}01)}^T &= (F_x - b\sigma_a m + b\sigma_{(\bar{1}01)}^R) \vec{i}_v \\ &= \left(-\frac{b^2 (\cos(\theta) - \delta \cos(2\theta) \cos(3\theta))}{2\pi S_{44} \sqrt{1 - \delta} (1 - \delta \cos^2(3\theta))r} - b(\sigma_a m - \sigma_{(\bar{1}01)}^R) \right) \vec{i}_v\end{aligned}\quad (2.16)$$

où m est le facteur de Schmid associé au plan de glissement ($\bar{1}01$). L'équilibre des forces imposant $F_{(\bar{1}01)}^T = 0$, on en déduit pour l'expression de la contrainte $\sigma_{(\bar{1}01)}^R$:

$$\sigma_{(\bar{1}01)}^R = \sigma_a m + \frac{b (\cos(\theta) - \delta \cos(2\theta) \cos(3\theta))}{2\pi S_{44} \sqrt{1 - \delta} (1 - \delta \cos^2(3\theta))r}. \quad (2.17)$$

A partir des données expérimentales de la Tab. 2.5, on obtient les contraintes $\sigma_{(\bar{1}01)}^R$ présentées en Fig. 2.38 en fonction du numéro de dipôle, la présentation étant faite de droite à gauche pour les dipôles allant de 1 à 10. Les incertitudes sur $\sigma_{(\bar{1}01)}^R$ ont été calculées à partir des incertitudes de mesure des valeurs du Tab. 2.4. Les valeurs de $\sigma_{(\bar{1}01)}^R$ étant celles juste nécessaires pour que les dislocations soient immobilisées correspondent de fait à des valeurs minimales. Sur la Fig. 2.38 sont également indiquées les contraintes appliquées projetées dans les plans ($\bar{1}01$) pour chaque température. Celles-ci sont représentées par des lignes vertes, rouges et bleues pour 90 K, 200 K et 293 K, respectivement, à l'exception du dipôle 1 pour lequel $\sigma_a = 0$. On constate que la principale contribution des contraintes aux positions d'équilibre observées évoluent avec la température. Celle de la contrainte appliquée est prépondérante à basse température (90 K) et diminue au profit de la contrainte d'interaction lorsque la température augmente, la contrainte appliquée et d'interaction agissant à parts égales à 200 K, tandis qu'à 293 K la contrainte d'interaction supplante la contrainte appliquée.

La Fig. 2.39 montre les contraintes $\sigma_{(\bar{1}01)}^R$ moyennes dans le plan de glissement ($\bar{1}01$) en fonction des températures. Les barres d'erreur correspondent aux dispersions des valeurs. Les valeurs obtenues décroissent rapidement avec la température, suggérant que la contrainte $\sigma_{(\bar{1}01)}^R$ s'opposant aux mouvements des dislocations est fortement thermiquement activée. Les trois températures étudiées n'appartiennent pas au même domaine de température (90 K < T_c < 200 K et 293 K), nous avons raisonnablement pas cherché à étudier l'expression de la dépendance avec la température.

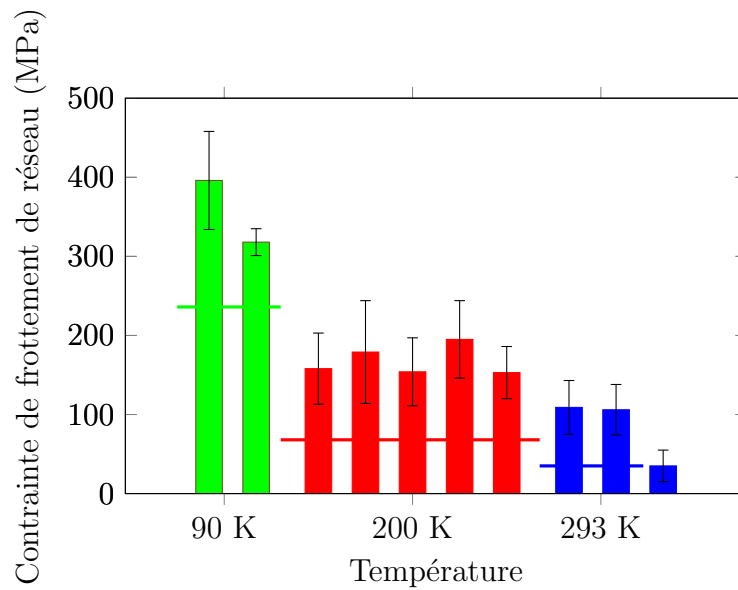


FIGURE 2.38 – Contraintes $\sigma_{(101)}^R$, déduites des dipôles n°10 à 1 (de gauche à droite) en fonction de la température. Les lignes vertes, rouges et bleues indiquent les contraintes projetées dans chacun des plans de glissement et pour chaque température.

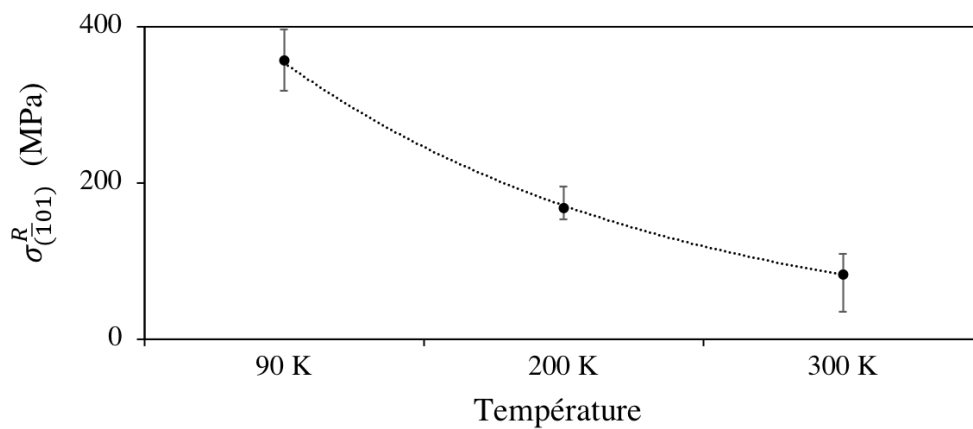


FIGURE 2.39 – Contraintes $\sigma_{(\bar{1}01)}^R$ moyennes dans le plan de glissement $(\bar{1}01)$ en fonction de la température.

2.5.4 Bilan

Expérimentalement, des dipôles ont été observés à la surface Nb{111} de nos échantillons sous contrainte. Contrairement aux observations réalisées dans le fer par MET [76], aucun processus d'annihilation de dislocation n'a été observée. Il est possible que nos temps d'imagerie sont trop importants pour imager les étapes qui aboutissent à une annihilation. Nous observons donc, soit des traces de glissement uniques qui proviennent du glissement de deux

dislocations qui se sont annihilées, soit des dipôles qui ne sont pas dans une configuration entraînant l'annihilation des dislocations. Nous avons étudié le deuxième cas de figure qui correspond à nos observations de dipôles. Nos observations ne donnant accès qu'à des informations de surface, nous avons initié une collaboration avec R. Gröger de l'Institut CEITEC (Brno, République Tchèque) afin de mieux appréhender les configurations des dislocations en volume. Les simulations atomistiques statiques, d'une dislocation vis émergente, ont mis en évidence que la ligne d'une dislocation tend à être perpendiculaire à la surface en se courbant sous celle-ci. Cet effet étant uniquement sur 5 nm en dessous de la surface, il est négligeable devant le reste de la dislocation en volume. Nous avons donc par la suite considéré des dislocations vis, formant un dipôle dans un monocristal infini.

Des simulations atomistiques NEB ont été réalisées, montrant que la position stable des dislocations correspond à la configuration où les dislocations sont presque en vis-à-vis ($\theta \simeq 90^\circ$). Cela est en contradiction avec nos observations expérimentales où les dislocations forment un angle allant de 70° à 81° . Cela suggère que les dislocations sont bloquées dans des positions métastables. L'interaction élastique entre les dislocations a été calculée, pour un milieu anisotrope, en collaboration avec J. Douin (CEMES Toulouse). A partir de ces calculs et des configurations des dipôles observés par STM, des valeurs de contraintes (notées $\sigma_{(\bar{1}01)}^R$, $\sigma_{(\bar{1}10)}^R$ et $\sigma_{(0\bar{1}1)}^R$) s'opposant au mouvement des dislocations (dans les plans de glissement $(\bar{1}01)$, $(\bar{1}10)$ et $(0\bar{1}1)$, respectivement) ont été déduites, en considérant les contraintes appliquées et l'interaction élastique entre les dislocations. Si on ne considère pas ces contraintes ($\sigma_{(\bar{1}01)}^R$, $\sigma_{(\bar{1}10)}^R$ et $\sigma_{(0\bar{1}1)}^R$), les positions d'équilibre sont les solutions de $F_x - b\sigma_a = 0$. Soit, pour les configurations observées expérimentalement (*c.f.* Tab. 2.5), on obtient des valeurs de θ autour de 100° pour les dipôles à 200 K et à 300 K. A 90 K, le dipôle n°10 à une position d'équilibre à $\theta = 122^\circ$ et le dipôle 9 n'admet pas de solution.

On peut envisager que, sous l'effet de la contrainte appliquée à l'échantillon, les dislocations glissaient comme vue dans la partie 2.4, les contraintes projetées dans les plans de glissement étant suffisantes pour passer outre les frottements de réseau. Lorsque les dislocations viennent à interagir, les forces d'interactions altèrent les structures de cœur des dislocations [51] de sorte que les frottements de réseau augmentent. La contrainte appliquée n'est alors plus suffisante pour permettre le glissement des dislocations. Les contraintes $\sigma_{(\bar{1}01)}^R$, $\sigma_{(\bar{1}10)}^R$ et $\sigma_{(0\bar{1}1)}^R$ serraient donc à interpréter comme les frottements de réseau minimum ressenties par des dislocations vis dont la structure de cœur est polarisée.

La polarisation des cœurs de dislocation implique des frottements de réseau différents pour les trois plans de glissement, comme c'est le cas pour nos résultats. Le plans $(\bar{1}01)$ possèdent la contrainte de frottement de réseau la plus faible, excepté à 90 K où c'est le plan de glissement $(0\bar{1}1)$. Pour ce point particulier, le frottement de réseau est peut être sous-estimée (pour rappel, les

contraintes déterminées sont des valeurs minimales pour que la dislocation ne glisse plus) ou biaisée, le plan de glissement $(0\bar{1}1)$ n'étant pas actif à 90 K.

2.6 Conclusions et perspectives

Le banc d'essais Nanoplast nous a permis d'effectuer des essais de compression sur des monocristaux de niobium et dans le même temps d'observer la surface $(1\bar{1}1)$ à la résolution atomique (dont la cristallographie a été étudiée au Chap. 1). A l'issue de déformation plastique à 90 K, 200 K et 293 K, des traces de glissement ont pu être observées à résolution atomique.

- Un premier protocole d'analyse a permis de déterminer les vecteurs de Burgers à partir des champs de déplacement déduits des images STM de la surface sous contrainte. Cette procédure d'extraction des champs de déplacement pourrait également être utilisée afin d'étudier directement les configurations de cœur des dislocations. Dans ce cas, les champs de déplacement (perpendiculaire et parallèle au vecteur de Burgers) autour d'une dislocation vis, imagée par STM, pourraient être comparés à ceux obtenus en simulation atomistique. Malheureusement, les déplacements atomiques significatifs sont restreints à quelques atomes seulement au voisinage du cœur des dislocations (*c.f.* Fig. 2.4) et la reconstruction (2×2) (Chap. 2) de la surface Nb $\{111\}$, limitant le nombre d'atomes présents en surface (seulement un atome sur deux), ne permet pas une comparaison déterminante. Il n'est donc pas possible de conclure, en utilisant les champs de déplacement sur une surface Nb $\{111\}$, quelle est la configuration de cœur des dislocations. Il serait peut être envisageable d'effectuer des observations STM des surfaces de bas indices cristallographiques sans reconstruction, par exemple les surfaces Nb $\{100\}$ [14] et Nb $\{011\}$ [16], nécessitant cependant de hautes températures de recuit qui ne sont pas accessibles actuellement sur le banc d'essais Nanoplast. De plus, il n'est pas évident que, dans ce cas, les dislocations restent vis jusqu'à la surface, à cause de l'influence de celle-ci (voir pour exemple la partie 2.5 dipôles). Il conviendrait de plus de prendre en compte dans le calcul des champs de déplacement celui dû l'effet Eshelby [68].
- Un second protocole d'analyse des traces de glissement a permis d'identifier les plans de glissement et leur proportion d'occurrence, en considérant la signature des plans de glissement en surface. La précision de mesure obtenue est liée au pas d'analyse qui est de six pas atomiques pour cette étude, soit au maximum $6\sqrt{2}a = 5,6$ nm. Des études AFM ou MET (hors haute résolution) ne permettent pas de telle résolution. Les études de Marichal *et al.* [77] d'analyse *in situ* par diffraction de Laue de micro-piliers de tungstène se sont intéressées aux plans de glissement des matériaux

BCC. Les plans de glissement sont déduits des déviations des pics de Laue. Cette technique permet une analyse simultanée de plusieurs dislocations (taille du faisceau d'environ 1 μm de côté) sur des micro-piliers. Comparativement, notre étude permet de déduire les plans de glissement associés à chaque trace de glissement, avec cependant une statistique moins grande et une analyse uniquement des dislocations émergentes.

Il ressort de cette étude que les traces de glissement ne révélant le passage que d'une seule dislocation et de nombreux changements de plan. Cependant, toutes les traces de glissement ont des portions associées au glissement dans le plan $(\bar{1}01)$ confirmant la structure de cœur compact (qui permet le glissement dans un même plan de glissement $\{110\}$) obtenue par les simulations atomistiques *ab initio* en DFT. Les proportions de glissement indiquent, qu'à basse température ($< T_c$), il est nécessaire de considérer la trajectoire courbe prise par le cœur des dislocations vis pour passer d'une rangée dense à une autre, comme obtenue par Dezerald *et al.* [56].

De plus, la présence de dipôles a été mise en évidence par des traces de glissement. Deux collaborations, d'une part avec R. Gröger de l'Institut CEITEC (Brno, République Tchèque) et d'autre part avec J. Douin du CEMES (Toulouse) ont permis d'étudier les configurations des dislocations formant les dipôles. Il ressort que l'interaction entre les dislocations engendre une modification de leur structure de cœur qui induit des frottements de réseau qui ont été estimés.

Par la suite, il serait intéressant de réaliser ces études d'analyse de trace de glissement à l'échelle atomique sur des monocristaux de matériaux BCC non pure, tel que le tungstène. En effet, avec du rhénium, la concentration en alliage entraîne un changement de la structure de cœur des dislocations vis de compacte à dégénérée [78] et avec des impuretés de carbone, celle-ci contrôle la migration des dislocations [79]. Les proportions de glissement s'en trouveraient donc changées puisque le glissement successif dans un même plan de glissement $\{110\}$ ne serait plus possible.

Chapitre 3

Interactions entre traces de glissement et marches vicinales

Précédemment, nous nous sommes principalement intéressés aux structures atomiques de surface du niobium (Chap. 1) et aux mécanismes élémentaires de plasticité de ce matériau (Chap. 2). Dans ce chapitre, nous nous intéressons à des phénomènes de modifications spontanées de la surface sous contrainte aux abords de traces de glissement. Des observations STM de modifications de marches vicinales sont présentées ci-après, elles semblent être liées aux mouvements des dislocations présentes dans leur environnement proche. En considérant les interactions élastiques entre les marches vicinales, les dislocations en volume et les traces de glissement, nous proposons une étude en élasticité linéaire isotrope des phénomènes observés.

3.1 Observations UHV-STM

En Fig. 3.1 sont présentées deux images topographiques, observées à 293 K, d'une même zone de la surface Nb(1 $\bar{1}$ 1). La contrainte est appliquée suivant la direction $[\bar{1}12]$, l'image en (a) est obtenue sous 85 MPa et en (b) sous 87 MPa. La différence de contrainte entre les deux images provient d'un incrément de déformation supplémentaire. Sur ces images, la structure atomique de surface n'est pas visible ; la taille de la zone observée et la vitesse d'imagerie ont en effet été favorisées au détriment de la résolution latérale. Les points d'émergence de deux dislocations sont marqués en rouge (Fig. 3.1). On remarque le mouvement des dislocations qui est indiqué par des flèches blanches. En Fig. 3.1a, on nomme α , β , γ_1 , γ_2 et δ cinq des terrasses vicinales. Les profils topographiques suivant les traitillés bleu en Fig. 3.1a et noir en Fig. 3.1b sont présentés en Fig. 3.2. Le niveau de la terrasse δ est raisonnablement pris comme niveau de référence. Les hauteurs des terrasses β et δ sont les mêmes sur les deux images, contrairement aux terrasses α , γ_1 et γ_2 . On notera alors α' et γ' les terrasses qui ont changé (Fig. 3.1b). La terrasse α diminue d'une couche monoatomique ($\sim 0,1$ nm) et devient α' , ce changement est peut-être lié à l'évolution du train de marches entouré en gris en Fig. 3.1. Les terrasses γ_1 et γ_2 laissent la place à une seule terrasse γ' inférieure d'une couche monoatomique ($\sim 0,1$ nm). Pour résumer, nous observons la modification d'un certain nombre de terrasses (α , γ_1 et γ_2) et la signature du mouvement de dislocations en volume (trace de glissement en évolution). Bien que l'on n'ait pas d'indication expérimentale sur le phénomène physique à l'origine de l'évolution de ces grandes terrasses (γ_2 fait près de 2900 nm^2), on peut supposer que le moteur de celui-ci est de la diffusion. En revanche, il est difficile à ce stade de proposer un scénario des évolutions observées, celles-ci étant trop nombreuses. On préférera se focaliser sur les observations effectuées à 200 K, présentés ci-après, où les évolutions de surface n'impliquent qu'une seule terrasse.

Lors des essais de déformation à 200 K, nous avons observé des évolutions de la surface analogues à celles observées à 293 K. Quelques images caractéristiques sont présentées en Fig. 3.3. Les contrastes sont optimisés pour mettre en évidence les évolutions des marches vicinales. La contrainte est appliquée

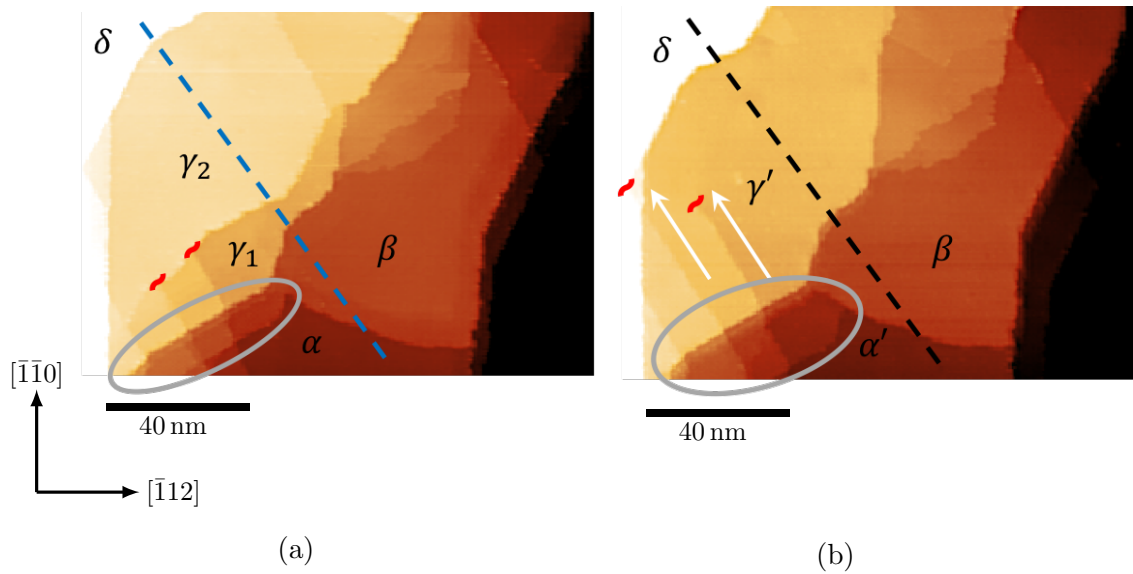


FIGURE 3.1 – Surface Nb($1\bar{1}1$), après déformation, en (a) sous une contrainte de 85 MPa et en (b) une contrainte de 87 MPa (Observation STM à 293 K).

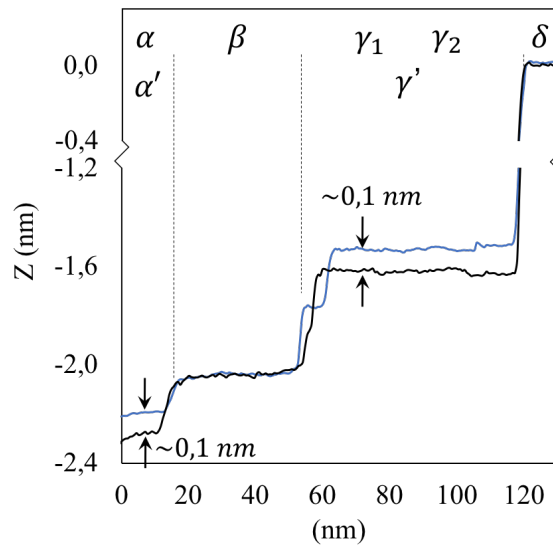


FIGURE 3.2 – Profils topographiques associés à la Fig. 3.1. En bleu, le profil obtenu à partir des traitillés bleu en Fig. 3.1a et en noir, profil obtenu à partir des traitillés noir en Fig. 3.1b.

suivant la direction $[\bar{1}12]$. L'image en (a) a été obtenue à une contrainte appliquée de 164 MPa et en (b) à une contrainte appliquée de 167 MPa. Les traitillés verts, en Fig. 3.3a, marquent la position d'une marche vicinale M_1 qui borde en partie supérieure une terrasse β de plusieurs nanomètres carrés (environ 400 nm^2). On nomme¹ α et γ les terrasses qui encadrent la terrasse β . Après incrément de la déformation appliquée, la terrasse β a disparu, son ancienne position étant rappelée par les traitillés verts en Fig. 3.3b. En Fig. 3.4 sont présentés les profils hors-plan suivant les traitillés en bleu et en noir en Fig. 3.3a et 3.3b, respectivement. Le profil en bleu montre deux dénivellations, l'une d'environ 0,3 nm correspondant à la marche vicinale M_1 et l'autre d'environ 1,2 nm correspondant à la marche notée M_2 en Fig. 3.3. Le profil en noir montre que les hauteurs des terrasses α et γ sont inchangées, seule la dénivellation correspondant à la marche vicinale M_2 passe à environ 1,5 nm avec la disparition de la terrasse β . En Fig. 3.3, les marqueurs en rouge indiquent la position de dislocations individuelles émergeant en surface. On rappelle ici que la hauteur d'une trace de glissement vaut environ 0,95 nm. On retrouve à l'arrière de ces positions les traces de glissement (T_1 , T_2 , T_3 et T_4) générées par le mouvement des dislocations en volume. Les flèches blanches, en Fig. 3.3b, mettent en évidence le mouvement de trois de ces dislocations sous l'incrément de déformation imposée. Nous retrouvons donc en Fig. 3.3 des observations analogues à celles en Fig. 3.1 avec la modification de terrasses et la signature du mouvement de dislocations en volume (trace de glissement). Ce phénomène de modification de terrasses a été observé sur une zone à 293 K (Fig. 3.1), sur trois zones à 200 K (dont la zone en Fig. 3.3) et sur aucune zone à 90 K. A 293 K et 200 K, plusieurs images de mêmes zones ont été faites (à contrainte constante) pour s'assurer que les changements topographiques identifiés ci-dessus ne sont pas dus à une interaction de la pointe du STM avec la surface. Il est à chaque fois observé des points d'émergence de dislocation aux abords des terrasses subissant des modifications. On peut donc supposer que ces modifications topographiques sont liées aux interactions élastiques entre les marches vicinales, les dislocations en volume et les traces de glissement associées. Nous avons étudié dans le cadre de l'élasticité linéaire isotrope les effets d'interaction élastique entre marches vicinales, traces de glissement et dislocations. Deux approches sont présentées, une première consistant à calculer les forces sur la marche sur M_1 et une deuxième consistant à calculer le potentiel chimique en surface.

1. L'utilisation de mêmes notations que précédemment est simplement faite pour limiter le nombre de notations mais n'implique pas d'équivalence entre elles

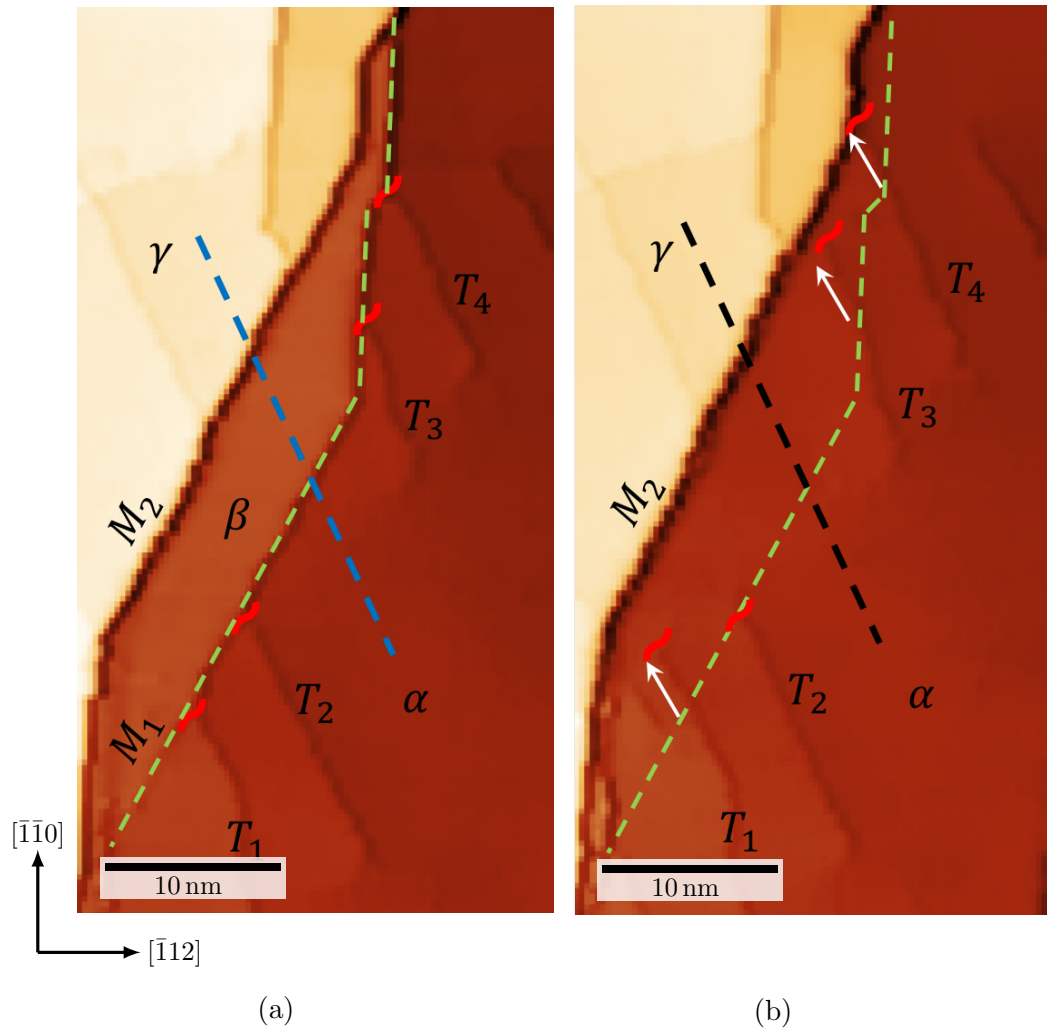


FIGURE 3.3 – Surface Nb($\bar{1}\bar{1}1$) après déformation sous une contrainte de 164 MPa (a) et 167 MPa (b) (Observation STM en mode topographique à 200 K).

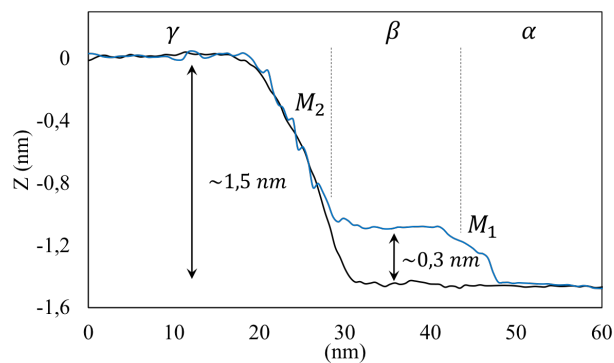


FIGURE 3.4 – Profils topographiques associés à la Fig. 3.3. En bleu, le profil obtenu à partir des traitillés bleu en Fig. 3.3a et en noir, profil obtenu à partir des traitillés noir en Fig. 3.3b.

3.2 Modélisation

3.2.1 Rappel d'élasticité

Soit un milieu semi-infini élastique isotrope, on note $\bar{\sigma}$ le tenseur des contraintes dans le milieu et $\bar{\epsilon}$ le tenseur des déformations. Ils sont liés par la loi de Hook :

$$\bar{\sigma} = \frac{E}{1+\nu} \left(\bar{\epsilon} + \frac{\nu}{1-2\nu} Tr(\bar{\epsilon})I \right), \quad (3.1)$$

avec E le module d'Young, ν le coefficient de Poisson, $Tr(\bar{\epsilon})$ la trace de $\bar{\epsilon}$ et I la matrice identité. Le tenseur des déformations $\bar{\epsilon}$ se détermine à partir des champs de déplacement, comme :

$$\bar{\epsilon} = \frac{1}{2} \left(\nabla(\vec{u}) + \nabla(\vec{u}^T) \right), \quad (3.2)$$

avec \vec{u} le champ de déplacement et \vec{u}^T sa transposée.

A l'équilibre statique, le tenseur des contraintes doit compenser les forces de volume \vec{f} , cela se traduit (en notation indicielle) par :

$$\sigma_{ij,i} + f_{jv} = 0 \quad (3.3)$$

De plus, le tenseur des contraintes en surface doit compenser les forces extérieures en surface \vec{f}_s :

$$\bar{\sigma} \cdot \vec{k} = \vec{f}_s, \quad (3.4)$$

avec \vec{k} le vecteur normal à la surface.

A partir des Eq. 3.1, 3.2 et 3.3, on obtient l'équation de Navier que doit vérifier un champ de déplacement dans un milieu élastique isotrope.

$$\frac{E}{2(1+\nu)(1-2\nu)} \nabla(\text{div}(\vec{u})) + \frac{E}{2(1+\nu)} \Delta(\vec{u}) + \vec{f}_v = 0 \quad (3.5)$$

3.2.2 Elasticité de surface : cas de marches

Pour modéliser nos observations expérimentales, nous avons besoin de connaître les tenseurs des déformations et des contraintes associés à une marche sur une surface libre dans le cas d'un milieu élastique isotrope² semi-infini. Dans ce qui suit, nous verrons qu'une marche peut être modélisée en utilisant le concept de forces ponctuelles. Il est donc important de pouvoir calculer le champ de déplacement qui permet de déduire les tenseurs des déformations et des contraintes (voir Eq. 3.1 et 3.2) que ces forces ponctuelles induisent.

Dans un premier temps, on considère donc une distribution de forces ponc-

². Dans ce chapitre, nous nous sommes limités au cas isotrope, les calculs n'aboutissant pas en élasticité anisotrope.

tuelles sur une surface d'un milieu élastique isotrope semi-infini. Le champ de déplacement induit u_i , qui vérifie les Eq. 3.5 et 3.4, s'obtient en résolvant l'intégrale [80] :

$$u_i = \iiint G_{ik}(x-x', y-y', z-z') f_k(x', y') dx' dy' dz', \quad (3.6)$$

avec G_{ik} le tenseur de Green (Eq. 3.7), qui est le champ de déplacement associé à une force ponctuelle d'amplitude unité et f_k la distribution de forces considérée. L'expression générale complète, calculée en premier par Mindlin [81], s'écrit :

$$\begin{aligned} G_{11} &= \frac{(1+\nu)}{8\pi E(1-\nu)} \left(\frac{3-4\nu}{R_1} + \frac{1}{R_2} + \frac{(x-x')^2}{R_2^3} + \frac{(3-4\nu)(x-x')}{R_2^3} \right) + \\ &\quad \frac{(1+\nu)}{8\pi E(1-\nu)} \left(\frac{2zz'}{R_2^3} \left(1 - \frac{3(x-x')^2}{R_2^2} \right) + \frac{4(1-\nu)(1-2\nu)}{R_2+z+z'} \left(1 - \frac{(x-x')^2}{R_2(R_2+z+z')} \right) \right), \\ G_{21} = G_{12} &= \frac{(1+\nu)(x-x')(y-y')}{8\pi E(1-\nu)} \left(\frac{1}{R_1^3} + \frac{3-4\nu}{R_2^3} - \frac{6zz'}{R_2^5} - \frac{4(1-\nu)(1-2\nu)}{R_2(R_2+z+z')^2} \right), \\ G_{31} = G_{32} &= \frac{(1+\nu)(x-x')}{8\pi E(1-\nu)} \left(\frac{z-z'}{R_1^3} + \frac{(3-4\nu)(z-z')}{R_2^3} - \frac{6zz'(z+z')}{R_2^5} + \frac{4(1-\nu)(1-2\nu)}{R_2(R_2+z+z')} \right), \\ G_{13} &= \frac{(1+\nu)(x-x')}{16\pi E(1-\nu)} \left(\frac{z-z'}{R_1^3} + \frac{(3-4\nu)(z-z')}{R_2^3} + \frac{6zz'(z+z')}{R_2^5} - \frac{4(1-\nu)(1-2\nu)}{R_2(R_2+z+z')} \right), \\ G_{11} &= \frac{(1+\nu)}{8\pi E(1-\nu)} \left(\frac{3-4\nu}{R_1} + \frac{8(1-\nu)^2 - (3-4\nu)}{R_2} + \frac{(z-z')^2}{R_1^3} \right) + \\ &\quad \frac{(1+\nu)}{8\pi E(1-\nu)} \left(\frac{(3-4\nu)(z+z')^2 - 2zz'}{R_2^3} + \frac{6zz'(z+z')^2}{R_2^5} \right), \end{aligned} \quad (3.7)$$

avec

$$R_1 = \left((x-x')^2 + (y-y')^2 + (z-z')^2 \right)^{\frac{1}{2}} \quad (3.8)$$

$$R_2 = \left((x-x')^2 + (y-y')^2 + (z+z')^2 \right)^{\frac{1}{2}} \quad (3.9)$$

et E le module d'Young, ν le coefficient de Poisson. G_{22} est équivalent à G_{11} et G_{23} est équivalent à G_{13} en substituant $(x-x')$ par $(y-y')$.

On s'intéresse à présent au cas d'une marche sur une surface. En Fig. 3.5a est présenté un milieu élastique isotrope semi-infini sous contrainte σ (doubles flèches bleues) avec une marche positionnée en O . On définit une base de vecteurs $(\vec{i}, \vec{j}, \vec{k})$, le milieu est alors infini suivant les axes \vec{i} , \vec{j} et la surface a pour normal \vec{k} . Au niveau de la marche, le milieu est comprimé sur la partie gauche et non sur la partie droite. Il y a donc une distribution linéaire de force ponctuelle vers la droite (en rouge) le long de la marche [82] qui relaxe³ la contrainte σ . La distribution linéaire de force (appelée monopole)

3. Une tension de surface engendre aussi des distributions linéaires de forces ponctuelles

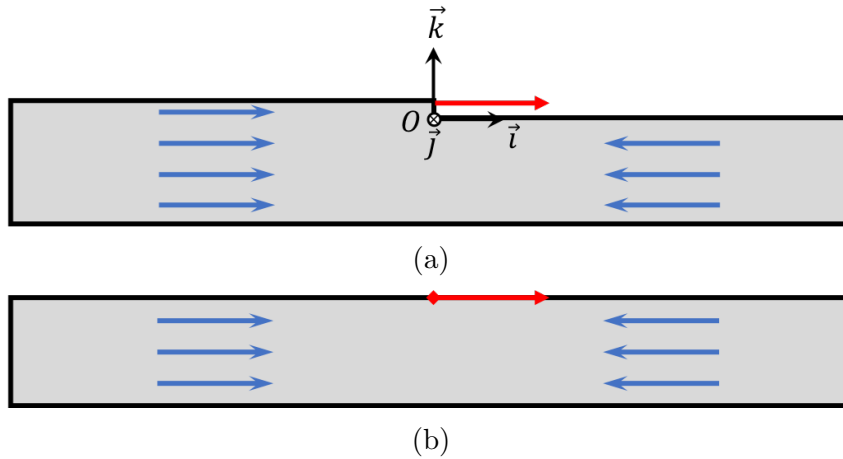


FIGURE 3.5 – Marche à la surface d'un milieu semi-infini sous une contrainte (flèches en bleu) avec en rouge les distributions linéaires de forces présentes en bord de marche. En (a) la marche à la surface et en (b) sa simplification en surface plane.

s'écrit (par unité de longueur de marche) :

$$f_m = \sigma h \delta(x). \quad (3.10)$$

Si on ne s'intéresse pas au bord de la marche (face de normal suivant l'axe \vec{i}) et que la hauteur de la marche h est négligeable devant les autres grandeurs, la marche peut alors être réduite à ces distributions de force (Fig. 3.5b). Cela permet de pouvoir appliquer l'Eq. 3.6 qui n'est valable que pour une surface plane.

A partir des Eq. 3.6 et 3.10, il est alors possible de déterminer les champs de déplacement d'une marche. Les tenseurs des contraintes et des déformations pourront ensuite être déduits à l'aide des Eq. 3.1 et 3.2. Nous allons maintenant définir le système qui nous servira à mieux appréhender nos observations STM.

3.2.3 Système modèle

Le système à considérer est complexe ; il est nécessaire de se placer dans un système à trois dimensions composé de marches vicinales, de traces de glissement et de dislocations. Pour simplifier les calculs, nous réduisons le système à (*c.f.* Fig. 3.6) :

- une contrainte compressive uniaxiale σ_0 ,

au niveau d'une marche [82], égales et opposées avec des moments non nuls. Marchenko et Parshin [83] ont établi que cette distribution linéaire de force sont d'un ordre de grandeur inférieure à f_m . Afin de simplifier les calculs, nous négligerons raisonnablement ces distributions linéaires de forces.

- deux marches vicinales M_1 et M_2 , parallèles et infinies, de hauteurs h_1 et h_2 respectivement,
- une trace de glissement T semi-infinie, inclinée par rapport aux marches vicinales,
- une dislocation vis émergeant perpendiculairement à la surface, de vecteur de Burgers $a/2[1\bar{1}1]$.

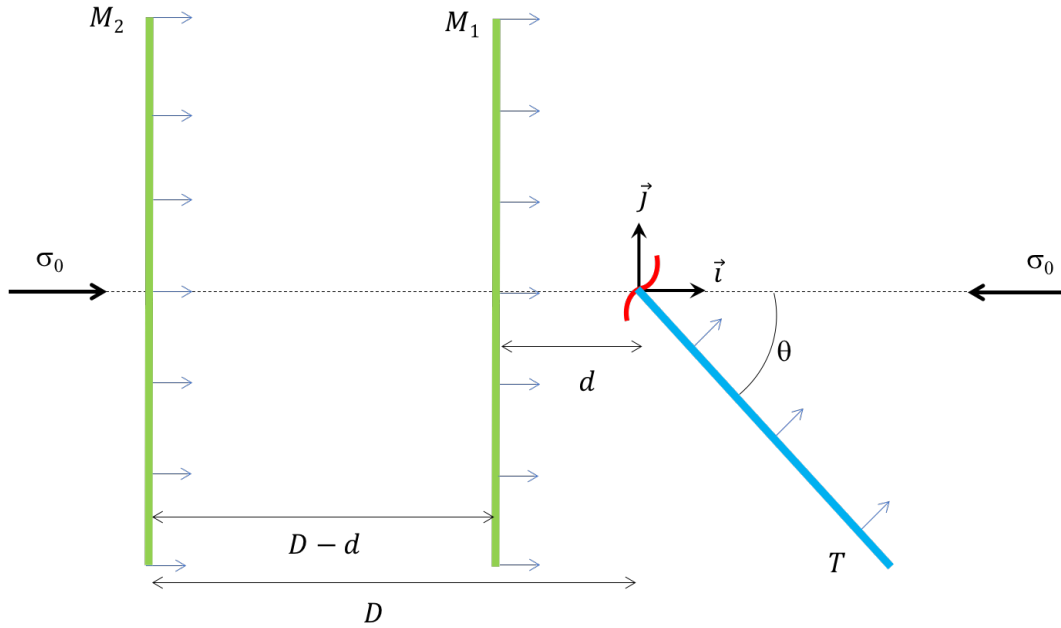


FIGURE 3.6 – Système des deux marches vicinales M_1 et M_2 (en vert), de la trace de glissement T (en bleu) et du point d'émergence de la dislocation (en rouge).

Cette dernière hypothèse est forte puisque, pour rappel, expérimentalement les dislocations étudiées sont inclinées par rapport à la surface d'observation et ont un vecteur de Burgers de $a/2[1\bar{1}1]$. Cependant pour une première approche, cette hypothèse permet de réduire considérablement la complexité des calculs analytiques.

On définit la base orthonormée de vecteurs (\vec{i}, \vec{j}) associés aux coordonnées x et y , respectivement. Les lignes vertes en Fig. 3.6 représentent les deux marches vicinales. En rouge est schématisé le point d'émergence de la dislocation vis perpendiculaire à la surface. La distance suivant l'axe \vec{i} entre M_1 et la dislocation (représentée en rouge) est notée d , et celle entre M_2 et la dislocation est notée D . En bleu est représentée une trace de glissement T de hauteur h . La trace fait un angle θ avec l'axe \vec{i} . Les marches M_1 et M_2 sont supposées infinies suivant l'axe \vec{j} et la trace de glissement T est supposée infinie à l'extrémité opposée à la dislocation ($y < 0$). Les vecteurs en bleu représentent les distributions de forces ponctuelles réparties le long des marches sous contrainte. Comme nous l'avons vu au paragraphe précédent, ces distributions de forces

modélisent la relaxation élastique des marches sous contrainte.

C'est à partir de ce système, que nous avons calculé les forces d'interaction élastique agissant sur M_1 et la densité de potentiel chimique en surface.

3.2.4 Etude des positions d'équilibres : calcul des forces d'interaction élastique

Nous allons calculer la force élastique \vec{F} agissant sur la marche vicinale M_1 , en supposant la dislocation immobile. Cette force est donnée par la dérivée de l'énergie élastique du système W en fonction de d et est orientée suivant l'axe \vec{i} . On considère un milieu élastique isotrope de volume V . L'énergie élastique du système W est donné par [84] :

$$W = \frac{1}{2} \iiint_V tr(\bar{\sigma} \cdot \bar{\epsilon}) dV, \quad (3.11)$$

avec $\bar{\epsilon}$ le tenseur des déformations, $\bar{\sigma}$ le tenseur des contraintes dans le milieu et tr l'opérateur qui donne la trace de la matrice. $\bar{\sigma}$ est la somme de $\bar{\sigma}_{M_1}$, $\bar{\sigma}_{M_2}$, $\bar{\sigma}_T$, $\bar{\sigma}_{dislo}$ et $\bar{\sigma}_0$; tenseurs des contraintes de la marche M_1 , M_2 , de la trace de glissement T , de la dislocation et de la contrainte appliquée, respectivement. La trace étant un opérateur linéaire, on peut mettre l'Eq. 3.11 sous la forme :

$$\begin{aligned} W = & U_0 + \frac{1}{2} \left(\iiint_V tr(\bar{\sigma}_{M_1} \cdot \bar{\epsilon}_T + \bar{\sigma}_T \cdot \bar{\epsilon}_{M_1}) dV + \iiint_V tr(\bar{\sigma}_{M_1} \cdot \bar{\epsilon}_{dislo} + \bar{\sigma}_{dislo} \cdot \bar{\epsilon}_{M_1}) dV \right. \\ & \left. + \iiint_V tr(\bar{\sigma}_{M_1} \cdot \bar{\epsilon}_{M_2} + \bar{\sigma}_{M_2} \cdot \bar{\epsilon}_{M_1}) dV + \iiint_V tr(\bar{\sigma}_{M_1} \cdot \bar{\epsilon}_0 + \bar{\sigma}_0 \cdot \bar{\epsilon}_{M_1}) dV \right) \end{aligned} \quad (3.12)$$

Les tenseurs des contraintes étant dépendants des tenseurs des déformations, on peut écrire :

$$\begin{aligned} W = & U_0 + \iiint_V tr(\bar{\sigma}_{M_1} \cdot \bar{\epsilon}_T) dV + \iiint_V tr(\bar{\sigma}_{M_1} \cdot \bar{\epsilon}_{dislo}) dV \\ & + \iiint_V tr(\bar{\sigma}_{M_1} \cdot \bar{\epsilon}_{M_2}) dV + \iiint_V tr(\bar{\sigma}_{M_1} \cdot \bar{\epsilon}_0) dV \end{aligned} \quad (3.13)$$

Les termes impliquant la dislocation sont impairs suivant y . Il en résulte que ces termes sont nuls après intégration sur le volume et sur la surface.

Considérons dans un premier temps le système sans la marche vicinale M_2 . L'énergie élastique du système s'écrit alors :

$$\begin{aligned} W_{M_1 T} = & U_0 + \iiint_V tr(\bar{\sigma}_{M_1} \cdot \bar{\epsilon}_T) dV \\ & + \iiint_V tr(\bar{\sigma}_{M_1} \cdot \bar{\epsilon}_0) dV \end{aligned} \quad (3.14)$$

Le problème se réduit alors à la simple interaction entre deux marches (M_1 et T), soit à des distributions de forces en surface. L'équation de W se simplifie

à une intégrale de surface [85] :

$$W_{M_1T} = U_0 + \frac{1}{2} \iint_S \vec{f}_{M_1} \cdot \vec{u}_T dS \quad (3.15)$$

$$= U_0 + \frac{1}{2} \iint \left(\frac{1 - \nu^2}{\pi E} \frac{\vec{f}_T \cdot \vec{f}_{M_1}}{|\vec{r}^j - \vec{r}^i|} + \frac{\nu(1 + \nu)}{\pi E} \frac{(\vec{f}_T \cdot (\vec{r}^j - \vec{r}^i))(\vec{f}_{M_1} \cdot (\vec{r}^j - \vec{r}^i))}{|\vec{r}^j - \vec{r}^i|^3} \right) d\vec{r}^j d\vec{r}^i,$$

avec

$$\vec{r}^i = \begin{pmatrix} 0 \\ y \end{pmatrix} \quad \text{et} \quad \vec{r}^j = \begin{pmatrix} d + L \cdot \sin(\theta) - y \cdot \tan(\theta) \\ y \end{pmatrix},$$

avec $\vec{f}_{M_1} = h_1 \sigma_0 \vec{i}$ (Eq. 3.10), $\vec{f}_T = h_2 \sigma_0 \cdot \sin^2(\theta) (\sin(\theta) \vec{i} + \cos(\theta) \vec{j})$ et \vec{r}^i et \vec{r}^j les vecteurs position de M_1 et T , respectivement. La variable L est la taille du système suivant \vec{j} . Par un passage à la limite ($L \rightarrow \infty$), elle disparaît du calcul.

La force agissant sur M_1 est alors définie par :

$$\vec{F}_{M_1T} = -\frac{d(W)}{d(d)} \vec{i} = \frac{h \cdot h_1 \sigma_0^2 (1 - \nu^2) \sin^4(\theta)}{\pi E d} \vec{i} \quad (3.16)$$

Il est intéressant de noter que \vec{F}_{M_1T} est proportionnel à la force d'interaction de deux monopoles de même signe [85] :

$$\vec{F}_{\parallel} = \frac{h \cdot h_1 \sigma_0^2 (1 - \nu^2)}{2\pi E d} \vec{i} \quad (3.17)$$

La force d'interaction d'une marche infinie avec une marche semi-infinie inclinée est donc équivalente à celle avec une autre marche parallèle, à un facteur multiplicateur près : $\sin^4(\theta)/2$. En Fig. 3.7 est schématisée cette équivalence avec : les marches en noir, les forces induites par la contrainte appliquée σ_0 en bleu.

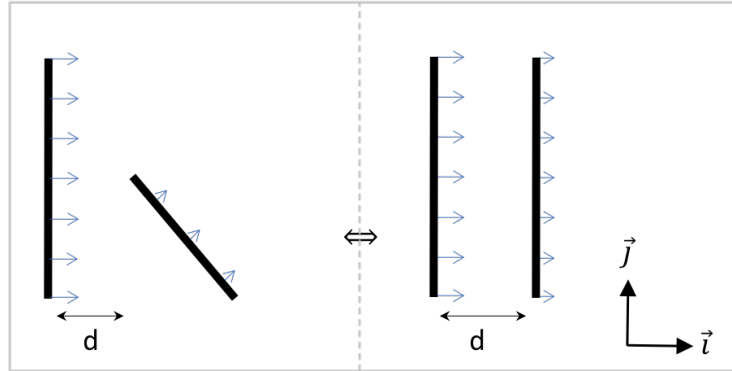


FIGURE 3.7 – Configurations équivalentes de marches sous contrainte en interaction, avec en bleu la distribution de monopole associé.

On considère à présent l'ensemble du système défini en Fig. 3.6, soit avec la marche vicinale M_2 en plus par rapport à précédemment. La force par unité de longueur agissant sur M_1 , notée maintenant \vec{F} , se déduit simplement de Eq. 3.16 en soustrayant⁴ la force par unité de longueur $\vec{F}_{M_1M_2}$ de l'interaction de M_1 et M_2 (force d'interaction de deux monopoles de même signe).

$$\vec{F} = \vec{F}_{M_1T} - \vec{F}_{M_1M_2} \quad (3.18)$$

$$\vec{F} = \frac{h_1 h (1 - \nu^2) \sigma_0^2 \sin^4(\theta)}{\pi d E} \vec{i} - \frac{h_1 h_2 (1 - \nu^2) \sigma_0^2}{2\pi E (D - d)} \vec{i} \quad (3.19)$$

$$\vec{F} = \frac{h_1 (1 - \nu^2) \sigma_0^2 (2h(D - d) \sin^4(\theta) - dh_2)}{2\pi d E (D - d)} \vec{i} \quad (3.20)$$

En Fig. 3.8 est tracée la norme de la force par unité de longueur $|\vec{F}|.D$ en fonction de d/D et pour plusieurs valeurs de θ . En (a) sont présentés les profils pour d/D allant de 0 à 1 et en (b) pour de faibles valeurs de d/D . Les valeurs de h , h_1 , h_2 et σ_0 sont celles du cas expérimental décrit précédemment (Fig. 3.3), soit $h = 0,1$ nm (projection hors plan du vecteur de Burgers), $h_1 = 0,3$ nm, $h_2 = 1,5$ nm et $\sigma_0 = 164$ MPa.

On remarque que la force diverge en deux points (Fig. 3.8a), quand M_1 est au contact de T ($\frac{d}{D} = 0$) et quand M_1 est confondu avec M_2 ($\frac{d}{D} = 1$). Ces divergences sont certainement des artefacts des calculs, puisqu'il conviendrait de considérer en ces points, soit une seule marche formée de M_1 et T ($\frac{d}{D} = 0$), soit une marche rectiligne pour remplacer M_1 et M_2 ($\frac{d}{D} = 1$). Pour les faibles valeurs de d/D (M_1 proche de T), l'angle θ influe significativement sur $|\vec{F}|.D$. Plus la trace de glissement T est parallèle aux marches vicinales M_1 et M_2 (θ croissant) plus la force d'interaction est importante.

Pour des marches perpendiculaires ($\theta = 0^\circ$), il n'y a pas d'interaction entre la marche vicinale M_1 et la trace de glissement T , la force par unité de longueur \vec{F} est alors réduite à $-\vec{F}_{M_1M_2}$ (profil en noir). La force d'interaction élastique entre M_1 et M_2 reste négative sur toute la plage de valeur de d/D , elle tend donc à rapprocher M_1 de M_2 .

Pour $\theta \neq 0$, la force d'interaction élastique est positive sur une portion et négative sur l'autre. Les valeurs de d pour lesquelles la force s'annule, notées d_0 , sont :

$$d_0 = D \left(1 + \frac{h_2}{2h \sin^4(\theta)} \right)^{-1} \quad (3.21)$$

Pour $d > d_0$, l'interaction attractive entre M_1 et M_2 tend à éloigner M_1 de

4. Les marches M_1 et M_2 étant de même signe la force entre les marches est attractive. Cela revient dans notre base (\vec{i}, \vec{j}) à soustraire la force.

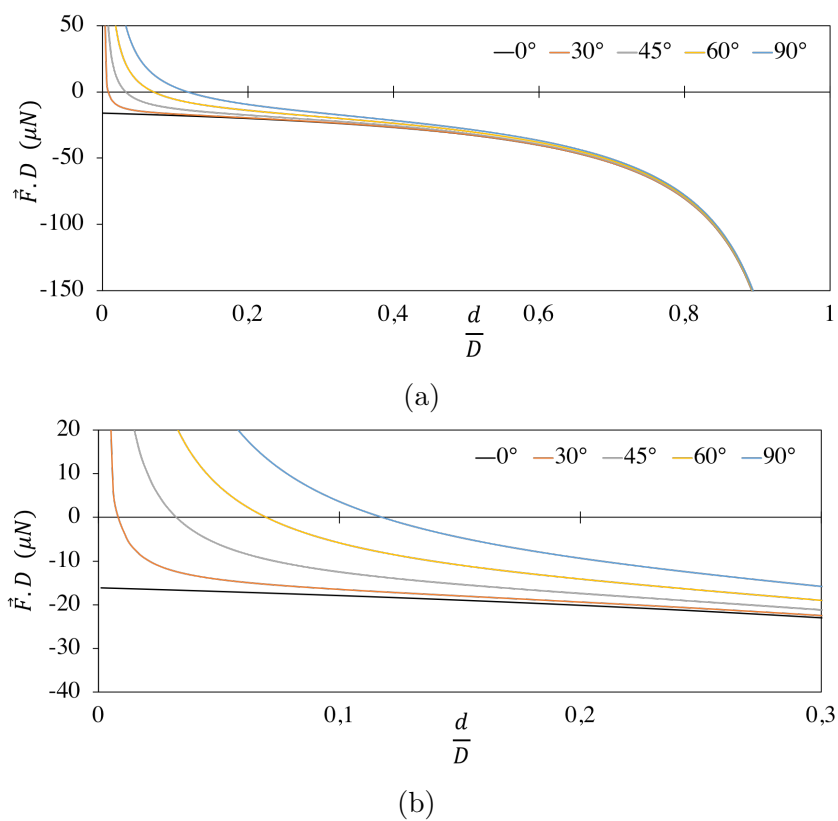


FIGURE 3.8 – Force par unité de longueur agissant sur la marche vicinale M_1 en fonction du rapport $\frac{d}{D}$ et pour plusieurs valeurs de θ (0° , 30° , 45° , 60° , 90°). En (b) un zoom de (a) pour les faibles valeurs de d/D . ($\sigma_0 = 164$ MPa, $h = 0,1$ nm, $h_1 = 0,3$ nm et $h_2 = 1,5$ nm)

la trace de glissement T et *a contrario* pour $d < d_0$, l'interaction attractive entre M_1 et T tend à l'en rapprocher. Il y a donc un point d'équilibre instable en d_0 , puisque, même si la force sur M_1 y est nulle, la moindre variation fait s'en écarter M_1 . On remarque que d_0 dépend uniquement de θ , D , h et h_2 . La position d'équilibre instable de la marche M_1 n'est donc pas influencée par sa hauteur h_1 . En Fig. 3.8b, l'influence de θ sur la valeur de d_0 est mieux visible. Plus la trace de glissement T est parallèle aux marches vicinales M_1 et M_2 (θ croissant), plus la position d'équilibre instable de M_1 est proche de M_2 , l'interaction entre T et M_1 étant moins importante. d_0 sera maximum pour $\theta = 90^\circ$ et nul pour $\theta = 0^\circ$.

Pour des valeurs de $h_2 = h$, d_0 dépend alors uniquement de l'angle θ :

$$d_0 = D \left(1 + \frac{1}{2 \sin^4(\theta)} \right)^{-1} \quad (3.22)$$

$$\leq D \left(1 + \frac{1}{2} \right)^{-1} \quad (3.23)$$

$$\leq D \frac{2}{3} \quad (3.24)$$

$$(3.25)$$

Pour des valeurs de h_2 grandes devant h , on a :

$$d_0 = D \left(1 + \frac{h_2}{2h \sin^4(\theta)} \right)^{-1} \quad (3.26)$$

$$\leq D \left(1 + \frac{h_2}{2h} \right)^{-1} \quad (3.27)$$

$$\leq \frac{2.D.h}{h_2} \quad (3.28)$$

Le cas de valeurs de h_2 petites devant h n'a pas de sens physique. En effet, la hauteur h de la trace de glissement T correspond à la hauteur d'une marche monoatomique (projection hors-plan du vecteur de Burgers), h_2 ne peut donc pas être envisagé comme inférieur à cette hauteur élémentaire.

Expérimentalement, nos observations (Fig. 3.3) donnent $h_2 \gg h$ avec plus d'un ordre de grandeur de différence ($\frac{h_2}{h} \simeq 15$), soit $d_0/D < 0,1333$ (Eq. 3.28). Les interactions élastiques tendent à avoir la marche M_1 proche du point d'émergence de la dislocation. Ce résultat est en accord avec l'observation en Fig. 3.3a où les dislocations sont presque au contact de la marche vicinale M_1 . Dans sa thèse, [59] Jonathan Michel a lui aussi observé par *STM*, lors d'essais de déformation de Ni_3Al , que les dislocations émergentes étaient fréquemment au contact de marches vicinales. Ses observations s'expliquent certainement par des interactions élastiques équivalentes entre marches vicinales et traces de glissement.

Cependant, nos calculs n'expliquent pas nos observations expérimentales de disparition de terrasses. Dans la partie suivante, nous nous sommes intéressés au potentiel chimique en surface, comme vecteur de la diffusion en surface.

3.2.5 Etude du potentiel chimique en surface : vers une étude cinétique de l'évolution de la surface.

Le potentiel chimique μ est la dérivée de l'énergie libre, notée Φ , par rapport au nombre de particules N dans le système (Eq. 3.29). Le nombre de particules dans le système peut s'écrire comme le volume V du système divisé par le volume d'un atome, noté v_a . En remplaçant N , on obtient l'Eq. 3.30.

$$\mu = \frac{d\Phi}{dN} \quad (3.29)$$

$$= v_a \frac{d\Phi}{dV} \quad (3.30)$$

En l'absence de forces extérieures $\Phi = W$ l'énergie élastique du système définit Eq. 3.11, on obtient alors :

$$\mu = v_a \frac{d}{dV}(W) \quad (3.31)$$

$$= v_a \frac{1}{2} \text{tr}(\bar{\sigma} \cdot \bar{\epsilon}) \quad (3.32)$$

Dans le cas de notre système, décrit en Fig. 3.6, le tenseur des contraintes $\bar{\sigma}$ (resp. des déformations $\bar{\epsilon}$) est la somme des tenseurs des contraintes (resp. des déformations) induits par les marches (M_1 et M_2), par la trace (T), par la contrainte σ_0 et par la dislocation⁵.

En Fig. 3.9 et 3.10 sont présentés les potentiels chimiques de surface $\mu(x, y)$. Les valeurs des paramètres (σ_0 , θ , d , D , h , h_1 et h_2) utilisés pour générer les cartographies sont données dans les légendes. Les valeurs de d et D sont plus élevées que celles issues des observations afin de faciliter la visualisation des variations locales, cela n'affecte pas l'interprétation, puisque l'aspect général reste le même. En Fig. 3.9, uniquement les marches vicinales (M_1 et M_2) et la trace (T) sont prises en compte dans le calcul. En Fig. 3.10, l'ensemble du système est pris en compte, y compris par conséquent la dislocation. Les marches vicinales M_1 et M_2 sont représentées en vert, la trace T en bleu et le point d'émergence de la dislocation en rouge. Le contraste blanc correspond à des valeurs en dehors des échelles présentes sur la droite des cartographies. Ces zones blanches se trouvent au niveau des marches vicinales, de la trace de glissement et de la dislocation ; en ces points le potentiel chimique diverge. Ces cartographies permettent d'imaginer l'évolution en surface puisque les atomes

5. Contrairement au calcul de la force d'interaction sur M_1 , l'intégration n'est pas effectuée sur le volume, les termes de la dislocation ne s'annulent donc pas dans le calcul.

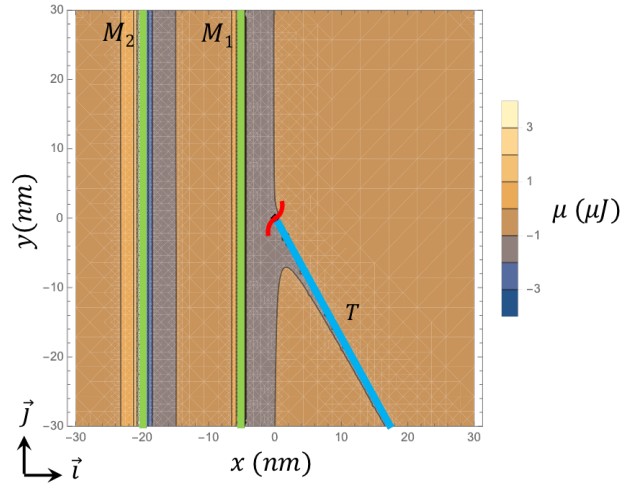


FIGURE 3.9 – Potentiel chimique de surface $\mu(x, y)$ en ne tenant compte que des marches vicinales (M_1 et M_2) et de la trace (T). Les marches vicinales M_1 et M_2 sont en vert et la trace T est en bleu (cartographie réalisée pour $\sigma_0 = 164$ MPa, $\theta = 60^\circ$, $d = 10$ nm, $D = 50$ nm, $h = 0,1$ nm, $h_1 = 0,3$ nm et $h_2 = 1,5$ nm).

vont, *a priori* des zones de potentiel chimique élevé vers les zones de potentiel chimique plus faible, sous couvert que la mobilité atomique soit permise par un moteur tel que la diffusion. Afin de mieux visualiser les variations du potentiel chimique en surface, des profils ont été réalisés à partir des Fig. 3.9 (resp. 3.10) et sont présentés en Fig. 3.11 (resp. 3.12). Ces profils sont réalisés perpendiculairement (en (a)) et parallèlement (en (b)) aux marches vicinales afin de discuter de la diffusion atomique de surface suivant l'axe \vec{i} et \vec{j} , respectivement.

En Fig. 3.11a, on remarque les variations du potentiel chimique de surface aux niveaux des marches vicinales M_1 et M_2 (la trace de glissement n'est pas coupée par ce profil), en $x = -5$ nm et $x = -20$ nm, respectivement. Le bord inférieur de la marche vicinale M_2 est un puits de potentiel alors que bord supérieur de M_1 a un potentiel chimique maximal. Les atomes en surface qui diffuseraient suivant l'axe \vec{i} iraient donc du bord supérieur de M_1 au pied de la marche vicinale M_2 . Au regard des amplitudes de variation du potentiel chimique suivant l'axe \vec{j} (Fig. 3.11b), qui sont très faibles, on peut supposer qu'il n'y aurait pas de diffusion suivant cet axe.

Dans le cas où l'on considère la dislocation (Fig. 3.10), celle-ci engendre un potentiel chimique maximum autour d'elle. En Fig. 3.12 sont présentés les profils obtenus à partir de la Fig. 3.10, aux mêmes positions que les profils vus précédemment. On remarque qu'il y a environ un facteur dix entre les échelles des Fig. 3.11 et 3.12. En Fig. 3.12a, on retrouve des divergences aux niveaux des marches vicinales M_1 (en $x = -5$ nm) et M_2 (en $x = -20$ nm). Le profil est similaire à celui en Fig. 3.11a, mis à part le maxima induit par la dislocation à environ $x = 2$ nm. Suivant l'axe \vec{j} , les variations ne sont maintenant plus

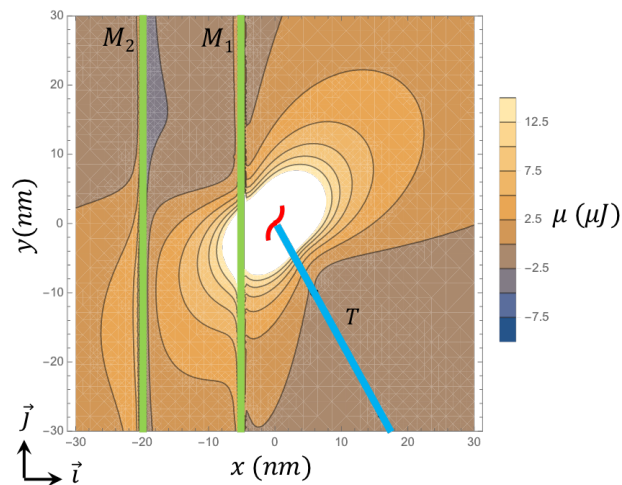
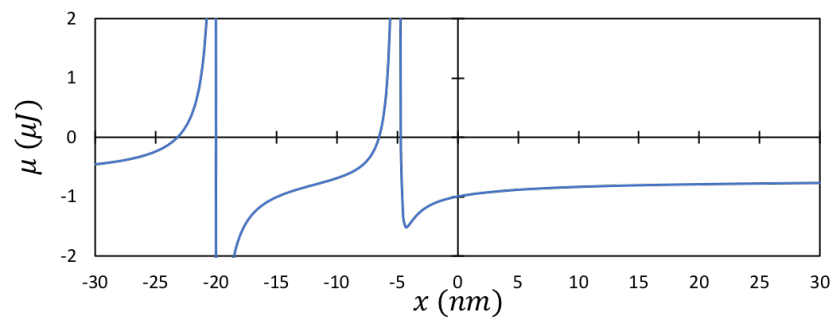
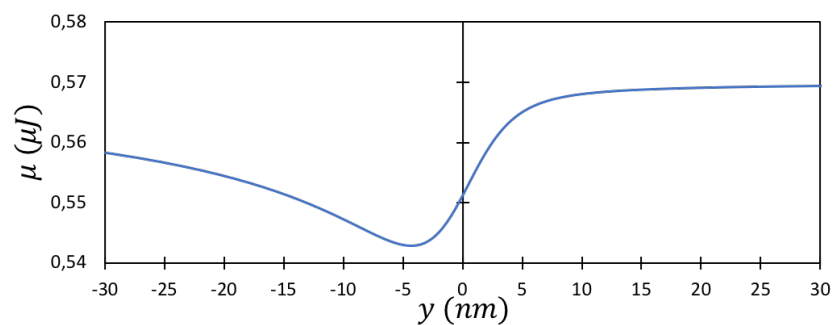


FIGURE 3.10 – Densité de potentiel chimique de surface $\mu(x, y)$. Les marches vicinales M_1 et M_2 sont en vert, la trace T est en bleu et la dislocation en rouge (cartographie réalisée pour $\sigma_0 = 164$ MPa, $\theta = 60^\circ$, $d = 5$ nm, $D = 20$ nm, $h = 0,1$ nm, $h_1 = 0,3$ nm et $h_2 = 1,5$ nm).

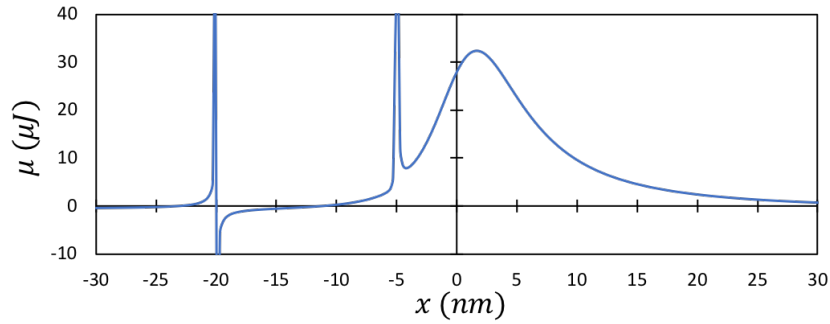


(a)

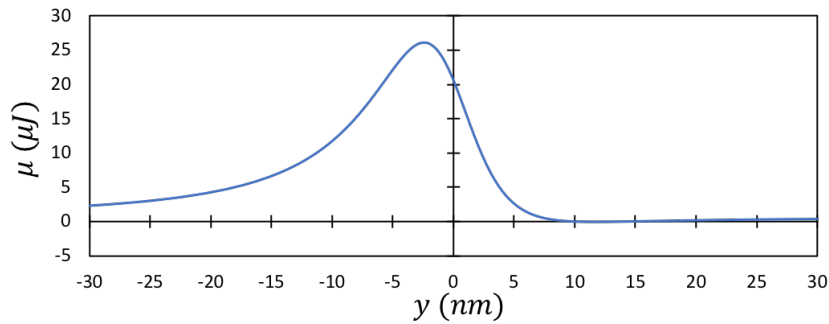


(b)

FIGURE 3.11 – Profil du potentiel chimique en surface en Fig. 3.9 (sans la dislocation). En (a) le profil est pris perpendiculairement à M_1 et M_2 pour $y = 5$ nm. En (b) le profil est pris parallèlement à M_1 et M_2 pour $x = -6$ nm.



(a)



(b)

FIGURE 3.12 – Profil du potentiel chimique en surface en Fig. 3.10. En (a) le profil est pris perpendiculairement à M_1 et M_2 pour $y = 5\text{nm}$. En (b) le profil est pris parallèlement à M_1 et M_2 pour $x = -6\text{nm}$.

négligeables. Il y a un maxima induit par la dislocation à environ $y = -2\text{nm}$, qui suppose que les atomes en surface auraient tendance à partir de cette zone vers les bords extérieurs.

En fig. 3.13 est présenté le scénario envisagé à partir de cette étude en élasticité isotrope. Les marches vicinales M_1 et M_2 sont représentées en vert, la trace de glissement T est représentée en bleu et le point d'émergence de la dislocation est représenté en rouge. En traitillés sont indiquées les évolutions successives envisagées. Sous l'effet de l'augmentation de la contrainte appliquée la dislocation se déplace dans son plan de glissement, prolongeant ainsi la trace de glissement. Localement, les atomes quittent la zone de potentiel chimique élevé. La marche M_2 se "creuse", principalement à cause du potentiel induit par la dislocation. Le paramètre d devient supérieur au d_0 vu précédemment (Eq. 3.21). La force sur M_1 est alors négative et entraîne la disparition de la marche M_1 .

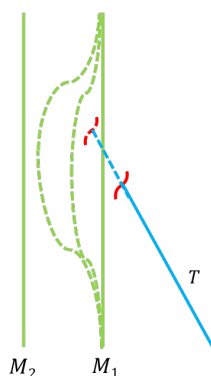


FIGURE 3.13 – Scénario proposé pour l’évolution du système composé de M_1 , M_2 , T et de la dislocation. Les marches vicinales M_1 et M_2 sont en vert, la trace T en bleu et la dislocation en rouge. Les traitillés indiquent les évolutions successives de M_1 envisagées.

3.3 Bilan et perspectives

Nous avons observé la réorganisation de terrasses, voire leur disparition, sur la surface Nb(111) de nos échantillons contraints. Il apparaît, d’après notre étude, que les configurations observées résultent de l’interaction élastique entre les marches vicinales, les traces et les dislocations proches des terrasses. L’élasticité comme moteur de modifications spontanées de surface a déjà été étudié, mais principalement pour la croissance d’îlots [86–89]. Nos calculs des interactions élastiques indiquent que les dislocations ont peu d’influence sur la position d’équilibre obtenue. En revanche, le potentiel chimique qu’elles engendrent intervient certainement dans l’établissement de la structure finale.

Les modifications spontanées de la surface supposent que la diffusion de surface est possible. Et cela, malgré des observations effectuées à des températures basses (200 K et 300 K) pour un métal réfractaire tel que le niobium. On pourrait supposer que la diffusion de surface n’est pas activée à 200 K et 300 K. Deux pistes peuvent expliquer cette diffusion active en surface. D’une part, la reconstruction (2×2) favorise peut être la diffusion. D’autre part, Yang *et al* ont montré à partir de simulation atomistique en dynamique moléculaire [90] qu’il y avait une pré-fusion de la surface pour des températures plus faibles (1200 K) que la température de fusion du niobium (2750 K). A 200 K et 300 K, nous sommes encore quatre à six fois inférieurs à cette température de pré-fusion, mais cela est peut être suffisant pour activer la diffusion de surface.

Il serait intéressant de poursuivre cette étude par des calculs de la cinétique des atomes en surface. Une collaboration avec l’université de Milano-Bicocca (Italie) a été initiée dans ce sens. Les premiers résultats se basent sur les potentiels chimiques de surface que nous avons obtenus, tout en incluant la cinétique des atomes en surface dans un programme Matlab. Ils confirment le scénario que nous proposons (*c.f.* Fig. 3.13). Par la suite, il sera cependant nécessaire de laisser la forme des marches libre, ce qui complexifie extrêmement les calculs.

D'autres approches seraient alors plus appropriées telles que le Monte-Carlo Cinétique. Cela permettra de ne pas se limiter à une marche rectiligne et de connaître les configurations au cours de l'évolution du système.

Enfin, une étude des forces d'interaction élastique et de potentiel chimique de surface pourrait être appliquée aux observations réalisées par Coupeau et al. [63]. Il a en effet été observé la réorganisation de marche vicinale suite au passage d'une dislocation sur une surface d'or, présenté en Fig. 3.14a et 3.14b. La surface est orientée suivant la direction [111] et est sous une contrainte d'environ 4 MPa, à 180 K en (a) et à 293 K en (b). Les marches coupant verticalement les images sont des traces de glissement et les autres des marches vicinales. Une des réorganisations spontanées est encadrée, le croisement de la trace de glissement et de la marche vicinale est marqué d'un X (Fig. 3.14a). En Fig. 3.14b, avec l'augmentation de la température, le croisement X n'existe plus suite à la réorganisation spontanée des marches. Les étapes de cette réorganisation spontanée sont présentées en Fig. 3.14d, 3.14e et 3.14f, les terrasses sont numérotées en fonction de leurs niveaux (comme en Fig. 3.14a et 3.14b). Le scénario est :

1. Une surface possédant une marche vicinale (Fig. 3.14d).
2. Cette marche vicinale est cisailée, suite au glissement d'une dislocation émergente, donnant quatre terrasses de niveaux 0, 1 et 2 (Fig. 3.14e).
3. Avec l'augmentation de la température, et certainement l'activation de la diffusion de surface, les terrasses de niveaux 0 et 2 se "rétractent" permettant la connexion des terrasses de niveau 1.

Coupeau et al. [63] ont montré de manière analytique que cette réorganisation avait lieu pour minimiser l'énergie de surface, dépendante de la géométrie des terrasses en surface (les paramètres influençant sont ceux représenté en Fig. 3.14e et 3.14f).

Les forces d'interaction élastique et de potentiel chimique de surface pourrait être calculés pour ce système. La dislocation étant dans ce cas d'étude loin lors de la réorganisation des marches (traces de glissement et marches vicinales), il ne serait pas nécessaire de la prendre en compte dans les calculs d'interaction élastique. Le problème serait alors simplement à deux dimensions, ce qui autoriserait certainement de ne pas limiter les calculs à des marches rectilignes (contrairement à notre étude sur le niobium). Il serait alors possible de considérer une petite perturbation le long des marches, pour modéliser le mouvement d'un atome de la marche et de considérer la cinétique de l'évolution des terrasses.

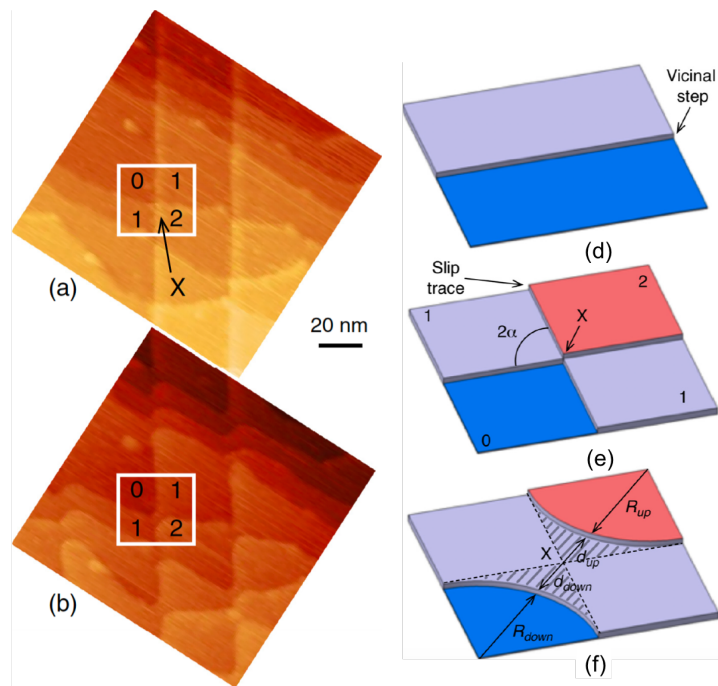


FIGURE 3.14 – Réorganisations spontanées d’une surface d’or orientée suivant la direction $[111]$. En (a) et (b) observations STM sous une contrainte appliquée d’environ 4 MPa, (a) à 180 K et (b) à 293 K. En (d), (e) et (f) la décomposition des étapes de la réorganisation spontanée. Une des réorganisations spontanées est encadrée, le croisement d’une trace de glissement (coupe verticale l’image) et d’une marche vicinale (coupe de biais l’image) est marqué d’un X. Les terrasses sont numérotées en fonction de leurs niveaux.

*CHAPITRE 3. INTERACTIONS ENTRE TRACES DE GLISSEMENT
ET MARCHES VICINALES*

Conclusion

En utilisant le banc d'essais original Nanoplast, nous avons effectué des observations *in situ* à la résolution atomique de la surface de monocristaux de niobium déformé en compression et en température. La plasticité du niobium a pu être étudié à 90 K, 200 K et 293 K à partir d'observations de trace de glissement par [STM](#), ainsi que des interactions élastiques entre marches vicinales, traces de glissement et dislocations.

Dans un premier temps, l'étude des surfaces $\{100\}$ et $\{111\}$ du niobium nous a permis de déterminer les conditions de préparation de ces surfaces et d'en identifier les reconstructions. Nous avons obtenu, pour les surfaces $\{111\}$ du niobium, les spécifications recherchées (terrasses > 50 nm de large, pas d'oxydes en surface, la résolution des atomes), afin de permettre l'étude des traces de glissement.

Par la suite, à l'issue de déformations plastiques à 90 K, 200 K et 293 K, des traces de glissement ont pu être étudiées à l'échelle atomique. Deux procédures d'analyse ont été mises en place, permettant la détermination du vecteur de Burgers et des plans associés à chaque trace de glissement.

Il ressort que chaque trace de glissement révèle le passage d'une seule dislocation de vecteur de Burgers $a/2[111]$ ou $a/2[11\bar{1}]$. De plus, elles indiquent de nombreux changements de plans de glissement dont les proportions de chaque plan ont été établies. Toutes les traces de glissement présentent des portions associées au glissement dans le plan $(\bar{1}01)$, nous permettant de confirmer la structure de cœur compact des dislocations vis. A basse température ($< T_c$), les proportions de glissement obtenues attestent de la déviation à la loi de Schmid et confirme la trajectoire prise par le cœur des dislocations vis pour passer d'une rangée dense à une autre proposé par Dezerald *et al.* [56].

Enfin, des configurations de traces de glissement ont révélées la présence de dipôles. Des simulations atomistiques [BOP](#) ont permis de déterminer, d'une part, que l'effet de la surface sur les dislocations vis en volume est négligeable pour l'étude des dipôles et d'autre part, qu'il est nécessaire de considérer les frottements de réseau subis par les dislocations vis. Suite à ces résultats, le calcul en élasticité anisotrope des forces d'interaction entre deux dislocations vis a permis d'effectuer des estimations des frottements de réseau subis par les dislocations vis en interaction. Nous avons conclu que ces frottements de réseau étaient induit par une polarisation des cœurs des dislocations en interaction.

Enfin, nous avons observé la réorganisation de terrasses, voire leur disparition, à la surface $\text{Nb}(1\bar{1}1)$ de nos échantillons contraints à 200 K et 293 K. Les configurations observées résultent de l'interaction élastique entre les marches vicinales, les traces et les dislocations proches des terrasses. Nos calculs des interactions élastiques indiquent que les dislocations ont peu d'influence sur la position d'équilibre obtenue ; en revanche, le potentiel chimique qu'elles engendrent intervient dans l'établissement de la structure finale.

CONCLUSION

Pour conclure, ce travail s'inscrit dans la continuité du projet du dispositif expérimental Nanoplast. En plus d'avoir permis d'apporter de nouveaux éléments à la plasticité des BCC, par l'étude du niobium, il fournit plus généralement des outils pour les études futures, tel que : la procédure pour déterminer un vecteur de Burgers par STM, la procédure pour analyser une trace à l'échelle atomique ou les équations nécessaires au calcul des interactions entre des marches et une dislocation.

Annexe A

Protocole d'analyse des traces de glissement

Le motif atomique d'une trace de glissement a une périodicité p (en unité de pas atomiques) et est nécessairement une combinaison des directions $[\bar{1}\bar{1}0]$ et $[0\bar{1}\bar{1}]$ (Fig. 2.13).

Considérons pour l'instant uniquement des traces de glissement dues à un seul plan de glissement. On peut caractériser les traces de glissement associées à chaque plan de la façon suivante :

- $(0\bar{1}1)$ donne une trace de glissement suivant $[0\bar{1}\bar{1}]$, avec $p = 1$
- $(11\bar{2})$ donne une trace de glissement de période $p = 3$ avec un motif composé d'un pas suivant $[\bar{1}\bar{1}0]$ et deux pas suivant $[0\bar{1}\bar{1}]$
- $(\bar{1}01)$ donne une trace de glissement de période $p = 2$ avec un motif composé d'un pas suivant $[\bar{1}\bar{1}0]$ et un pas suivant $[0\bar{1}\bar{1}]$
- $(\bar{2}11)$ donne une trace de glissement de période $p = 3$ avec un motif composé d'un pas suivant $[0\bar{1}\bar{1}]$ et deux pas suivant $[\bar{1}\bar{1}0]$
- $(\bar{1}10)$ donne une trace de glissement suivant $[\bar{1}\bar{1}0]$, avec $p = 1$

L'analyse d'une trace de glissement consiste à suivre les atomes en bord de la trace de glissement. La trace de glissement est "découpée" en segments de i pas atomiques. On nomme θ_i , l'angle local que définit alors chaque segment de i pas atomiques avec l'axe de compression $[\bar{1}12]$. L'utilisation de la cristallographie de surface permet de déterminer très précisément la direction de l'axe de compression, ainsi que les angles θ_i . Les proportions des angles θ_i , pour un pas d'analyse i allant¹ de 1 à 6, sont présentées en Fig. A.1 pour les traces de glissement associées aux plans $(11\bar{2})$ en (a), $(\bar{1}01)$ en (b) et $(\bar{2}11)$ en (c). On remarque que si le pas d'analyse i n'est pas un multiple de p , alors il existe deux angles différents $\theta_{i \neq p}$ avec des proportions de trace de glissement non nulles. A titre d'exemple, pour une trace de glissement du plan $(\bar{1}01)$, les proportions de traces de glissement associées aux angles $\theta_{i \neq (p=2)}$ sont de 50% de

1. Nous verrons qu'il n'est pas nécessaire de prendre des valeurs de $i > 6$.

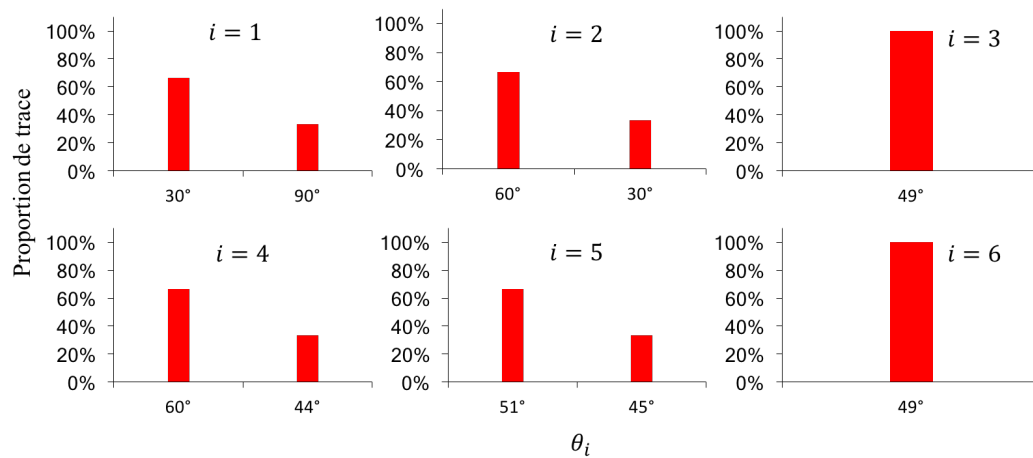
la longueur de la trace de glissement (Fig. A.1b), pour les plans $(11\bar{2})$ et $(\bar{2}11)$ les proportions de traces de glissement associées aux angles $\theta_{i \neq (p=3)}$ sont de $2/3$ et $1/3$ de la longueur de la trace de glissement (Fig. A.1a et A.1c). Lorsque $i = p$, 100% de la longueur de la trace de glissement est associée à un angle unique $\theta_{i=p} = \theta$ (angle macroscopique de la trace de glissement). Par exemple, pour $i = 2$, $i = 4$ et $i = 6$ une trace de glissement du plan $(\bar{1}01)$ correspond uniquement à un angle de 60° (son angle macroscopique, voir Tab. 2.2), pour les plans $(11\bar{2})$ et $(\bar{2}11)$, avec $i = 3$ et $i = 6$, on obtient les angles macroscopiques des traces de glissement, respectivement de 49° et 71° . Les angles et leurs proportions constituent une signature de chaque trace de glissement.

L'objectif est d'être capable d'identifier les plans de glissement à l'origine de traces de glissement potentiellement associées à plusieurs plans. Pour cela, il est nécessaire de choisir un pas d'analyse i qui permette d'obtenir une signature univoque de chaque plan, permettant ainsi une identification sans ambiguïté. Le plus petit i pour lequel cette condition est remplie est $i = 6$ qui est le plus petit commun multiple (P.P.C.M.) des périodes ($p = 1, 2, 3$) des traces de glissement considérées, soit des segments d'une longueur maximale de $6\sqrt{2}a = 5,6nm$. A partir de cette analyse, la procédure de caractérisation d'une trace de glissement, maintenant quelconque pouvant être associée à plusieurs plans, a été faite en utilisant des segments de six pas atomiques. Un exemple de cette procédure est schématisé en Fig. 2.15, les segments de $i = 6$ pas atomiques sont représentés par des doubles flèches. La procédure de caractérisation consiste donc à :

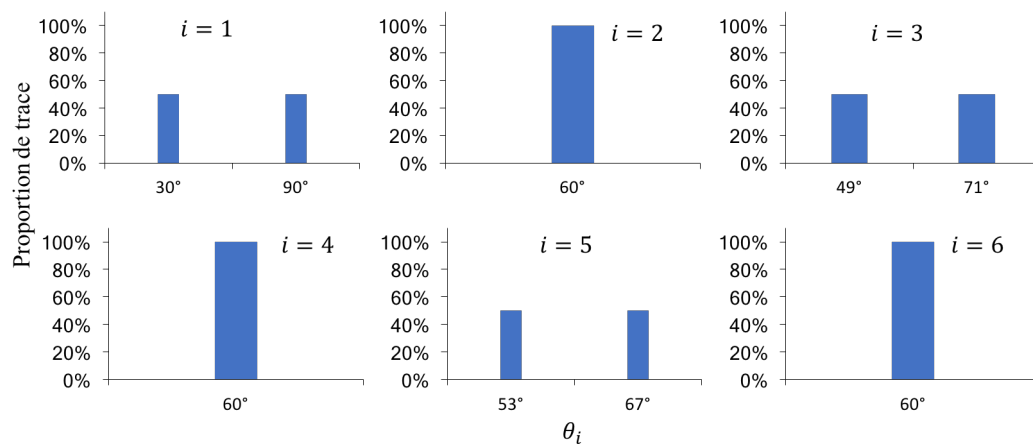
- Décomposer la trace de glissement en segments de $i = 6$ pas atomique,
- Mesurer l'angle $\theta_{i=6}$ de chacun des segments avec la direction de l'axe de compression,
- En déduire les proportions de traces de glissement associées à chaque plan.

Pour l'exemple en Fig. 2.15, 50% de la longueur de la trace de glissement est associée au plan $(\bar{1}01)$ (60°) et 50% de la longueur de la trace de glissement est associée au plan $(\bar{2}11)$ (71°).

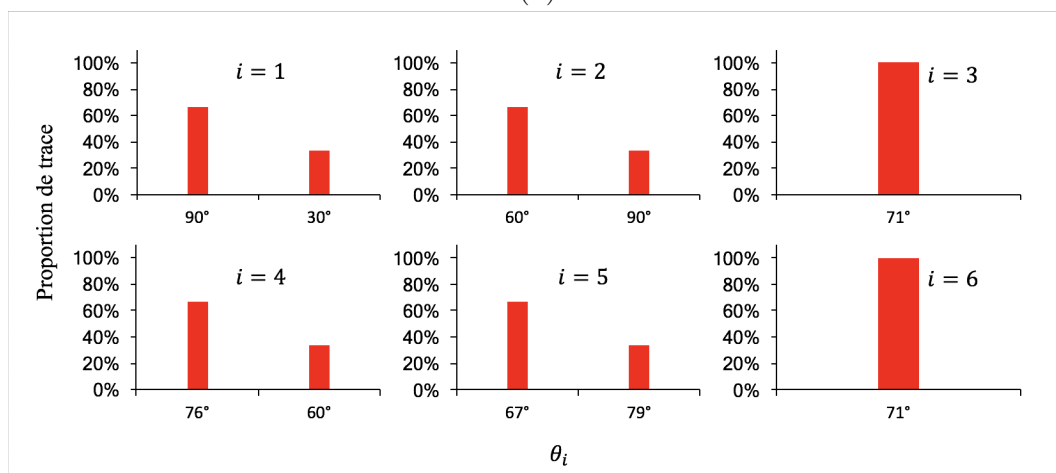
ANNEXE A. PROTOCOLE D'ANALYSE DES TRACES DE GLISSEMENT



(a)



(b)



(c)

FIGURE A.1 – Proportions des angles θ_i , pour $i = 1$ à 6, pour les traces de glissement des plans $(11\bar{2})$ en (a), $(\bar{1}01)$ en (b) et $(\bar{2}11)$ en (c).

*ANNEXE A. PROTOCOLE D'ANALYSE DES TRACES DE
GLISSEMENT*

Annexe B

Tenseur des contraintes d'une dislocation vis dans un milieu anisotrope

La plupart des calculs et relations reportés dans cette annexe ont été réalisés en collaboration avec J. Douin (CEMES Toulouse), qui a notamment établi les composantes du tenseur des contraintes relatives à une dislocation vis dans un milieu anisotrope infini.

Dans le repère \mathcal{R}_v de vecteurs $[1\bar{2}1]$, $[\bar{1}01]$ et $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ le tenseur des contraintes d'une dislocation vis $\frac{a}{2}[111]$ dans un milieu anisotrope est [60] :

$$\sigma = \begin{pmatrix} 0 & \sigma_{12} & \sigma_{13} \\ \sigma_{21} & 0 & \sigma_{23} \\ \sigma_{31} & \sigma_{32} & 0 \end{pmatrix} \quad (\text{B.1})$$

avec

$$\sigma_{12} = \sigma_{21} = \frac{\delta b \sin(2\theta) \sin(3\theta)}{4\pi S_{11} \sqrt{1 - \delta} (1 - \delta \cos^2(3\theta)) r}, \quad (\text{B.2})$$

$$\sigma_{13} = \sigma_{31} = \frac{-b \sin(\theta) (1 + 2\delta \cos(\theta) \cos(3\theta))}{2\pi S_{44} \sqrt{1 - \delta} (1 - \delta \cos^2(3\theta)) r}, \quad (\text{B.3})$$

$$\sigma_{23} = \sigma_{32} = \frac{b (\cos(\theta) - \delta \cos(2\theta) \cos(3\theta))}{2\pi S_{44} \sqrt{1 - \delta} (1 - \delta \cos^2(3\theta)) r}. \quad (\text{B.4})$$

ANNEXE B. TENSEUR DES CONTRAINTES D'UNE DISLOCATION
VIS DANS UN MILIEU ANISOTROPE

Les complaisances S_{ij} dans le repère \mathcal{R}_v sont :

$$S_{15} = \frac{A-1}{3\sqrt{2}C_{44}}, \quad (\text{B.5})$$

$$S_{11} = \frac{1}{12} \left(\frac{2+A}{C_{44}} + \frac{9A}{3AC_{12} + C_{44}(2+A)} \right), \quad (\text{B.6})$$

$$S_{44} = \frac{1+2A}{3C_{44}}. \quad (\text{B.7})$$

Avec C_{ij} les coefficients d'élasticité dans le repère [100], [010] et [001] et $A = \frac{2C_{44}}{C_{11} - C_{12}}$ le facteur d'anisotropie. La variable δ est donnée par :

$$\delta = \frac{S_{15}^2}{S_{11} S_{44}} \quad (\text{B.8})$$

Soit en fonction des C_{ij} :

$$\delta = \frac{2(A-1)^2 (3AC_{12} + C_{44}(2+A))}{(1+2A)(3AC_{12}(2+A) + C_{44}(4+A(13+A)))} \quad (\text{B.9})$$

Dans le cas isotrope le facteur d'anisotropie $A = \frac{2C_{44}}{C_{11} - C_{12}} = 1$, la variable δ est alors nulle et les composantes du tenseur des contraintes sont :

$$\sigma_{12} = \sigma_{21} = 0, \quad (\text{B.10})$$

$$\sigma_{13} = \sigma_{31} = \frac{-b \sin(\theta)}{2\pi S_{44}r}, \quad (\text{B.11})$$

$$\sigma_{23} = \sigma_{32} = \frac{b \cos(\theta)}{2\pi S_{44}r}. \quad (\text{B.12})$$

les complaisances S_{ij} sont :

$$S_{44} = \frac{3}{3C_{44}} = \frac{1}{C_{44}}, \quad (\text{B.13})$$

$$S_{15} = 0, \quad (\text{B.14})$$

$$S_{11} = \frac{1}{12} \left(\frac{3}{C_{44}} + \frac{9}{3C_{12} + 3C_{44}} \right) = \frac{1}{4} \left(\frac{1}{C_{44}} + \frac{1}{C_{12} + C_{44}} \right). \quad (\text{B.15})$$

Annexe C

Contraintes $\sigma_{(\bar{1}10)}^R$ et $\sigma_{(0\bar{1}1)}^R$

Les forces par unité de longueur dans les plans de glissement $(\bar{1}10)$ et $(0\bar{1}1)$ sont respectivement notées $F_{(\bar{1}10)}$ et $F_{(0\bar{1}1)}$. Elles sont obtenues par projection¹ de F_x et F_y dans les plans de glissement :

$$\begin{aligned}\vec{F}_{(\bar{1}10)} &= (F_x \cos(60^\circ) - F_y \sin(60^\circ)) \vec{u} \\ &= -\frac{b^2(-\sqrt{3}((\delta-2)\sin(\theta) - \delta \sin(5\theta)) + (\delta-2)\cos(\theta) + \delta \cos(5\theta))}{4\pi r S_{44} \sqrt{1 - \delta(\delta \cos(6\theta) + \delta - 2)}} \vec{u}, \quad (\text{C.1})\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\vec{F}_{(0\bar{1}1)} &= (F_x \cos(-60^\circ) - F_y \sin(-60^\circ)) \vec{v} \\ &= \frac{b^2(\sqrt{3}((\delta-2)\sin(\theta) - \delta \sin(5\theta)) + (\delta-2)\cos(\theta) + \delta \cos(5\theta))}{4\pi r S_{44} \sqrt{1 - \delta(\delta \cos(6\theta) + \delta - 2)}} \vec{v}. \quad (\text{C.2})\end{aligned}$$

avec \vec{u} suivant la direction $[\bar{1}\bar{1}2]$ et \vec{v} suivant la direction $[2\bar{1}\bar{1}]$.

La dislocation (1) ne glissera plus dans les plans $(\bar{1}10)$ et $(0\bar{1}1)$ quand les forces sur ceux-ci seront nulles. Pour déterminer les différentes positions d'équilibre, il faut alors chercher les conditions pour lesquelles les forces s'annulent $F_{(\bar{1}10)} = 0$ et $F_{(0\bar{1}1)} = 0$. Une des solutions est la position d'équilibre loin à l'infini ($r \rightarrow \infty$). Les autres solutions ont été déterminées à l'aide du programme de calculs analytiques Mathematica [91]. Elles sont $\theta = -30^\circ$ et $\theta = 30^\circ$ pour $F_{(\bar{1}10)} = 0$ et $F_{(0\bar{1}1)} = 0$, respectivement.

Comme dans la partie 2.5.3, nous allons estimer les contraintes nécessaires pour que les configurations observées expérimentalement correspondent à des configurations à l'équilibre. Ces contraintes dans les plans de glissement $(\bar{1}10)$ et $(0\bar{1}1)$ sont notées $\sigma_{(\bar{1}10)}^R$ et $\sigma_{(0\bar{1}1)}^R$ respectivement. Afin de déterminer ces contraintes, il est nécessaire de prendre en compte les forces par unité de longueur qu'elles induisent sur une dislocation et la force par unité de longueur induite par la contrainte σ_a appliquée sur nos échantillons. Aux forces d'interaction $F_{(\bar{1}10)}$ et $F_{(0\bar{1}1)}$ entre les dislocations s'ajoutent alors respectivement les forces par unité de longueur $b\sigma_{(\bar{1}10)}^R$ et $b\sigma_{(0\bar{1}1)}^R$ qui s'opposent au mouvement des dislocations, et la force par unité de longueur $-mb\sigma_a$ induite par la contrainte

1. L'angle entre deux plans de type $\{110\}$ en zone est de 60° .

appliquée, avec m le facteur de Schmid² associé à chaque plan de glissement. A partir des Eq. C.1 et C.2, on déduit de nouvelles expressions des forces agissant sur la dislocation mobile (1), notées $F_{(\bar{1}10)}^T$ et $F_{(0\bar{1}1)}^T$.

$$\begin{aligned}\vec{F}_{(\bar{1}10)}^T &= \vec{F}_{(\bar{1}10)} - (b\sigma_a m - b\sigma_{(\bar{1}10)}^R) \vec{u} \\ &= -\frac{b^2(-\sqrt{3}((\delta-2)\sin(\theta) - \delta\sin(5\theta)) + (\delta-2)\cos(\theta) + \delta\cos(5\theta))}{4\pi r S_{44}\sqrt{1-\delta}(\delta\cos(6\theta) + \delta-2)} \vec{u} \\ &\quad - b(\sigma_a m - \sigma_{(\bar{1}10)}^R) \vec{u},\end{aligned}\tag{C.3}$$

$$\begin{aligned}\vec{F}_{(0\bar{1}1)}^T &= \vec{F}_{(0\bar{1}1)} - (b\sigma_a m - b\sigma_{(0\bar{1}1)}^R) \vec{v} \\ &= \frac{b^2(\sqrt{3}((\delta-2)\sin(\theta) - \delta\sin(5\theta)) + (\delta-2)\cos(\theta) + \delta\cos(5\theta))}{4\pi r S_{44}\sqrt{1-\delta}(\delta\cos(6\theta) + \delta-2)} \vec{v} \\ &\quad - b(\sigma_a m - \sigma_{(0\bar{1}1)}^R) \vec{v}.\end{aligned}\tag{C.4}$$

A noter que pour le plan de glissement $(0\bar{1}1)$ la somme du terme d'interaction des dislocations $F_{(0\bar{1}1)}$ et de celui de la contrainte appliquée $-m b\sigma_a$ peuvent tendre à rapprocher ou à éloigner les dislocations. $\sigma_{(0\bar{1}1)}^R$ pourra donc être positif ou négatif simplement puisqu'elle est considérée suivant \vec{v} . Pour $F_{(\bar{1}10)}^R = 0$ et $F_{(0\bar{1}1)}^R = 0$, on en déduit l'expression des contraintes de frottement de réseau :

$$\sigma_{(\bar{1}10)}^R = \sigma_a s + \frac{b(-\sqrt{3}((\delta-2)\sin(\theta) - \delta\sin(5\theta)) + (\delta-2)\cos(\theta) + \delta\cos(5\theta))}{4\pi r S_{44}\sqrt{1-\delta}(\delta\cos(6\theta) + \delta-2)},\tag{C.5}$$

$$\sigma_{(0\bar{1}1)}^R = \sigma_a s - \frac{b(\sqrt{3}((\delta-2)\sin(\theta) - \delta\sin(5\theta)) + (\delta-2)\cos(\theta) + \delta\cos(5\theta))}{4\pi r S_{44}\sqrt{1-\delta}(\delta\cos(6\theta) + \delta-2)}.\tag{C.6}$$

A partir des données expérimentales du Tab. 2.5, on obtient les $\sigma_{(\bar{1}10)}^R$ et $\sigma_{(0\bar{1}1)}^R$ présentées en Fig. C.1 (de gauche à droite les dipôles n°10 à 1) pour les plans de glissement $(\bar{1}10)$ et $(0\bar{1}1)$. Ces valeurs sont celles nécessaires pour que les dislocations ne glissent plus, elles constituent donc des valeurs minimales des contraintes $\sigma_{(\bar{1}10)}^R$ et $\sigma_{(0\bar{1}1)}^R$. A titre de comparaison, les contraintes projetées dans chacun des plans de glissement et pour chaque température sont indiquées par des lignes vertes, rouges et bleus (90 K, 200 K et 293 K, respectivement). Elles sont, *a fortiori*, inférieures aux $\sigma_{(\bar{1}10)}^R$ et $\sigma_{(0\bar{1}1)}^R$ puisque les dislocations sont

2. A 90 K, on prendra les facteurs de Schmid modifiés (Tab. 2.3).

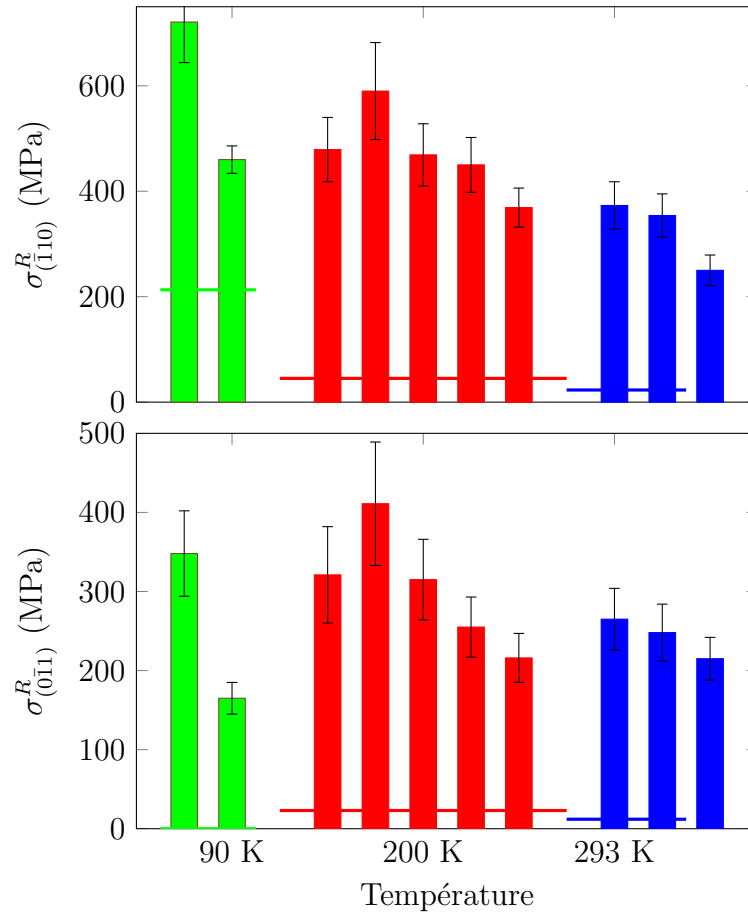


FIGURE C.1 – Contraintes $\sigma_{(\bar{1}10)}^R$ et $\sigma_{(0\bar{1}1)}^R$, déduites des dipôles n°10 à 1 (de gauche à droite) en fonction de la température. Les lignes vertes, rouges et bleues indiquent les contraintes projetées dans chacun des plans de glissement et pour chaque température.

immobiles. Les incertitudes sur les contraintes de frottement du réseau ont été calculées à partir des incertitudes de mesure des valeurs du Tab. 2.4.

En Fig. C.2 sont présentées les $\sigma_{(\bar{1}10)}^R$ et $\sigma_{(0\bar{1}1)}^R$ moyennes dans les plans de glissement $(\bar{1}10)$ et $(0\bar{1}1)$ en fonction des températures. Les barres d'erreur correspondent aux dispersions des valeurs.

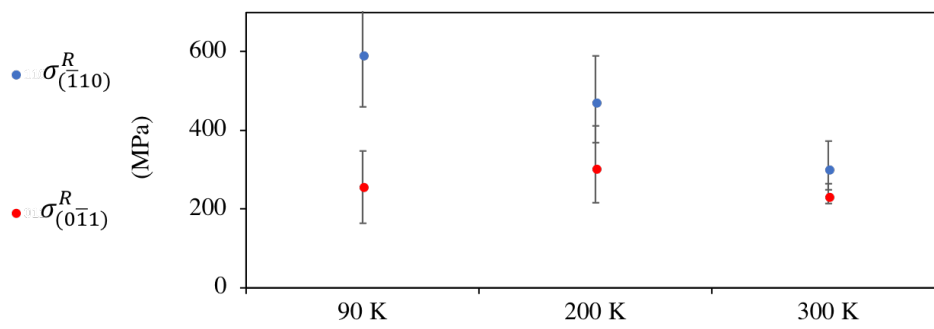


FIGURE C.2 – Contraintes $\sigma_{(\bar{1}10)}^R$ et $\sigma_{(0\bar{1}1)}^R$ moyennes dans le plan de glissement $(\bar{1}10)$ et $(0\bar{1}1)$ en fonction de la température.

Annexe D

Tenseurs dus à une marche infinie et semi-infinie

D.1 Tenseurs dus à une marche infinie

Nous cherchons à calculer les tenseurs des déformations et des contraintes d'une marche qui est suivant un axe \vec{j} et sous une contrainte σ_0 suivant \vec{j} , dans la base $(\vec{i}, \vec{j}, \vec{k})$. Il s'exerce sur cette marche une distribution de force de relaxation \vec{f} qui lui est perpendiculaire est égale à $h_1\sigma_0$, avec h_1 la hauteur de la marche. On commence par calculer le champ de déplacement \vec{U}_f en surface dû à une force ponctuelle située en $(0, y', 0)$ [92].

$$\vec{U}_f = A \begin{pmatrix} -2(\nu-1)R^4 + (2\nu-3)R^3z + R^2(2\nu x^2 + z^2) - 2Rx^2z + x^2z^2 \\ xy(2\nu R^2 - 2Rz + z^2) \\ -x(R-z)((2\nu-1)R^2 + Rz - z^2) \end{pmatrix} \quad (\text{D.1})$$

$$\text{avec } A = \frac{h_1\sigma_0(\nu+1)}{2\pi R^3 E (R-z)^2}$$

$$R^2 = x^2 + \Delta_y^2 + z^2$$

$$\Delta_y = y - y'$$

On en déduit le tenseur des déformations associé :

$$\begin{aligned} d\epsilon_{11_f} &= A2x(2\nu R^2 - 2Rz + z^2) \\ d\epsilon_{22_f} &= Ax(2\nu R^2 - 2Rz + z^2) \\ d\epsilon_{33_f} &= -Ax(2\nu R^2 - 2Rz + z^2) \\ d\epsilon_{12_f} = d\epsilon_{21_f} &= \frac{A}{2}\Delta_y(2\nu R^2 - 2Rz + z^2) \\ d\epsilon_{13_f} = d\epsilon_{31_f} &= A \frac{(2-4\nu)R^4 + 2(3\nu-2)R^3z + R^2((4\nu-2)x^2 - 2(\nu-2)z^2) - 3Rz^3 + z^4}{2(R-z)} \\ d\epsilon_{23_f} = d\epsilon_{32_f} &= A \frac{\Delta_y(2\nu-1)R^2x}{R-z} \end{aligned} \quad (\text{D.2})$$

ANNEXE D. TENSEURS DUS À UNE MARCHÉ INFINIE ET
SEMI-INFINIE

Afin d'obtenir le tenseur des déformations $\overline{\overline{\epsilon}}_{M_1}$ dut la marche on intègre suivant y' de $-\infty$ à ∞ . Puis on utilise la loi de Hook pour déterminer le tenseur des contraintes $\overline{\overline{\sigma}}_{M_1}$.

$$\overline{\overline{\epsilon}}_{M_1} = A' \frac{(1-\nu^2)}{E} \begin{pmatrix} x^3 - \frac{z^2 \nu x}{1-\nu} & 0 & r^2 z \\ 0 & 0 & 0 \\ r^2 z & 0 & -\frac{x(z^2 - r^2 \nu)}{1-\nu} \end{pmatrix} \quad (D.3)$$

$$\overline{\overline{\sigma}}_{M_1} = A' \begin{pmatrix} \frac{x^3 - 2xr^2(1-\nu)\nu}{1-2\nu} & 0 & r^2 z(1-\nu) \\ 0 & \frac{x(x^2 - z^2)\nu}{1-2\nu} & 0 \\ r^2 z(1-\nu) & 0 & \frac{2(1-\nu)\nu xr^2 - xz^2}{1-2\nu} \end{pmatrix} \quad (D.4)$$

avec $A' = -\frac{2h_1\sigma_0}{\pi r^4}$ et $r^2 = x^2 + z^2$.

D.2 Tenseurs dus à une marche semi-infinie

Dans ce cas la marche semi-infinie est inclinée, comme T sur le schéma Fig. 3.6. On part de Equ : D.2 mais avec une force ponctuel $\vec{f} = h\sigma_0 \cdot \sin^2(\theta) (\sin(\theta) \vec{i} + \cos(\theta) \vec{j})$ et en remplaçant x par $\Delta'_x = x + \frac{y'}{\tan(\theta)}$. Après intégration de y' de $-\infty$ à 0 et avec la loi de Hook, on obtient les tenseurs $\overline{\overline{\epsilon}}_T$ et $tensor\sigma_T$ des déformations et des contraintes, respectivement. En surface ($z = 0$), on obtient :

$$\begin{aligned} \overline{\overline{\epsilon}}_{T1,1}(z=0) &= 4A'' \frac{(\nu+1)^2}{4Y} \left((1-\nu) \sin^2(\theta) - \frac{y(\sin(\theta)(x^2 + (1-\nu)y^2) + \nu xy \cos(\theta))}{r'^3} \right) \\ \overline{\overline{\epsilon}}_{T2,2}(z=0) &= 4A'' \frac{(\nu+1)^2}{4Y} \left(\frac{x(\cos(\theta)(y^2 + (1-\nu)x^2) + \nu xy \sin(\theta))}{r'^3} + (1-\nu) \cos^2(\theta) \right) \\ \overline{\overline{\epsilon}}_{T3,3}(z=0) &= 0 \\ \overline{\overline{\epsilon}}_{T1,2}(z=0) = \overline{\overline{\epsilon}}_{T2,1}(z=0) &= 2A'' \frac{(\nu+1)^2}{4Y} \frac{x \sin(\theta)(x^2 + (1-2\nu)y^2) - y \cos(\theta)((1-2\nu)x^2 + y^2)}{r'^3} \\ &\quad + A'' \frac{(\nu+1)^2}{4Y} (1-\nu) \sin(2\theta) \\ \overline{\overline{\epsilon}}_{T1,3}(z=0) = \overline{\overline{\epsilon}}_{T3,1}(z=0) &= -A'' \frac{(\nu+1)^2}{4Y} \frac{(1-2\nu)\Delta_x y \sin(\theta)}{r'^2} \\ \overline{\overline{\epsilon}}_{T2,3}(z=0) = \overline{\overline{\epsilon}}_{T3,2}(z=0) &= 0 \end{aligned} \quad (D.5)$$

ANNEXE D. TENSEURS DUS À UNE MARCHE INFINIE ET SEMI-INFINIE

$$\begin{aligned}
\bar{\bar{\sigma}}_{T1,1}(z=0) &= A'' \frac{\nu(1-\nu^2)(r' + x \cos(\theta) - y \sin(\theta))}{(1-2\nu)r'} \\
&- A'' \frac{(\nu+1)(\sin(\theta)(-(1-\nu)r'^3 \sin(\theta) + y(r'^2 - \nu y^2)) + \nu x y^2 \cos(\theta))}{r'^3} \\
\bar{\bar{\sigma}}_{T2,2}(z=0) &= A''(\nu+1) \left(\frac{x(\cos(\theta)(y^2 + (1-\nu)x^2) + \nu x y \sin(\theta))}{r'^3} + (1-\nu)\cos^2(\theta) \right) \\
&+ A'' \frac{\nu(1-\nu^2)(r' + x \cos(\theta) - y \sin(\theta))}{(1-2\nu)r'} \\
\bar{\bar{\sigma}}_{T3,3}(z=0) &= A'' \frac{\nu(1-\nu^2)(r' + x \cos(\theta) - y \sin(\theta))}{(1-2\nu)r'} \tag{D.6} \\
\bar{\bar{\sigma}}_{T1,2}(z=0) = \bar{\bar{\sigma}}_{T2,1}(z=0) &= A'' \frac{(\nu+1)(x \sin(\theta)(x^2 + (1-2\nu)y^2))}{2r'^3} \\
&+ A'' \frac{(\nu+1)(\cos(\theta)(2(1-\nu)r'^3 \sin(\theta) + y((1-2\nu)x^2 + y^2)))}{2r'^3} \\
\bar{\bar{\sigma}}_{T1,3}(z=0) = \bar{\bar{\sigma}}_{T3,1}(z=0) &= -A'' \frac{(\nu+1)(1-2\nu)\Delta_x y \sin(\theta)}{4r'^2} \\
\bar{\bar{\sigma}}_{T2,3}(z=0) = \bar{\bar{\sigma}}_{T3,2}(z=0) &= 0 \\
\text{avec } A'' &= \frac{h\sigma_0 \sin(\theta)}{\pi(\nu+1)\Delta_x}, \quad r'^2 = x^2 + y^2 \text{ et } \Delta_x = x + \frac{y}{\tan(\theta)}.
\end{aligned}$$

Annexe E

Tenseurs des contraintes et des déformations d'une dislocation vis dans un milieu isotrope semi-infinie

Le tenseur des déformations d'une dislocation infinie $\bar{\bar{\epsilon}}_v$ suivant \vec{k} dans la base $(\vec{i}, \vec{j}, \vec{k})$ est donné par [84] :

$$\bar{\bar{\epsilon}}_v = \frac{b}{4\pi r^2} \begin{pmatrix} 0 & 0 & -y \\ 0 & 0 & x \\ -y & x & 0 \end{pmatrix} \quad (\text{E.1})$$

En utilisant la loi de Hook, on détermine le tenseur des contraintes $\bar{\bar{\sigma}}_v$:

$$\bar{\bar{\sigma}}_v = \frac{E}{1 + \nu} \cdot \bar{\bar{\epsilon}}_v \quad (\text{E.2})$$

Dans le cas d'une dislocation vis émergeant perpendiculairement à une surface, de normal \vec{k} , d'un milieu semi-infinie, il est nécessaire de rajouter un champ image \vec{U}_i pour avoir une surface libre de contrainte [93].

$$\vec{U}_i = \frac{b}{2\pi(z + R)} \begin{pmatrix} -y \\ x \\ 0 \end{pmatrix} \quad (\text{E.3})$$

avec $R^2 = x^2 + y^2 + z^2$ On en déduit les tenseurs des déformations et des contraintes images associés $\bar{\bar{\epsilon}}_i$ (Eq. E.4) et $tensor\sigma_i$ (Eq. E.5), respectivement. Les tenseurs d'une dislocation vis émergeant perpendiculairement à une surface sont alors la somme des tenseurs d'une dislocation infinie ($\bar{\bar{\epsilon}}_v$ et $tensor\sigma_v$) et

ANNEXE E. TENSEURS DES CONTRAINTES ET DES
DÉFORMATIONS D'UNE DISLOCATION VIS DANS UN MILIEU
ISOTROPE SEMI-INFINIE

des tenseurs des déformations et des contraintes images ($\bar{\bar{\epsilon}}_i$ et $\bar{\bar{\sigma}}_i$).

$$\bar{\bar{\epsilon}}_i = -\frac{b}{4\pi R(z+R)^2} \begin{pmatrix} 2xy & y^2 - x^2 & y(z+R) \\ y^2 - x^2 & -2xy & -x(z+R) \\ y(z+R) & -x(z+R) & 0 \end{pmatrix} \quad (\text{E.4})$$

$$\bar{\bar{\sigma}}_i = -\frac{bE}{4\pi(1+\nu)R(z+R)^2} \begin{pmatrix} 2xy & y^2 - x^2 & y(z+R) \\ y^2 - x^2 & -2xy & -x(z+R) \\ y(z+R) & -x(z+R) & 0 \end{pmatrix} \quad (\text{E.5})$$

Glossaire

AES spectroscopie des électrons Auger –ou *Auger Electron Spectroscopy*–.

AFM microscopie à force atomique –ou *Atomic Force Microscope*–.

BCC cubiques à corps centré –ou *Body Centered Cubic*–.

BOP *Bond-Order Potentials*.

DFT théorie de la fonctionnelle de la densité –ou *Density Functional Theory*–.

FCC Cubiques à Faces Centrées –ou *Face Centered Cubic*.

GPA *Geometric Phase Analysis*.

LEED diffraction d'électrons lents –ou *Low Electron Energy Diffraction*–.

MEB Microscope Electronique à Balayage.

MET Microscope Electronique à Transmission.

MRSSP plan de contrainte résolue maximale –ou *Maximum Resolved Shear Stress Plane*–.

SPL Surface Preparation Laboratory (www.spl.eu/index.php).

STM microscopie à effet tunnel –ou *Scanning Tunneling Microscope*–.

UHV Ultra-Haut Vide.

VASP *Vienna Ab initio Simulation Package*.

Bibliographie

- [1] C. R. Weinberger, B. L. Boyce, and C. C. Battaile, “Slip planes in bcc transition metals,” *Int. Mater. Rev.*, vol. 58, no. 5, pp. 296–314, 2013. (citée en pages [1](#), [28](#), [29](#), [32](#), [34](#) et [53](#).)
- [2] G. I. Taylor and C. F. Elam, “The distortion of iron crystals,” *Proc. Roy. Soc. Lond. A*, p. 112, 1926. (citée en pages [1](#) et [53](#).)
- [3] A. Lawley and H. L. Gaigher, “Deformation structures in zone-melted molybdenum,” *Philos. Mag.*, vol. 10, no. 103, pp. 15–33, 1964. (citée en pages [1](#), [26](#), [28](#) et [62](#).)
- [4] A. Navitski, S. Lagotzky, D. Reschke, X. Singer, and G. Müller, “Field emitter activation on cleaned crystalline niobium surfaces relevant for superconducting rf technology,” *Phys. Rev. ST Accel. Beams*, vol. 16, p. 112001, Nov 2013. (citée en pages [2](#) et [6](#).)
- [5] T. Gu, J. R. Medy, V. Fabien, O. Castelnau, S. Forest, E. Hervé-Luanco, F. Lecouturier-Dupouy, H. Proudhon, P.-O. Renault, and L. Thilly, “Multiscale modeling of the anisotropic electrical conductivity of architected and nanostructured cu-nb composite wires and experimental comparison,” *Acta Materialia*, vol. 141, 09 2017. (citée en page [2](#).)
- [6] Y. Nahas, F. Berneau, J. Bonneville, C. Coupeau, M. Drouet, B. Lamon-gie, M. Marteau, J. Michel, P. Tanguy, and C. Tromas, “An experimental uhv afm-stm device for characterizing surface nanostructures under stress strain at variable temperature,” *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 84, no. 10, p. 105117, 2013. (citée en pages [2](#), [8](#), [9](#), [34](#), [35](#) et [37](#).)
- [7] J. Dickey, H. Farrell, O. Kammerer, and M. Strongin, “Surface studies on niobium and some implications for superconductivity,” *Phys. Lett. A*, vol. 32, no. 7, pp. 483–484, 1970. (citée en page [6](#).)
- [8] E. A. Tholén, A. Ergül, E. M. Doherty, F. M. Weber, F. Grégis, and D. B. Haviland, “Nonlinearities and parametric amplification in superconducting coplanar waveguide resonators,” *Appl. Phys. Lett.*, vol. 90, no. 25, p. 253509, 2007. (citée en page [6](#).)
- [9] P. Dhakal, G. Ciovati, G. R. Myneni, K. E. Gray, N. Groll, P. Maheshwari, D. M. McRae, R. Pike, T. Proslie, F. Stevie, R. P. Walsh, Q. Yang, and J. Zasadzinski, “Effect of high temperature heat treatments on the quality factor of a large-grain superconducting radio-frequency niobium cavity,” *Phys. Rev. Spec. Top-AC*, vol. 16, p. 042001, 2013. (citée en page [6](#).)

- [10] R. Pantel, M. Bujor, and J. Bardolle, “Continuous measurement of surface potential variations during oxygen adsorption on the (100),(110) and (111) faces of niobium using mirror electron microscope,” *Surf. Sci.*, vol. 62, no. 2, pp. 589–609, 1977. (citée en pages 6 et 15.)
- [11] R. Franchy, T. U. Bartke, and P. Gassmann, “The interaction of oxygen with Nb (110) at 300, 80 and 20 K,” *Surf. Sci.*, vol. 366, no. 1, pp. 60–70, 1996. (citée en page 6.)
- [12] C. Sürgers, M. Schöck, and H. Löhneysen, “Oxygen-induced surface structure of Nb (110),” *Surf. Sci.*, vol. 471, no. 1, pp. 209–218, 2001. (citée en page 6.)
- [13] Y. Uehara, T. Fujita, M. Iwami, and S. Ushioda, “Single NbO nano-crystal formation on low temperature annealed Nb (001) surface,” *Surf. Sci.*, vol. 472, no. 1, pp. 59–62, 2001. (citée en pages 6 et 23.)
- [14] B. An, S. Fukuyama, K. Yokogawa, and M. Yoshimura, “Surface structures of clean and oxidized nb (100) by leed, aes, and stm,” *Phys. Rev. B*, vol. 68, no. 11, p. 115423, 2003. (citée en pages 6, 7, 10, 12, 15, 23 et 77.)
- [15] K. I. Shein, I. R. Shein, N. I. Medvedeva, E. V. Shalaeva, M. V. Kuznetsov, and A. L. Ivanovskii, “Effects of atomic relaxation and the electronic structure of niobium (100) and (110) surfaces,” *Phys. Met. Metallograph.*, vol. 102, no. 6, pp. 604–610, 2006. (citée en page 6.)
- [16] A. S. Razinkin and M. V. Kuznetsov, “Scanning tunneling microscopy (STM) of low-dimensional NbO structures on the Nb (110) surface,” *Phys. Met. Metallograph.*, vol. 110, no. 6, pp. 531–541, 2010. (citée en pages 6 et 77.)
- [17] I. Arfaoui, J. Cousty, and H. Safa, “Tiling of a Nb (110) surface with NbO crystals nanosized by the NbO/Nb misfit,” *Phys. Rev. B*, vol. 65, no. 11, p. 115413, 2002. (citée en page 6.)
- [18] A. Rolland, G. Vacquier, and A. Casalot, “Preparation and characterization by aes of niobium diselenide single crystals,” *Journal of Solid State Chemistry*, vol. 106, no. 2, pp. 339 – 348, 1993. (citée en page 10.)
- [19] G. Kresse and J. Furthmüller, “Efficient iterative schemes for ab initio total-energy calculations using a plane-wave basis set,” *Phys. Rev. B*, vol. 54, no. 16, pp. 11169–11186, 1996. (citée en page 19.)
- [20] M. R. Fellerger, H. Park, and J. W. Wilkins, “Force-matched embedded-atom method potential for niobium,” *Phys. Rev. B*, vol. 81, no. 14, p. 144119, 2010. (citée en page 20.)
- [21] C. Coupeau, J. Durinck, M. Drouet, B. Douat, J. Bonneville, J. Colin, and J. Grillhé, “Atomic reconstruction of niobium (111) surfaces,” *Surf. Sci.*, vol. 632, pp. 60 – 63, 2015. (citée en page 23.)
- [22] V. Volterra, “Sulle distorsioni dei corpi elastici simmetrici,” *Rend. Accad. Lincei*, vol. 14, 1905. (citée en page 26.)

- [23] A. E. H. Love, *A Treatise on the Mathematical Theory of Elasticity*. CAMBRIDGE : AT THE UNIVERSITY PRESS Cambridge : at the University press, 1920. (citée en page 26.)
- [24] E. Orowan, “Zur kristallplastizität. iii. Über den mechanismus des gleitvorganges (to crystal plasticity iii. about the mechanism of glide),” *Z. Physik*, vol. 89, p. 634, 1934. (citée en page 26.)
- [25] M. Polanyi, “Über eine art gitterstörung, die einen kristall plastisch machen könnte (about a kind of lattice distortion that could render a crystal ”plastic” (= ductile)),” *Z. Physik*, vol. 89, p. 660, 1934. (citée en page 26.)
- [26] G. I. Taylor, “The mechanisms of plastic deformation of crystals. part i—theoretical; part ii—comparison with observation ;,” *Proc. Royal Soc. Series A*, vol. CXLV (=145), pp. 362–415, 1934. (citée en page 26.)
- [27] W. K. Burton, N. Cabera, and F. C. Frank, “Role of dislocations in crystal growth,” *Nature*, vol. 163, pp. 398–399, 1949. (citée en page 26.)
- [28] L. Griffin, “Observation of unimolecular growth steps on crystal surfaces,” *The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science*, vol. 41, no. 313, pp. 196–199, 1950. (citée en page 26.)
- [29] S. Amelinckx, “Dislocation patterns in potassium chloride,” *Acta Metallurgica*, vol. 6, no. 1, pp. 34 – 58, 1958. (citée en page 26.)
- [30] P. Jacquet, “Recherches expérimentales sur la microstructure de la solution solide cuivre-zinc 6535 polycristalline très faiblement déformée par traction et sur son évolution au recuit entre 200 et 600°c.,” *Acta Metallurgica*, vol. 2, no. 6, pp. 752 – 769, 1954. (citée en page 26.)
- [31] W. Bollmann, “Interference effects in the electron microscopy of thin crystal foils,” *Phys. Rev.*, vol. 103, pp. 1588–1589, Sep 1956. (citée en page 26.)
- [32] P. Hirsch, A. Howie, R. Nicholson, D. Pashley, and M. Whelan, *Electron Microscopy of Thin Crystals*. , 1965. (citée en page 26.)
- [33] E. Schmid, “Neuere untersuchungen an metallkristallen,” *In Proceedings of the First International Congress in Applied Mechanics*, pp. 342—353, 1924. (citée en page 26.)
- [34] Y. Adda, J. Dupouy, J. Philibert, and Y. Quéré, *Éléments de métallurgie physique Tome 5 Déformation plastique*. Collection Enseignement – INSTN CEA, Gif-sur-Yvette : Commissariat à l’Energie Atomique, Institut National Des Sciences Et Techniques Nucléaires, Service De Documentation Du Cen Saclay, 1991. (citée en pages 26 et 27.)
- [35] F. Louchet, L. P. Kubin, and D. Vesely, “In situ deformation of b.c.c. crystals at low temperatures in a high-voltage electron microscope dislocation mechanisms and strain-rate equation,” *Philos. Mag. A*, vol. 39, no. 4, pp. 433–454, 1979. (citée en page 26.)
- [36] G. Sargent, “Stress relaxation and thermal activation in niobium,” *Acta Metall.*, vol. 13, no. 6, pp. 663 – 671, 1965. (citée en page 28.)

- [37] J. D. Meakin, “Microstrain behavior of body-centered cubic metals,” *Can. J. Phys.*, vol. 45, no. 2, pp. 1121–1134, 1967. (citée en page 28.)
- [38] P. Groh and R. Conte, “Stress relaxation and creep in α -iron filamentary single crystals at low temperature,” *Acta Metall.*, vol. 19, no. 9, pp. 895–902, 1971. (citée en page 28.)
- [39] P. L. P. Kubin and B. Jouffrey, “Etude de la déformation plastique de monocristaux de niobium de haute pureté a basse température,” *Philos. Mag.*, vol. 27, no. 6, pp. 1369–1385, 1973. (citée en page 28.)
- [40] F. De Lima and W. Benoit, “Internal friction study of dislocation mobility in deformed niobium,” *Physica status solidi (a)*, vol. 67, no. 2, pp. 565–572, 1981. (citée en page 28.)
- [41] G. D’Anna and W. Benoit, “Dynamic recovery of the microstructure of screw dislocations in high purity b.c.c. metals,” *Materials Science and Engineering : A*, vol. 164, no. 1–2, pp. 191 – 195, 1993. European Research Conference on Plasticity of Materials-Fundamental Aspects of Dislocation Interactions : Low-energy Dislocation Structures {III}. (citée en page 28.)
- [42] A. Seeger and U. Holzwarth, “Slip planes and kink properties of screw dislocations in high-purity niobium,” *Philos. Mag.*, vol. 86, no. 25-26, pp. 3861–3892, 2006. (citée en page 28.)
- [43] J. Philibert, A. Vignes, Y. Bréchet, and P. Combrade, *Métallurgie : du minerai au matériau*. Masson, 1997. (citée en page 28.)
- [44] R. A. Foxall, M. S. Duesbery, and P. B. Hirsch, “The deformation of niobium single crystals,” *Revue canadienne de physique*, vol. 45, no. 2, pp. 607–629, 1967. (citée en pages 28 et 29.)
- [45] M. Duesbery and V. Vitek, “Plastic anisotropy in b.c.c. transition metals,” *Acta Mater.*, vol. 46, no. 5, pp. 1481 – 1492, 1998. (citée en page 29.)
- [46] R. Gröger and V. Vitek, “Directional versus central-force bonding in studies of the structure and glide of $1/2\langle 111 \rangle$ screw dislocations in bcc transition metals,” *Philosophical Magazine*, vol. 89, no. 34-36, pp. 3163–3178, 2009. (citée en pages 29, 30 et 31.)
- [47] F. L. Soren and W. J. Karsten, “Density functional theory studies of screw dislocation core structures in bcc metals,” *Philos. Mag.*, vol. 83, no. 3, pp. 365–375, 2003. (citée en pages 30 et 35.)
- [48] D. Rodney, L. Ventelon, E. Clouet, L. Pizzagalli, and F. Willaime, “Ab initio modeling of dislocation core properties in metals and semiconductors,” *Acta Mater.*, vol. 124, pp. 633 – 659, 2017. (citée en pages 30 et 35.)
- [49] K. Ito and V. Vitek, “Atomistic study of non-schmid effects in the plastic yielding of bcc metals,” *Philos. Mag. A*, vol. 81, no. 5, pp. 1387–1407, 2001. (citée en page 31.)

- [50] J. Chaussidon, M. Fivel, and D. Rodney, “The glide of screw dislocations in bcc fe : Atomistic static and dynamic simulations,” *Acta Mater.*, vol. 54, no. 13, pp. 3407 – 3416, 2006. (citée en page 31.)
- [51] R. Gröger, A. Bailey, and V. Vitek, “Multiscale modeling of plastic deformation of molybdenum and tungsten : I. atomistic studies of the core structure and glide of $1/2[1\ 1\ 1]$ screw dislocations at 0 k,” *Acta Mater.*, vol. 56, no. 19, pp. 5401–5411, 2008. (citée en pages 31, 32, 35 et 76.)
- [52] R. Gröger, “Which stresses affect the glide of screw dislocations in bcc metals?,” *Philosophical Magazine*, vol. 94, no. 18, pp. 2021–2030, 2014. (citée en page 31.)
- [53] P. Franciosi, L. Le, G. Monnet, C. Kahloun, and M.-H. Chavanne, “Investigation of slip system activity in iron at room temperature by {SEM} and {AFM} in-situ tensile and compression tests of iron single crystals,” *Int. J. Plast.*, vol. 65, pp. 226–249, 2015. (citée en page 32.)
- [54] D. Charrier, J. Bonneville, C. Coupeau, and Y. Nahas, “Atypical boomerangan slip traces in $[0\ 0\ 1]$ niobium single crystals deformed at room temperature,” *Scr. Mater.*, vol. 66, no. 7, pp. 475–478, 2012. (citée en pages 32 et 33.)
- [55] B. Šesták and J. Blahovec, “The temperature dependence of slip planes in fe-3.4% si single crystals,” *physica status solidi (b)*, vol. 40, no. 2, pp. 599–607, 1970. (citée en pages 34 et 35.)
- [56] L. Dezerald, D. Rodney, E. Clouet, L. Ventelon, and F. Willaime, “Plastic anisotropy and dislocation trajectory in bcc metals,” *Nat. Commun.*, vol. 7, p. 11695, 2016. (citée en pages 34, 56, 70, 78 et 102.)
- [57] R. Gröger, V. Racherla, J. Bassani, and V. Vitek, “Multiscale modeling of plastic deformation of molybdenum and tungsten : Ii. yield criterion for single crystals based on atomistic studies of glide of $1/2 [111]$ screw dislocations,” *Acta Materialia*, vol. 56, no. 19, pp. 5412 – 5425, 2008. (citée en page 35.)
- [58] R. Gröger and V. Vitek, “Multiscale modeling of plastic deformation of molybdenum and tungsten. iii. effects of temperature and plastic strain rate,” *Acta Materialia*, vol. 56, no. 19, pp. 5426 – 5439, 2008. (citée en page 35.)
- [59] J. Michel, *Caractérisation par UHV AFM/STM des nanostructures de déformation de l'intermétallique Ni3Al*. PhD thesis, Université de Poitiers, 2014. (citée en pages 37 et 92.)
- [60] J. Hirth and J. Lothe, *Theory of Dislocations*. Krieger Publishing Company, 1982. (citée en pages 40, 62, 64 et 109.)
- [61] D. Cherns and A. R. Preston, “Convergent beam diffraction studies of interfaces, defects, and multilayers,” *Journal of Electron Microscopy Technique*, vol. 13, no. 2, pp. 111–122, 1989. (citée en page 40.)

- [62] B. Viguier, K. J. Hemker, and G. Vanderschaeve, “Factors affecting stacking fault contrast in transmission electron microscopy comparisons with image simulations,” *Philosophical Magazine A*, vol. 69, no. 1, pp. 19–32, 1994. (citée en page 40.)
- [63] C. Coupeau, O. Camara, M. Drouet, J. Durinck, J. Bonneville, J. Colin, and J. Grilhé, “Slip-trace-induced vicinal step destabilization,” *Phys. Rev. B*, vol. 93, p. 041405, 2016. (citée en pages 46 et 98.)
- [64] J. Veselý, J. Bonneville, C. Coupeau, Y. Nahas, J. Kopeček, and M. Cieslar, “Bow-tie slip traces in fe80al20 single crystals deformed at room temperature,” *Materials Science and Engineering : A*, vol. 565, pp. 258 – 261, 2013. (citée en page 53.)
- [65] D. Caillard, “Kinetics of dislocations in pure fe. part i. in situ straining experiments at room temperature,” *Acta Materialia*, vol. 58, no. 9, pp. 3493 – 3503, 2010. (citée en pages 53 et 54.)
- [66] E. H. Yoffe, “A dislocation at a free surface,” *The Philosophical Magazine : A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics*, vol. 6, no. 69, pp. 1147–1155, 1961. (citée en page 62.)
- [67] M. Cak, T. Hammerschmidt, J. Rogal, V. Vitek, and R. Drautz, “Analytic bond-order potentials for the bcc refractory metals nb, ta, mo and w,” *Journal of Physics : Condensed Matter*, vol. 26, no. 19, p. 195501, 2014. (citée en pages 63 et 68.)
- [68] J. Eshelby, W. Read, and W. Shockley, “Anisotropic elasticity with applications to dislocation theory,” *Acta Metallurgica*, vol. 1, no. 3, pp. 251 – 259, 1953. (citée en pages 64 et 77.)
- [69] J. D. Honeycutt and H. C. Andersen, “Molecular dynamics study of melting and freezing of small lennard-jones clusters,” *The Journal of Physical Chemistry*, vol. 91, no. 19, pp. 4950–4963, 1987. (citée en page 64.)
- [70] A. Stukowski, “Visualization and analysis of atomistic simulation data with ovito the open visualization tool,” *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, vol. 18, no. 1, p. 015012, 2010. (citée en page 64.)
- [71] R. Gröger and V. Vitek, “Determination of positions and curved transition pathways of screw dislocations in bcc crystals from atomic displacements,” *Materials Science and Engineering A-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, vol. 643, pp. 203–210, 2015. (citée en pages 68 et 70.)
- [72] Z. Basinski, M. Duesbery, and G. Murty, “The orientation and temperature dependence of plastic flow in potassium,” *Acta Metallurgica*, vol. 29, no. 5, pp. 801 – 807, 1981. (citée en page 71.)
- [73] M. Wen and A. Ngan, “Atomistic simulation of kink-pairs of screw dislocations in body-centred cubic iron,” *Acta Materialia*, vol. 48, no. 17, pp. 4255 – 4265, 2000. (citée en page 71.)

- [74] K. J. Carroll, “Elastic constants of niobium from 4.2° to 300°k,” *Journal of Applied Physics*, vol. 36, no. 11, pp. 3689–3690, 1965. (citée en page 72.)
- [75] G. Wang, A. Strachan, T. Çağın, and W. A. GoddardIII, “Calculating the peierls energy and peierls stress from atomistic simulations of screw dislocation dynamics : application to bcc tantalum,” *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, vol. 12, no. 4, p. S371, 2004. (citée en page 73.)
- [76] D. Caillard, “On the stress discrepancy at low-temperatures in pure iron,” *Acta Materialia*, vol. 62, pp. 267 – 275, 2014. (citée en page 75.)
- [77] C. Marichal, H. Van Swygenhoven, S. Van Petegem, and C. Borca, “110 slip with 112 slip traces in bcc tungsten,” *Sci. Rep.*, vol. 3, p. 2547, 2013. (citée en page 77.)
- [78] H. Li, S. Wurster, C. Motz, L. Romaner, C. Ambrosch-Draxl, and R. Pippan, “Dislocation-core symmetry and slip planes in tungsten alloys : Ab initio calculations and microcantilever bending experiments,” *Acta Materialia*, vol. 60, no. 2, pp. 748 – 758, 2012. (citée en page 78.)
- [79] B. Lüthi, *Ab initio modeling of dislocation-solute interactions in body-centered cubic transition metals*. Theses, Université de Lyon, Sept. 2017. (citée en page 78.)
- [80] A. Maradudin and R. Wallis, “Elastic interactions of point defects in a semi-infinite medium,” *Surface Science*, vol. 91, no. 2, pp. 423 – 439, 1980. (citée en page 85.)
- [81] R. D. Mindlin, “Force at a point in the interior of a semi-infinite solid,” *Physics*, vol. 7, no. 5, pp. 195–202, 1936. (citée en page 85.)
- [82] J. Tersoff, “Surface stress and self-organization of steps,” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 80, pp. 2018–2018, Mar 1998. (citée en pages 85 et 86.)
- [83] V. I. Marchenko and A. Y. Parshin, “Elastic properties of crystal surfaces,” *Soviet Journal of Experimental and Theoretical Physics*, vol. 52, p. 129, July 1980. (citée en page 86.)
- [84] L. L. D. and L. E. M., *Theory of elasticity*. Pergamon Press, 1970. (citée en pages 88 et 119.)
- [85] F. Liu, *Modeling and Simulation of Strain-mediated Nanostructure Formation on Surface*. Handbook of Theoretical and Computational Nanotechnology, 2006. (citée en page 89.)
- [86] K. Kern, H. Niehus, A. Schatz, P. Zeppenfeld, J. Goerge, and G. Comsa, “Long-range spatial self-organization in the adsorbate-induced restructuring of surfaces : Cu100-(2×1)o,” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 67, pp. 855–858, Aug 1991. (citée en page 97.)
- [87] S. Rousset, V. Repain, G. Baudot, H. Ellmer, Y. Garreau, V. Etgens, J. Berroir, B. Croset, M. Sotito, P. Zeppenfeld, J. FerrÃ©, J. Jamet,

- C. Chappert, and J. Lecoœur, “Self-ordering on crystal surfaces : fundamentals and applications,” *Materials Science and Engineering : B*, vol. 96, no. 2, pp. 169 – 177, 2002. (citée en page 97.)
- [88] V. Repain, G. Baudot, H. Ellmer, and S. Rousset, “Ordered growth of cobalt nanostructures on a au(111) vicinal surface : nucleation mechanisms and temperature behavior,” *Materials Science and Engineering : B*, vol. 96, no. 2, pp. 178 – 187, 2002. (citée en page 97.)
- [89] H. Ellmer, V. Repain, M. Sotto, and S. Rousset, “Pre-structured metallic template for the growth of ordered, square-based nanodots,” *Surface Science*, vol. 511, no. 1, pp. 183 – 189, 2002. (citée en page 97.)
- [90] X. Yang, W. Hu, and X. Yuan, “Melting mechanisms of Nb (111) plane with molecular dynamics simulations,” *Phys. Lett. A*, vol. 365, no. 1, pp. 161–165, 2007. (citée en page 97.)
- [91] W. R. Inc., “Mathematica, Version 11.2.” Champaign, IL, 2017. (citée en page 111.)
- [92] P. Müller and S. Andrieu, “Elastic effects on surface physics,” *Surface Science Reports*, vol. 54, no. 5, pp. 157 – 258, 2004. (citée en page 115.)
- [93] J. D. Eshelby and A. N. Stroh, “Dislocations in thin plates,” *The London, Edinburgh and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science*, vol. 42, no. 335, pp. 1401–1405, 1951. (citée en page 119.)