



**HAL**  
open science

# Mécanismes élémentaires de la migration de joints de grains couplée au cisaillement

Melvyn Larranaga

► **To cite this version:**

Melvyn Larranaga. Mécanismes élémentaires de la migration de joints de grains couplée au cisaillement. Science des matériaux [cond-mat.mtrl-sci]. Université Paul Sabatier - Toulouse III, 2020. Français. NNT : 2020TOU30202 . tel-03209992

**HAL Id: tel-03209992**

**<https://theses.hal.science/tel-03209992>**

Submitted on 27 Apr 2021

**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

En vue de l'obtention du  
**DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE**

Délivré par l'Université Toulouse 3 - Paul Sabatier

---

Présentée et soutenue par  
**Melvyn LARRANAGA**

Le 8 décembre 2020

**Mécanismes élémentaires de la migration de joints de grains  
couplée au cisaillement**

---

Ecole doctorale : **SDM - SCIENCES DE LA MATIERE - Toulouse**

Spécialité : **Physique de la Matière**

Unité de recherche :

**CEMES - Centre d'Elaboration de Matériaux et d'Etudes Structurales**

Thèse dirigée par

**Frédéric MOMPIOU et Nicolas COMBE**

Jury

Mme Sandrine BROCHARD, Rapporteur  
M. Hosni IDRISI, Rapporteur  
Mme Sylvie LARTIGUE-KORINEK, Examinatrice  
M. Dôme TANGUY, Examineur  
M. Alexandre DIMANOV, Examineur  
M. Bernard VIGUIER, Examineur  
M. Frédéric MOMPIOU, Directeur de thèse  
M. Nicolas COMBE, Co-directeur de thèse



# Remerciements

Voilà nous y sommes ! Les remerciements, enfin ! Ce petit espace de liberté que l'on s'offre à la fin de la correction du manuscrit est l'occasion de revenir sur l'aventure humaine qu'est, par essence, une thèse. Au travers de ces lignes on laisse souvent transparaître une part de sa personnalité, on fait tomber le masque, on partage un peu de cette aventure et parfois cela permet au lecteur de se faire une représentation de qui l'on est. Et puis c'est en général plus facile à lire que le reste du manuscrit, expliquant certainement pourquoi on commence souvent par les remerciements quand on entame la lecture d'une thèse. La succession d'évènements qui a permis d'arriver au bout de cette thèse est pour parti le fruit d'un long travail personnel (oui, je m'octroie un peu d'autosatisfaction) mais c'est surtout le résultat de l'agrégation de la bonne volonté et des compétences de nombreuses personnes. C'est aussi le fruit d'un environnement de travail confortable et d'un quotidien animé par des instants de convivialité qui ont permis de rendre cette aventure aussi agréable que possible. Aussi je voudrais maintenant adresser l'expression de ma reconnaissance envers toutes les personnes ayant contribué d'une quelconque façon à ce que ces années de thèse se déroulent bien.

Tout d'abord un grand merci à mes directeurs de thèse, Frédéric et Nicolas, pour m'avoir fait confiance pendant ces trois années. Je me souviens qu'au début de la thèse, en octobre 2017, je ne connaissais pas grand chose aux joints de grains. La patience dont vous avez fait preuve et votre présence pour m'aiguiller dans la bonne direction ont contribué à ce que je me dote au fil des mois d'une certaine culture dans ce domaine. Je salut également votre implication sans faille au moment de la rédaction et de la préparation de la soutenance. Frédéric merci pour tes conseils, de la préparation des échantillons en passant par ma formation au MET et jusqu'à l'analyse des vidéos in-situ (merci pour pycotem !), ton accompagnement a été essentiel. Nicolas merci de m'avoir guidé pour les simulations, en particulier lors de la mise en place des calculs de chemin d'énergie. Ton intuition physique et la rigueur que tu exiges ont été moteur dans l'aboutissement des simulation (ce qui n'était pas gagné au départ !).

Je voudrais également remercier l'ensemble des membres du jury pour avoir accepté d'évaluer ce travail. Je suis très reconnaissant à Hosni Idrissi et Sandrine Brochard pour leurs rapports sur le manuscrit. Merci à Dôme Tanguy, Alexandre Dimanov et Sylvie Lartigue-Korinek pour avoir participé au jury en tant qu'examineurs. J'ajoute un remerciement plus personnel destiné à Sylvie pour son implication à la fin de la thèse et ses conseils, toujours bons à prendre, lors de la rédaction. Enfin je remercie Bernard Viguié pour avoir présidé ce jury.

Ayant intensivement utilisé le MET au cours de cette thèse je voudrais maintenant adresser mes plus profonds remerciements au service préparation d'échantillons (Robin, Cathy, Dominique) et au service MET (Cécile, Sébastien, Florent) du CEMES. Un merci tout particulier est destiné à Dominique pour son implication et sa maîtrise unique du polissage électrolytique. Tu sais te rendre disponible pour écouter nos histoires personnelles ou pour nous partager les tiennes et je me souviens avoir beaucoup ri en prépa. Merci ! Cécile et Sébastien merci de m'avoir tiré d'affaires lors des déboires que j'ai pu avoir au MET et Cécile ta bonne humeur contagieuse a toujours égaillé les journées du piou-piou que je fus (je suis grand maintenant !).

J'ai aussi eut recours aux expériences de DRX sur monocristal qu'effectue Nicolas Ratel au CEMES. Merci pour nous avoir aidé à caractériser la désorientation des bicristaux massifs et pour la relecture

de la section dédiée aux manips DRX dans ce manuscrit (et pour tes explications toujours très claires!).

Cette thèse s'est déroulée dans le cadre d'une collaboration entre les équipes SINanO et PPM du CEMES. Bien que j'ai finalement assez peu côtoyé l'équipe SINanO je voudrais en remercier les membres pour m'avoir alloué une partie du temps du calcul dont ils disposent sur le cluster régional CALMIP (que je remercie également!). Je voudrais maintenant remercier les membres de l'équipe PPM pour leur accueil chaleureux et bienveillant. J'ai très apprécié la volonté collective d'équiper presque "sans compter" cet espace vraiment central, ce refuge pour thésard éprouvé, cet oasis dans le désert, qu'est le "coin café". Cet endroit a motivé des migrations quotidiennes de thésards et post-doctorants pourtant situés à l'opposé du bâtiment principal. J'y ait passé tant de bons moments, ça me manque déjà!

J'en profite également pour remercier l'actuel PDG du groupe PPM, Marc Legros, pour le co-encadrement de ma thèse. Merci de t'être rendu disponible lorsque je déboulais avec mes questions, malgré ton planning surchargé (famille nombreuse oblige). Gardes cette bonne humeur et ton sens de l'humour, ça te vas bien!

Je remercie l'Université Toulouse III Paul Sabatier pour le financement de cette thèse via une bourse ministérielle accordée au projet ANR "RODIN" (ROle of DIScoNnections in grain-boundary-based plasticity). Merci également à l'école doctorale des sciences de la matière pour l'organisation de la formation doctorale (et merci à Joël pour avoir souvent servi de "relais" de l'ED au CEMES!).

J'adresse un grand merci à la direction du CEMES (anciennement Etienne Snoeck & Alain Couret et actuellement Alain Couret & Bénédicte Warot-Fonrose) pour m'avoir accueilli et fournir un cadre de travail de grande qualité.

Il est maintenant temps pour moi de remercier les doctorants et post-doctorants avec lesquels j'ai partagé mon temps au cours de ces trois années. Tout d'abord merci aux "anciens" : Arthur, David, Elie, Soumaya, Winnie, Xavier, Ariane, Roberta et évidemment Nicolas qui n'a jamais vraiment quitté le CEMES. Merci également à ceux de ma "génération" : Mia, Ségolène, Kathrin, Tawfa, Laureen, Julien, Mohanad et ce cher Guillaume (dont le sifflement est si singulier!). Je remercie aussi RuiXun et Yangsheng, qui se sont succédés dans le bureau A203, et avec lesquels j'ai beaucoup appris. Je remercie et encourage ceux qui sont arrivés plus récemment : Romain (qui a encore du chemin à faire avant de maîtriser l'uraken), Daniela, Camille, Silvia, Benjamin, Rachma, Lys, Kilian, Sarah .. et tous les autres bien entendu!

Il va sans dire que ces trois années de thèse sont en fait l'aboutissement d'un long parcours universitaire. Toutes ces années d'étude ont été rendu possible par l'engagement de ma famille à mes côtés. Je voudrais remercier mes parents pour la confiance qu'ils m'ont accordé, pour avoir cru en moi, pour avoir gardé le cap malgré les épreuves que la vie nous a imposé. Je garde le mot de la fin pour Gaëlle, qui m'a supporté (c'est le mot!) et soutenu au cours de ces dernières années, et dont la présence m'a toujours réconforté. Merci!

*À ma mère.*



# Sommaire

<b>I</b>	<b>Introduction et état de l'art bibliographique</b>	<b>11</b>
1	Introduction générale . . . . .	11
2	Introduction aux concepts de défauts dans les cristaux : dislocation, joint de grains et disconnection . . . . .	14
2.1	Déformation du cristal par le mouvement des dislocations . . . . .	14
2.2	Les joints de grains . . . . .	18
2.3	Les défauts structuraux dans les joints de grains . . . . .	25
3	Les mécanismes de migration des joints de grains . . . . .	30
3.1	Le modèle de migration de Read et Shockley . . . . .	32
3.2	Le modèle de Cahn . . . . .	34
3.3	Le modèle des disconnections . . . . .	37
3.4	Le modèle SMIG . . . . .	42
3.5	Activation thermique de la migration . . . . .	43
3.6	Migration de joint induite par diffusion . . . . .	45
4	Rôle de la diffusion . . . . .	46
5	Objectifs du travail de thèse . . . . .	47
<b>II</b>	<b>Étude par dynamique moléculaire de l'influence d'une ligne de lacunes préexistante sur la migration du joint <math>\Sigma 41[001](450)</math> dans l'aluminium</b>	<b>49</b>
1	Modèle et détails technique . . . . .	50
1.1	Structure d'énergie minimum du joint parfait . . . . .	51
1.2	Détails des simulations . . . . .	51
2	Resultats . . . . .	61
2.1	Structure du système Lac-jdg . . . . .	61
2.2	Nucléation homogène de disconnections . . . . .	63
2.3	Nucléation hétérogène et mobilité des disconnections . . . . .	72
3	Conclusion . . . . .	84
<b>III</b>	<b>Étude expérimentale des dislocations et des disconnections dans les bicristaux déformés à haute température par microscopie électronique en transmission in-situ</b>	<b>87</b>
1	Présentation des systèmes étudiés et des expériences de traction in-situ MET . . . . .	88
1.1	Obtention de bicristaux par la technique Bridgman . . . . .	88
1.2	Mesure de la désorientation par diffraction des rayons X . . . . .	89
1.3	Visualisation des orientations cristallines . . . . .	91



1.4	Préparation des échantillons et présentation du matériel . . . . .	93
2	Microscopie électronique en transmission et analyse des défauts cristallins . . . . .	96
2.1	Généralités sur la MET . . . . .	96
2.2	Mesure des désorientations cristallines en MET . . . . .	99
2.3	Analyse du contraste des dislocations . . . . .	100
2.4	Mesure des traces et de la largeur apparente des interfaces . . . . .	103
3	Rôle des dislocations intragranulaires dans la dynamique des joints $\Sigma 3[110](\bar{1}\bar{1}1)$ et $\Sigma 41[001](450)$ . . . . .	106
3.1	Migration couplée au cisaillement du joint $\Sigma 41[001](450)$ . . . . .	106
3.2	Dynamique des disconnections dans le joint $\Sigma 3[110](\bar{1}\bar{1}1)$ . . . . .	110
3.3	Interactions joint / dislocations intragranulaires menant à la formation des disconnections . . . . .	118
3.4	Identification des réseaux de disconnections . . . . .	134
4	Conclusion . . . . .	141
	<b>IV Conclusion générale</b>	<b>143</b>
	<b>Annexes</b>	<b>147</b>
	<b>A Signe d'une dislocation en mouvement au cours d'une traction uniaxiale</b>	<b>149</b>





# Chapitre I

## Introduction et état de l'art bibliographique

### 1 Introduction générale

Il est désormais communément admis que les solides dont la structure atomique est cristalline se déforment plastiquement principalement via le mouvement de défauts linéaires dans le cristal appelés dislocations. Parmi les stratégies de durcissement dans les métaux basées sur la création d'obstacles au déplacement des dislocations l'introduction d'interfaces tels que les joints de grains s'est avérée efficace. Un joint de grains (jdg) sépare deux régions en contact l'une de l'autre dans lesquelles un même cristal est orienté différemment. Hall et Petch ont interprété ce durcissement comme résultant de la plus grande facilité qu'ont les gros grains à transmettre la déformation aux empilements de dislocations par rapport aux petits grains [1] [2] mais cette théorie est encore controversée. Néanmoins on peut simplement remarquer que les sources de dislocations sont plus difficile à activer à mesure que la taille des grains diminue (contrainte  $\propto \frac{1}{d}$ ,  $d$  étant le diamètre des grains [3]). Cependant cet effet de durcissement est plus faible qu'attendu pour des tailles de grains inférieures à  $\approx 100$  nm. De plus il est remarqué que les densités de dislocations dans ces petits grains sont généralement faibles suggérant que ce sont des mécanismes différents de ceux conventionnellement invoqués qui opèrent. Ainsi les jdg ont été proposés comme vecteur principal de la déformation plastique dans les systèmes nanocristallins. Différentes méthodes d'observation directe, dites in-situ, ont été développées et utilisées afin d'observer la dynamique des joints dans les polycristaux. La migration des joints se produisant au cours de la recristallisation dans les matériaux déformés à froid a été mise en évidence par diffraction des rayons X synchrotron [4] ou encore par microscopie électronique à balayage in-situ [5]. Des essais de déformation dans le microscope électronique en transmission (MET) ont permis de capturer la dynamique des joints sous contrainte dans des polycristaux métalliques [6] [7] et il est montré que les mouvements des joints sont importants. Les simulations numériques à l'échelle de l'atome confirment l'existence de mécanismes élémentaires de déformation aux joints [8]. Pour ces raisons on observe un regain d'intérêt pour l'étude de l'accommodation de la déformation plastique par les jdg.

Ces mécanismes alternatifs au mouvement des dislocations intragranulaires avaient pour certains été envisagés de longue date. Read et Shockley ont par exemple suggéré un mécanisme de migration sous contrainte pour les joints de faible désorientation en 1950 [9] (vérifié dans le zinc deux ans plus tard [10]). Des modèles proposés dans les années 1950-1960 basés sur la diffusion de lacunes des joints

en tension vers ceux qui sont comprimés d'un échantillon polycristallin ont par exemple permis de rendre compte partiellement du fluage des polycristaux à des températures en général proche de la température de fusion [11] [12]. Plusieurs autres mécanismes parallèles de déformation ont également été proposés par la suite parmi lesquels on trouve le glissement aux joints [8] [13] [14], la rotation des grains [15] [16] [17], la déformation par maclage intragranulaire [18] ou encore la migration de joints couplée au cisaillement (MJCC) [8] [19] [20] [21]. Dans ce dernier exemple le mouvement d'un joint sur une distance  $m$  est associé à un déplacement relatif des grains adjacents d'un vecteur  $\mathbf{s}$  et le quotient  $\beta = \frac{|\mathbf{s}|}{m}$  est appelé le facteur de couplage. Il n'implique pas forcément la création ou l'annihilation de lacunes au joint et peut donc exister sous la forme d'un processus conservatif ce qui le rend potentiellement effectif à toute température, expliquant l'intérêt grandissant qu'il a suscité chez les chercheurs. La MJCC a été rapportée et caractérisée expérimentalement surtout dans les métaux (Al, Cu et Au par exemple) autant par des méthodes comparant l'état avant / après déformation que par des observations en direct essentiellement in-situ dans le MET. Les méthodes in-situ en MET ont permis de confirmer la contribution de la MJCC dans la déformation des matériaux nanocristallins [7] [20] mais aussi de se rendre compte de la multiplicité des facteurs de couplage possibles : un jdg peut potentiellement présenter plusieurs réponses différentes à une même sollicitation mécanique.

Parmi les modèles proposés pour rendre compte de cette diversité des facteurs de couplage, il en existe un postulant la présence de défauts linéaires attachés au joint dont le mouvement dans l'interface produit à la fois une translation relative des grains et une migration du joint. Ces défauts sont appelés des disconnexions [22] et leur présence au cours de la migration de joints spéciaux, dits de coïncidence, dans des bicristaux nanométriques sollicités en cisaillement simple a été confirmée par des simulations atomistiques [23][24] et plus récemment par des observations de microscopie électronique haute résolution [21]. Ces simulations indiquent que la MJCC est réalisée par la nucléation puis la propagation de disconnexions le long du joint. Il est également montré que la présence d'autres défauts dans le joint, comme une dislocation absorbée immobile, facilite la nucléation des disconnexions [25]. De plus au cours de l'expérience mentionnée dans la référence [21] les différentes disconnexions en mouvement se forment au niveau d'une surface libre de l'échantillon ou à la jonction entre plusieurs grains (jonction triple). Ces résultats suggèrent qu'une meilleure compréhension du mécanisme de MJCC passe par l'étude de l'impact des défauts cristallins et des défauts de joint sur la nucléation et la dynamique des disconnexions.

Ce travail de thèse s'inscrit dans cette démarche et a consisté en l'étude de bicristaux d'aluminium par une double approche avec des simulations atomistiques d'une part et des expériences de traction in-situ au microscope électronique en transmission d'autre part. Le manuscrit est organisé de la façon suivante :

- la suite de ce chapitre est consacrée à la présentation des éléments théoriques et conceptuels nécessaires ainsi qu'à une revue de l'état de l'art bibliographique. Des éléments de définition des dislocations et des joints de grains sont apportés puis les défauts structuraux possibles dans les joints sont décrits. Ensuite les modèles existants de migration des joints sont discutés avant de terminer par l'exposition des objectifs de ces travaux de thèse
- le deuxième chapitre présente la méthode de simulation atomistique employée ainsi que les résultats obtenus. Un défaut particulier a été introduit dans un joint donné et le mécanisme de MJCC résultant est décrit et comparé à celui obtenu pour le cas du joint parfait c.à.d sans défaut extrinsèque
- le troisième chapitre concerne les expériences de traction in-situ MET. Le dispositif in-situ MET y est décrit et les techniques utilisées pendant les observations (champ clair, diffraction, analyse de défauts) y sont présentées. Les résultats concernant deux bicristaux différents sont ensuite détaillés et discutés.
- pour terminer une conclusion générale sur l'ensemble des travaux menés est dressée et quelques

perspectives pouvant motiver de futures recherches à ce sujet sont proposées.

## 2 Introduction aux concepts de défauts dans les cristaux : dislocation, joint de grains et disconnection

### 2.1 Déformation du cristal par le mouvement des dislocations

La déformation d'un objet matériel solide correspond à la mesure du changement des dimensions, longueurs et angles, de cet l'objet par rapport à un état de référence. Si  $l_0$  est la longueur de l'objet dans l'état de référence et  $l$  sa longueur dans l'état actuel alors la déformation s'écrit  $\epsilon = \frac{l-l_0}{l_0}$ . L'objet est sous contrainte lorsqu'une partie de celui-ci exerce des forces sur ses parties voisines (directement en contact). Lorsque ce même objet est soumis à une contrainte extérieure, appliquée sur ses surfaces externes donc, il peut se déformer sous l'effet de cette dernière. Considérons désormais que l'on effectue l'expérience simple de la traction uniaxiale d'un monocristal. La contrainte appliquée est notée  $\sigma$  et elle donne naissance à une contrainte résolue de cisaillement, appelée  $\sigma_{res}$ , dans tous les plans du monocristal et dans toutes les directions dans ces plans. Contrainte appliquée et contrainte résolue dans la famille de plans de normale  $\mathbf{n}$  et dans la direction  $\mathbf{l}$  sont reliées via le facteur de Schmid  $m : \sigma_{res} = m\sigma$  avec  $m = \cos(\mathbf{t}, \mathbf{n}) \cos(\mathbf{t}, \mathbf{l})$ ,  $\mathbf{t}$  étant la direction de la traction. Si  $\sigma_{res}$  est plus faible qu'une certaine valeur seuil, la contrainte critique résolue de cisaillement  $\sigma_{res}^c$ , alors le régime est dit élastique ce qui signifie que si l'objet n'est plus sollicité alors il reprend sa forme initiale. Pour les faibles déformations, usuellement inférieures à  $\epsilon = 10^{-4}$ , la contrainte appliquée et la déformation sont proportionnelles : c'est le régime élastique linéaire. Dans ce cas la relation contrainte - déformation est décrite par la loi de Hooke [26]. Le coefficient de proportionnalité est une constante élastique dépendant de la nature du matériau étudié et de la température (la contrainte et la déformation étant des quantités tensorielles représentées par un tenseur d'ordre deux, les constantes élastiques doivent en toute rigueur être décrites par un tenseur d'ordre 4). Si la contrainte appliquée augmente et que  $\sigma_{res}$  devient supérieure à  $\sigma_{res}^c$  alors la déformation supplémentaire produite est irréversible : c'est le régime plastique. Dès lors il n'est plus possible de recouvrer l'état non déformé de l'objet en supprimant la contrainte appliquée. Seule la fraction élastique de la déformation totale peut être récupérée.

L'origine de cette différence de comportement entre les régimes élastique et plastique réside dans les mécanismes microscopiques régissant la déformation. Dans le régime élastique c'est principalement la sollicitation des liaisons entre les atomes qui gouverne la déformation de l'objet. Ces liaisons sont étirées et s'affaiblissent mais l'environnement de chaque atome n'est pas modifié. Dans le régime plastique les liaisons les plus faibles sont rompues et l'environnement de certains atomes change irréversiblement. Pour les cristaux cela se traduit macroscopiquement par l'initiation du glissement d'une portion du cristal par rapport à une autre selon des familles de plans et directions cristallographiques appelés systèmes de glissement. Les plans denses et les directions de plus petite périodicité correspondent généralement aux systèmes de glissements observés. Pour un matériau cristallisant dans la structure cubique à faces centrées (cfc), comme l'aluminium et le cuivre, ils sont de type  $\langle 110 \rangle \{111\}$ . Lorsque qu'un système de glissement est activé il apparaît des traces rectilignes aux surfaces libres de l'échantillon dont l'orientation est caractéristique de la famille de plans selon laquelle le glissement s'opère. La figure I.1 montre une image prise en microscopie optique de la surface d'un échantillon d'aluminium monocristallin déformé en traction uniaxiale.

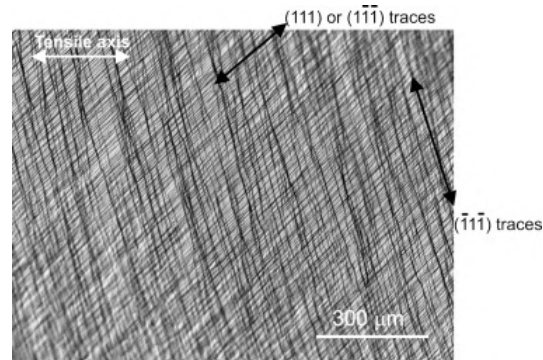


FIGURE I.1 – Image prise au microscope optique montrant les traces de glissement après la déformation en traction uniaxiale d'un monocristal d'aluminium (d'après [27]). L'orientation de ces traces correspond à du glissement s'étant produit dans les plans de type  $\{111\}$ .

Des traces issues du déclenchement d'au moins trois systèmes de glissement de type  $\langle 110 \rangle \{111\}$  sont visibles. Il est montré que la contrainte résolue dans ces systèmes est élevée ce qui justifie qu'ils soient activés préférentiellement.

L'hypothèse selon laquelle le glissement se produirait en une seule fois, sur toute la surface occupée par le plan dans l'objet testé, conduit à largement surestimer la valeur de  $\sigma_{res}^c$  [28]. En réalité pour rendre compte des mesures expérimentales il faut admettre l'existence d'imperfections de l'arrangement atomique dans les plans de glissement qui permettent d'envisager la propagation de la déformation plastique de proche en proche (une analogie souvent employée consiste à remarquer qu'il est plus facile de déplacer un tapis placé sur une moquette en y formant un pli que l'on va ensuite propager plutôt qu'en essayant de faire glisser tout le tapis d'un seul tenant). Les imperfections introduites sont décrites comme des défauts cristallins linéaires appelés dislocations. Pour transmettre la déformation plastique il suffit alors de créer une dislocation et d'appliquer la contrainte nécessaire pour la faire se déplacer. L'introduction d'une dislocation dans un objet matériel peut se faire par la procédure de Volterra [29]. La figure I.2 illustre cette procédure dans le cas d'une dislocation rectiligne menant à la formation des deux cas limites que sont les dislocations vis et coin. On peut la décrire comme suit :

- rompre les liaisons au niveau de la surface séparant les plans ABCD et A'B'C'D'
- déplacer le plan A'B'C'D' du vecteur  $A\vec{A}_1$  en appliquant une contrainte externe
- remplir le vide éventuellement produit ou enlever l'excédent de matière
- ressouder le cristal et relaxer la contrainte



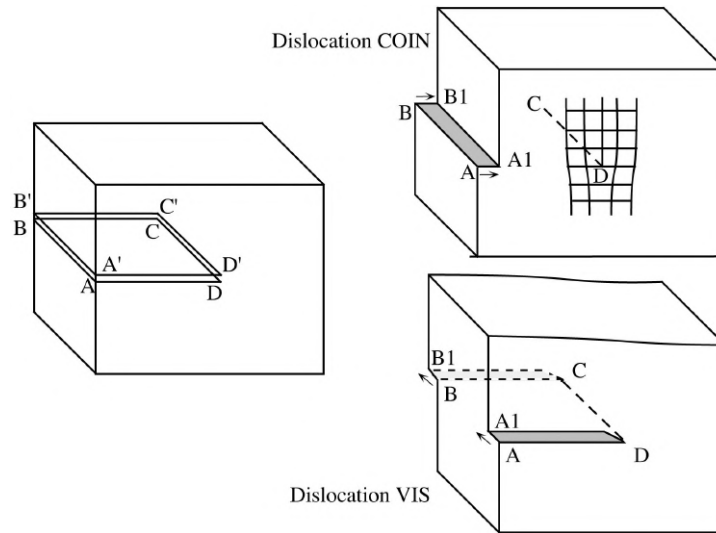


FIGURE I.2 – Schéma illustrant l'introduction dans un cristal d'une dislocation rectiligne de vecteur de Burgers  $\mathbf{b} = \vec{AA}_1$  (d'après [28]).

Il apparaît clairement sur ce schéma qu'une dislocation est à la jonction entre deux zones du milieu matériel dont les régions de part et d'autre du plan de glissement (parallèle au plan ABCD) sont dans un état de translation relative différent. Cette jonction est appelée la ligne de la dislocation et ici elle est parallèle au vecteur  $\vec{CD}$ . Dans cet exemple la différence des états de translation relative est  $\mathbf{b} = \vec{AA}_1$  que l'on appelle vecteur de Burgers de la dislocation. Dans le cas d'une dislocation vis le vecteur de Burgers est parallèle à la ligne ( $\vec{CD} \parallel \vec{AA}_1$ ) alors que pour une dislocation coin il est perpendiculaire à cette dernière ( $\vec{CD} \perp \vec{AA}_1$ ). Plus généralement l'orientation du vecteur de Burgers par rapport à la ligne peut être quelconque et est toujours décomposable en composantes vis et coin (la dislocation est dite "mixte"). Dans les matériaux massifs ce sont en réalité des boucles de dislocations qui se forment et qui peuvent s'étendre sous l'effet de la contrainte appliquée. Notons que l'introduction d'une dislocation coin dans un cristal peut être vue comme l'insertion d'un demi plan de matière supplémentaire perpendiculaire à  $\mathbf{b}$  et qui se termine au niveau de la ligne.

Le vecteur de Burgers d'une dislocation qui rétablit l'ordre cristallin après son passage (elle est dite parfaite) doit faire parti de l'ensemble des translations possibles du cristal. En pratique il est très souvent déterminé que  $\mathbf{b}$  est une des plus petites translations du cristal et que le plan de glissement est un plan compact c.à.d  $\mathbf{b}$  est de type  $\frac{1}{2} \langle 110 \rangle$  et le plan de type  $\{111\}$  pour une structure cfc. Les systèmes de glissement observés macroscopiquement ( $\langle 110 \rangle \{111\}$ ) sont alors la manifestation des plans de déplacement et vecteur de Burgers favorisés par les dislocations.

Lorsqu'un défaut est observé dans la structure atomique d'un cristal l'identification de son caractère de dislocation s'effectue par le tracé d'un circuit de Burgers [3] comme illustré en figure I.3a. Un défaut linéaire, de ligne normale au plan de la page, est repéré par la terminaison d'un plan cristallographique vertical au centre de l'image. Un circuit fermé ABCD est tracé autour de ce défaut et suffisamment loin de son cœur pour qu'il n'y ait pas d'ambiguïté relative à l'identification des directions cristallines dans ce circuit. Le même circuit est ensuite reproduit dans le cristal parfait, voir la figure I.3b, et un défaut de fermeture  $\vec{EA}$  est constaté. Le vecteur de Burgers est alors déterminé comme  $\mathbf{b} = \vec{EA}$ . Ce défaut cristallin est alors identifié comme une dislocation coin. Notons que l'orientation du vecteur de

Burgers déterminée à l'issue de la procédure dépend du choix de convention adopté. Dans cette thèse est utilisée la convention FS/RH (Finish Start / Right Hand) [3].

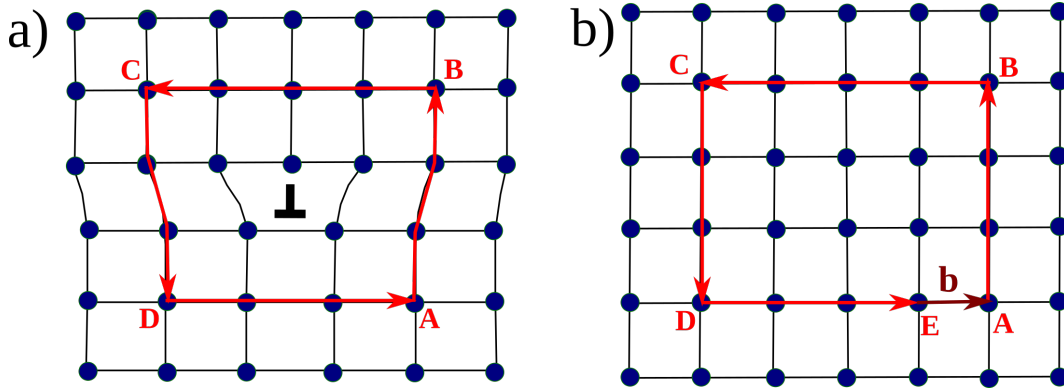


FIGURE I.3 – Procédure de détermination du vecteur de Burgers d'une dislocation par le tracé d'un circuit de Burgers [3]. Un cristal cubique simple contenant une dislocation coin de ligne normale à la page est schématisé en a). Un circuit ABCD fermé est tracé autour du défaut, suffisamment loin de son cœur pour éviter toute ambiguïté issue des fortes distorsions près du cœur du défaut. En b) le même circuit est reproduit à l'identique dans le cristal parfait. Un défaut de fermeture est constaté : le circuit commencé en A se termine en E. Le vecteur de Burgers est alors défini comme  $\mathbf{b} = \vec{EA}$ .

La déformation plastique d'un monocristal est donc pilotée par le mouvement des dislocations. Parmi les modes de déplacement possible d'une dislocation, le glissement est privilégié car il est souvent plus facile du fait qu'il soit conservatif comme le montre la figure I.4. Le plan de glissement d'une dislocation est celui qui contient sa ligne, appelée  $\mathbf{u}$  désormais, et son vecteur de Burgers  $\mathbf{b}$ . Si la dislocation a une composante coin alors elle possède au maximum un plan de glissement dont la normale est parallèle au vecteur  $\mathbf{b} \wedge \mathbf{u}$ . Si la dislocation est vis, elle dispose d'une infinité de plans de glissement parmi les plans contenant sa ligne. Le glissement sera d'autant plus facile si un plan de glissement de la dislocation est aussi un plan compact du cristal. Il existe un autre mode de déplacement qui est souvent discuté et qui est non conservatif : la montée. La figure I.5 illustre la montée d'une dislocation coin dans un cristal cubique simple. Ce déplacement est rendu possible par la diffusion de lacunes vers le cœur de la dislocation. Toutes les dislocations sauf les vis peuvent se déplacer par montée. La fréquence à laquelle se produit la montée dépend de la mobilité des atomes dans le cristal qui est fonction de l'agitation thermique. Il vient alors que plus la température est élevée ( $T \gtrsim 0,7T_f$ ,  $T_f$  est la température de fusion du matériau) et plus la montée est susceptible d'avoir lieu (précisons qu'une dislocation ne se déplace pas d'un seul tenant par montée, au contraire il apparaît des crans le long de la ligne traduisant le fait que des segments se sont déplacés alors que d'autres non).

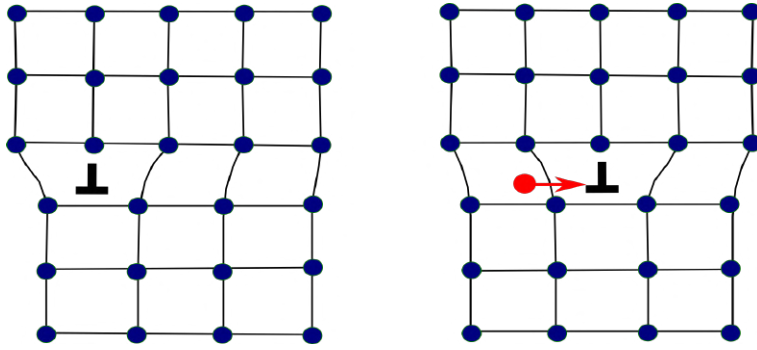


FIGURE I.4 – Schéma montrant le glissement d'une dislocation coin dans un cristal cubique simple. La direction de déplacement est indiquée par la flèche horizontale et le plan de glissement est normal au plan de page et horizontal. Ce mouvement ne nécessite pas d'apport d'atomes ou de lacunes, il est conservatif.

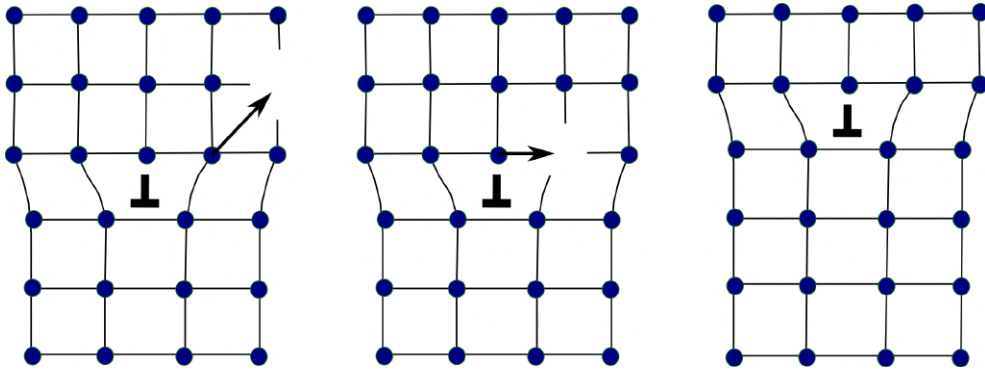


FIGURE I.5 – Schéma montrant le déplacement par montée d'une dislocation coin dans un cristal cubique simple. Le processus nécessite la diffusion d'atomes de site en site ce qui est permis par l'introduction de lacunes dans le cristal. A l'issue de la montée on constate ici qu'une lacune a été absorbée par la dislocation qui s'est en même temps déplacée d'une distance inter-plans dans la direction normale à son plan de glissement.

## 2.2 Les joints de grains

### 2.2.1 Définition d'un joint de grains

Un joint de grains (jdg) est une interface située à la jonction entre deux régions d'un même cristal d'orientation différente. De façon générale un jdg peut séparer les grains selon une surface courbée qui peut donc prendre une forme quelconque. Comme les joints étudiés dans cette thèse sont généralement localisés dans des familles de plans bien définis on peut se limiter aux jdg plans dans la suite. De façon générale la transformation permettant de passer d'un grain à l'autre au niveau d'un jdg se réduit à une rotation plus une éventuelle translation rigide  $\tau$  parallèle au joint. Dans ce cas le nombre de degrés de libertés (DL) nécessaires pour caractériser macroscopiquement le jdg est de 5 parmi lesquels il faut en sélectionner 3 pour qualifier la désorientation (la rotation donc) entre les deux grains et 2 pour fixer

l'orientation du plan du joint. La désorientation est donnée par la rotation d'axe  $\boldsymbol{\rho}$  (2 DL) et d'angle  $\theta$  (1 DL) permettant de transformer un grain en l'autre. La nature du plan du joint est spécifiée par l'orientation de sa normale  $\boldsymbol{n}$  (2 DL). La structure atomique des jdg est également dépendante de 5 autres paramètres appelés DL microscopiques. La translation rigide  $\boldsymbol{\tau}$  décrite plus haut compte pour 2 DL. Il peut également y avoir création de volume d'excès au niveau du plan du jdg ce qui est mesuré par la translation  $\boldsymbol{e}$  normale au joint comptant pour 1 DL. La nature des plans de chaque grain mis en contact au joint importe également ce qui impose de préciser la position de ce dernier (1 DL). Enfin il faut ajouter 1 DL pour donner la valeur de densité atomique au joint par rapport à celle du cristal parfait  $\lambda$  (voir [30] pour ce dernier point). Mentionnons qu'il n'est souvent possible de déterminer que les DL macroscopiques expérimentalement. Pour avoir accès aux paramètres microscopiques il faut soit imager directement la structure atomique du joint (microscopie électronique en transmission haute résolution, MET-HR) soit effectuer des simulations numériques atomistiques.

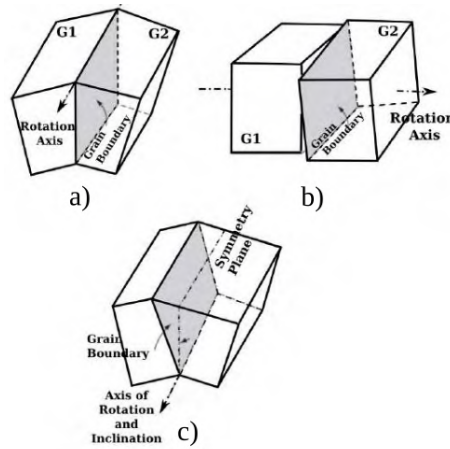


FIGURE I.6 – Classification des joints de grains d'après [31] avec a) le joint de flexion pure b) le joint de torsion pure et c) le joint asymétrique.

Une classification des joints de grains faite à partir des DL macroscopiques peut être proposée. Lorsque les deux grains, nommés G1 et G2, sont désorientés d'un angle  $\theta \lesssim 15^\circ$  le joint est dit de faible angle alors qu'il est qualifié de grand angle lorsque  $\theta$  va au-delà. Cette distinction a son importance en particulier dans le cadre de la description d'un joint de grain comme un réseau de dislocations, voir la section 2.2.3. L'orientation de  $\boldsymbol{\rho}$  par rapport à  $\boldsymbol{n}$  permet aussi de classer les joints et se base sur la distinction de deux cas limites, voir figures I.6a et I.6b. Le premier est celui des joints de flexion pure pour lesquels l'axe de rotation  $\boldsymbol{\rho}$  est contenu dans le plan du joint. Dans le second cas l'axe de rotation est perpendiculaire au plan du joint (parallèle à  $\boldsymbol{n}$ ) qui est qualifié de joint de torsion pure. Lorsque l'axe de rotation est quelconque par rapport à  $\boldsymbol{n}$  le joint est dit mixte. De plus dans la situation où le joint est un plan miroir de la structure il est dit symétrique, sinon il est asymétrique (figure I.6c). Cette symétrie implique que la famille de plans parallèle à  $\boldsymbol{n}$  est continue d'un grain à l'autre (la distance inter-plans est la même) et que l'on peut trouver une description des orientations cristallines telle que  $\boldsymbol{n} = [hkl]_{G1} = [hkl]_{G2}$ . Dans certains cas la distinction flexion / torsion peut parfois conduire à des ambiguïtés. Mentionnons en effet qu'un joint de flexion symétrique de plan (hkl) peut toujours être décrit comme un joint de torsion d'angle  $180^\circ$  autour de l'axe  $[hkl]$  pour un matériau centrosymétrique. En fait les symétries d'orientations des cristaux conduisent à une multiplicité des

descriptions de l'opération de rotation permettant de passer d'un grain à l'autre. Dans le cas d'un cristal cubique les 24 opérations de symétries produisent autant de descriptions différentes mais équivalentes de la rotation. En toute rigueur la désorientation correspond à la rotation de couple axe ( $\rho$ ) /angle ( $\theta$ ) dont l'angle est le plus petit.

### 2.2.2 Les joints de coïncidence

La superposition des réseaux de G1 et G2 forme le réseau dichromatique. Lorsque l'origine des grains est commune il a été montré [32] qu'il existe des relations d'orientation spéciales menant à l'apparition d'un sous réseau formé par la superposition d'une certaine fraction des positions du réseau de G1 et G2. Ce sous réseau est appelé réseau de coïncidence (CSL pour coïncident site lattice en anglais) et est principalement caractérisé par le ratio  $\Sigma$  de la densité des positions atomiques dans le cristal parfait (G1 ou G2) sur la densité des positions coïncidentes. Pour les cristaux de symétrie cubique  $\Sigma$  est toujours impair et pour une orientation donnée de  $\rho = [uvw]$  l'angle  $\theta$  permettant d'obtenir la valeur de  $\Sigma$  désirée est calculable à partir des relations suivantes :

$$\tan\left(\frac{\theta}{2}\right) = \frac{m}{n} \sqrt{u^2 + v^2 + w^2} \quad (\text{I.1})$$

avec  $m$  et  $n$  des entiers qui doivent satisfaire :

$$\Sigma = n^2 + m^2(u^2 + v^2 + w^2) \quad (\text{I.2})$$

(En pratique des valeurs croissantes de  $m$  et  $n$  sont testées jusqu'à satisfaire l'équation I.2 puis  $\theta$  est estimé en injectant la solution trouvée dans l'équation I.1). Les valeurs que peut prendre  $\Sigma$  vont de 1, lorsque G1 et G2 sont parfaitement coïncidents (pas de désorientation), jusqu'à l'infini. Cependant la coïncidence géométrique n'a d'implications physiques significatives que lorsque  $\Sigma$  n'est pas trop élevé ( $\Sigma < 100$  en général) ce qui limite son utilisation au cas des joints de grands angles pour lesquels il existe des  $\Sigma$  petits. Cette notion de coïncidence a été étendue par Bollmann dans sa théorie du "réseau O" [33]. Le réseau O est le lieu des points ayant les mêmes coordonnées internes dans chacun des grains (en considérant tout l'espace, pas seulement les positions des nœuds du réseau) : c'est donc le réseau des points de "bon raccordement" entre ces grains. Contrairement au réseau de coïncidence, il existe un réseau O pour n'importe quelle désorientation entre les grains.

A titre d'exemple la figure I.7a montre la projection [110] du réseau dichromatique pour  $\Sigma = 3$  obtenu en désorientant G2 par rapport à G1 d'un angle de  $70,53^\circ$  autour de l'axe [110] ( $m = n = 1$ , l'angle calculé directement est  $\theta = 109,47^\circ$  qui est complémentaire à  $70,53^\circ$  en raison de la symétrie double autour de [110]). Une maille élémentaire de la CSL, qui a une symétrie hexagonale, est montrée dans laquelle on dénombre bien 3 atomes de G1 (ou de G2). Trois possibilités de plans de joint sont sélectionnés parmi des plans appartenant à la CSL, c.à.d ne contenant que des positions coïncidentes. Plus un plan de la CSL est dense plus il sera considéré comme un "bon candidat" pour faire office de plan de joint car meilleur est sa capacité à connecter les deux grains. Sur la figure I.7b est montré le bicristal non relaxé associé au réseau dichromatique voisin. Pour le fabriquer il suffit de supprimer les nœuds de G2 et les nœuds de G1 situés respectivement à l'intérieur et à l'extérieur de la région pointée par les 3 normales  $\mathbf{n}_1$ ,  $\mathbf{n}_2$  et  $\mathbf{n}_3$ . Les plans normaux à  $\mathbf{n}_1 = [\bar{1}11]_{G1}/[\bar{1}1\bar{1}]_{G2}$  et  $\mathbf{n}_2 = [1\bar{1}2]_{G1}/[\bar{1}12]_{G2}$  sont des plans miroir du bicristal et par conséquent peuvent être qualifiés de joints symétriques [34].  $\mathbf{n}_1$  est souvent appelé joint de macle cohérent dans la littérature puisqu'il s'agit bien du même type d'interface stable que l'on retrouve entre une macle et sa matrice dans les cristaux cfc. De plus la densité

de nœuds coïncidents dans ce joint est maximale (dans ce plan tous les nœuds sont coïncidents).  $\mathbf{n}_2$  est aussi un joint symétrique mais moins dense, et potentiellement moins stable, que  $\mathbf{n}_1$ .  $\mathbf{n}_3$  est un exemple de joint asymétrique. Bien qu'elles aient la même densité atomique, les familles de plans parallèles à  $\mathbf{n}_3 = [\bar{7}7\bar{2}]_{G1}/[\bar{1}1\bar{1}0]_{G2}$  situées dans G1 d'une part et dans G2 d'autre part n'ont pas les mêmes indices. En conséquence on peut constater qu'il n'y a pas de symétrie miroir associée au plan de ce joint.

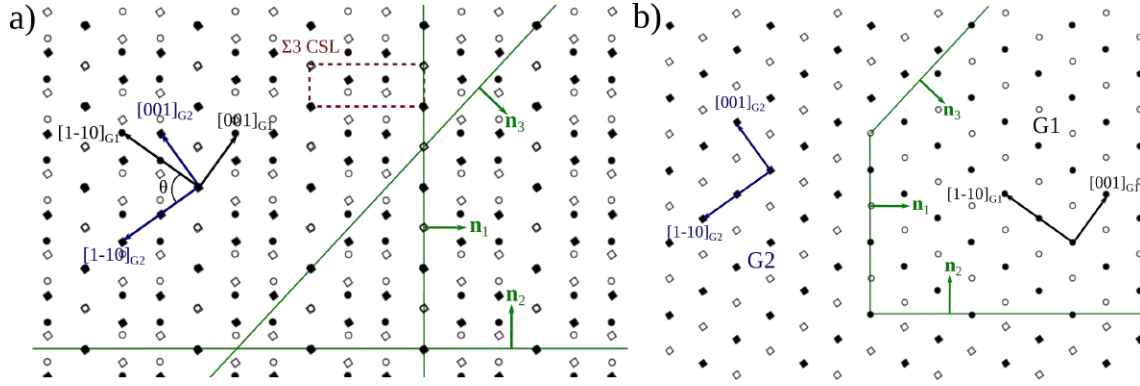


FIGURE I.7 – a) Projection  $[110]$  du réseau dichromatique  $\Sigma 3$  obtenu par la rotation de G2 par rapport à G1 d'angle  $\theta = 70,53^\circ$  autour de l'axe  $\rho = [110]$ . Les cercles sont des nœuds de G1 et les carrés des nœuds de G2 et les symboles pleins et creux sont positionnés respectivement à  $+\frac{1}{4}[110]$  et  $-\frac{1}{4}[110]$  du plan de la page. Les tirets entourent une maille élémentaire de la CSL. Les plans de normale  $\mathbf{n}_1$ ,  $\mathbf{n}_2$  et  $\mathbf{n}_3$  indiquent plusieurs possibilités dans le choix du plan de joint. b) Bicristal non relaxé fabriqué à partir du réseau dichromatique montré en a). Les nœuds de G2 ont été supprimés du côté ou pointent les 3 normales et ceux de G1 ont été supprimés de l'autre côté.  $\mathbf{n}_1 = [\bar{1}11]_{G1}/[\bar{1}1\bar{1}]_{G2}$  et  $\mathbf{n}_2 = [1\bar{1}2]_{G1}/[1\bar{1}2]_{G2}$  sont des joints symétriques alors que  $\mathbf{n}_3 = [\bar{7}7\bar{2}]_{G1}/[\bar{1}1\bar{1}0]_{G2}$  est asymétrique.

Un autre intérêt majeur lié au cadre de l'étude des bicristaux coïncidents est de pouvoir dénombrer les défauts de joints géométriquement permis. Cet aspect sera détaillé dans la section 2.3.

### 2.2.3 Le modèle du joint de grains décrit comme un réseau de dislocations

Un des premiers modèles montrant l'équivalence entre un joint de grains et un réseau ordonné de dislocations est celui proposé par Read et Shockley en 1950 [9]. Ils remarquent qu'au niveau d'un joint de grains de flexion il y a des familles de plans denses qui se terminent et qui doivent par conséquent produire des dislocations. Ces dislocations dont la fonction est d'accommoder l'écart par rapport à la structure du cristal parfait sont dites intrinsèques primaires. Un exemple de joint de faible angle ( $\theta = 10^\circ$ ) symétrique se trouvant dans un cristal cubique simple est considéré sur la figure I.8a. Les plans denses quasi parallèles au joint sont montrés non relaxés afin de comprendre l'origine géométrique du modèle de Read et Shockley. Il apparaît en effet que la continuité de ces plans est rompue au joint entraînant l'apparition d'un réseau de dislocations coins dans le joint. La densité de ces dislocations est calculable indépendamment pour chaque grain et dans ce cas elle est identique comme montré en figure I.8b et vaut :  $\frac{1}{d_1} = \frac{1}{d_2} = \frac{\sin(\frac{\theta}{2})}{a_0}$ ,  $\frac{1}{d_1}$  et  $\frac{1}{d_2}$  étant les densités issues de G1 et G2 respectivement et  $a_0$  le paramètre de maille. La densité totale de dislocations est alors égale à la somme de ces densités calculées par grain ce qui donne  $\frac{1}{d} = \frac{1}{d_1} + \frac{1}{d_2} = 2\frac{\sin(\frac{\theta}{2})}{a_0}$ . La norme du vecteur de Burgers de ces dislocations est identique  $|\mathbf{b}_1| = |\mathbf{b}_2| = a_0 = b$  ce qui permet finalement d'écrire :

$$\frac{b}{d} = 2 \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \simeq \theta \quad (\text{I.3})$$

l'égalité approchée étant valable pour  $\theta$  petit.

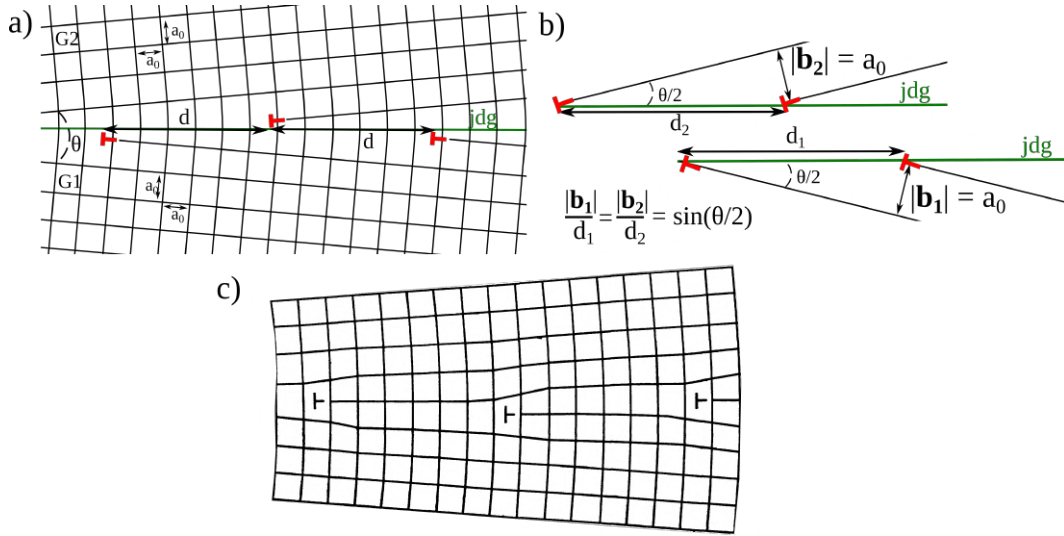


FIGURE I.8 – a) Joint symétrique de faible angle ( $\theta = 10^\circ$ ) dans un cristal cubique simple de paramètre de maille  $a_0$ . Des plans atomiques non relaxés issus de G1 et G2 se terminent au joint produisant un réseau de dislocations coins séparées d'une distance  $d$ . b) Schéma construit à partir de a) permettant de retrouver la dépendance de  $d_{1/2}$  avec  $\theta$  du modèle de Read et Shockley. c) Joint de faible angle similaire à a) dans lequel tous les plans sont relaxés (extrait de [35]). Entre les dislocations la structure du cristal parfait est restaurée, bien qu'élastiquement distordue.

Ainsi la densité de dislocations s'accroît lorsque la désorientation augmente. La figure I.8c montre un joint de faible angle comparable à celui de la figure I.8a dans lequel tous les plans sont relaxés. Entre les dislocations la structure du cristal parfait est rétablie moyennant l'apparition de distorsions élastiques. Dans ce joint les dislocations sont identiques et leur densité est estimable à partir de l'équation I.3. Comme il sera montré dans le chapitre II, ce type de relaxations est compatible avec la structure d'énergie minimum du joint  $\Sigma 41[001](450)$  déterminée numériquement à l'aide d'un potentiel simulant le cristal d'aluminium. Pour les joints de flexion asymétriques ce modèle prédit l'existence de deux familles de dislocations coins ayant chacune leur propre densité. Dans le cas des joints de torsion pure deux familles de dislocations vis sont nécessaires. Un autre résultat important du modèle de Read et Shockley est que ces réseaux réguliers de dislocations ne produisent pas de champ de contrainte à longue portée. Par conséquent l'énergie élastique par unité de surface d'un joint décrit par ce modèle de dislocations est indépendante de la taille du cristal et se concentre au niveau de la position du joint lui-même. C'est une fonction continue de l'angle  $\theta$  et pour un cristal isotrope elle s'écrit :

$$E = E_0 \theta (A - \ln(\theta)) \quad (\text{I.4})$$

où  $E_0$  et  $A$  sont des constantes dépendant de l'orientation du plan du joint, des modules élastiques du matériau et du rayon de cœur des dislocations.

Le modèle de dislocations d'un joint de grains quelconque peut être déterminé en résolvant l'équation de Frank [34], qu'il a proposé en 1950, qui généralise l'approche de Read et Shockley. Cette équation (numéro I.5) s'établit en considérant le tracé d'un circuit de Burgers ayant de longues composantes parallèles au joint, voir la figure I.9a. Lorsque ce circuit est reporté dans le réseau médian (RM), qui est tourné de  $+\frac{\theta}{2}$  par rapport à G1 et  $-\frac{\theta}{2}$  par rapport à G2, il apparaît alors que le défaut de fermeture  $\mathbf{B}$  s'exprime comme une fonction continue de  $\theta$  :

$$\mathbf{B} = [R(\frac{\theta}{2}) - R(-\frac{\theta}{2})]\mathbf{p} = 2 \sin(\frac{\theta}{2})\boldsymbol{\rho} \wedge \mathbf{p} \quad (\text{I.5})$$

où  $\mathbf{p}$  est le vecteur représentant les longues traverses du circuit,  $R(\frac{\theta}{2})$  et  $R(-\frac{\theta}{2})$  les matrices de rotation de G1 vers RM et G2 vers RM respectivement et  $\boldsymbol{\rho}$  est l'axe de rotation.  $\mathbf{B}$  est la somme du vecteur de Burgers des dislocations croisées par le vecteur  $\mathbf{p}$  lorsqu'il est tracé dans le joint comme l'illustre la figure I.9b pour le cas d'un réseau de deux familles de dislocations intergranulaires non parallèles. Pour un joint de grain quelconque trois familles de dislocations ayant des vecteurs de Burgers linéairement indépendants sont nécessaires afin d'accommoder la désorientation. En décomposant  $\mathbf{B}$  dans la base des vecteurs de Burgers  $\mathbf{b}_i$  ( $i = 1,2,3$ ) des dislocations individuelles :

$$\mathbf{B} = \sum_{i=1}^3 (\mathbf{N}_i \cdot \mathbf{p}) \mathbf{b}_i \quad (\text{I.6})$$

$$\mathbf{N}_i = \frac{\mathbf{n} \wedge \mathbf{u}_i}{d_i} \quad (\text{I.7})$$

il est possible de prédire l'allure du réseau de dislocations intergranulaires. L'orientation du vecteur de ligne  $\mathbf{u}_i$  de la famille  $i$  (pour un joint de normale  $\mathbf{n}$ ) s'écrit :

$$\mathbf{u}_i = \frac{(\boldsymbol{\rho} \wedge \mathbf{b}_i^*) \wedge \mathbf{n}}{|(\boldsymbol{\rho} \wedge \mathbf{b}_i^*) \wedge \mathbf{n}|} \quad (\text{I.8})$$

et l'espacement entre les dislocations est :

$$d_i = \frac{1}{2 \sin(\frac{\theta}{2}) |(\boldsymbol{\rho} \wedge \mathbf{b}_i^*) \wedge \mathbf{n}|} \quad (\text{I.9})$$

avec  $\mathbf{b}_i^*$  ( $i = 1,2,3$ ) les vecteurs du réseau réciproque des  $\mathbf{b}_i$  ( $i = 1,2,3$ ) ( $\mathbf{b}_i \cdot \mathbf{b}_j^* = 2\pi\delta_{ij}$ ,  $\delta_{ij}$  est le delta de Kronecker).

L'application de l'équation de Frank au cas du joint de flexion symétrique donne la même solution que le réseau de dislocations soit décrit comme en figure I.8a ou comme en figure I.8c. Cette solution prend aussi la forme de l'équation I.3 avec cependant une légère différence :  $b = a_0 \cos(\frac{\theta}{2})$  [36]. Ainsi la densité de dislocations dans le joint est légèrement supérieure à celle prédite par le modèle de Read et Shockley bien que dans le cas des joints de faible angle les deux descriptions convergent.



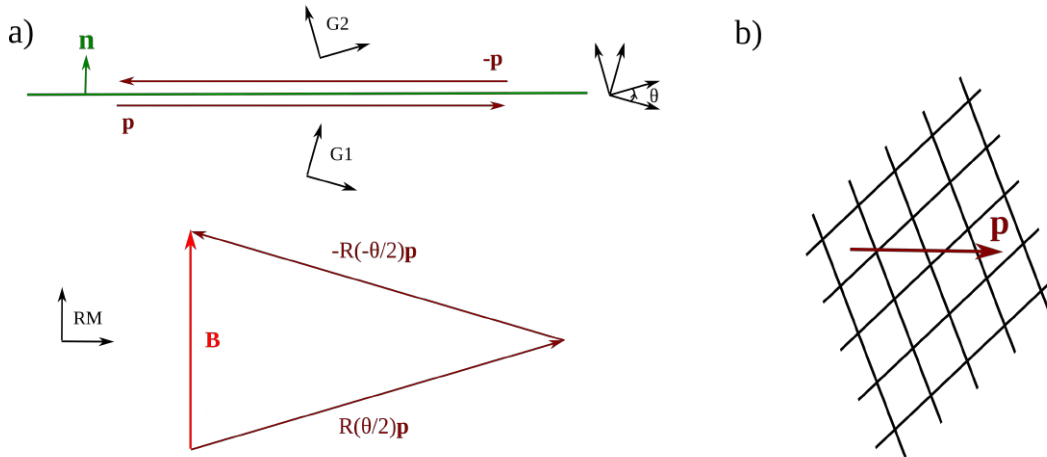


FIGURE I.9 – a) Schéma illustrant la procédure menant à l'équation de Frank. Un circuit de Burgers passant autour du joint de normale  $\mathbf{n}$  est tracé. De longues traverses parallèles au joint  $\mathbf{p}$  et  $-\mathbf{p}$  constituent l'essentiel du circuit et sont reportées dans le réseau médian (RM). Le défaut de fermeture  $\mathbf{B}$  représente la somme du vecteur de Burgers des dislocations croisées par le vecteur  $\mathbf{p}$  lorsqu'il est tracé dans le joint. La norme de  $\mathbf{B}$  varie continûment avec l'angle de désorientation  $\theta$ . b) Illustration schématique de l'intersection de  $\mathbf{p}$  avec un réseau de deux familles de dislocations intergranulaires.

Ces modèles prédisent que l'espacement entre les dislocations doit diminuer avec l'augmentation de la désorientation (de  $\theta$ ). L'équation I.3 prédit que  $d = 4a_0$  si la désorientation vaut  $\theta = 14,4^\circ$ , en posant  $b = a_0$  avec  $a_0$  le paramètre de maille d'un cristal cubique. Les dislocations sont donc très rapprochées et la réalité physique du modèle peut être questionnée. Il est généralement considéré qu'au delà de  $\theta_0 \approx 15^\circ$  les dislocations sont si proches que les cœurs commencent à se recouvrir impliquant qu'il ne semble plus raisonnable de décrire les jdgs comme un réseau discret de dislocations individuelles primaires (bien que des auteurs aient observé en MET le réseau de dislocations primaires d'un joint de flexion accommodant une désorientation proche de  $\theta = 22^\circ$  dans l'or [37]).

#### 2.2.4 Modèle des unités structurales

Les modèles décrits précédemment sont basés sur une approche géométrique dans laquelle la désorientation est accommodée par une certaine distribution de dislocations intrinsèques primaires dans le joint. Selon cette approche les matériaux ayant le même réseau de Bravais doivent former des joints de grains de même structure, or cette prédiction n'est pas tout le temps satisfaite [38]. La raison est une absence de prise en compte des DL microscopiques et des relaxations atomiques qui peuvent mener à l'obtention de structures différentes. Une autre démarche est adoptée dans le modèle des unités structurales où l'arrangement ordonné des atomes au joint est décrit comme la succession de petits groupes d'atomes répartis aux sommets de polyèdres appelés unités structurales. Ces unités structurales forment une base commune à la description de la structure des joints appartenant à une même série dans laquelle la désorientation cristalline varie continûment pour un plan médian du joint fixé. Les joints de la série dont la structure est formée de la répétition d'un même type d'unité structurale de courte période sont dits singuliers favorisés. Un joint général, c.à.d de plus longue période, dont l'angle  $\theta$  est situé entre les valeurs d'angles de deux joints singuliers favorisés doit pouvoir être décrit par un arrangement périodique des unités structurales qui composent ces mêmes joints singuliers. Si

on nomme  $A$  et  $B$  les unités structurales de ces joints singuliers alors la structure atomique du joint général peut être décrite par une séquence d'unités comme  $|AAAB|$  par exemple.

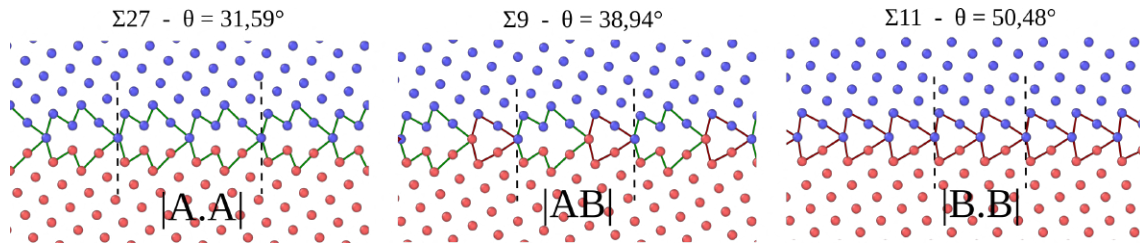


FIGURE I.10 – Exemple de 3 structures de joints de flexion de la série  $[110]$  obtenues par la minimisation de l'énergie potentielle à 0 K dans l'aluminium. Le potentiel utilisé est décrit dans la section 1.2.2 et le calcul de ces structures est inspiré du travail de Sutton et Vitek [39]. La structure atomique du joint général  $\Sigma 9$  peut s'analyser comme la succession d'une demi-période  $A$  du motif  $|A.A|$  du joint singulier favorisé  $\Sigma 27$  et d'une demi période  $B$  de la séquence  $|B.B|$  du joint singulier favorisé  $\Sigma 11$  ce qui donne bien une structure  $|AB|$ .

A titre d'exemple la figure I.10 montre la projection normale à  $[110]$  de la structure d'équilibre obtenue par la minimisation de l'énergie potentielle à 0 K de 3 joints de flexion d'axe de rotation parallèle à  $[110]$  dans l'aluminium. La structure de ces joints a déjà été déterminée et analysée en terme d'unités structurales dans l'étude de Sutton et Vitek publiée en 1983 [39]. Le potentiel utilisé ici (décrit en détail dans la section 1.2.2) est différent de celui qui a été employé par ces mêmes auteurs mais les résultats obtenus sont qualitativement identiques. Il apparaît que la structure des joints  $\Sigma 27$  et  $\Sigma 11$  peut être décrite comme la répétition d'un seul motif nommé respectivement  $|A.A|$  et  $|B.B|$ . Ces joints sont donc singuliers favorisés. Le joint  $\Sigma 9$  s'obtient par une rotation d'angle plus grand que celle menant au joint  $\Sigma 27$  et plus petit que celle donnant le joint  $\Sigma 11$ . Sa structure peut se définir comme la succession d'une demi période de la séquence  $|A.A|$  et d'une demi période de la séquence  $|B.B|$  donnant un motif  $|AB|$ . Dans ce cas la description en terme d'unités structurales fonctionne. L'intérêt majeur d'un tel modèle par rapport aux modèles géométriques présentés ci-dessus est sa capacité à prédire la structure atomique intergranulaire d'une série de joints de flexion pure (davantage vérifié si l'axe de rotation est de bas indices) connaissant les unités structurales possibles.

### 2.3 Les défauts structuraux dans les joints de grains

Les défauts admissibles dans les joints de grains ont été formalisés par Hirth qui s'est basé sur les travaux de Pond à ce sujet [22] [40]. Il est proposé de les désigner sous le terme générique de "disconnections" et nous allons suivre cette dénomination. Dans la littérature on trouve également les termes "dislocation de joint", "dislocation intergranulaire" ou encore "dislocation marche" et ils pourront aussi être utilisés dans la suite de ce manuscrit. Comme pour une dislocation dans un cristal, le processus de Volterra peut être utilisé pour générer une disconnection dans un bicristal : pour ce faire deux surfaces différentes sont sélectionnées dans un cristal et les défauts topologiques résultant de leur accollement sont recherchés, voir la figure I.11. Une disconnection est donc un défaut linéaire attaché à une interface ayant à la fois un caractère de dislocation et de marche. L'effet d'une marche est de produire une discontinuité dans la position du plan du joint de grains. Un couple  $(\mathbf{b}, h)$  est alors associé à chaque disconnection ou  $\mathbf{b}$  est son vecteur de Burgers et  $h$  sa hauteur de marche. Le vecteur

de Burgers peut s'écrire comme une différence entre deux translations sélectionnées parmi celles du grain 1 (G1) et du grain 2 (G2) :

$$\mathbf{b} = \mathbf{t}_{G1} - \mathbf{t}_{G2} \quad (\text{I.10})$$

où  $\mathbf{t}_{G1}$  et  $\mathbf{t}_{G2}$  représentent des vecteurs appartenant à l'ensemble des translations de G1 et G2 respectivement. La hauteur de marche  $h$  s'exprime comme la moyenne des hauteurs de marches calculées dans chacun des grains soit :

$$h = \frac{h_{G1} + h_{G2}}{2} = \frac{(\mathbf{t}_{G1} + \mathbf{t}_{G2}) \cdot \mathbf{n}}{2} \quad (\text{I.11})$$

où  $\mathbf{n}$  est la normale au joint.

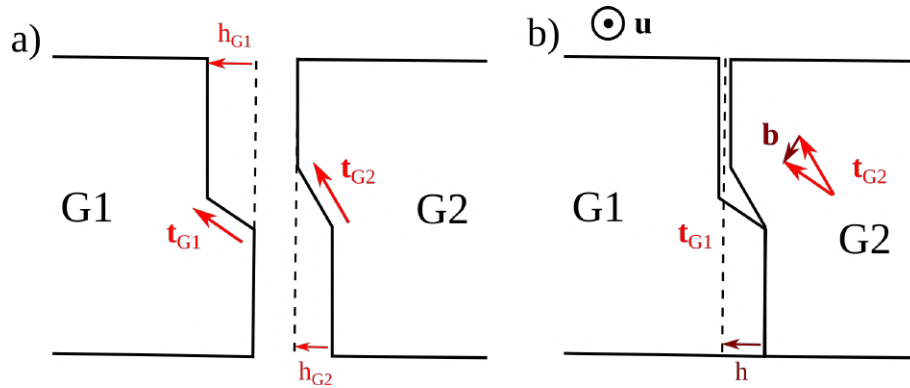


FIGURE I.11 – Schémas illustrant la formation d'une disconnection à une interface entre deux cristaux. Les deux grains sont montrés séparés en a) et ils sont mis en contact en b). Les deux surfaces sont incompatibles et il se forme une disconnection de vecteur de Burgers  $\mathbf{b} = \mathbf{t}_{G1} - \mathbf{t}_{G2}$  et de hauteur de marche  $h = \frac{h_{G1} + h_{G2}}{2} = \frac{(\mathbf{t}_{G1} + \mathbf{t}_{G2}) \cdot \mathbf{n}}{2}$ .

Précédemment il a été dit que le vecteur de Burgers des dislocations se déplaçant dans les métaux de structure cfc est en général déterminé comme appartenant à l'ensemble des plus petites translations de la structure soit des vecteurs du type  $\frac{1}{2} \langle 110 \rangle$ . Après le passage d'une telle dislocation l'objet est cisailé mais la structure cristalline est conservée. De façon analogue dans les bicristaux coïncidents des translations qui conservent la symétrie du réseau dichromatique et donc la CSL. Ces translations forment le réseau des déplacements DSC (displacement symmetry conserving) [41] qui se définit comme l'ensemble des translations reliant les positions du réseau d'un grain aux positions du réseau de l'autre grain :  $\mathbf{t}_{DSC} = \mathbf{t}_{G1} - \mathbf{t}_{G2}$ . Les réseaux CSL et DSC sont reliés par une relation de réciprocité comme l'a montré Grimmer [42]. Sur la figure I.12 le réseau DSC du bicristal coïncident  $\Sigma 3$  est tracé et deux exemples de translations appartenant à cet ensemble sont montrés. Toutes les positions atomiques sont associées à un nœud du réseau DSC mais la réciproque n'est pas vraie. Ainsi la CSL, le réseau des positions de G1 et celui de G2 sont des sous-réseaux du réseau DSC (mentionnons que l'on se limite aux mailles monoatomiques pour lesquels les noeuds du réseau sont aussi les positions atomiques). Comme présenté en figure I.12, si les atomes de G2 sont déplacés d'un vecteur  $\frac{1}{3}[1\bar{1}1]_{G2}$  où  $\frac{1}{6}[\bar{1}12]_{G2}$

alors l'origine de la CSL est déplacée au bout de la flèche représentant la translation DSC considérée. Si un joint de grains est positionné au niveau d'un plan coïncident alors sa structure doit être conservée, mais pas forcément sa position. Ces mouvements peuvent associer une translation relative des grains au joint avec un changement de la position de ce dernier et sont donc à considérer dans l'étude la migration couplée au cisaillement des joints de grains. Les défauts produisant ce couplage sont les vecteurs de Burgers des disconnections.

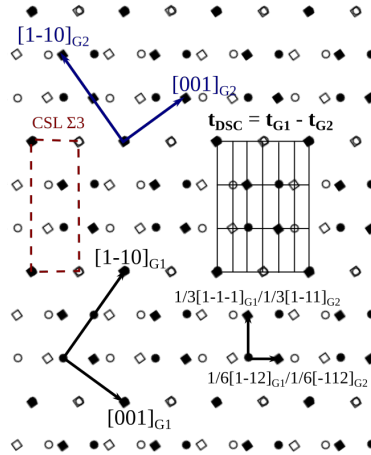


FIGURE I.12 – Réseau dichromatique  $\Sigma 3$  formé par l'interpénétration de deux réseaux cristallins ( $G_1$  et  $G_2$ ) de structure cfc désorientés de  $\theta = 70,53^\circ$  autour de l'axe  $[110]$ . Le réseau des translations appelées DSC (pour "displacement symmetry conserving" en anglais) est défini par la différence entre les translations de  $G_1$  et de  $G_2$  :  $t_{DSC} = t_{G_1} - t_{G_2}$ . Le réseau dichromatique est invariant lors du déplacement de  $G_1$  ou  $G_2$  d'une translation DSC (à un déplacement de l'origine de la CSL près). Deux exemples sont montrés avec des translations DSC perpendiculaire entre elles dont les vecteurs peuvent s'exprimer dans le système d'axes de  $G_1$  ou de  $G_2$ .

Il est maintenant possible de distinguer différents cas en fonction de la nature de  $\mathbf{b}$  et  $h$ . Pour commencer il y a le cas général où  $\mathbf{b} \neq \vec{0}$  et  $h \neq 0$ . La figure I.13 est un exemple illustrant cette situation. Sur la figure I.13a un bicristal coïncident  $\Sigma 3$  issu de la désorientation de deux cristaux d'aluminium autour de l'axe  $[110]$  et contenant un joint parallèle à la famille de plans  $(1\bar{1}\bar{1})_{G_1}/(1\bar{1}\bar{1})_{G_2}$  est montré. Une notation plus condensée pour décrire ce joint coïncident est  $\Sigma 3[110](1\bar{1}\bar{1})$ . Les atomes sont colorés en fonction de la disposition spatiale de leurs voisins [43] ce qui permet ici de facilement visualiser la position du joint. Une marche de hauteur égale à un espacement inter-plans  $(1\bar{1}\bar{1})$ , soit  $h = 0,234$  nm, est visible et localisée au niveau de la colonne d'atomes colorés en blanc. Un circuit de Burgers est effectué autour de cette marche et est reproduit dans le réseau dichromatique de la figure I.13b [44]. Notons qu'il est nécessaire que le circuit passe par des atomes qui sont à des positions équivalentes dans la structure périodique du joint [45]. Un défaut de fermeture est constaté et le vecteur de Burgers associé est  $\mathbf{b} = \frac{1}{6}[1\bar{1}\bar{2}]_{G_1}$ .

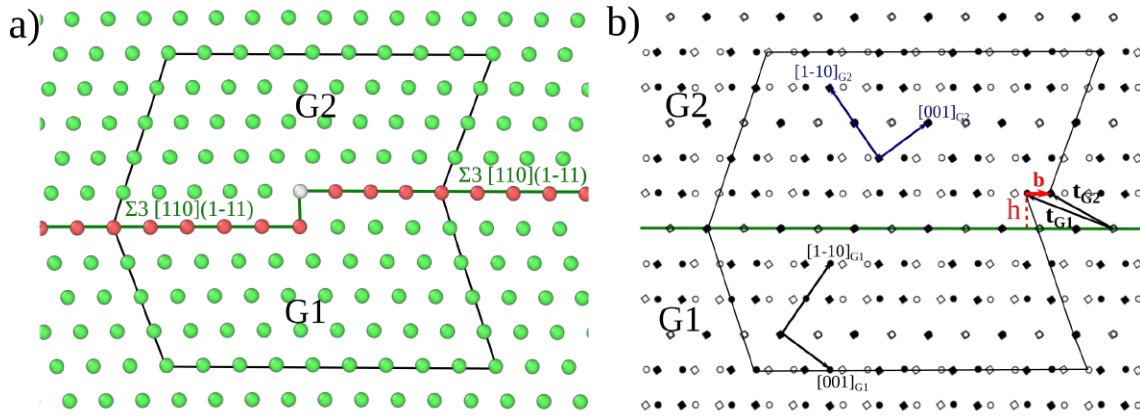


FIGURE I.13 – a) Une disconnection introduite dans le joint  $\Sigma 3[110](1\bar{1}1)$  parfait dans l'aluminium est identifiée à l'aide d'un circuit de Burgers. Les atomes sont colorés selon la nature de leur environnement immédiat (common neighbor analysis, voir [43]) ce qui permet de repérer immédiatement la position du joint qui est situé au niveau des atomes rouges. La marche de la disconnection dont la hauteur vaut une distance inter-plans  $(1\bar{1}1)$ , soit  $h = 0,234$  nm, est localisée au niveau de la colonne atomique colorée en blanc. Elle s'étend dans la direction normale à l'image. Comme pour une dislocation cette direction définit la direction de la ligne. b) Le circuit de Burgers est retracé dans le réseau dichromatique  $\Sigma 3$  et montre un défaut de fermeture correspondant à  $\mathbf{b} = \frac{1}{6}[1\bar{1}2]_{G1}$ .

La marche pure est un cas particulier pour lequel  $\mathbf{b} = \vec{0}$  et  $h \neq 0$ . Un exemple de marche pure dans le joint  $\Sigma 3[110](1\bar{1}1)$  est montré en figure I.14a. Un circuit de Burgers effectué autour de cette marche reste fermé lorsqu'il est reproduit dans le réseau dichromatique. En conséquence  $\mathbf{t}_{G1} = \mathbf{t}_{G2}$  et les vecteurs pointent vers le même nœud coïncident. Dans ce cas, la hauteur de marche est un multiple entier de la périodicité de la CSL dans la direction normale au joint et ici cela donne  $h = a_0\sqrt{3} = 0,7$  nm. La marche pure peut être également vue comme une nano facette perpendiculaire au joint initial qui peut aussi être décrite comme un joint coïncident de type  $\Sigma 3[110](\bar{1}12)$  ici. Si l'orientation du plan d'un joint dévie légèrement d'un angle  $\Delta\alpha$  de celle d'une famille de plans denses de la CSL alors une alternance de marches pures et de portions de joint coïncident peut se former, voir figure I.14b, dans le but de maximiser la surface de joint localisée dans la famille de plans coïncidents.

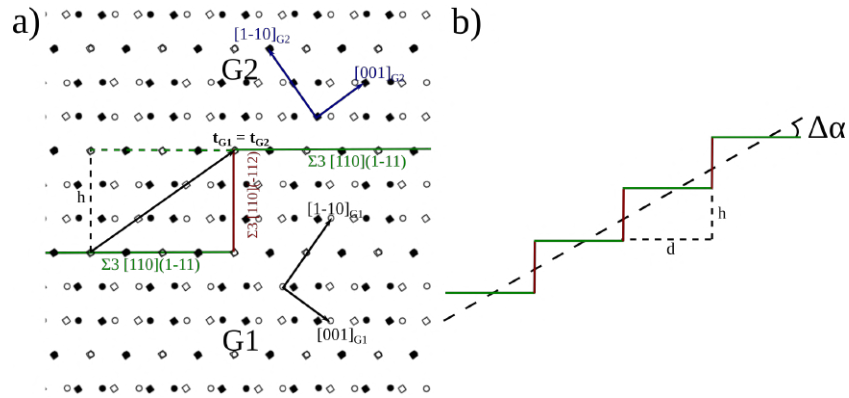


FIGURE I.14 – a) Marche pure dans le joint  $\Sigma 3[110](\bar{1}\bar{1}1)$ . Un circuit de Burgers tracé autour de cette marche reste clos une fois reproduit dans le réseau dichromatique d'où  $\mathbf{t}_{G1} = \mathbf{t}_{G2}$ . La hauteur de marche est  $h = a_0\sqrt{3} = 0,7$  nm. La marche pure peut aussi être décrite comme une facette de joint  $\Sigma 3[110](\bar{1}\bar{1}2)$  normale au joint initial. b) Structure d'un joint dont le plan dévie légèrement d'un angle  $\Delta\alpha$  de l'orientation des plans denses de la CSL. Une alternance de marches pures et de portions de joint coïncident se produit. Dans le cas d'une distribution homogène de marches identiques la densité de marches est  $d^{-1} = \frac{\tan(\Delta\alpha)}{h}$ .

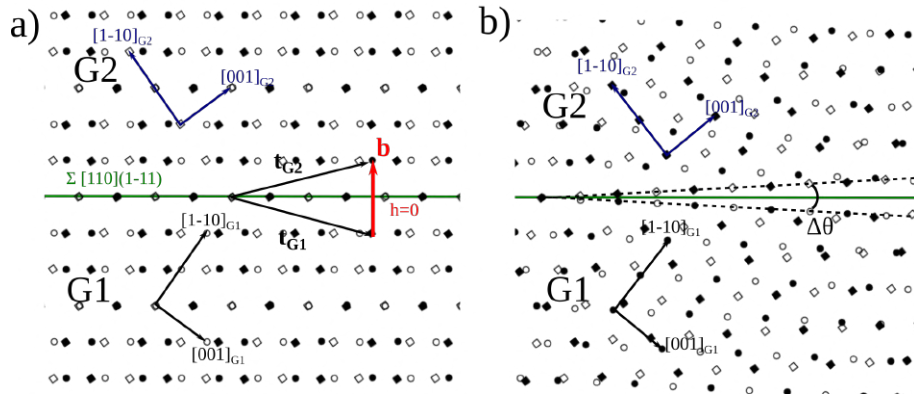


FIGURE I.15 – a) Exemple de disconnection du joint  $\Sigma 3[110](\bar{1}\bar{1}1)$  ayant une marche nulle  $h = 0$  et pour vecteur de Burgers  $\mathbf{b} = \frac{2}{3}[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_{G1}$ . b) Réseau dichromatique obtenu lorsque les grains du réseau  $\Sigma 3$  de a) ont subi une rotation additionnelle identique et opposée de  $\frac{\Delta\theta}{2} = 3^\circ$ . La CSL  $\Sigma 3$  est détruite mais l'ajout d'un sous joint de la disconnection montrée en a) dans le joint permet de rétablir la coïncidence dans les zones situées entre les disconnections. Ces disconnections sont souvent qualifiées de dislocations intrinsèques secondaires.

Un autre cas limite est celui de la disconnection qui ne produit pas de marche :  $\mathbf{b} \neq \vec{0}$  et  $h = 0$ . Un exemple d'un tel défaut est donné dans le réseau dichromatique de la figure I.15a. Le vecteur de Burgers est  $\mathbf{b} = \frac{2}{3}[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_{G1}$  parallèle à la normale au plan du joint et la hauteur de marche  $h = \frac{h_{G1} + h_{G2}}{2} = 0$ . Cette valeur de  $h$  résulte du fait que les hauteurs de marches calculées dans chaque grain sont égales

et opposées :  $h_{G1} = \mathbf{t}_{G1} \cdot \mathbf{n} = -\mathbf{t}_{G2} \cdot \mathbf{n} = -h_{G2}$ . De telles disconnexions sont souvent désignées comme des dislocations intrinsèques secondaires du fait de leur capacité à accommoder une légère déviation à l'orientation coïncidente  $\Delta\theta$ . Comme le montre la figure I.15b la coïncidence des sites peut être détruite par de telles déviations. La densité de ces dislocations peut être calculée en étendant le modèle de Read et Shockley au cas où l'état de référence est un bicristal coïncident de faible indice  $\Sigma$ . Brandon et al. proposèrent en 1964 de limiter l'amplitude maximale de la déviation angulaire qui peut être accommodée par  $\Delta\theta < \frac{\theta_0}{\sqrt{\Sigma}}$  ce qui donne une limite haute d'environ  $8,6^\circ$  lorsque  $\Sigma = 3$  [46]. Dans le cas montré en figure I.15b la déviation est  $\Delta\theta = 6^\circ$  et l'espacement prédit entre les dislocations est de  $d = \frac{|\mathbf{b}|}{2 \sin(\frac{\Delta\theta}{2})} \simeq 11a_0 = 4,46 \text{ nm}$  en prenant  $\mathbf{b} = \frac{2}{3}[1\bar{1}\bar{1}]_{G1}$ . Ainsi tout joint peut alors être décrit comme constitué d'un réseau de dislocations intrinsèques primaires dont les vecteurs de Burgers sont des translations du cristal auquel est superposé un réseau de dislocations intrinsèques secondaires dont les vecteurs de Burgers appartiennent au réseau DSC du joint en orientation de coïncidence [47].

Il est maintenant clair que dans les joints de coïncidence il peut se former des disconnexions dont le vecteur de Burgers est plus petit que celui des dislocations intragranulaires qui sont de type  $\frac{1}{2} < 110 >$  dans les cristaux cfc (par exemple  $|\frac{1}{6}[1\bar{1}2]| = \frac{a_0}{\sqrt{6}} < \frac{a_0}{\sqrt{2}}$ , voir figure I.13). L'énergie de formation d'une dislocation étant proportionnelle au carré de son vecteur de Burgers dans un cristal isotrope [3], le coût énergétique associé à la formation d'une disconnection peut être moindre par rapport à celui d'une dislocation intragranulaire. On conçoit alors qu'une dislocation qui entre en contact avec un jdg puisse avoir un intérêt à se décomposer en disconnexions afin de réduire son énergie élastique. Un moyen permettant d'évaluer qualitativement la faisabilité d'une réaction de décomposition consiste à utiliser le critère de Frank qui stipule qu'il faut que la somme des énergies de formation des produits doit être plus petite l'énergie de formation de la dislocation initiale [48]. Cependant il ne tient pas compte de l'énergie d'interaction élastique entre les produits de décomposition. De plus comme la réaction se produit dans un joint il faudrait également tenir compte de l'énergie des marches associées comme indiqué par Pond et Smith [49]. Rajabzadeh et al. ont par exemple défini un critère permettant de sélectionner les réactions de décomposition dans le joint  $\Sigma 41[001](450)$  dans l'aluminium qui aboutissent à un compromis acceptable entre la réduction de l'énergie élastique et l'augmentation de l'énergie de marches [50]. Leur travail montre qu'il existe souvent plusieurs décompositions possibles pour une dislocation donnée et que l'on peut s'attendre pour certaines réactions à observer des produits avec de grandes marches en comparaison de celle associée à la dislocation initiale lorsqu'elle est en contact avec le joint. En pratique il est souvent considéré que les réactions les plus favorables doivent conduire à la formation d'un nombre minimum de marches au joint, bien que ce critère ne soit pas rigoureusement justifié.

### 3 Les mécanismes de migration des joints de grains

Il est reconnu aujourd'hui que les joints de grains ont aussi bien un rôle d'obstacle à la propagation des dislocations d'un grain à l'autre qu'un rôle de vecteur de la plasticité par des mécanismes de déformation qui leur sont propres, en particulier dans les matériaux nanocristallins. La rotation des grains [15] [17] [16], le glissement aux joints [8] [13] [14], le fluage par diffusion aux joints [12], la déformation par maclage [18], la MJCC ou encore la nucléation/transmission des dislocations au joint [51] sont autant d'exemples de ces mécanismes. La figure I.16 est un schéma qui illustre quelques-uns de ces différents modes de déformation. La contribution de chacun de ces mécanismes à la déformation globale dépend de nombreux paramètres comme la taille des grains, la température ou encore la répartition de la contrainte. Parmi ces paramètres la variation de la taille des grains semble avoir un impact majeur sur la nature des mécanismes de déformation. Legros et al. ont par exemple montré qu'il

se produisait des mouvements rapides de joints (au delà de 30 nm/s en moyenne) lors de la traction in-situ MET d'une lame mince d'aluminium nanocristallin à température ambiante [6]. Ce résultat n'était pas compatible avec l'idée que la migration des joints est contrôlée par la réduction de leur courbure assistée par diffusion. En ajoutant que les vitesses de migration observées se répartissent sur plusieurs ordres de grandeurs les auteurs ont suggéré une contribution de mécanismes athermiques (ou à faible activation thermique) et dont la vitesse de migration du joint dépend de sa structure.

Cette idée, considérée dans les travaux de Read et Shockley dès 1950 [9], a été largement discutée au travers d'expériences de déformation macro et microscopiques sur des microcristaux ou des bicristaux le plus souvent métalliques [10] [52]. Ces systèmes ont l'avantage d'être formés de joints plans ou facettés ce qui permet de fixer les DL macroscopiques contrairement aux joints incurvés composant les nanocristaux. De plus la réduction de la courbure des joints comme force motrice de la migration y est supprimée ce qui facilite l'étude de l'effet d'autres forces motrices comme l'application d'une contrainte [53]. La relative simplicité de ces systèmes permet également d'étudier la migration d'un joint dans un bicristal idéal par des simulations atomistiques comme la dynamique moléculaire.

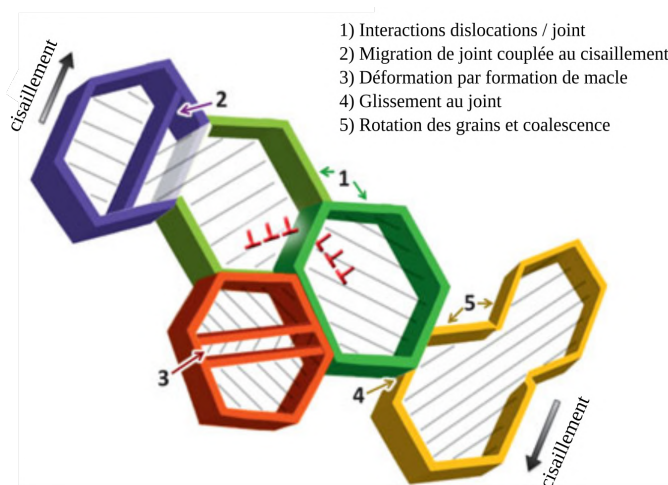


FIGURE I.16 – Schéma résumant les principaux mécanismes de déformation observés dans les polycristaux à taille de grains nanométriques. Reproduit d'après [54].



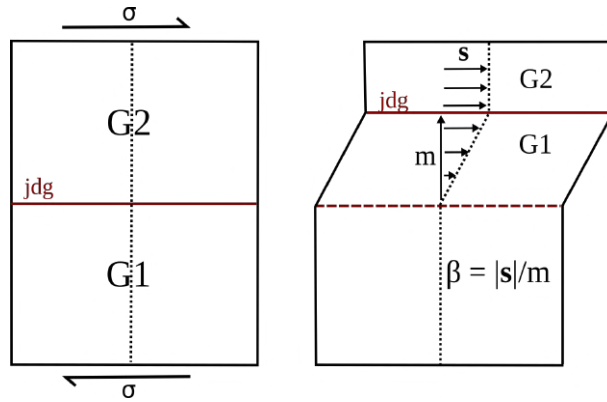


FIGURE I.17 – Représentation schématique du mécanisme de la migration de joint couplée au cisaillement. Un joint se déplace sur une distance  $m$ , sa position actuelle étant en trait plein et sa position initiale en tirets, sous l'effet d'une contrainte de cisaillement  $\sigma$  et simultanément se produit une translation de G2 par rapport à G1 d'un vecteur  $\mathbf{s}$ . La ligne initialement verticale en pointillés représente des marqueurs situés à la surface du bicristal (par exemple rainure ou nanoparticules dispersées) permettant une mesure du déplacement des grains. L'intensité du couplage est donnée par  $\beta = \frac{|\mathbf{s}|}{m}$ .

La MJCC étant le principal mécanisme sur lequel les travaux de cette thèse ont porté, une définition macroscopique plus complète et visuelle est donnée en figure I.17. L'exemple d'un bicristal soumis à une contrainte de cisaillement parallèle au plan du joint et relaxant cette contrainte par MJCC y est donné. Le bicristal de gauche est dans un état initial où les grains G1 et G2 sont séparés par un joint plan horizontal (jdg). L'état après relaxation de la contrainte est illustré par le bicristal de droite. Le joint s'est déplacé sur une distance  $m$  en cisillant sur son passage la matière traversée. Le déplacement  $\mathbf{s}$ , mesuré par rapport à la position initiale de G1, est donc fonction de la position pour la matière située entre l'ancienne et l'actuelle localisation du joint.  $\mathbf{s}$  devient constant et prend sa valeur maximum dans G2 qui est utilisée pour calculer l'intensité du couplage  $\beta = \frac{|\mathbf{s}|}{m}$ .

Dans la suite les principaux modèles existants reliant la migration des joints à leur structure seront présentés avec des exemples d'études expérimentales associées.

### 3.1 Le modèle de migration de Read et Shockley

Dans leur article de 1950 [9] Read et Shockley ont également discuté la question de la migration des joints sous contrainte. Il est montré qu'un joint de flexion symétrique [001] dans un cristal cubique est soumis à une pression lorsque le bicristal supporte une contrainte de cisaillement. Si  $\sigma$  désigne l'intensité de la contrainte et  $\theta$  l'angle de désorientation cette pression au joint s'écrit  $\sigma\theta$  si  $\theta$  est petit. Comme on l'a vu en section 2.2.3 un joint de flexion symétrique de faible angle est conçu comme un mur de dislocations primaires identiques de densité  $d^{-1} = \frac{2 \sin(\frac{\theta}{2})}{|\mathbf{b}|} \simeq \frac{\theta}{|\mathbf{b}|}$ ,  $\mathbf{b}$  étant le vecteur de Burgers des dislocations (voir figure I.19a). Ainsi dans cette description, la pression au joint provient de l'interaction des dislocations primaires avec la contrainte de cisaillement qui est quantifiée par le calcul de la force de Peach-Koehler qui s'écrit :

$$\mathbf{F} = \bar{\sigma}(\mathbf{b}) \wedge \mathbf{u} \quad (\text{I.12})$$

où  $\bar{\sigma}$  désigne le tenseur des contraintes,  $\mathbf{u}$  le vecteur de ligne des dislocations et  $\mathbf{F}$  est la force par unité de longueur de dislocation exercée par la contrainte appliquée sur les dislocations du joint. Dans le cas présent la force est normale au plan du joint et son intensité vaut  $|\mathbf{F}| = |\mathbf{b}|\sigma$ . Le calcul du produit  $|\mathbf{F}|d^{-1} = \sigma\theta$  redonne bien l'expression de la pression mentionnée plus haut. Il apparaît que plus la densité de dislocations primaires est grande et plus la pression au joint est importante pour une même valeur de contrainte.

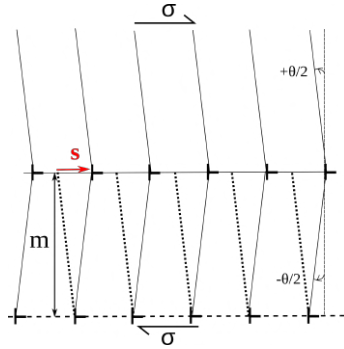


FIGURE I.18 – Schéma de la migration d'un joint de flexion [001] symétrique. Pour que les plans montrés se rencontrent de nouveau au joint après migration il faut que  $\frac{|\mathbf{s}|}{m} = 2 \tan(\frac{\theta}{2})$ . Dans ce cas la structure initiale du joint est conservée.

La migration de ce joint symétrique s'effectue par le glissement pur des dislocations primaires, voir figure I.19a. Pour un joint de flexion asymétrique, deux familles de dislocations coins parallèles sont nécessaires à la structure du joint comme le montre la figure I.19b. La force exercée par la contrainte appliquée est alors normale au plan de glissement pour chaque famille et tend à déplacer les dislocations par montée pure en altérant la régularité de leur distribution. Cependant les forces d'interaction mutuelle entre les dislocations agissent plutôt dans le sens du maintien de la structure d'énergie minimum où elles sont régulièrement espacées. Au final c'est le déplacement du mur entier de dislocations dans la direction normale au joint qui se produit, comme montré [34]. Ainsi, les dislocations se déplacent par une combinaison de glissement et de montée, montée qui est rendue possible par le flux diffusif de matière entre les deux familles de dislocations qui est matérialisé par les flèches incurvées de la figure I.19b. La conservation de la structure du joint au cours de la migration impose une dépendance entre le déplacement relatif des grains  $\mathbf{s}$  et l'amplitude de cette migration  $m$ , quelque soit le mécanisme microscopique activé, comme montré en figure I.18. Le facteur de couplage s'exprime alors comme fonction de la désorientation seule et s'écrit  $\frac{|\mathbf{s}|}{m} = 2 \tan(\frac{\theta}{2})$  [35].

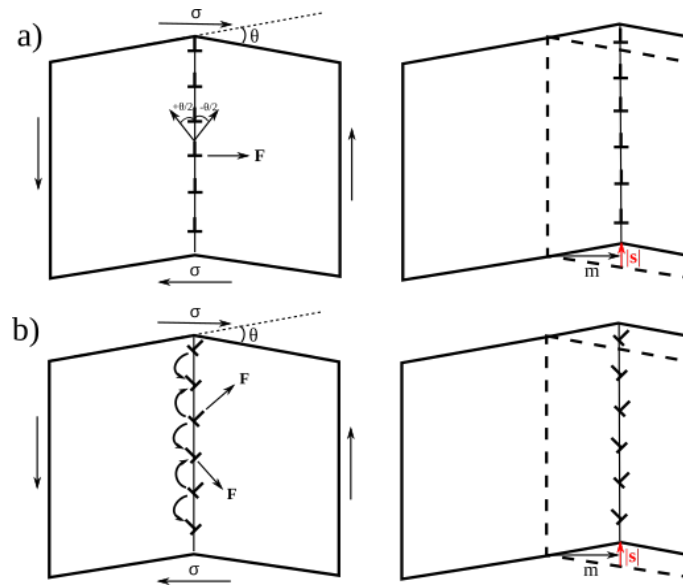


FIGURE I.19 – Schéma illustrant la migration des joints de faible angle sous contrainte de cisaillement.  $\mathbf{F}$  est la force de Peach-Koehler exercée par la contrainte sur une famille de dislocations donnée. a) Cas du joint de flexion symétrique, composé d'une seule famille de dislocations identiques, dont la migration est réalisée par le glissement des dislocations primaires dans leur plan de glissement. b) Exemple d'un joint de flexion asymétrique pour lequel le mécanisme de migration requiert le glissement et la montée des deux familles de dislocations primaires qui le composent. Les flux diffusifs de matière entre les deux familles de dislocations permettant la montée sont représentés par les flèches incurvées.

Une des premières confirmations expérimentales de la possibilité de migration des joints de faible angle sous contrainte a été fournie par Washburn et Parker dans un article de 1952 [10]. Ils observent au microscope optique la réponse d'un bicristal de zinc à l'application d'une force parallèle au joint du côté d'un grain pendant que l'autre grain est maintenu fixé par un étai. Le joint étudié est symétrique de flexion pure et accommode une rotation de  $\theta = 2^\circ$  entre les familles de plan basal des grains (0001). Sous l'effet de la contrainte appliquée la migration du joint sur 0,1 mm est observée. L'inversion de la force exercée entraîne la migration du joint dans le sens opposé sur une distance de 0,4 mm. Read interpréta ce résultat comme une confirmation de la structure des joints de faible angle décrite par une distribution homogène de dislocations identiques.

### 3.2 Le modèle de Cahn

Le calcul du réseau de dislocations composant la structure d'un joint de faible angle par la résolution de l'équation de Frank, voir section 2.2.3 équation I.5, peut conduire à une multiplicité des solutions en raison des symétries cristallines. L'opération de rotation transformant le réseau d'un grain donné en le réseau d'un autre peut en effet s'écrire de plusieurs façons différentes mais équivalentes. Par exemple un joint de flexion symétrique de plan (hkl) formé par une rotation d'axe  $\rho$  et d'angle  $\theta$  peut aussi être décrit comme un joint de torsion d'angle  $180^\circ$  autour de l'axe [hkl] pour un matériau centrosymétrique [38]. De façon générale si  $R$  est la représentation matricielle dans une base donnée de la rotation du grain de référence vers l'autre grain alors  $SR$  est aussi un choix possible si  $S$  est une opération de

symétrie du cristal. Avec un cristal cubique il existe donc 24 rotations différentes pour décrire la même désorientation entre deux grains. Le modèle de dislocations calculé par l'équation I.5 est dépendant de la description choisie pour la rotation alors que physiquement le joint à une structure atomique bien déterminée.

Dans leur article [55] Cahn et al. remarquent cette ambiguïté et montrent que plusieurs solutions de l'équation de Frank peuvent avoir une signification physique dans le cas des joints de flexion symétriques de la série [001] dans un cristal cfc. Le modèle de dislocations est alors calculé pour les 4 descriptions équivalentes liées à la symétrie par rotation de  $\frac{2\pi}{4}$  autour de [001]. Deux solutions sont écartées en raison de la grande densité de vecteur de Burgers prédite au joint par rapport à la densité calculée pour deux solutions restantes. Les solutions sélectionnées ne diffèrent que par une rotation de  $90^\circ$  lors du tracé du circuit de Burgers dans le réseau de référence.

	$\mathbf{b}$	$\rho$	$\beta$
mode $\langle 100 \rangle$	$a_0[010]$	$\frac{2}{a_0} \sin(\frac{\theta}{2})$	$2 \tan(\frac{\theta}{2})$
mode $\langle 110 \rangle$	$\frac{a_0}{2}[\bar{1}\bar{1}0]$	$\frac{2\sqrt{2}}{a_0} \sin(\frac{\pi}{4} - \frac{\theta}{2})$	$-2 \tan(\frac{\pi}{4} - \frac{\theta}{2})$

TABLE I.1 – Réseau de dislocations ( $\mathbf{b}$  est le vecteur de Burgers et  $\rho$  la densité) et facteur de couplage ( $\beta$ ) prédits pour les deux solutions de l'équation de Frank retenues par Cahn et al. [55] donnant la structure possible des joints de flexion symétriques de la série [001] ( $a_0$  est le paramètre de maille).

Le tableau I.1 donne les caractéristiques du réseau de dislocations ainsi que le facteur de couplage déterminés à partir des deux solutions restantes. Comme dans ce modèle le mode de couplage dépend uniquement de la nature du réseau de dislocations de structure chaque solution sera ici désignée d'après le couplage qu'elle produit. La figure I.20 permet de visualiser le comportement prédit sous contrainte de cisaillement, et donc le couplage, dans chaque cas.

Dans le mode  $\langle 100 \rangle$  les dislocations intrinsèques ont pour vecteur de Burgers  $\mathbf{b} = [100]$  (en unité du paramètre de maille  $a_0$ ) et une densité de  $\rho = \frac{2}{a_0} \sin(\frac{\theta}{2})$ . Lorsque  $\theta$  est petit ( $\lesssim 15^\circ$ ) le joint est bien constitué d'un réseau de dislocations individuelles identifiables. Pour des valeurs de  $\theta$  plus grandes ( $\gtrsim 15^\circ$ ) la densité est trop élevée pour discerner chaque dislocation. L'application d'une contrainte de cisaillement suffisante provoque la migration du joint qui est couplée à la déformation. Ce couplage est produit par le glissement des dislocations intrinsèques suivie d'une rotation de la zone traversée rétablissant la continuité avec le grain en croissance. En conséquence  $\beta = 2 \tan(\frac{\theta}{2})$  et cette expression est supposée valide dans le domaine des joints de grands angles.

Pour le mode  $\langle 110 \rangle$  le joint est composé de dislocations de vecteur de Burgers  $\mathbf{b} = \frac{1}{2}[\bar{1}\bar{1}0]$  dont la densité est  $\rho = \frac{2\sqrt{2}}{a_0} \sin(\frac{\pi}{4} - \frac{\theta}{2})$ . Dans ce cas c'est lorsque  $\theta$  est proche de  $90^\circ$  que les dislocations sont bien séparées dans le joint. Si l'angle diminue les dislocations sont trop rapprochées pour être résolues. Le mécanisme du couplage est similaire à celui présenté pour le mode  $\langle 100 \rangle$  mais avec ce réseau de dislocations il vient  $\beta = -2 \tan(\frac{\pi}{4} - \frac{\theta}{2})$  impliquant une migration du joint dans l'autre sens. Il est également supposé que ce couplage soit toujours valide lorsque  $\frac{\pi}{4} - \frac{\theta}{2}$  atteint le domaine des grands angles.

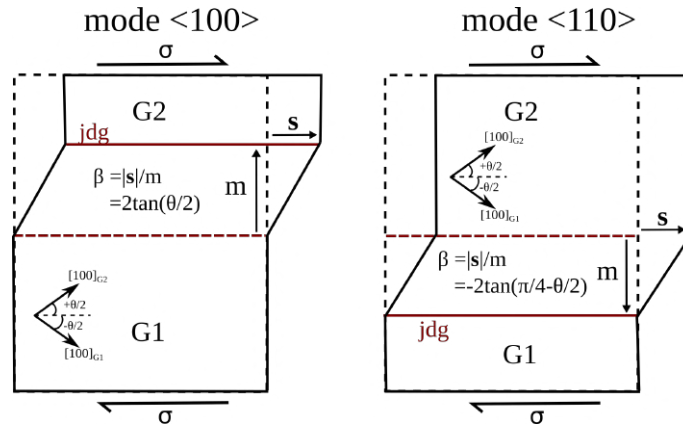


FIGURE I.20 – Représentation schématique des deux modes de couplage possibles pour un joint de flexion [001] symétrique selon Cahn et al. [55]. Le mode  $\langle 100 \rangle$  produit un couplage similaire à celui proposé par Read et Shockley alors que dans le mode  $\langle 110 \rangle$  on a  $\beta < 0$  indiquant qu'il est prédit que le joint migre dans l'autre sens (les valeurs absolues du couplage diffèrent aussi pour un  $\theta$  donné).

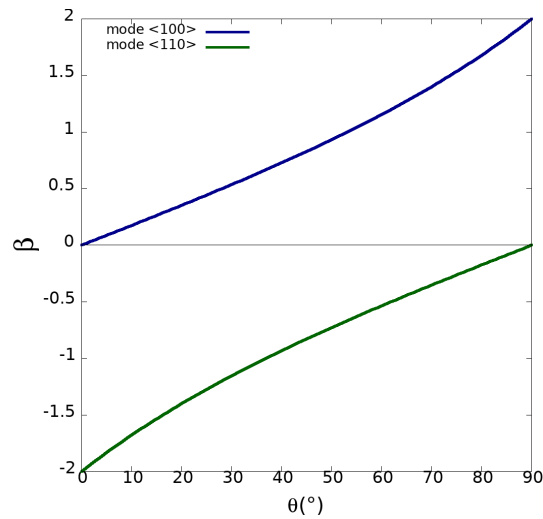


FIGURE I.21 – Évolution du facteur de couplage  $\beta$  avec l'angle de désorientation  $\theta$  pour les modes  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 110 \rangle$  des joints de flexion symétriques [001] d'après Cahn et al. [55].

Ce modèle prévoit donc deux modes de couplage possibles pour les joints de flexion symétrique de la série [001]. Le tracé de l'évolution de  $\beta$  avec  $\theta$  pour chaque mode est montré en figure I.21. Notons que dans cette série le plan du joint est proche d'un plan de type (100) lorsque  $\theta \simeq 0^\circ$  et  $\theta \simeq 90^\circ$  alors qu'il est plutôt de type (110) quand  $\theta \simeq 45^\circ$ . Cahn et al. ont testé ces prédictions par des simulations de dynamique moléculaire dans le cuivre, à température finie et à vitesse de déformation constante [8]. Les valeurs de  $\beta$  mesurées sont en bon accord avec l'une des deux branches prédites, même pour les joints de grand angle, jusqu'à  $T = 800$  K. Certains joints de grand angle ont aussi montré un

comportement dual en affichant un basculement du mode  $\langle 110 \rangle$  au mode  $\langle 100 \rangle$ . De plus lorsque  $T > 800$  K les mécanismes de MJCC et de glissement au joint sont tous deux observés alternativement au cours de la simulation.

Des simulations effectuées sur un bicristal de la même série, le  $\Sigma 13(320)$ , ont montré que la migration se produit par un mécanisme impliquant des disconnexions, voir section suivante, qui génèrent une quantité de couplage égale au mode  $\langle 110 \rangle$  [23]. Plusieurs études expérimentales ont également permis de vérifier les prédictions de ce modèle [56] [57]. En particulier Gorkaya et al. ont déterminé expérimentalement la courbe  $\beta = f(\theta)$  en déformant des bicristaux d'aluminium pur de la série des joints de flexion symétriques  $[001]$  à des températures comprises entre  $280^\circ\text{C}$  et  $400^\circ\text{C}$  [19]. Un très bon accord avec les courbes prédites par le modèle de Cahn a été trouvé et l'observation des surfaces après déformation a montré de la MJCC mais également du glissement au joint pour certains joints de grand angle déformés à  $360^\circ\text{C}$ . Une discontinuité dans la série de points expérimentaux comprise entre  $30,5^\circ$  et  $36,5^\circ$  semble matérialiser un passage du mode de couplage  $\langle 100 \rangle$  au mode de couplage  $\langle 110 \rangle$ .

Des études expérimentales et numériques indiquent que l'orientation de la contrainte par rapport aux grains et au plan du joint influence la nature du couplage observé. Combe et al. rapportent avoir activé un autre mode de couplage prédictible à partir du modèle de Cahn, le  $\langle 010 \rangle$ , en simulant dans le cuivre la migration du joint  $\Sigma 13(320)$  couplée au cisaillement et à une contrainte normale au joint [58]. Expérimentalement Molodov et al. ont usé de la multiplicité des descriptions possibles du joint de flexion symétrique  $\Sigma 7(321)$  dans l'aluminium pour montrer qu'il existe un effet de l'orientation de la contrainte sur la migration de ce joint [59]. De plus il est observé que ce joint particulier ne couple pas migration et cisaillement.

Molodov et al. ont récemment proposé une extension de ce modèle pour tous les joints de flexion symétriques dans différentes structures cristallines. Il est montré que pour rendre compte des observations expérimentales rapportées dans la littérature il faut envisager le couplage mesuré comme résultant d'un mélange pondéré des modes de couplages élémentaires présentés au dessus [60].

### 3.3 Le modèle des disconnexions

Dans la section 2.3 les défauts structuraux dans les joints de coïncidence ont été présentés et désignés par le terme disconnexions. Il a été vu que lorsque le vecteur de Burgers  $\mathbf{b}$  d'une disconnection se décompose comme une translation du réseau DSC alors elle peut introduire une marche dans le joint. On conçoit alors que si elle se déplace d'une extrémité à l'autre du joint, sous l'effet d'une contrainte de cisaillement par exemple, la position de ce dernier est décalée dans la direction normale à son plan d'une quantité égale à la hauteur de la marche  $h$ . Ainsi un facteur de couplage peut être associé à une disconnection donnée en identifiant le cisaillement produit  $\mathbf{s}$  avec  $\mathbf{b}$  et la distance de migration  $m$  avec  $h$  résultant en  $\beta = \frac{|\mathbf{s}|}{m} = \frac{|\mathbf{b}|}{h}$ . Dans la suite la notation compact utilisée par Serra et al. [61] sera suivie : le vecteur de Burgers d'une disconnection produisant une marche de hauteur  $h_{G1} = ph_0$  dans G1 et  $h_{G2} = qh_0$  dans G2 s'écrit  $\mathbf{b}_{p/q}$  où  $p$  et  $q$  sont des entiers relatifs et  $h_0$  la distance séparant les plans de la famille parallèle au joint. Lorsque plusieurs disconnexions satisfont à la même notation  $\mathbf{b}_{p/q}$  une lettre est ajoutée en exposant.

La figure I.22a donne des exemples de disconnexions possibles dans le joint  $\Sigma 3[110](1\bar{1}1)$  produisant différentes valeurs du couplage. Les modes montrés déplacent G2 par rapport à G1. Après le passage d'une des disconnexions les positions coïncidentes sont déplacées ce qui matérialise la migration du joint, comme montré sur la figure I.22b dans l'exemple du mode  $\mathbf{b}_{1/1}^b$ . Le tableau I.2 résume leurs caractéristiques en se basant sur la décomposition suivante de  $\mathbf{b}$  :

$$\mathbf{b} = b_g \boldsymbol{\rho} \wedge \mathbf{n} + b_c \mathbf{n} + b_s \boldsymbol{\rho} \quad (\text{I.13})$$

où  $\mathbf{n}$  et  $\boldsymbol{\rho}$  sont des vecteurs unitaires orthogonaux représentant respectivement la normale au plan du joint et l'axe de rotation.  $b_g$  et  $b_s$  sont les deux composantes parallèles au plan du joint et  $b_c$  est celle qui est normale. Le couplage dans chacune de ces directions est alors calculé avec  $\beta_{||} = \frac{b_g}{h}$  (le seul considéré dans les modèles précédents),  $\beta_{\perp} = \frac{b_c}{h}$  et  $\beta_s = \frac{b_s}{h}$ . Le modèle des disconnexions appliqué aux joints de coïncidence fournit de nombreux modes de couplage permettant de relaxer par migration de joint des cisaillements appliqués dans différentes directions. Dans ce contexte le modèle de Cahn peut être considéré comme un cas particulier puisque les modes de Cahn sont aussi décrits dans le modèle des disconnexions. Bien que ce joint soit de la série [110] le modèle de dislocations intrinsèques peut se concevoir par un réseau de dislocations de type  $1/2[110]$ , comme pour la série [100]. Le mode associé à cette description est en fait porté par la disconnection  $\mathbf{b}_{1/1}^c$  dont le facteur de couplage s'écrit  $\beta_g = \sqrt{2} = 2 \tan(\frac{\theta}{2})$ . C'est par ailleurs le facteur de couplage le plus élevé parmi ceux énumérés dans le tableau I.2 indiquant que le modèle des disconnexions offre une alternative pour rendre compte de mesures de facteurs de couplage plus petits que ceux prédits à l'aide du modèle de Cahn comme rapporté par Rajabzadeh et al. [20] sur un joint proche  $\Sigma 41[001](540)$  dans l'aluminium. Dans cette même étude des déplacements relatifs des grains dans la direction perpendiculaire au joint ont aussi été observés. Une interprétation possible est le passage d'une disconnection de  $\mathbf{b}$  ayant une composante normale au joint  $b_c$  non nulle. Le mouvement de cette disconnection dans le joint ne peut se faire que par la diffusion de lacunes / d'atomes vers le cœur de cette dernière. A titre d'exemple la structure atomique dans Al autour de  $\mathbf{b}_{1/2} = \frac{1}{3}[1\bar{1}\bar{1}]_{G1}$  est montrée en figure I.23. Ce vecteur de Burgers est aussi celui de la dislocation partielle de Frank générant une faute d'empilement dans le cristal [3]. Dans le joint une marche est associée au cœur de la disconnection dont la hauteur vaut  $h_{G1} = h_0$  et  $h_{G2} = 2h_0$  lorsqu'elle est comptée dans G1 et dans G2 respectivement. Cette différence est en fait équivalente à la composante  $b_c$  de la disconnection :  $b_c = h_{G2} - h_{G1}$  [62], comme on peut le vérifier dans l'exemple traité ici. Pour déplacer  $\mathbf{b}_{1/2}$  dans la direction de  $\boldsymbol{\rho} \wedge \mathbf{n}$  (vers la gauche) il faut un apport de lacunes vers son cœur. Ainsi le mouvement d'une telle disconnection sous contrainte n'est attendu qu'à haute température. Remarquons enfin que dans ce joint peuvent exister des disconnexions de  $|\mathbf{b}|$  identiques mais d'orientation différente dans le plan du joint :  $\mathbf{b}_{1/1}^b$ ,  $\mathbf{b}_{1/1}^a$  et  $\mathbf{b}_{2/2}$  en sont des exemples. Le  $\mathbf{b}$  est donc de type  $\frac{1}{6} \langle 211 \rangle$  dans chaque cas et leurs interactions va produire les réseaux de disconnexions discutés dans le chapitre III.

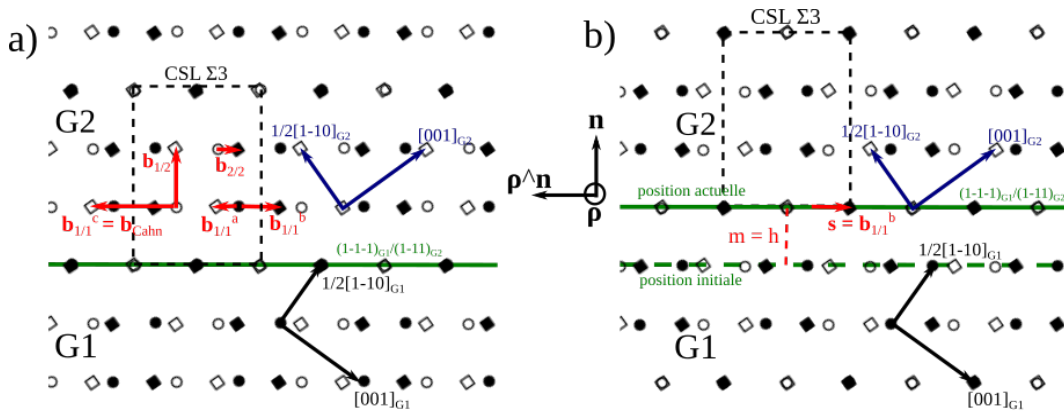


FIGURE I.22 – Réseau dichromatique du joint  $\Sigma 3[110](\bar{1}\bar{1}1)$  montrant a) plusieurs choix possible de disconnections dont le mouvement dans le joint produit de la MJCC avec différents couplages et b) l'exemple de la MJCC réalisé par le déplacement de  $\mathbf{b}_{1/1}^b = \frac{1}{6}[\bar{1}\bar{1}2]_{G1}$  (identique à la disconnection de la figure I.13). Le couplage produit par chaque disconnection de a) est différent tant dans son amplitude que dans la direction du cisaillement transporté. Bien que ce joint ne soit pas de la série  $[001]$  la disconnection  $\mathbf{b}_{1/1}^c = \frac{1}{3}[\bar{1}\bar{1}2]_{G1}$  donne un couplage  $\beta = \sqrt{2} = 2 \tan(\frac{\theta}{2})$  conforme au mode  $\langle 100 \rangle$  discuté précédemment et peut s'identifier à un mode de Cahn. Remarquer en b) le déplacement des atomes coïncidents associé au passage de  $\mathbf{b}_{1/1}^b$ .

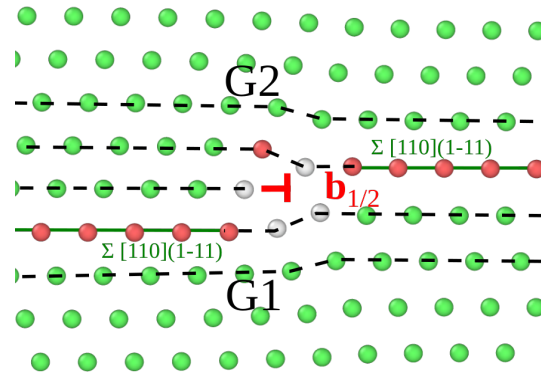


FIGURE I.23 – Simulation dans l'aluminium de la structure du joint  $\Sigma 3[110](\bar{1}\bar{1}1)$  dans lequel la disconnection  $\mathbf{b}_{1/2}$  (voir figure I.22) a été introduite. Les atomes sont colorés comme sur la figure I.13, section 2.3. Dans cette configuration le coeur de la disconnection est compact et le plan supplémentaire introduit est facilement identifiable. Ainsi la nécessité de l'apport de lacunes / matière pour la déplacer dans le joint apparaît clairement. Mentionnons cependant que la structure à la convergence de la minimisation de l'énergie montre une dissociation de  $\mathbf{b}_{1/2}$  en une dislocation de Lomer-Cottrell [63][64] et une partielle de Shockley (de type  $\frac{1}{6}[112]$ ).

Il existe plusieurs études expérimentales qui tendent à supporter ce modèle de migration par le déplacement de disconnections.



$\mathbf{b}_{p/q}$	$\mathbf{b}_{G1}$	$b_g$	$b_c$	$b_s$	$h$	$\beta_{  }$	$\beta_{\perp}$	$\beta_s$
$\mathbf{b}_{1/1}^a$	$\frac{1}{6}[12\bar{1}]$	$\frac{1}{2\sqrt{6}}$	0	$\frac{1}{2\sqrt{2}}$	$\frac{1}{\sqrt{3}}$	$\frac{1}{2\sqrt{2}} \simeq 0,35$	0	$\frac{\sqrt{6}}{4} \simeq 0,61$
$\mathbf{b}_{1/1}^b$	$\frac{1}{6}[1\bar{1}2]$	$-\frac{1}{\sqrt{6}}$	0	0	$\frac{1}{\sqrt{3}}$	$-\frac{1}{\sqrt{2}} \simeq -0,71$	0	0
$\mathbf{b}_{1/1}^c$	$\frac{1}{3}[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]$	$\frac{2}{\sqrt{6}}$	0	0	$\frac{1}{\sqrt{3}}$	$\sqrt{2} \simeq 1,41$	0	0
$\mathbf{b}_{1/2}$	$\frac{1}{3}[1\bar{1}\bar{1}]$	0	$\frac{1}{\sqrt{3}}$	0	$\frac{\sqrt{3}}{2}$	0	$\frac{2}{3} \simeq 0,67$	0
$\mathbf{b}_{2/2}$	$\frac{1}{6}[211]$	$-\frac{1}{2\sqrt{6}}$	0	$\frac{1}{2\sqrt{2}}$	$\frac{2}{\sqrt{3}}$	$-\frac{1}{4\sqrt{2}} \simeq -0,18$	0	$\frac{\sqrt{6}}{8} \simeq 0,31$

TABLE I.2 – Caractéristiques des exemples de disconnexions montrées sur la figure I.22a et du couplage potentiellement induit. Comme dans [50] le vecteur de Burgers est décomposé en sa composante de glissement  $b_g = (\mathbf{b} \cdot \boldsymbol{\rho} \wedge \mathbf{n}) = \mathbf{b} \cdot \frac{1}{\sqrt{6}}[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]_{G1}$ , de montée  $b_c = \mathbf{b} \cdot \mathbf{n} = \mathbf{b} \cdot \frac{1}{\sqrt{3}}[1\bar{1}\bar{1}]_{G1}$  et vis  $b_s = \mathbf{b} \cdot \boldsymbol{\rho} = \mathbf{b} \cdot \frac{1}{\sqrt{2}}[110]$ .  $\beta_{||} = \frac{b_g}{h}$  est le facteur de couplage dans la direction  $[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]_{G1}$ ,  $\beta_{\perp} = \frac{b_c}{h}$  celui dans la direction  $[1\bar{1}\bar{1}]_{G1}$  et  $\beta_s = \frac{b_s}{h}$  celui dans la direction  $[110]$ .  $h = \frac{h_{G1} + h_{G2}}{2}$  est la hauteur de la marche portée par la disconnection. Toutes les longueurs sont données en unité du paramètre de maille  $a_0$ .

Des essais de fluage à haute température réalisés sur des bicristaux d'aluminium macroscopiques d'orientation proche ont montré de la MJCC [65]. Des rayures initialement rectilignes ont été déformées après la migration du joint en très bon accord avec le schéma I.17 ce qui indique qu'un mode de couplage particulier semble s'être activé. En revanche de légères différences sont observées entre les facteurs de couplage mesurés pour plusieurs bicristaux déviant légèrement d'une même orientation coïncidente. Les auteurs interprètent ce résultat par le déplacement d'une même famille de disconnexions plus celui d'un éventuel réseau de dislocations secondaires lorsqu'il existe des déviations ce qui rend compte de façon satisfaisante des observations.

Rae et Smith [66] ont observé au MET la migration d'un joint de macle dans l'aluminium entre 350°C et 500°C via le mouvement simultané de dislocations et de marches dans le joint. Par la même méthode d'observation Babcock et Balluffi [67] ont rapporté une intense activité du réseau de dislocations secondaires superposé à des joints mixtes proche  $\Sigma 5$  dans l'or polycristallin. Le passage de ces dislocations est, pour certains joints, associé à leur migration sur une distance  $m$  et à une translation relative des grains  $\mathbf{s}$ . Une dépendance linéaire est trouvée entre le nombre de ces dislocations et  $|\mathbf{s}|$ , et également  $m$ , et les pentes associées calculées peuvent assez bien s'expliquer par un modèle de disconnexions des réseaux observés. Dans une seconde publication [68] les mêmes auteurs relatent avoir vu la migration saccadée d'autres joints en l'absence d'activité des dislocations secondaires et / ou extrinsèques et de translation  $\mathbf{s}$  mesurable. En s'appuyant sur des résultats de simulation [69] ils proposent un mécanisme de migration conservative sans couplage se produisant par de petits réarrangements atomiques ("atomic shuffling") associé à la nucléation et la propagation de marches pures. La figure I.24a montre les déplacements associés au réarrangement à l'intérieur d'une CSL du joint de torsion  $\Sigma 5[001]$  d'un bicristal cfc aboutissant à la migration de la portion ABCD sur une distance valant  $m = \frac{a_0}{2}$  ( $a_0$  est le paramètre de maille). En conséquence des marches pures ( $\mathbf{b} = \vec{0}$ ) de hauteur  $h = m$  se forment autour du carré ABCD, comme montré en figure I.24b.

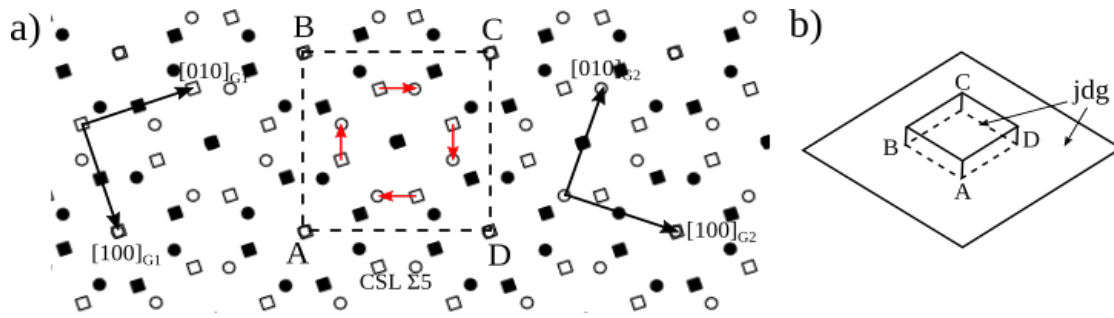


FIGURE I.24 – a) Mécanisme de réarrangement atomique ("shuffling") produisant la migration d'un joint de torsion  $\Sigma 5[001]$  d'un bicristal cfc d'après [68] et [69]. b) Schéma explicitant la formation de marches pures accompagnant la migration de la portion de joint montrée en a). Les plans initialement en contact au joint sont représentés par les carrés creux pour G1 (grain du dessus) et les cercles pleins pour G2 (grain du dessous). Le joint migre dans le sens de la croissance de G2 au dépend de G1.

Des validations à l'échelle atomique du modèle des disconnections ont également été apportées par l'utilisation, parfois combinée, de la MET haute résolution (HR-MET) et des simulations atomistiques (dynamique moléculaire).

Merkle et al. ont observé le mouvement d'une disconnection dans un bicristal d'aluminium au cours d'une expérience à  $250^\circ\text{C}$  in-situ au MET haute résolution [70]. De petits déplacements du cœur du défaut dans le joint (  $0,5\text{ nm}$ ), semblant aléatoires, ont précédé un déplacement plus important (  $2,5\text{ nm}$ ) et rapide. A l'issue de cet évènement la portion du joint traversé par la disconnection a migré sur une distance égale à la hauteur de marche en conservant sa structure atomique initiale. Plus récemment Zhu et al. ont réussi à imager directement par HR-MET la réponse à une contrainte de cisaillement d'une nanojonction constituée d'un bicristal symétrique d'or [21]. Le déplacement dans le joint de disconnections préexistantes ou nouvellement nucléées aux surfaces libres de la nanojonction produit une migration du joint réversible par renversement du sens de la contrainte appliquée. Les auteurs ont également rapporté la nucléation et la propagation de plusieurs disconnections successives depuis une jonction triple sous contrainte de cisaillement confirmant l'intérêt d'un tel mécanisme dans la déformation des polycristaux micro et nanométriques.

Les simulations atomistiques ont également permis d'observer et de complètement caractériser (accès à la contrainte, la déformation, l'énergie) la migration de joints idéaux. Rajabzadeh et al. [23] ont par exemple étudié la migration à  $0\text{ K}$  du joint de flexion symétrique  $\Sigma 13[001](320)$  dans le cuivre. La détermination du chemin d'énergie minimum reliant les configurations atomiques avant et après migration montre que c'est la nucléation homogène puis la propagation en sens opposé d'un dipôle de disconnections qui produit la migration du joint. Il est par ailleurs montré que ce mécanisme est thermiquement activé et que la hauteur de la barrière dépend de la contrainte appliquée. Combe et al. ont adopté la même démarche dans l'étude de la migration d'un autre joint de flexion symétrique, le  $\Sigma 17[001](410)$ , en calculant le chemin d'énergie minimum de sa migration selon les modes de Cahn  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle 100 \rangle$  [24]. Des mécanismes de disconnection sont également observés avec, dans le cas du mode  $\langle 100 \rangle$ , la mise en évidence d'un paire de crans le long de la ligne des disconnections. Il est également montré que l'énergie d'activation du mode  $\langle 100 \rangle$  est plus petite que celle du mode  $\langle 110 \rangle$  à faible contrainte mais que cette relation s'inverse lorsque l'on se rapproche du niveau de contrainte athermique, pour lequel l'énergie d'activation est nulle.

Bien qu'il semble rendre compte des observations dans de nombreux cas ce modèle de migration est

limité aux joints de coïncidence, dans lesquels un réseau DSC existe. Cependant il est toujours possible de concevoir la structure d'un joint quelconque comme la superposition de celle du plus proche joint de coïncidence (au sens de la désorientation) et d'un réseau de dislocations secondaires approprié. Ainsi les disconnections possibles dans ce joint quelconque sont les mêmes que dans le joint coïncident sélectionné. Le critère de Brandon (voir section 2.3 et [46]) peut alors être utilisé pour évaluer quel joint de coïncidence il est raisonnable d'utiliser, s'il en existe un.

### 3.4 Le modèle SMIG

Dans les matériaux polycristallins les joints séparent des grains d'orientation relative quelconque en général. L'accommodation de la déformation plastique dans ces matériaux nécessite la migration collective de plusieurs joints impliquant une grande diversité de facteurs de couplage. Afin de dénombrer les modes de couplage possibles dans le cas des joints de flexion plan Caillard et al. ont proposé le modèle SMIG (Shear Migration Geometrical model) [71] [72]. Dans ce modèle un bicristal est visualisé dans le plan normal à l'axe de rotation et deux parallélogrammes sont sélectionnés dans un des deux grains adjacents. Pour que le processus final de migration représenté soit conservatif il faut que les parallélogrammes contiennent le même nombre d'atomes. A titre d'exemple sont tracés deux parallélogrammes, appelés 1 et 2, dans G1 du joint  $\Sigma 5[001](210)$  de la figure I.25a. Pour transformer 2 en 1 on peut effectuer une rotation  $R(\theta)$  d'angle égal à la désorientation  $\theta$  entre les deux grains suivie d'un cisaillement simple  $S$ , comme montré en figures I.25a et I.25b. Le cisaillement  $S$  nécessaire pour recouvrir 1 après la rotation donne un facteur de couplage associé à la migration du joint sur une distance  $m$  dans le sens de la croissance de G1. La migration du joint est alors réalisée par le glissement dans le joint des disconnections de vecteur de Burgers  $\mathbf{b}$  appartenant au réseau DSC et de hauteur de marche  $m$ . La méthode s'apparente à la recherche de la transformation reliant deux phases cristallines  $\phi_1$  et  $\phi_2$ , voir figure I.25c, représentées par les paires parallélogrammes. Remarquons qu'il faut permettre des réarrangements atomiques dans la zone comprise entre l'actuelle et l'ancienne position du joint lors de la formation de la disconnection, comme montré en figure I.25d.

Le cas d'un joint irrationnel dans un bicristal non coïncident nécessite l'introduction dans le joint d'une certaine densité de disconnections permettant de rétablir localement la coïncidence selon une famille de plans donnés, produisant un réseau de marches et de terrasses qui suivent l'orientation moyenne du joint. Dans ces conditions la migration du joint est réalisée par le mouvement collectif des disconnections le long des terrasses. Ainsi dans le cas général le vecteur de Burgers des disconnections introduites n'est pas nécessairement une translation d'un quelconque réseau DSC.

Les nombreux choix de paires de parallélogrammes offrent une grande diversité de facteurs de couplage pour un joint donné. Ce modèle est particulièrement adapté au traitement de la migration des joints asymétriques et, comme mentionné plus haut, à la migration collective des joints dans les polycristaux.

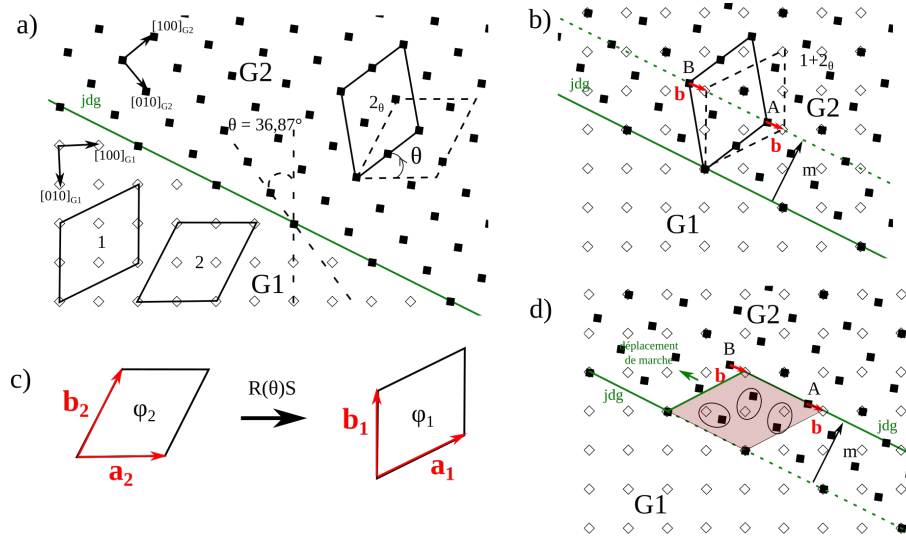


FIGURE I.25 – a) et b) Détermination d'un mode de couplage possible du joint  $\Sigma 5[001](210)$  par la méthode du modèle SMIG. Deux parallélogrammes contenant le même nombre d'atomes, repérés par "1" et "2", sont définis dans G1. La transformation de 2 en 1 peut se décomposer comme une rotation  $R(\theta)$  autour de  $[001]$  de l'angle de désorientation  $\theta$  suivi d'un cisaillement simple  $S$  parallèle à  $[210]_{G1}/[120]_{G2}$  c.à.d au joint.  $S$  translate G2 par rapport à G1 et déplace le joint sur une distance  $m$  ce qui définit bien un mode de couplage. Au final cette procédure se ramène à recherche de la transformation reliant deux phases cristallines différentes, comme  $\phi_1$  et  $\phi_2$  en c). Le couplage produit peut dans ce cas être réalisé par la nucléation et la propagation de la disconnection montrée en d), de vecteur de Burgers  $\mathbf{b}$  ( $\mathbf{b}$  étant une translation du réseau DSC ici) et hauteur de marche  $h = m$ , moyennant de petits réarrangements des atomes situés entre l'actuelle et l'ancienne position du joint.

### 3.5 Activation thermique de la migration

La migration des joints est connue pour être un phénomène thermiquement activé. L'évolution de la vitesse de migration avec la température suit généralement une loi d'Arrhenius via la mobilité  $m$  du joint qui s'écrit [73] :

$$m = m_0 \exp\left(-\frac{\Delta H}{k_b T}\right) \quad (\text{I.14})$$

où  $\Delta H$  est l'enthalpie d'activation,  $m_0$  le facteur préexponentiel,  $k_b$  la constante de Boltzmann et  $T$  la température absolue. La vitesse  $v$  de migration est généralement exprimée comme le produit de la mobilité et de la force motrice par unité de surface de joint  $p$  :

$$v = mp \quad (\text{I.15})$$

La force motrice de la migration dépend évidemment du système étudié et de l'expérience en elle même.

La validité de la relation I.14 a été expérimentalement démontré par différents auteurs. Upmanyu et al.[74] ont par exemple observé la migration spontanée de joints incurvés en forme de "U" dans des

bicristaux d'aluminium de la série  $\langle 111 \rangle$ . Dans cette géométrie la migration de la portion incurvée du joint permet de diminuer son aire totale et constitue la force motrice. Dans cette étude expérience et simulations en 2D donnent une dépendance de la mobilité avec la température qui est conforme à la loi d'Arrhenius. L'extraction des paramètres d'activation  $\Delta H$  et  $m_0$  ne montre pas une évolution monotone de ces derniers avec l'angle de désorientation  $\theta$ . Cependant des minima prononcés sont observés lorsqu'un réseau de coïncidence de faible  $\Sigma$  existe. Le minimum expérimental est situé à  $\Delta H = 1,2$  eV pour  $\theta = 38,2^\circ$  et  $\Sigma = 7$ . De plus il est remarqué que pour les joints structurellement proches (désorientation proche d'une  $\Sigma$  donné)  $\Delta H$  et  $m_0$  ne sont pas indépendants. Ce dernier point est appelé effet de compensation car il conduit à l'existence d'une température critique de compensation  $T_c$  pour laquelle la mobilité de joints différents est égale. Ces résultats ont été confirmés par les simulations 3D plus réalistes de Zhang et al. sur la migration de joints de la même série avec cependant un écart par rapport aux simulations 2D dans les valeurs calculées de leur mobilité [75]. Avec le potentiel utilisé dans ces simulations, qui est de type EAM (Embedded Atom Method) [76], le minimum de l'enthalpie d'activation est également obtenu pour le joint  $\Sigma = 7$ . En revanche les valeurs sont sous estimées par rapport aux mesures expérimentales d'un facteur environ égal à 10.

D'autres simulations ont consisté à provoquer la migration d'un joint en générant une différence dans la densité d'énergie élastique stockée dans les grains à une déformation donnée, mécanisme à l'origine de la recristallisation dans un matériau déformé à froid [77] [78]. Dans ce cas la migration du joint s'effectue dans le sens de la croissance du grain dans lequel la densité d'énergie est la plus petite. Notons que cette force motrice n'existe pas dans le cas d'un joint de flexion symétrique pour les conditions de déformation imposées dans ces études. Les résultats montrent que la mobilité calculée suit également une loi d'Arrhénius pour cette force motrice.

Ce même type d'étude a également été conduit sur des bicristaux contenant un joint plan soumis à une contrainte extérieure. Au cours d'expériences de fluage de bicristaux d'aluminium dans lesquels on trouve un joint de flexion des séries  $\langle 112 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$  Winning et al. ont observé la migration du joint [53]. Dans ce cas les auteurs définissent la force motrice  $p$  à partir de la force de Peach-Koehler perçue par le réseau de dislocations intrinsèques dont la densité est identique à celle du modèle de Read et Shockley (voir section 2.2.3). Les résultats montrent bien une relation d'Arrhénius entre  $m$  et  $T$ . Les paramètres d'activation semblent peu évoluer avec  $\theta$  mais une transition abrupte se produit autour de  $\theta = 13,6^\circ$  matérialisant selon les auteurs la frontière entre les joints de faibles angles et ceux de grands angles. De plus il est confirmé qu'une augmentation de la quantité d'impuretés décroît la mobilité d'un joint donné. Une étude similaire a été effectuée sur les joints de la série  $\langle 100 \rangle$  également dans les bicristaux d'aluminium par Gorkaya et al. [19]. Les résultats sont proches de ceux de Winning et al. bien que pour cette série de joints la frontière faible angle / grand angle sur le tracé de  $\Delta H$  en fonction de  $\theta$  semble moins marquée. Les auteurs constatent néanmoins que les valeurs de  $\Delta H$  se répartissent dans un intervalle plus large pour les joints de grands angles en raison de l'existence de minima locaux associés aux désorientations coïncidentes de faible  $\Sigma$ .

Comme mentionné plus haut il existe généralement un certain gap de l'ordre d'un facteur 10 entre les valeurs de  $\Delta H$  mesurées expérimentalement et calculées par des simulations atomistiques. Ces dernières montrent en effet des mobilités bien plus grandes (et donc des  $\Delta H$  plus petits) que celles extraites des expériences. Une possible explication provient du constat que les impuretés ségrègent au joint impliquant que même une faible concentration peut avoir un effet important sur leurs propriétés mécaniques, comme l'ont montré Winning et al [53] et d'autres [79] [80] [81].

Enfin notons que dans les simulations de la migration de joint couplée au cisaillement à 0 K de Rajabzadeh et al. et Combe et al. l'énergie d'activation (égale à l'enthalpie d'activation en l'absence de variations du volume) est déduite du calcul du chemin d'énergie minimum de la migration obtenu par la méthode Nudged Elastic Band (NEB) [23] [58]. La même stratégie est employée dans cette thèse et

les détails techniques ainsi que les résultats sont décrits dans le chapitre II.

### 3.6 Migration de joint induite par diffusion

L'observation de la précipitation cellulaire dans la zone traversée par une interface mouvante d'une solution solide supersaturée a conduit à considérer l'existence de chemins de haute diffusivité dans les interfaces [82]. Afin d'étudier plus spécifiquement cette migration de joint induite par diffusion, la formation (ou la disparition) d'alliages (alliages binaires Fe-Zn, Cu-Zn, Cu-Au ou encore Ag-Au par exemple) dans des matrices métalliques polycristallines recuites à faible température est considérée. Pour se faire le recuit de l'échantillon est généralement effectué sous scellé dans lequel est maintenue une atmosphère composée du soluté gazeux [83] [82]. Le choix d'une faible température permet de s'assurer que la diffusion du soluté aux joints est bien la principale force motrice pour la migration des ces mêmes joints. Une autre approche consiste à recuire un assemblage tri-couche constitué d'une séquence soluté-matrice-soluté présentant une structure de grains colonnaire sur toute l'épaisseur de l'assemblage [82]. Après recuit l'observation de la matrice polycristalline montre que la migration des joints est associée à la formation d'alliages dans les zones traversées par ces derniers. La diffusion des atomes dans le réseau cristallin étant gelée à la température de recuit la migration observée doit être induite pas la diffusion du soluté par les joints. Le processus peut alors être illustré schématiquement comme montré en figure I.26.

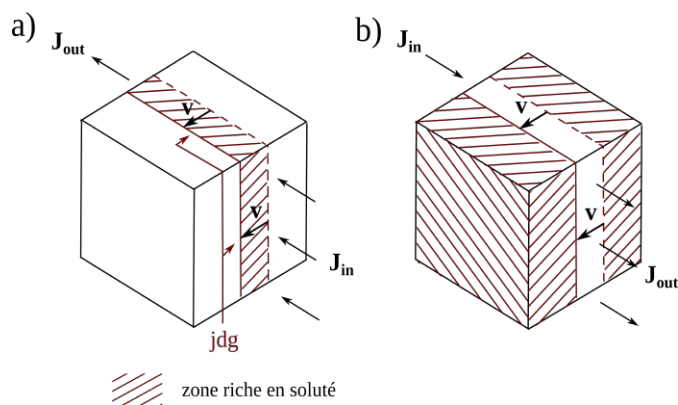


FIGURE I.26 – Illustration schématique de la migration de joint induite par diffusion, reproduite d'après [84]. Sous l'effet a) d'une accumulation  $J_{in} > J_{out}$  ou b) d'un défaut  $J_{in} < J_{out}$  de soluté le joint migre dans la direction normale à son plan et à une vitesse  $v$ . Il laisse dans son sillage une zone riche en soluté dans le cas a) et une zone qui en est appauvrie en b).

Balluffi et Cahn ont développé un modèle de migration de joint induite par diffusion [84] dont les principales caractéristiques sont les suivantes :

- la vitesse de diffusion dans le joint est différente d'une espèce chimique à l'autre (le résultat net est alors une accumulation ou un défaut de matière).
- cette inégalité des flux de diffusion induit la montée de dislocations intergranulaires / disconnections qui agissent comme des sources ou puits de matière. Un exemple d'une telle disconnection est montré dans la figure I.22 de la section 3.3.
- la montée de ces disconnections entraîne la migration du joint par le mouvement des marches associées.

Par l'opération continue de la montée des disconnections dans le joint du soluté est ajouté / éliminé et le joint se déplace. Les sources de disconnections sont supposées provenir de leur nucléation au joint et / ou de l'apparition de spirales de croissance dépendant de la nature du joint et de l'intensité de la force motrice.

## 4 Rôle de la diffusion

Cette brève section permet d'évoquer le rôle de la diffusion des atomes au joint (dans un matériau chimiquement homogène) dans la déformation des matériaux polycristallins à haute température.

Le fluage à haute température de polycristaux a conduit à l'élaboration de modèles décrivant la déformation comme issue de la diffusion de matière des joints qui sont comprimés vers ceux en tension. Herring proposa dès 1950 de modéliser le phénomène à partir de la généralisation d'un résultat obtenu auparavant par Nabarro [11]. Cette théorie postule que les contraintes normales supportées par un jdg peuvent être relaxées par un flux de matière traversant ce joint. Plus la quantité de joints est importante dans le polycristal, c.à.d plus la taille des grains est petite, et plus ce mode de relaxation peut opérer. Au bilan, il se produit un flux net de matière des zones comprimées vers celles tendues. Dans l'hypothèse d'un polycristal constitué de grains identiques quasi sphériques et soumis à une contrainte de cisaillement pur le taux de déformation macroscopique  $\dot{\epsilon}$  s'écrit :

$$\dot{\epsilon} = \frac{10\sigma D_l \Omega}{R^2 k_b T} \quad (\text{I.16})$$

où  $\sigma$  est la contrainte appliquée,  $D_l$  le coefficient de diffusion du réseau cristallin,  $R$  la taille des grains et  $\Omega$  le volume atomique. Des expériences de fluage sur des polycristaux d'alumine  $Al_2O_3$  à haute température ont permis de tester la théorie quelques années plus tard [85] [86] [87]. Les résultats confirment le modèle sur bien des aspects et en particulier sur la dépendance avec la taille des grains ( $\dot{\epsilon} \propto \frac{1}{R^2}$ ). Coble remarque cependant que le coefficient de diffusion ainsi calculé est proche de celui du cation  $Al^{3+}$  alors que c'est la diffusion de l'anion  $O^{2-}$  qui est attendue comme facteur limitant. Selon ce même auteur la raison à cet écueil est l'absence de prise en compte d'une éventuelle exaltation de la diffusion de l'oxygène aux joints. En se basant sur le modèle d'Herring-Nabarro il démontre que pour la diffusion dans les joints  $\dot{\epsilon}$  devient :

$$\dot{\epsilon} = \frac{148\sigma(D_b W)\Omega^3}{R^3 k_b T} \quad (\text{I.17})$$

où  $D_b$  est le coefficient de diffusion au joint,  $W$  la largeur effective du joint et les autres paramètres ont la même signification que dans l'équation I.16. Coble suggère qu'il est possible que la diffusion des anions aux joints soit le processus limitant lorsque la taille des grains devient grande devant la largeur effective des joints c.à.d lorsque la fraction du polycristal dans lequel la diffusion des anions est accrue devient trop petite.

## 5 Objectifs du travail de thèse

Les sections précédentes ont permis de constater que la migration des joints couplée au cisaillement est un mécanisme essentiel pour la compréhension de la déformation plastique dans les polycristaux à petits grains ( $\approx 100$  nm) mais également dans les bicristaux. Les observations en MET ainsi que les simulations atomistiques semblent converger de plus en plus vers l'idée que ce mécanisme est réalisé par la nucléation et la propagation d'un défaut associé à une marche dans le joint c.à.d d'une disconnection. Bien qu'il soit confirmé expérimentalement que les surfaces libres ou les triples jonctions constituent des sites privilégiés pour la nucléation des disconnections il semble que la question des sources à l'origine des disconnections reste encore largement d'actualité. La plupart des simulations atomistiques sur la dynamique des disconnections partent de joints idéaux, sans défauts, et caractérisent la nucléation homogène des disconnections. Cependant dans un système réel les disconnections nucléent probablement au contact d'autres défauts, comme rappelé plus haut. Malgré de récents progrès ayant montré qu'une dislocation sessile piégée dans un joint agit comme source de disconnections [25] le rôle des dislocations intragranulaires doit encore être clarifié. C'est en fait plus largement la question des potentielles sources de disconnections et de l'interaction de ces dernières avec les autres défauts qu'il faut traiter. Une compréhension plus profonde de ces aspects permettra de continuer à tendre vers une meilleure maîtrise des propriétés mécaniques des matériaux polycristallins en adaptant leur microstructure via l'ingénierie des joints de grains.

Pour se faire une double approche mêlant des simulations atomistiques et des expériences de traction à chaud in-situ MET est adoptée. Les simulations ont pour objectif l'étude de l'effet de l'introduction d'une ligne de lacunes / dipôle de disconnections sur la migration d'un joint plan symétrique. En comparant le chemin d'énergie minimum de la migration du joint défectueux avec celui du joint parfait l'impact de l'introduction du défaut sur la valeur de l'énergie d'activation de la migration doit pouvoir être quantifié. Ces simulations font l'objet du chapitre II. Expérimentalement, la déformation in-situ MET de deux bicristaux d'aluminium différents doit permettre l'observation de la MJCC des joints et le calcul des facteurs de couplage lorsqu'ils sont mesurables. L'analyse du contenu en dislocations / disconnections d'un joint réel macroscopique sous contrainte et des éventuelles interactions avec des dislocations intragranulaires est nécessaire afin de fournir des éléments sur les mécanismes à l'œuvre (transmission des dislocations, décomposition, ancrage ou formation de sources). Ces résultats expérimentaux sont présentés dans le chapitre III. Finalement la conclusion générale de ses travaux est donnée dans le chapitre IV avec la mise en évidence de certaines perspectives.





## Chapitre II

# Étude par dynamique moléculaire de l'influence d'une ligne de lacunes préexistante sur la migration du joint $\Sigma 41[001](450)$ dans l'aluminium

Dans ce chapitre l'attention est portée sur la migration d'un joint de grains (jdg)  $\Sigma 41[001](450)$  dans l'aluminium. C'est en particulier l'effet lié à l'introduction d'une ligne de lacunes sur le mécanisme de migration de ce joint qui est étudié. Pour ce faire, des simulations de dynamique moléculaire ont été effectuées à température nulle.

La figure II.1 montre la structure atomique de ce jdg observé par microscopie électronique en transmission haute résolution (HR-MET) sur un bicristal proche  $\Sigma 41 77,32^\circ[001](450)$  [50]. Il s'agit de la structure du jdg parfait (P-jdg) c.à.d sans défaut (autre que les dislocations intrinsèques primaires, voir section 2.2.3).

Dans une autre publication les mêmes auteurs ont observé au cours d'essais de traction in-situ dans le microscope électronique en transmission (TEM) à  $400^\circ\text{C}$  du couplage entre la contrainte appliquée et la migration de ce jdg dans la direction perpendiculaire à son plan [20]. Cette migration s'effectue par la formation de macro marches qui se propagent le long du jdg et cisailent les grains.

Cependant ce jdg n'est en réalité pas parfait partout et des disconnexions ont pu être identifiées avant déformation. C'est donc très certainement la migration d'un jdg imparfait qui a été observée. Ce constat nous conduit à soulever la question suivante : Quel est l'influence des défauts préexistants sur la migration du jdg  $\Sigma 41 [001](450)$  ?

Pour y répondre il faut tout d'abord définir quel défaut nous voulons étudier. Combe et al. [25] ont par exemple considéré l'interaction d'une dislocation d'un grain adjacent avec le jdg  $\Sigma 17[001](410)$  dans le cuivre : l'introduction de la dislocation dans le jdg a conduit à la formation d'une disconnection sessile. L'effet de cette disconnection sur la migration du jdg étudié est considérable. Le mécanisme microscopique implique la décomposition de la disconnection préexistante qui aboutit à la nucléation d'une disconnection glissile responsable de la migration du jdg. La contrainte critique à 0 K est réduite

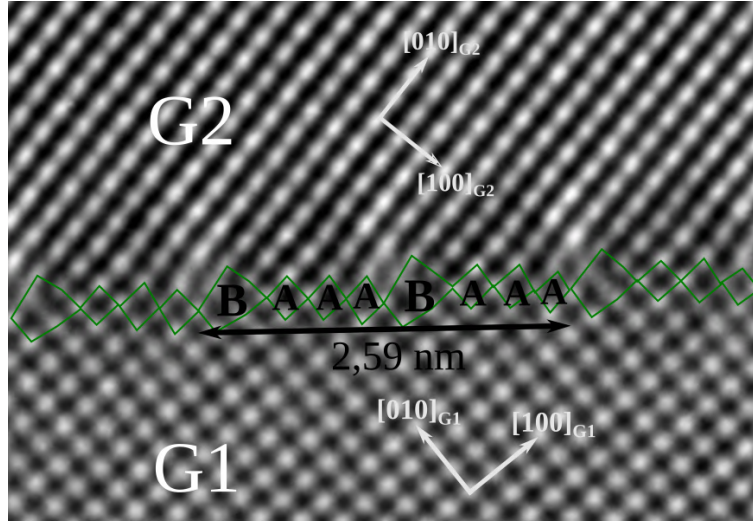


FIGURE II.1 – Image HR-MET de la structure du jdg  $\Sigma 41[001](450)$  étudié. On peut la décrire comme la répétition de la séquence  $|BAAA.BAAA|$ . Les unités A correspondent à des portions de cristal parfait élastiquement déformées et les unités B, appelées "kites", sont identifiées comme le cœur de dislocations intrinsèques primaires de vecteur de Burgers  $\frac{1}{2}[110]_{G1}$ . Les lignes vertes sont des guides pour les yeux.

d'un facteur proche de 2 par rapport au cas de la migration du jdg parfait. Enfin son énergie d'activation est également plus faible, ce processus est donc favorisé à température finie. Il existe d'autres défauts qui sont souvent observés aux jdg. On peut citer les jonctions triples dans les polycristaux [88] [16], les marches au joint [66] [20], la ségrégation d'impuretés [82] [83] ou de lacunes [85] [86]. Il a été choisi dans le cas présent d'étudier l'influence de l'introduction d'une ligne de lacunes sur la migration du jdg  $\Sigma 41[001](450)$ . Comme il le sera montré plus loin la ligne de lacune relaxe en un dipôle de disconnexions une fois dans le joint. C'est ce qui a motivé la réalisation de ces simulations car Rajabzadeh et al. ont observé et identifié ce type de dipôle par HR-MET dans ce même joint [50]. De plus mentionnons qu'un tel dipôle développe un champ élastique plus limité que celui d'une dislocation isolée ce qui doit rendre sa formation plus probable.

Le chapitre suit l'organisation suivante : la section 1 présente le modèle et les techniques de simulation utilisés. Puis les résultats sont donnés en section 2. La structure du jdg après l'introduction du dipôle de disconnexions est décrite. Cette structure est obtenue par la création artificielle de lacunes et est nommée Lac-jdg dans la suite. Sont présentés ensuite les résultats concernant la migration du P-jdg et du Lac-jdg. Pour terminer la conclusion du chapitre est donnée dans la section 3.

Toutes les simulations présentées ont été réalisées à l'aide du code de calcul LAMMPS (Large-scale Atomic/Molecular Massively Parallel Simulator) [89] et pour la visualisation des configurations atomiques le logiciel Ovito (Open Visualization Tool) [90] a été utilisé. Les simulations ont été réalisées sur le ordinateur haute performance du centre de calcul régional CALMIP.

## 1 Modèle et détails technique

Cette section est dédiée à la description du P-jdg étudié et de la méthode de simulation utilisée.

## 1.1 Structure d'énergie minimum du joint parfait

La structure du P-jdg a été obtenue en suivant une méthode de construction classique [8]. Tout d'abord les deux grains du bicristal sont générés en choisissant leur orientation dans la boîte de simulation et leur état de translation relatif ( $\boldsymbol{\tau}$ ). Pour transformer G1 en G2 il faut effectuer une rotation d'angle  $\theta = 77,32^\circ$  autour de l'axe [001] ( $\boldsymbol{\tau} = \vec{0}$ ). En pratique un grain subit une rotation de  $+\frac{\theta}{2}$  et l'autre grain la rotation inverse de  $-\frac{\theta}{2}$  dans la boîte de simulation. Le réseau dichromatique formé par G1 et G2 présente une maille de coïncidence (CSL) et est affiché en figure II.2b. Le plan du jdj est choisi parmi une famille de plans de coïncidence les plus denses, c.à.d  $(450)_{G1}/(\bar{4}50)_{G2}$ . On impose également que si deux atomes ne provenant pas du même grain sont séparés d'une distance inférieure à  $d_c = \frac{a_0}{\sqrt{2}}$ ,  $a_0$  étant le paramètre de maille de l'aluminium, alors il faut supprimer l'atome appartenant à G2. Ainsi les atomes appartenant aux 3 plans  $(\bar{4}50)_{G2}$  situés juste au dessus du plan de coïncidence ont été retirés. Ceci permet d'éviter que des atomes soient trop proches au début de la relaxation de la structure. On peut remarquer que supprimer des plans entiers dans G2 revient à translater G2 par rapport à G1 d'un vecteur parallèle au plan du jdj et dont la norme dépend du nombre de plans retirés [91]. La relaxation de la structure est effectuée en minimisant l'énergie totale du système à 0 K en utilisant la méthode du gradient conjugué dont les détails seront expliqués dans la sous section 1.2.3. L'énergie totale est calculée à partir d'un potentiel de type EAM (Embedded Atom Method) optimisé pour l'aluminium qui est décrit et testé en sous section 1.2.2. C'est la structure d'énergie minimum qui est affichée en figure II.2a. L'arrangement atomique au joint est identique à celui de l'image HR-MET de la figure II.1. Cette structure est périodique de type |BAAA.BAAA| dans laquelle A représente des unités de cristal parfait élastiquement déformées et B le cœur de dislocations rectilignes intrinsèques primaires de vecteur de Burgers  $\mathbf{b}$  égal à  $\frac{1}{2}[110]_{G1}$ . On retrouve une dislocation tous les  $d = 1,3$  nm dans la direction de  $\mathbf{b}_{CSL}$ . On peut comparer cet espacement entre dislocations avec celui prédit en appliquant l'équation de Frank pour les joints de flexion symétriques :  $\frac{b}{d} = 2 \sin(\frac{\theta'}{2})$ . La symétrie d'ordre 4 autour de l'axe de rotation [001] impose d'utiliser l'angle complémentaire  $\theta' = 90 - \theta$  pour obtenir une densité de dislocations permettant de résoudre individuellement chaque dislocation, comme c'est le cas expérimentalement. Remarquons de plus que le réseau dichromatique de la figure II.2b peut aussi être reproduit en désorientant G1 et G2 de  $\theta' = 90 - \theta = 12,68^\circ$ . Ainsi l'espacement prédit entre les dislocations intrinsèques vaut  $d_{theo} = \frac{b}{2 \sin(\frac{\theta'}{2})} = \frac{a_0 \sqrt{41}}{2} = 1,297$  nm ce qui est en excellent accord avec la valeur mesurée.

Sur la figure II.2a sont colorés en jaune les atomes appartenant à la CSL du réseau dichromatique des deux grains. La symétrie d'ordre 4 est clairement visible sur cette projection et cette image confirme également que le plan du jdj obtenu est bien un plan de symétrie de la CSL. Notons enfin que les vecteurs de base de maille CSL ne sont pas orthogonaux entre eux. En particulier on remarque sur la figure II.2c que  $\mathbf{a}_{CSL}$  et  $\mathbf{b}_{CSL}$  ne sont pas orthogonaux avec  $\mathbf{c}_{CSL}$ . Autrement dit les atomes de la CSL dans la figure II.2a séparés par  $\mathbf{a}_{CSL}$  ou  $\mathbf{b}_{CSL}$  sont décalés selon [001] d'une distance interplans (002) valant  $d_{(002)} = \frac{a_0}{2} = 0,2025$  nm.

## 1.2 Détails des simulations

Notre objectif étant d'étudier la migration du Lac-jdg il faut maintenant produire cette structure en introduisant le dipôle de disconnexions dans le P-jdg puis observer la migration du Lac-jdg. Avant de discuter des résultats, la boîte de simulation ainsi que les techniques utilisées vont être présentés.

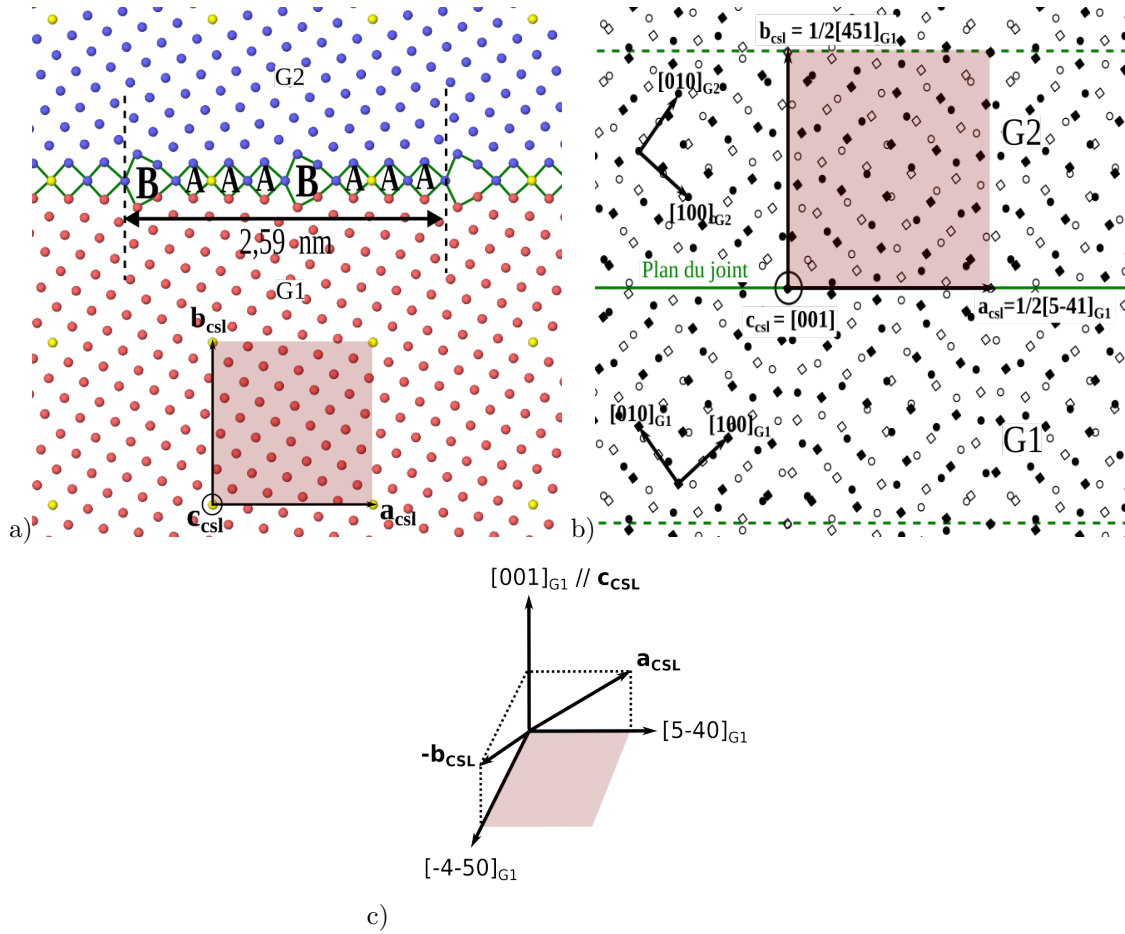


FIGURE II.2 – a) Bicristal  $\Sigma 41[001](540)$  étudié. Les atomes colorés en jaune appartiennent à la CSL formée par les deux grains dans le réseau dichromatique. Les flèches noires représentent la projection des vecteurs de la maille élémentaire de la CSL. Les lignes vertes sont des guides pour les yeux. b) Réseau dichromatique formé par G1 et G2. Les carrés représentent les atomes de G1 et les cercles ceux de G2. Les symboles pleins indiquent que les atomes sont dans le plan de la page et les symboles creux qu'ils sont en dessus ou au dessous. c) Orientation des vecteurs de la CSL par rapport au système de G1.

### 1.2.1 Modèle de simulation

La boîte de simulation est schématisée en figure II.3.  $\mathbf{x}$  pointe vers  $[450]_{G1}/[\bar{4}50]_{G2}$ ,  $\mathbf{y}$  vers  $[\bar{5}40]_{G1}/[\bar{5}\bar{4}0]_{G2}$  et  $\mathbf{z}$  est parallèle à la direction commune  $[001]$ . Les conditions aux bords sont périodiques dans le plan  $(y,z)$ . La période du bicristal dans la direction  $\mathbf{y}$  vaut  $p_y = \|[450]_{G1}\| = a_0\sqrt{41} = 2,593$  nm et celle de la direction  $\mathbf{z}$  vaut  $p_z = \|[001]\| = a_0 = 0,405$  nm. Les dimensions valent  $L_x = 11,53$  nm,  $L_y = 4 \times p_y = 10,37$  nm et  $L_z = 8 \times p_z = 3,24$  nm dans les directions  $\mathbf{x}$ ,  $\mathbf{y}$  et  $\mathbf{z}$  et la boîte contient 21600 atomes. Les deux grains G1 et G2 sont séparés par le jdg qui est situé à  $\frac{1}{2}L_x$ . Les extrémités supérieure ( $x = L_x$ ) et inférieure ( $x = 0$ ) de la boîte de simulation sont délimitées par deux tranches,

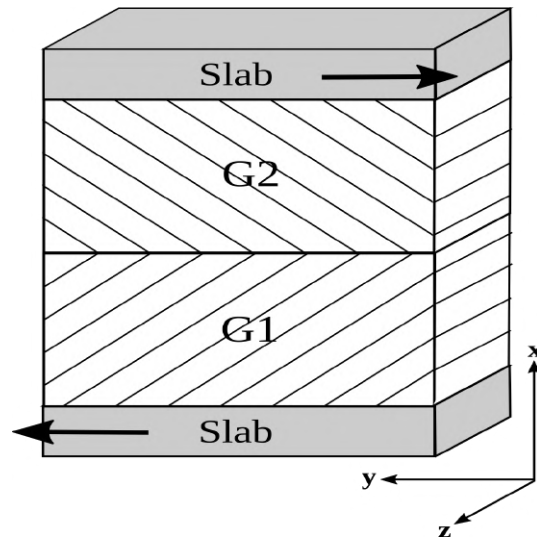


FIGURE II.3 – Schéma de la boîte de simulation. On impose des conditions périodiques dans les directions  $y$  et  $z$ . Les slabs représentent des atomes dont les positions relatives sont figées dans leur état de cristal parfait.

appelées slabs, de 1,730 nm d'épaisseur chacune dans lesquelles les positions relatives des atomes sont figées dans leur état de cristal parfait. Cela nous permet d'imposer une contrainte de cisaillement au jdg en déplaçant ces slabs en sens opposés dans la direction  $y$ . Pour y arriver les slabs sont déplacés progressivement par pas de  $8,1 \cdot 10^{-4}$  nm et l'énergie du système est minimisée entre chaque pas (les slabs étant fixés au cours de la minimisation). La contrainte est calculée en utilisant la formulation du viriel qui est détaillée en sous section 1.2.4. Nous serons amené à calculer le chemin d'énergie minimum entre deux états, avant et après migration, en utilisant la méthode de la Nudged Elastic Band présentée en 1.2.5.

## 1.2.2 Potentiel interatomique EAM

La délocalisation des électrons de conduction dans les liaisons métalliques de l'aluminium conduit à considérer un potentiel à  $n$  corps pour décrire les interactions interatomiques. La méthode EAM a montré son efficacité dans la simulation de structures métalliques sous contraintes et de défauts étendus [75] [92]. Deux potentiels différents ont été envisagés et le choix effectué a été guidé par leur capacité à reproduire quelques propriétés physique de l'aluminium cristallin. Le calcul du paramètre de maille  $a_0$ , des coefficients élastiques  $C_{11}$ ,  $C_{12}$  et  $C_{44}$  ainsi que de l'énergie de formation d'une lacune  $E_f^{Lac}$  a été réalisé. Deux potentiels ont été considérés : le premier a été publié par Jacobsen et al. [93] et le second par Mishin et al. [94]. Les valeurs calculées sont renseignées dans le tableau II.1 et peuvent être directement comparées avec les valeurs expérimentales.

Il apparaît que le potentiel de Mishin donne des résultats conforme à ce qui est mesuré expérimentalement alors que le potentiel de Jacobsen sous estime  $a_0$  et surestime les autres propriétés, à l'exception de  $C_{11}$ . Ce dernier est alors écarté et le potentiel de Mishin est choisi pour les simulations. Mentionnons néanmoins que les valeurs expérimentales des coefficients élastiques et de  $a_0$  ont été collectées à température ambiante alors que les valeurs obtenues avec les potentiels ont été calculées à 0K.

	$a_0(\text{nm})$	$C_{11}(\text{GPa})$	$C_{12}(\text{GPa})$	$C_{44}(\text{GPa})$	$E_f^{Lac}(\text{eV})$
Jacobsen	0,398	112	85	46	1,16
Mishin	0,405	114	61	32	0,68
Exp.	0,405	114	62	32	0,68

TABLE II.1 – Valeurs du paramètre de maille, des coefficients élastiques et de l'énergie de formation de lacune  $E_f^{Lac}$  calculées en utilisant deux potentiels EAM différents. Les valeurs expérimentales extraites de [94] sont renseignées pour comparer.

Un potentiel de type EAM se décompose généralement en deux contributions différentes [95]. La première reflète l'idée que chaque atome dans le cristal est supposé ressentir l'effet d'un gaz d'électrons non uniforme produit par tous les autres atomes environnants. Ce terme représente l'énergie de cohésion du solide et est appelée énergie d'enrobage. Elle se définit comme la différence entre l'énergie d'un atome plongé dans le gaz d'électrons et celle de l'atome isolé. La seconde contribution prend la forme d'un potentiel d'interaction de paires reflétant la répulsion à courte portée des noyaux atomiques. Ainsi l'énergie totale du solide s'écrit comme suit :

$$E_{tot} = \sum_i F(\bar{\rho}_i) + \frac{1}{2} \sum_{ij} V(r_{ij}) \quad (\text{II.1})$$

où l'on somme sur tous les atomes  $i$  du cristal dans le premier terme et sur toutes les paires d'atomes  $(i, j)$  dans le second.  $F(\bar{\rho}_i)$  est l'énergie d'enrobage de l'atome  $i$  calculée à partir de la densité électronique  $\bar{\rho}_i$  prise à la position de cet atome.  $V(r_{ij})$  représente le potentiel d'interaction de paires entre les atomes  $i$  et  $j$  qui dépend de la distance les séparant  $r_{ij}$ .

Il est supposé que  $\bar{\rho}_i$  se décompose comme la somme des contributions individuelles à la densité électronique de chaque atome du cristal à l'exception de l'atome  $i$  considéré. Il vient alors :

$$\bar{\rho}_i = \sum_{j \neq i} \rho(r_{ij}) \quad (\text{II.2})$$

où  $\rho(r_{ij})$  est la fonction de densité atomique de l'atome  $j$ . Avec cette dernière hypothèse on voit que l'énergie devient une fonctionnelle de la densité électronique.

Les fonctions  $\rho(r)$ ,  $F(\bar{\rho})$  et  $V(r)$  intervenant dans le potentiel de Mishin prennent la forme d'un ensemble de splines cubiques paramétrisées à l'aide de données obtenues par calcul *ab initio* et expérimentalement. Les splines cubiques sont des fonctions polynomiales d'ordre allant jusqu'à 3 inclus utilisées pour interpoler un ensemble discret de points de donnée. Ce sont donc des fonctions mathématiques, n'ayant pas nécessairement de sens physique, qui offrent un grand nombre de paramètres ajustables. Dans le cas présent  $V(r)$  et  $\rho(r)$  s'écrivent :

$$V(r) = V_s(r) - V'_s(r_c)\psi(r - r_c) \quad (\text{II.3})$$

$$\rho(r) = \rho_s(r) - \rho'_s(r_c)\psi(r - r_c) \quad (\text{II.4})$$

où la fonction  $\psi(r - r_c) = \frac{r - r_c}{(1 + \beta^n (r - r_c)^n)}$  permet de s'assurer que les dérivées premières et secondes de  $V(r)$  et  $\rho(r)$  s'annulent lorsque  $r = r_c$ ,  $r_c$  étant le rayon de coupure pour la portée des interactions ressentie par un atome donné du cristal. Dans le cas présent  $n = 4$ ,  $\beta = 20 \text{ nm}^{-1}$  et  $r_c$  est considéré comme un paramètre ajustable.  $V_s(r)$  et  $\rho_s(r)$  sont des splines cubiques interpolant un ensemble donné de points  $\{r_i, V_i\} (i = 1, \dots, N_1)$  et  $\{r_i, \rho_i\} (i = 1, \dots, N_2)$  respectivement avec des conditions aux bords naturelles (les dérivées secondes aux extrémités sont fixées). Le dernier point de chaque ensemble de données est  $(r_c, 0)$ , limitant effectivement la portée des interactions à  $r_c$ . On voit ainsi que ces deux fonctions contiennent  $N_1 + N_2 - 1$  paramètres ajustables (en comptant  $r_c$ ) lors de l'optimisation.

$F(\bar{\rho})$  est également décrite par des splines cubiques passant par un ensemble de points  $\{\bar{\rho}_i, F_i\} (i = 1, \dots, N_3)$ . Sont inclus les points  $(0, 0)$  et  $(\bar{\rho}_0, F(\bar{\rho}_0))$  ce dernier correspondant à la valeur de l'énergie d'enrobage d'équilibre  $F(\bar{\rho}_0)$  obtenue pour la densité électronique à l'équilibre de la structure cfc  $\bar{\rho}_0$ . La position de ce point ainsi que les valeurs des dérivées  $F'(\bar{\rho}_0)$  et  $F''(\bar{\rho}_0)$  sont donnés par les valeurs expérimentales du paramètre de maille  $a_0$ , de l'énergie potentielle par atome  $E_0$  et du module d'élasticité isostatique  $B$ .  $(\bar{\rho}_0, F(\bar{\rho}_0))$  est donc un point fixe et les dérivées  $F'(\bar{\rho}_0)$  et  $F''(\bar{\rho}_0)$  permettent de définir les conditions aux bords des splines. En conséquence l'énergie d'enrobage dispose de  $N_3 - 2$  paramètres ajustables.

Les équations II.1 et II.2 sont connues pour être invariantes selon les transformations suivantes :

$$\rho(r) \longrightarrow s\rho(r), \quad F(\bar{\rho}) \longrightarrow F\left(\frac{\bar{\rho}}{s}\right) \quad (\text{II.5})$$

$$F(\bar{\rho}) \longrightarrow F(\bar{\rho}) - g\bar{\rho}, \quad V(r) \longrightarrow V(r) + 2g\rho(r) \quad (\text{II.6})$$

où  $s$  et  $g$  sont des constantes arbitraires. Cette invariance se traduit par une réduction du nombre de paramètres ajustables de 2 et fixe donc leur nombre total à  $N_p = N_1 + N_2 + N_3 - 5$ .

Les fonctions  $\bar{\rho}$ ,  $F(\bar{\rho})$  et  $V(r)$  sont ensuite optimisées via l'ajustement numérique des  $N_p$  paramètres pour reproduire un mélange de données issues de calculs *ab initio* et de mesures expérimentales. La paramétrisation utilisée garantit une reproduction exacte de  $a_0$ ,  $E_0$  et  $B$ . Pour les autres propriétés utilisées la somme des déviations relatives quadratiques par rapport à la valeur ciblée est minimisée. Une pondération permet de hiérarchiser l'importance donnée à certaines propriétés par rapport à d'autres. Cela permet de tenir compte de la fiabilité des données, de l'application envisagée du potentiel et des lacunes intrinsèques du modèle EAM. Ainsi la priorité maximale est donnée aux constantes élastiques, à  $E_f^{Lac}$ , à l'énergie de migration d'une lacune  $E_m^{Lac}$ , à l'énergie de faute d'empilement  $\gamma_{SF}$  et à l'énergie des structures hexagonales compact et cubique centrée. Une phase de test sur d'autres données permet ensuite d'évaluer la fiabilité du potentiel ainsi que d'estimer la valeur de  $N_p$  optimale. Pour l'aluminium il est trouvé que  $N_p = 17$  avec  $N_1 = 9$ ,  $N_2 = 7$  et  $N_3 = 6$ . Le détail sur les données expérimentales et *ab initio* incluses dans la base pour l'optimisation du potentiel est consultable dans [94].

### 1.2.3 Minimisation de l'énergie

Les structures d'équilibre à 0K des systèmes P-jdg et Lac-jdg ont été déterminées via l'utilisation d'un algorithme de minimisation de fonction à plusieurs variables, ici l'énergie totale du système constitué de  $N$  atomes  $E(\mathbf{r}_1, \mathbf{r}_2, \mathbf{r}_3, \dots, \mathbf{r}_{N-1}, \mathbf{r}_N) = E(\mathbf{R})$  avec  $\mathbf{R}$  un vecteur de dimension  $3N$ . La



méthode utilisée est celle du gradient conjugué (GC). Il s'agit d'un procédé itératif initié par le choix d'une configuration atomique de départ puis par la détermination d'une direction guidant le déplacement des atomes afin d'aboutir à une configuration d'énergie plus faible. La convergence de cette méthode est d'autant plus facile que la dépendance de l'énergie par rapport aux coordonnées des atomes est quadratique à l'approche du minimum local recherché [96].

L'algorithme détaillé se décrit comme suit :

- Phase d'initialisation : une configuration initiale judicieuse  $\mathbf{R}^1$  est choisie.

- Phase itérative : le système est dans la configuration  $\mathbf{R}^j$ .

Cette phase se décompose en plusieurs étapes :

1. La direction de recherche  $\mathbf{d}^j$  est fixée :

$$\mathbf{d}^j = -\nabla E^j + \epsilon^j \mathbf{d}^{j-1} \text{ si } j \neq 1 \quad (\text{II.7})$$

et

$$\mathbf{d}^j = -\nabla E^j \text{ si } j = 1 \quad (\text{II.8})$$

où :

$$\epsilon^j = \frac{\nabla E^{jT} (\nabla E^j - \nabla E^{j-1})}{\nabla E^{j-1T} \nabla E^{j-1}} \quad (\text{II.9})$$

L'équation II.9 correspond à la version Polak-Ribière de l'algorithme CG [97]. La direction de recherche à l'étape  $j$  est orthogonale à celle de l'étape  $j - 1$ .

2.  $\mathbf{R}^{j+1}$  est déterminé par l'expression :

$$\mathbf{R}^{j+1} = \mathbf{R}^j + s^j \mathbf{d}^j \quad (\text{II.10})$$

dans laquelle le pas de déplacement  $s^j$  dans la direction  $\mathbf{d}^j$  est optimisé par la minimisation de la fonction  $E(\mathbf{R}^j + s^j \mathbf{d}^j)$  par rapport à la variable  $s^j$  :

$$\frac{dE(\mathbf{R}^j + s^j \mathbf{d}^j)}{ds^j} = 0 \quad (\text{II.11})$$

3. Tester si le critère de convergence est satisfait. Si ce n'est pas le cas revenir à l'étape 1. Sinon terminer la procédure.

Le critère de convergence est atteint dès lors qu'au moins une des conditions suivantes est remplie :

a. la différence entre les énergies relatives des configurations  $\mathbf{R}^j$  et  $\mathbf{R}^{j-1}$  est inférieure à une valeur seuil  $\epsilon_e$  :  $\frac{E^j - E^{j-1}}{E^j} \leq \epsilon_e$ ,

b. le vecteur force global agissant sur les atomes est faible : la norme  $|\nabla E^j|$  doit être plus petite qu'une certaine tolérance  $\epsilon_f$  :  $|\nabla E^j| \leq \epsilon_f$ ,

c. Le nombre d'itérations atteint un maximum défini.

Dans nos simulations la tolérance énergétique est fixée à  $\epsilon_e = 10^{-18}$  et celle sur le vecteur force global à  $\epsilon_f = 10^{-18}$  eV/Å. En pratique c'est la convergence de l'énergie qui stoppe la procédure pour les systèmes étudiés ici.

### 1.2.4 Calcul des contraintes

Le calcul des contraintes au cours des simulations est effectué via l'estimation des distances et des forces interatomiques. La méthode est basée sur l'hypothèse de l'équivalence entre la pression thermodynamique  $p_T$  et la pression calculée par le théorème du viriel  $p_V$ . Pour un système de  $N$  particules identiques interagissant via un potentiel  $E$  dans un volume  $V$  maintenu à une température  $T$  la pression  $p_T$  s'écrit [98] :

$$p_T = -\frac{\partial F}{\partial V}_{(T,N)} = \rho k_B T - \left\langle \frac{\partial E}{\partial V} \right\rangle \quad (\text{II.12})$$

où  $F$  est l'énergie libre du système,  $\rho = \frac{N}{V}$  est le nombre de particules par unité de volume,  $k_B$  la constante de Boltzmann et  $\langle \cdot \rangle$  représente une moyenne statistique ou temporelle.

Le théorème du viriel permet de relier la pression  $p_V$  à la position et aux forces s'exerçant sur les différentes particules du système dues à leurs interactions mutuelles [98] :

$$p_V = \rho k_B T + \frac{1}{3V} \left\langle \sum_{i=1}^N \mathbf{r}_i \cdot \mathbf{F}_i \right\rangle \quad (\text{II.13})$$

avec  $\mathbf{r}_i$  la position de la particule  $i$  et  $\mathbf{F}_i = -\nabla_{\mathbf{i}}(E)$  la force s'exerçant sur cette dernière. Ainsi si l'on suppose  $p_T = p_V$  alors :

$$\left\langle \frac{\partial E}{\partial V} \right\rangle = -\frac{1}{3V} \left\langle \sum_{i=1}^N \mathbf{r}_i \cdot \mathbf{F}_i \right\rangle \quad (\text{II.14})$$

Cette dernière expression est valable pour les systèmes dans lesquels le potentiel  $E$  ne dépend pas explicitement du volume  $V$ . Elle est donc suffisante pour traiter les métaux décrits par un potentiel à  $n$  corps, comme ceux du type EAM, mais elle n'est pas justifiée lorsqu'il existe dans le système des interactions coulombiennes de longue portée dues à la présence d'ions ou de molécules polyatomiques.

Le potentiel utilisé pour le présent travail est de type EAM comme vu en section 1.2.2. Les composantes  $\sigma^{\alpha\beta}$  du tenseur des contraintes macroscopique  $\bar{\sigma}$  s'écrivent alors de façon analogue à l'expression de  $p_V$  dans l'équation II.13 ce qui donne [99] :

$$\sigma_i^{\alpha\beta} = -\rho k_B T - \frac{1}{V} \left\langle \sum_{i=1}^N r_i^\alpha F_i^\beta \right\rangle \quad (\text{II.15})$$

où  $r_i^\alpha$  et  $F_i^\beta$  sont respectivement la composante  $\alpha$  de la position et la composante  $\beta$  de la force de la particule  $i$  avec  $\alpha, \beta = x, y, z$ . Un tenseur des contraintes microscopique par atome peut alors être défini :

$$\sigma_i^{\alpha\beta} = -\frac{1}{\Omega_i} \frac{p_i^\alpha p_i^\beta}{m_i} - \frac{1}{\Omega_i} r_i^\alpha F_i^\beta \quad (\text{II.16})$$

où  $m_i$  est la masse de l'atome  $i$ ,  $p_i^\alpha$  est la composante  $\alpha$  de son impulsion et  $\Omega_i$  est son volume. C'est cette contrainte qui est calculée au cours des simulations et c'est l'évolution de sa moyenne sur le volume

de la boîte qui est présentée en section 2. La température des simulations étant fixée à 0K le terme  $\frac{p_i^\alpha p_i^\beta}{m_i}$  est toujours nul. En pratique le terme  $r_i^\alpha F_i^\beta$  est déterminé après l'évaluation et la sommation des contributions  $\mathbf{r} \cdot \mathbf{F}$  des atomes compris dans un petit groupe dont fait partie l'atome  $i$ . La somme totale calculée est ensuite divisée équitablement entre les atomes membres permettant l'évaluation de  $\sigma_i^{\alpha\beta}$ . Le détail de cette procédure de groupement des atomes pour le calcul de la contrainte ainsi que la prise en compte des conditions périodiques par LAMMPS sont expliqués dans la publication de Thompson et al. [100].

### 1.2.5 Méthode Nudged Elastic Band (NEB)

La NEB est une méthode permettant de déterminer le Chemin d'Énergie Minimum (CEM) entre deux états (méta)stables du système. Le CEM est défini comme le chemin de plus basse énergie reliant ces deux états. L'intérêt principal de la recherche du CEM est la visualisation des mécanismes atomiques élémentaires permettant de transiter de l'état initial à l'état final ainsi que de l'énergie des configurations parcourues. La description du mécanisme microscopique du processus est alors possible et des quantités comme l'énergie d'activation peuvent être extraites.

Dans la méthode NEB une chaîne de  $m$  états (contenant  $m-2$  états intermédiaires) est défini par les configurations successives repérées par  $\mathbf{R}^i; i = 0, \dots, i = m - 1$ . Pour un système constitué de  $N$  atomes chaque  $\mathbf{R}^i$  est un vecteur de dimension  $3N$  contenant la position des atomes dans l'image  $i$ . La chaîne peut alors être représentée de façon compact par un vecteur  $Q(\mathbf{R}^0, \mathbf{R}^1 \dots \mathbf{R}^{m-1})$ . Le nombre d'états intermédiaires ainsi que leur nature sont choisis par l'utilisateur.

Basée sur l'analogie selon laquelle une bande élastique joignant deux minimas locaux sur une surface suit le CEM, les états successifs d'une NEB sont reliés entre eux par des ressorts simulant des interactions élastiques. L'ajout de ces ressorts permet d'assurer que les états intermédiaires ne relaxent pas vers l'état initial ou l'état final et que le chemin d'énergie reste continu. Ceci suggère que pour obtenir le CEM il suffit de minimiser l'énergie potentielle  $E(Q)$  étendue à toute la bande. Pour une chaîne d'états  $Q(\mathbf{R}^0, \mathbf{R}^1 \dots \mathbf{R}^{m-1})$  cette énergie potentielle s'écrit :

$$E(Q) = \sum_{i=0}^{m-1} E(\mathbf{R}^i) + \sum_{i=0}^{m-2} \frac{1}{2} K (\mathbf{R}^{i+1} - \mathbf{R}^i)^2 \quad (\text{II.17})$$

où  $K$  est la constante de raideur des ressorts.

Il s'avère cependant que cette stratégie ne conduit pas à la convergence du chemin d'énergie vers le CEM. La raison de ce comportement est l'interférence des forces de rappel des ressorts avec les forces "vraies", c.à.d dérivant du potentiel de chaque image, qui gêne la convergence vers le CEM et affecte la distribution des images le long du chemin.

Dans la NEB ce problème est résolu par une procédure de relaxation qui ne tient compte que de certaines composantes des forces lorsqu'elles sont projetées sur la tangente au chemin d'énergie. Le schéma de la figure II.4 illustre cette stratégie. Deux chaînes de 7 images ayant les mêmes extrémités sont placées sur une surface d'énergie potentielle. L'une d'elles représente le CEM et la seconde un autre chemin d'énergie, repéré par NEB. La force  $\mathbf{F}_i^{NEB}$  agissant sur l'image  $i$  du chemin NEB est montrée dans l'encadré. La tangente au chemin d'énergie en  $i$  est  $\hat{\mathbf{t}}_i$  et son orientation dépend de la configuration et de l'énergie potentielle des images  $i - 1$ ,  $i$  et  $i + 1$  [102]. C'est un vecteur unitaire que l'on peut construire à partir de la relation  $\hat{\mathbf{t}}_i = \frac{\mathbf{t}_i}{|\mathbf{t}_i|}$  et  $\mathbf{t}_i$  a pour expression :

$$\mathbf{t}_i = \begin{cases} \mathbf{t}_i^+ & \text{si } E(\mathbf{R}^{i+1}) > E(\mathbf{R}^i) > E(\mathbf{R}^{i-1}) \\ \mathbf{t}_i^- & \text{si } E(\mathbf{R}^{i+1}) < E(\mathbf{R}^i) < E(\mathbf{R}^{i-1}) \end{cases} \quad (\text{II.18})$$

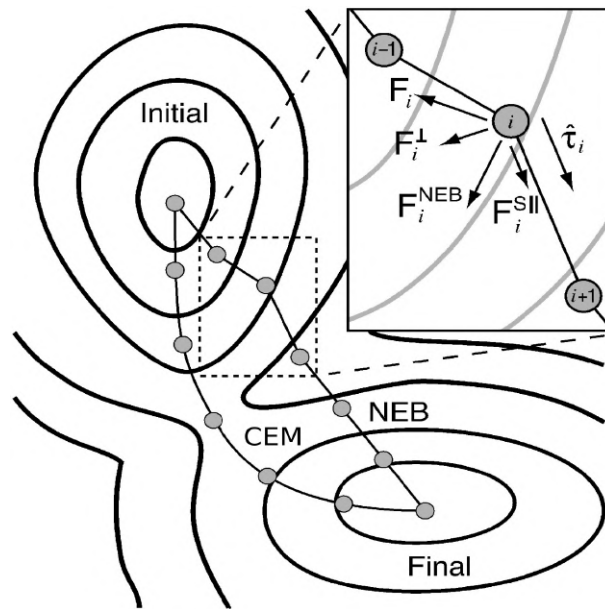


FIGURE II.4 – Schéma illustrant la procédure de projection des forces par rapport à la tangente de l'image  $i$  repérée par  $\hat{\tau}_i$ . La force agissant sur l'image  $i$  est  $F_i^{\text{NEB}}$  et est formée à partir de  $F_i^{\text{S||}}$  et  $F_i^\perp$ . Cette dernière est issue de la projection perpendiculaire de la force vraie  $F_i = -\nabla_i(E(\mathbf{R}^i))$  et  $F_i^{\text{S||}}$  est la projection parallèle de la force de rappel subie par l'image  $i$ . D'après [101].

avec  $\mathbf{t}_i^+ = \mathbf{R}^{i+1} - \mathbf{R}^i$  et  $\mathbf{t}_i^- = \mathbf{R}^i - \mathbf{R}^{i-1}$ . Si l'image  $i$  est dans un extremum local c.à.d un minimum  $E(\mathbf{R}^{i+1}) > E(\mathbf{R}^i) < E(\mathbf{R}^{i-1})$  ou un maximum  $E(\mathbf{R}^{i+1}) < E(\mathbf{R}^i) > E(\mathbf{R}^{i-1})$  alors l'estimation de la tangente devient :

$$\mathbf{t}_i = \begin{cases} \mathbf{t}_i^+ \Delta E_i^{max} + \mathbf{t}_i^- \Delta E_i^{min} & \text{si } E(\mathbf{R}^{i+1}) > E(\mathbf{R}^{i-1}) \\ \mathbf{t}_i^+ \Delta E_i^{min} + \mathbf{t}_i^- \Delta E_i^{max} & \text{si } E(\mathbf{R}^{i+1}) < E(\mathbf{R}^{i-1}) \end{cases} \quad (\text{II.19})$$

avec :

$$\begin{aligned} \Delta E_i^{max} &= \max(|E(\mathbf{R}^{i+1}) - E(\mathbf{R}^i)|, |E(\mathbf{R}^{i-1}) - E(\mathbf{R}^i)|) \\ \Delta E_i^{min} &= \min(|E(\mathbf{R}^{i+1}) - E(\mathbf{R}^i)|, |E(\mathbf{R}^{i-1}) - E(\mathbf{R}^i)|) \end{aligned} \quad (\text{II.20})$$

Cette définition de la tangente permet d'éviter certaines situations au cours desquelles des "plis" peuvent apparaître le long de la bande, empêchant la NEB de converger vers le CEM. Une fois  $\hat{\mathbf{r}}_i$  déterminée les vecteurs forces peuvent être décrits par leur composantes parallèle et perpendiculaire à la tangente. La force totale sur l'image  $i$  est la somme de deux contributions : la première est la force vraie et dérive directement du potentiel interatomique de l'image  $i$  :  $\mathbf{F}_i = -\nabla_i(E(\mathbf{R}^i))$ ; et la seconde est la résultante des forces de rappel issues des ressorts reliant l'image  $i$  et ses voisines  $i - 1$  et  $i + 1$  :  $\mathbf{F}_i^S = K((\mathbf{R}^{i+1} - \mathbf{R}^i) - (\mathbf{R}^i - \mathbf{R}^{i-1}))$ . La composante parallèle à  $\hat{\mathbf{r}}_i$  de la force vraie a tendance à réduire la densité d'images dans les zones de plus haute énergie alors qu'il est en général souhaité un maximum de résolution. De plus la composante perpendiculaire à  $\hat{\mathbf{r}}_i$  de la force des ressorts empêche la relaxation vers un CEM courbé et peut conduire une image hors du CEM. Ainsi seules la composante parallèle de la force des ressorts  $\mathbf{F}_i^{S\parallel}$  et la composante perpendiculaire de la force vraie  $\mathbf{F}_i^\perp$  sont utilisées pour former la force perçue par l'image  $\mathbf{F}_i^{NEB}$  au cours de la NEB. La force  $\mathbf{F}_i^{NEB}$  s'écrit donc :

$$\mathbf{F}_i^{NEB} = \mathbf{F}_i^\perp + \mathbf{F}_i^{S\parallel} \quad (\text{II.21})$$

où

$$\mathbf{F}_i^\perp = -\nabla_i E(\mathbf{R}^i) + (\nabla_i E(\mathbf{R}^i) \cdot \hat{\mathbf{r}}_i) \hat{\mathbf{r}}_i \quad (\text{II.22})$$

et

$$\mathbf{F}_i^{S\parallel} = [K((\mathbf{R}^{i+1} - \mathbf{R}^i) - (\mathbf{R}^i - \mathbf{R}^{i-1})) \cdot \hat{\mathbf{r}}_i] \hat{\mathbf{r}}_i \quad (\text{II.23})$$

La minimisation de l'énergie  $E(Q)$  est alors effectuée en ne tenant compte que de  $\mathbf{F}_i^{S\parallel}$  et  $\mathbf{F}_i^\perp$  pour faire évoluer les configurations le long du chemin. C'est  $\mathbf{F}_i^{S\parallel}$  qui contrôle la répartition des images le long du CEM ce qui permet de les maintenir régulièrement espacées. De plus la force vraie et la force des ressorts n'interfèrent plus améliorant en conséquence la convergence de la NEB.

Au cours des itérations de la NEB la minimisation est effectuée en utilisant l'algorithme quickmin [101]. Lorsque la convergence est atteinte, après vérification d'un critère initialement défini, les images sont réparties le long du CEM. Il se peut cependant qu'aucune image ne se situe à la position du point de selle.

Pour parvenir à déterminer la configuration du point de selle la NEB peut être suivie d'une extension appelée "Climbing Image-NEB" (CI-NEB) [103] qui permet de guider une image vers sa position. C'est

en fait l'image de plus haute énergie  $i_{max}$  obtenue à l'issue de la NEB qui va "grimper" jusqu'au sommet du CEM. Pour se faire la force qu'elle perçoit est modifiée et s'écrit :

$$\mathbf{F}_{i_{max}} = -\nabla_{i_{max}} E(\mathbf{R}^{i_{max}}) + 2(\nabla_{i_{max}} E(\mathbf{R}^{i_{max}}) \cdot \hat{\mathbf{t}}_{i_{max}}) \hat{\mathbf{t}}_{i_{max}} \quad (\text{II.24})$$

avec  $\hat{\mathbf{t}}_{i_{max}}$  la tangente au CEM en  $i_{max}$ . La force perçue se résume donc à la force vraie dont la composante parallèle a été inversée. Qualitativement l'image  $i_{max}$  remonte la surface d'énergie potentielle le long de la bande et la descend perpendiculairement à la bande. En sortie de la CI-NEB le CEM est obtenu avec une image à la position du point du selle.

Il est possible de représenter la transition sur un graphique en traçant la courbe de l'énergie des images en fonction de leur coordonnée de réaction (CR). La CR représente l'avancement de la transformation de l'état initial vers l'état final. Dans LAMMPS la CR est donnée par la somme de la norme des déplacements cumulés entre l'état initial et l'image considérée (normalisée par le total de la norme des déplacements cumulés entre l'état initial et l'état final). Le déplacement de l'image  $i$  à l'image  $i + 1$  est représenté par un vecteur de dimension  $3N$  dont la norme s'écrit  $d_{i,i+1} = |\mathbf{R}^{i+1} - \mathbf{R}^i|$ . La coordonnée de réaction de l'image  $i$  du CEM s'écrit alors :

$$CR_i = \frac{\sum_0^{i-1} d_{k,k+1}}{\sum_0^{m-1} d_{k,k+1}} \quad (\text{II.25})$$

## 2 Resultats

Cette section présente les résultats des simulations effectuées. La structure du Lac-jdg est présentée dans la sous section 2.1. Dans le but de pouvoir comparer quantitativement la migration du Lac-jdg par rapport à celle du P-jdg les résultats relatifs à ce dernier sont tout d'abord présentés en section 2.2. La section suivante 2.3 donne les résultats concernant la migration du Lac-jdg et compare la nucléation et la mobilité des disconnections dans ce joint avec celles du P-jdg. Finalement une conclusion est donnée en section 4.

### 2.1 Structure du système Lac-jdg

Comme mentionné précédemment le dipôle de disconnections est introduit artificiellement dans le joint via la création de lacunes dans le bicristal. Les lacunes étudiées se répartissent le long d'une ligne parallèle à la direction [001]. Ce choix nous permet de conserver l'invariance par translation selon  $z$ . Dans un premier temps on introduit le défaut dans une boîte de simulation remplie d'atomes situés sur les sites d'un cristal parfait d'aluminium. Les conditions aux bords sont libres selon [100] et [001] et périodique selon [001]. L'énergie du système est ensuite minimisée à 0 K. La structure finale est visible en figure II.5a.

La ligne de lacunes introduite dans le cristal est bien stabilisée à la fin de la minimisation d'énergie. Les déplacements des atomes, par rapport à la situation du cristal parfait, ont lieu dans le plan (002) et les intensités des vecteurs déplacement  $\mathbf{u}$  n'excèdent pas 2% du paramètre de maille. On note que les intensités diminuent lorsque l'on s'éloigne de la ligne de lacunes. De plus on peut vérifier que ce champ  $\mathbf{u}$  présente une symétrie axiale par rapport à la ligne de lacunes. La figure II.5b montre un exemple de tracé de l'intensité du champ  $\mathbf{u}$  en fonction de la coordonnée  $x$  pour les atomes situés le long de la ligne en pointillés affichée sur la figure II.5a. Cette courbe présente une symétrie miroir par rapport à la ligne rouge qui est typique de ce que l'on obtient en sondant toute autre direction. Cette symétrie

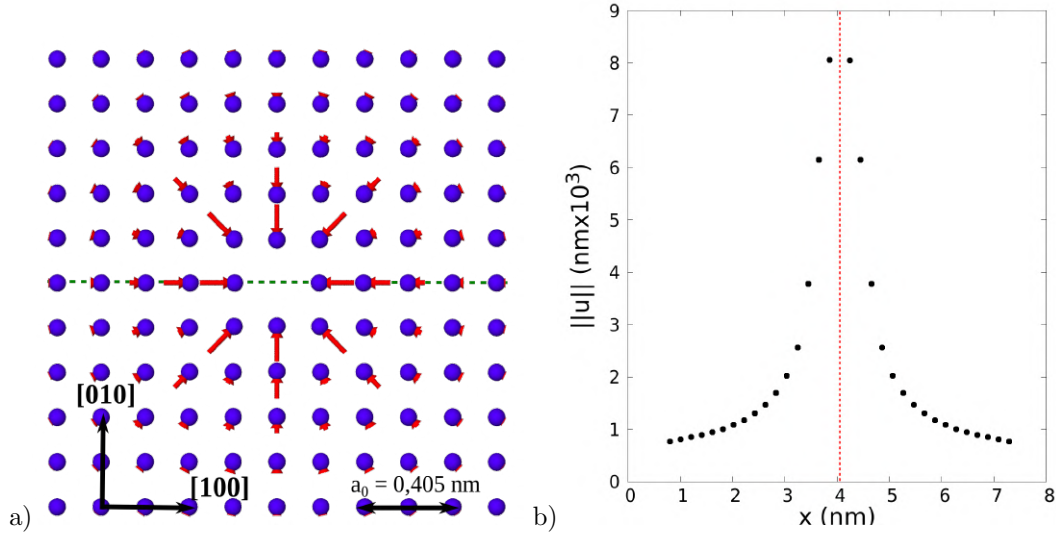


FIGURE II.5 – a) Structure d'énergie minimum autour de la ligne de lacunes dans un cristal parfait. Les flèches rouges représentent un champ de vecteurs égal au champ de déplacement multiplié par 20. Les déplacements sont calculés par rapport à la situation du cristal parfait. b) Norme du vecteur déplacement ( $\mathbf{u}$ ) en fonction de la coordonnée  $x$  le long de la ligne en pointillés affichée en a). On a une symétrie miroir du tracé par rapport à la ligne rouge en pointillés qui coupe l'axe des abscisses à la coordonnée initiale des atomes retirés.

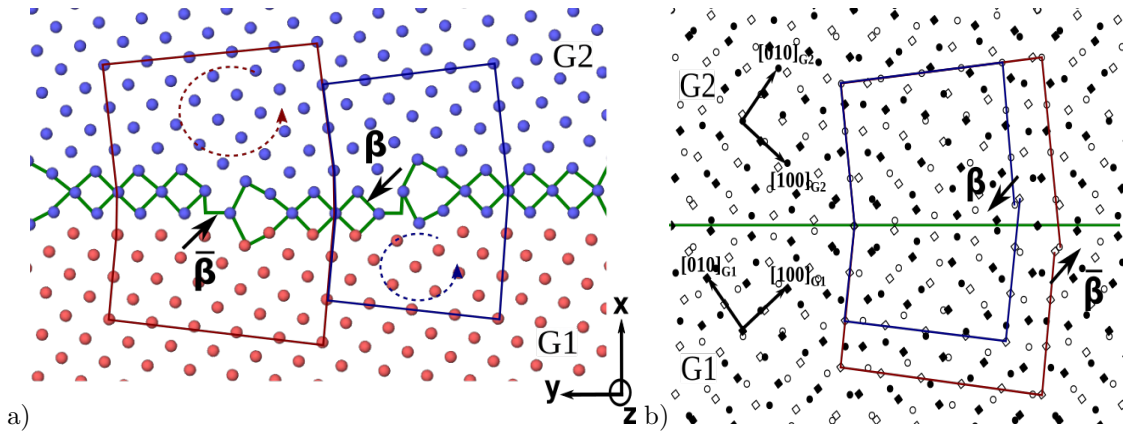


FIGURE II.6 – a) Structure d'énergie minimum résultant de l'incorporation de la ligne de lacunes dans le jdg qui est désignée par Lac-jdg dans le texte. Les circuits fermés (en bleu) sont retracés dans le réseau dichromatique en b) et permettent d'identifier la formation d'une paire de disconnections opposées notées  $\beta/\bar{\beta}$ . b) Défaut de fermeture des circuits tracés en a) donnant pour vecteur de Burgers  $\frac{1}{82}[\bar{9}10]_{G1} / \frac{1}{82}[910]_{G1}$  et hauteur de marche  $\frac{9}{2}h_0 / -\frac{9}{2}h_0$  respectivement pour  $\beta/\bar{\beta}$ .

implique une nullité des déplacements intégrés autour de la ligne de lacunes c.à.d qu'il ne s'agit pas d'une dislocation individuelle. Enfin l'énergie de formation calculée vaut 1,8614 eV/nm. Cette valeur est comparable à l'énergie élastique (par unité de longueur) d'une dislocation glissile dans l'aluminium qui est de l'ordre de  $0,1\mu b^2$  [3] et vaut 1,6 eV/nm.

Dans le bicristal étudié il est choisi de générer la ligne de lacunes dans G2. Afin de faire se rencontrer le défaut avec le P-jdg le système est cisailé à 300 K (en utilisant un thermostat de Noose Hover). On observe la migration réversible du jdj qui "absorbe" la ligne de lacunes et revient dans sa position initiale. La configuration finale est refroidie lentement jusqu'à 0 K et l'énergie est minimisée. La structure résultante est appelée Lac-jdj et est affichée en figure II.6a. Dans la zone d'incorporation de la lacune dans le jdj on constate la formation d'une paire de marches identifiées après analyse comme des disconnections, voir figure II.6b, labellisées  $\beta/\bar{\beta}$ . Les vecteurs de Burgers et les hauteurs de marche de ces disconnections sont opposés. Le vecteur de Burgers de  $\beta$  est identifié comme  $\mathbf{b}_\beta = \frac{1}{82}[\bar{9}\bar{1}0]_{G1}$  et sa hauteur de marche vaut  $h_\beta = \frac{9}{2}h_0$  avec  $h_0 = 0,0316$  nm la hauteur de marche élémentaire. Le vecteur de Burgers de chacune de ces disconnections ayant une composante perpendiculaire au plan du jdj elles sont sessiles. En effet leur mouvement dans le jdj nécessiterait un processus de montée, c.à.d la formation et la diffusion de lacunes ou d'atomes ce qui n'est pas possible à température nulle. Elles forment donc un dipôle stable dans le jdj. Il sera montré plus loin que cette interprétation permet de décrire la migration du Lac-jdj comme la décomposition de disconnections.

En résumé l'introduction de façon artificielle de cette ligne de lacunes dans le joint est équivalente à la formation d'un dipôle de disconnections sessiles de faible énergie  $\beta/\bar{\beta}$  dans le joint.

## 2.2 Nucléation homogène de disconnections

Dans cette section les résultats concernant la nucléation homogène de disconnections vont être présentés. Le système étudié est le P-jdj que l'on cisaille comme indiqué en section 1.2.1.

### 2.2.1 Comportement en "dents de scie"

Au cours de la charge du système la contrainte augmente avec le déplacement des slabs dans un régime qui est tout d'abord élastique linéaire jusqu'à un déplacement de 0,1 nm et élastique non linéaire au-delà. La position du jdj reste la même que dans la configuration initiale. Cet écart à la linéarité peut être visualisé directement en comparant la courbe de charge avec la droite en trait plein de la figure II.7a. Une discontinuité apparaît dans la courbe de charge pour une contrainte  $\sigma_c = 2,85$  GPa et un déplacement  $u_{slabs,c} = 0,887$  nm. La chute de contrainte entre ce point et le suivant est d'environ 0,20 GPa. La visualisation des configurations atomiques autour de cette discontinuité montre qu'elle est associée à la migration du jdj opérée par un mouvement soudain et d'un seul tenant de l'ensemble du plan du joint. Plusieurs migrations successives selon ce mouvement donnent une allure en "dents de scie", ou "stick-slip", à la courbe de charge comme observé par plusieurs auteurs [8] [104]. Les déplacements atomiques au cours de ce mouvement sont visibles en figure II.8. Vient ensuite l'étape de décharge montrant une décroissance de la contrainte jusqu'à ce que les slabs soient revenus dans leur position initiale. Au cours de cette décharge la position du jdj ne varie pas. L'annulation de la contrainte se produit pour une valeur non nulle du déplacement entre les slabs et vaut  $s = 0,063$  nm. Ce déplacement représente la quantité de cisaillement entre les grains produit par la migration du jdj. La distance de migration du jdj peut être évaluée par comparaison directe entre les configurations avant et après migration et on trouve  $m = 0,285$  nm ce qui donne un facteur de couplage de  $\beta = \frac{s}{m} = 0,221$ . On note que cette valeur est en accord avec celle prédite par le modèle de Cahn pour le mode  $\langle 110 \rangle$  qui vaut  $\beta_{\langle 110 \rangle} = 2 \tan(\frac{\pi}{4} - \frac{\theta}{2}) = 0,222$ .



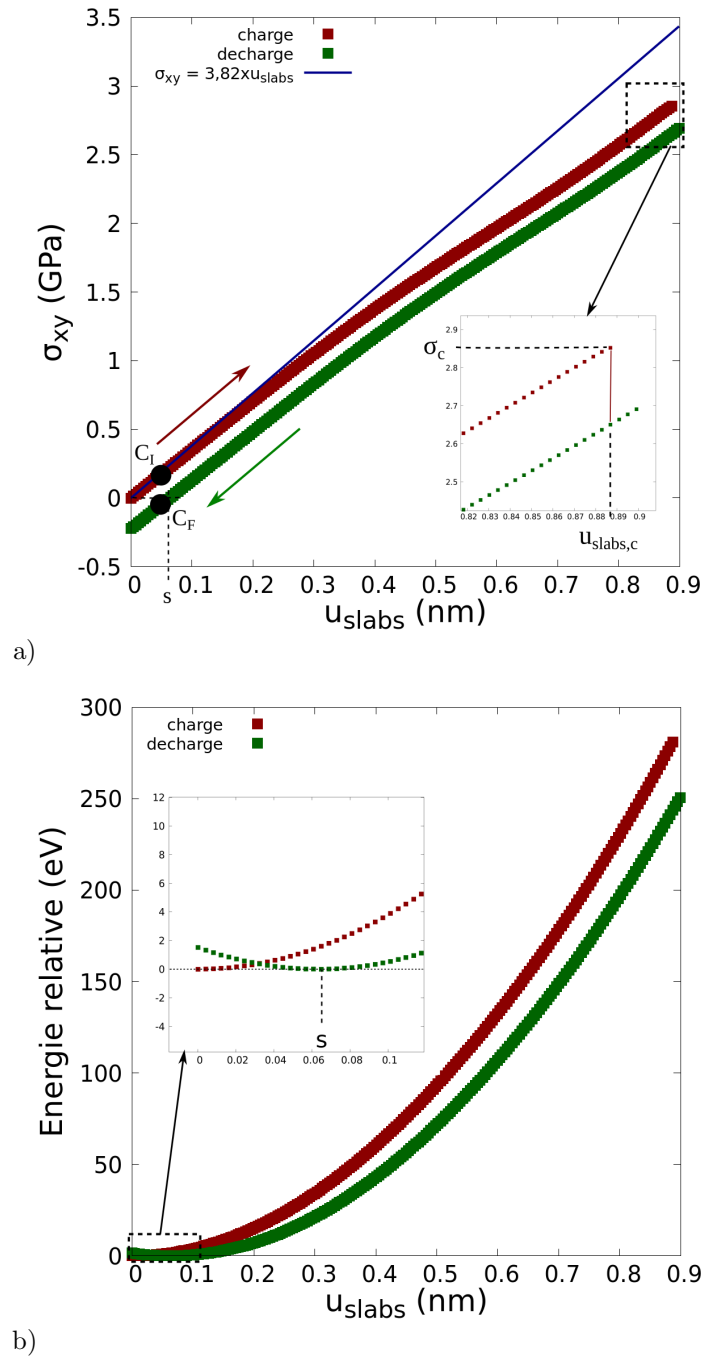


FIGURE II.7 – a)  $\sigma_{xy}$  en fonction du déplacement des slabs. La droite en trait plein est la solution en élasticité linéaire dans le cas d'un cisaillement simple. Un zoom à contrainte élevée permet de bien visualiser la discontinuité lors de la migration du jdg. b) Energie relative en fonction du déplacement des slabs. La référence est la configuration initiale. Le zoom permet de bien distinguer chaque courbe pour  $u_{slabs} < 0,1$  nm.

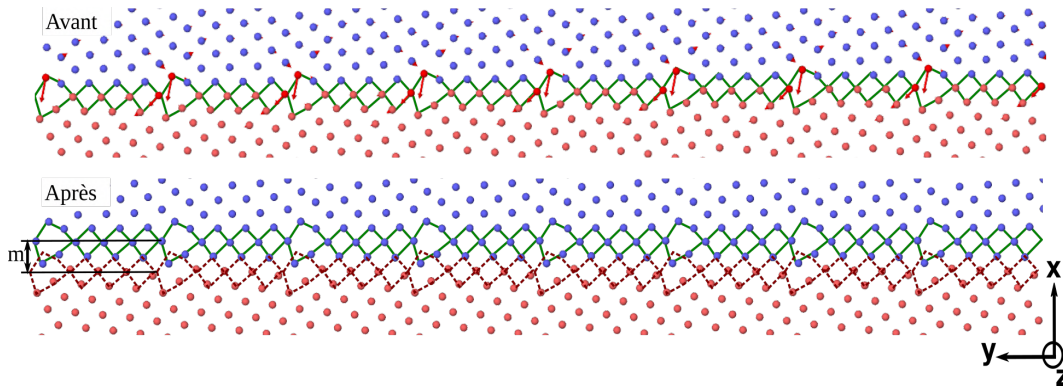


FIGURE II.8 – Configurations atomiques avant et après la minimisation de l'énergie pour  $u_{slabs} = u_{slabs,c}$ . Les flèches rouges représentent les déplacements atomiques, multipliés par un facteur 2, observés pendant la relaxation et montrant le mouvement de "stick-slip" associé à la migration du jdg. Ce sont principalement les atomes colorés en rouge qui se déplacent. Les lignes en tirets sur la configuration après migration rappellent la position du jdg avant migration.

Le chargement du système par déplacement des slabs dans l'autre sens ( $u_{slabs} < 0$ ) donne des résultats analogue à ce qui a été décrit précédemment. La migration du jdg se produit pour un couple ( $u_{slabs,c}$ ,  $\sigma_c$ ) identique en valeur absolue au couple déterminé pour  $u_{slabs} > 0$ . Le jdg se déplace également par un mouvement de "stick-slip" dans un sens qui est opposé c.à.d dans la direction  $-x$ . Enfin on trouve le même facteur de couplage.

L'évolution de l'énergie potentielle est visible sur la figure II.7b et montre une dépendance avec  $u_{slabs}$  déviant légèrement de la parabole prédite par la théorie élastique appliquée au cisaillement simple ( $E \propto u_{slabs}^2$ ). Le minimum d'énergie après migration est atteint pour  $u_{slabs} = s$  ce qui est en accord avec l'annulation de la contrainte de cisaillement pour cette même valeur du déplacement entre les slabs. Enfin on note une chute d'énergie d'environ 30 eV lors de la migration du jdg.

Ce jdg est capable de migrer à 0 K dès que la valeur critique du déplacement des slabs,  $u_{slabs,c}$ , est atteinte. Cependant par activation thermique à température finie on pourrait observer la migration du jdg pour des valeurs  $u_{slabs} < u_{slabs,c}$ . Pour caractériser cette migration thermiquement activé la méthode NEB a été utilisée. Les configurations initiale et finale sont choisies respectivement avant et après migration pour une valeur de  $u_{slabs}$  donnée.

### Chemin d'énergie minimum de la migration

Les résultats présentés ci-après sont issus de calculs NEB effectués entre deux configurations repérées par " $C_I$ " et " $C_F$ " sur la figure II.7a correspondant à un déplacement des slabs de 0,05 nm. Afin d'aboutir à la convergence vers le chemin d'énergie minimum (CEM) il a été nécessaire de rechercher d'éventuels états métastables. Pour ce faire des configurations sont construites à partir d'un judicieux mélange entre  $C_I$  et  $C_F$  puis l'énergie est minimisée. Des NEB sont alors effectuées entre tous ces états jusqu'à ce que l'intégralité du CEM soit reproduit. Pour le système étudié 505 images ont été nécessaires afin de générer le CEM.

La figure II.9a montre le CEM calculé. CR = 0 représente  $C_I$  et CR = 1 correspond à  $C_F$ . L'axe des ordonnées donne l'énergie potentielle relative avec pour référence l'énergie de l'état initial ( $C_I$ ). Globalement on observe une augmentation de l'énergie jusqu'à un maximum, repéré au point de CR =

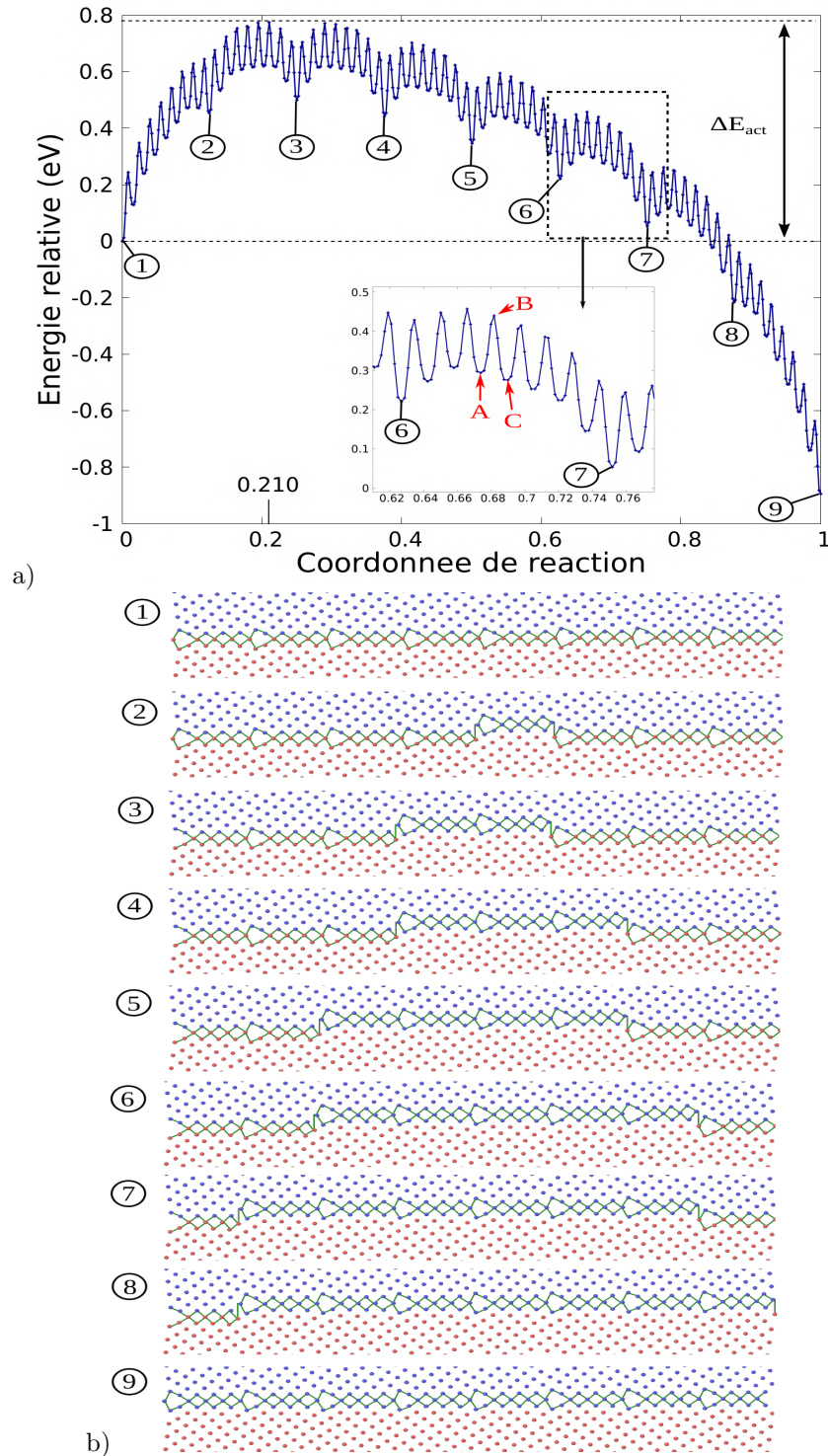


FIGURE II.9 – a) Chemin d'énergie minimum de la migration du P-jdg calculé pour  $u_{slabs} = 0,05$  nm. Les points repérés par les chiffres entourés correspondent aux configurations affichées en b). Ce sont des états d'énergie minimum métastables (à l'exception de  $C_I$  et  $C_F$ ). Le zoom permet de repérer sur le CEM les configurations "A", "B" et "C" décrites en figure II.11b. b) Échantillon de configurations extraites du CEM révélant le mécanisme de migration du jdg par nucléation homogène d'une paire de disconnections puis leur propagation en sens opposés le long du joint.

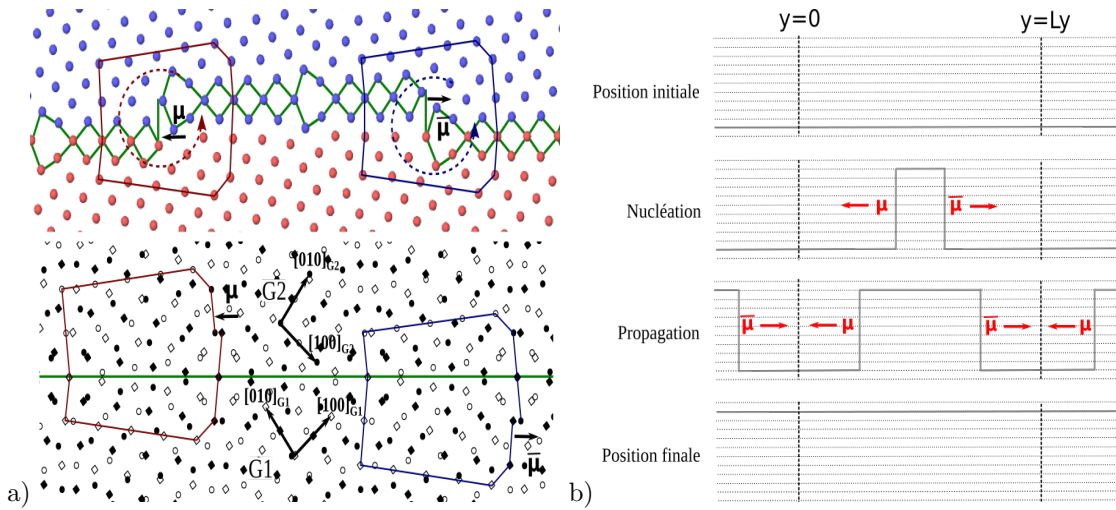


FIGURE II.10 – a) Identification d’une paire de disconnections  $\mu/\bar{\mu}$  effectué sur la configuration repérée par le chiffre 3 sur le CEM de la figure II.9a. b) Schéma du mécanisme de migration du P-jdg.

0,210 et  $E_{rel} = 0,775$  eV, puis une diminution jusqu’à la valeur  $E_{rel} = -0,894$  eV de l’état final ( $C_F$ ). Ce maximum de l’énergie relative correspond ici à l’énergie d’activation  $\Delta E_{act}$  de la migration du jdg pour  $u_{slabs} = 0,05$  nm. Cependant l’évolution de l’énergie n’est pas monotone. Il y a des oscillations tout au long du CEM que l’on peut décomposer en deux origines. La première donne des minima locaux, que l’on qualifie de principaux, espacés périodiquement sur l’axe des CR et qui sont au nombre de 7. Ces minima locaux principaux sont numérotés de 2 à 8 sur la figure II.9a et les configurations atomiques associées sont visibles en figure II.9b. La séquence des configurations 1 à 9 montre que la migration du jdg est réalisée par la nucléation puis la propagation en sens opposés dans la direction  $\mathbf{y}$  d’une paire de marches rectilignes et parallèles à  $[001]$  ( $\mathbf{z}$ ) qui vont finalement s’annihiler avec les marches des images voisines via les conditions aux bords périodiques dans le plan ( $y,z$ ). Entre un minimum local principal et le suivant une des marches s’est déplacée sur une distance de 1,297 nm. Les marches sont identifiées comme des disconnections par des circuits de Frank effectués sur la configuration n°3 et retracés dans le réseau dichromatique de la figure II.10a. En effet ces circuits présentent un défaut de fermeture dans le réseau dichromatique. Les disconnections sont appelées  $\mu$  et  $\bar{\mu}$  car elles ont des vecteurs de Burgers et des hauteurs de marche opposés c.à.d  $\mathbf{b}_\mu = -\mathbf{b}_{\bar{\mu}}$  et  $h_\mu = -h_{\bar{\mu}}$ . Le vecteur de Burgers de  $\mu$  est  $\mathbf{b}_\mu = \frac{1}{41}[\bar{5}40]_{G1}$  et sa hauteur de marche vaut  $h_\mu = 9h_0$ . Ces disconnections sont glissiles dans le jdg et rendent compte du facteur de couplage mesuré. En effet on a  $\beta_\mu = \frac{\|\mathbf{b}_\mu\|}{h_\mu} = \frac{2}{9} = \beta$ .

Lorsque l’on quitte un minimum local principal du CEM pour passer au suivant il se forme une paire de crans, appelées ”kinks” en anglais, sur la ligne de la disconnection en mouvement. Ces crans se situent à la jonction entre une partie de la ligne qui s’est déplacée et une autre qui est restée dans sa position initiale comme on peut le voir sur les figures II.11b et II.11c. Pour bien visualiser les crans la portion du bicristal située entre les tirets noirs sur la figure II.11a est isolée du reste. Lors de leur formation les crans sont très proches (séparés de  $a_0$ ) puis ils s’éloignent en se déplaçant en sens opposés dans la direction  $\mathbf{z}$ . Quand ils se retrouvent aux bords de la boîte (en  $z = 0$  ou  $z = Lz$ ) ils s’annihilent avec les crans provenant des images voisines et il réapparaît ainsi une disconnection linéaire qui s’est entièrement déplacée (de 1,297 nm comme on l’a vu plus haut). Ce sont ces séquences de nucléation-

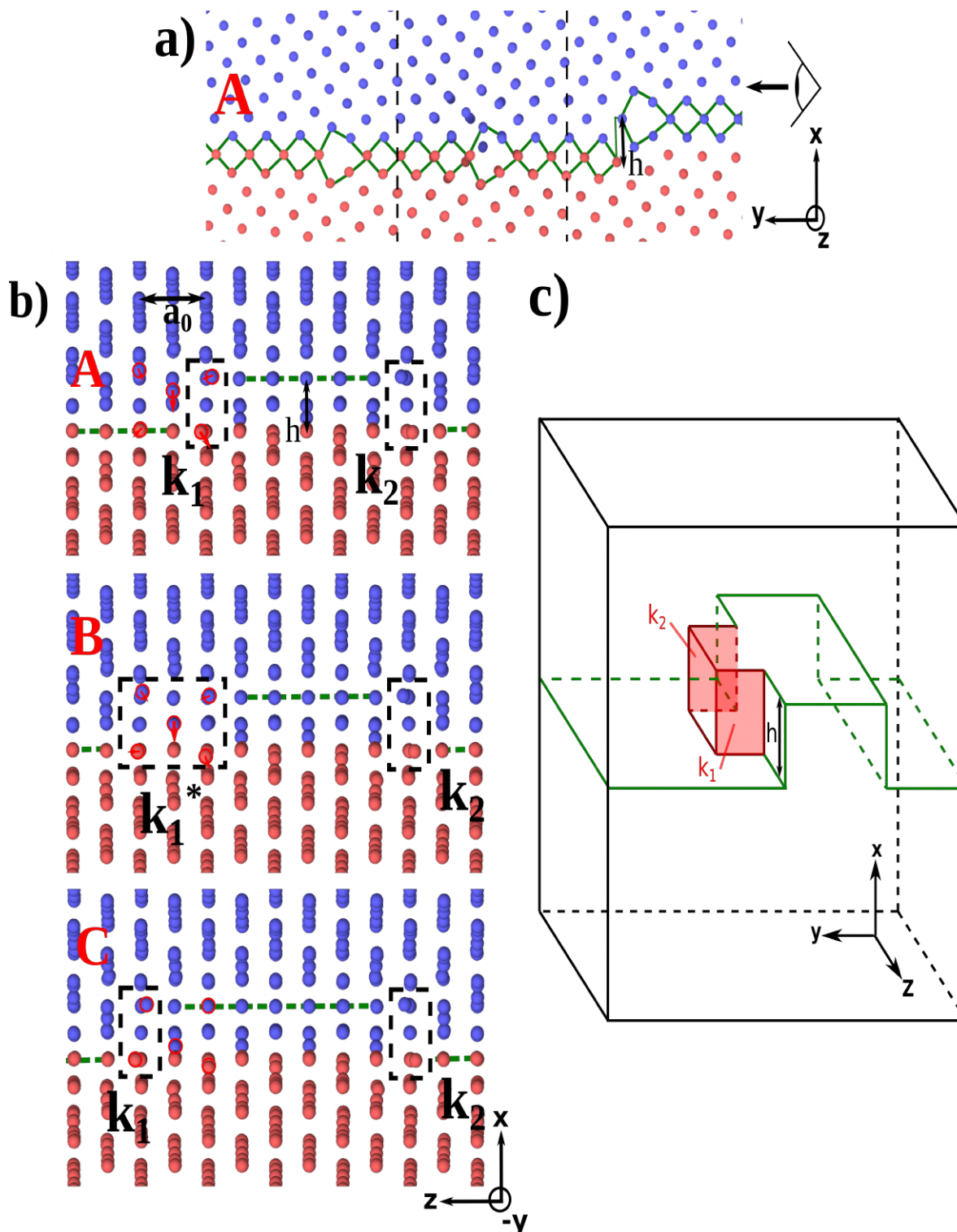


FIGURE II.11 – a) Projection  $z$  de la configuration A repérée en figure II.9a. b) Projection  $-y$  des configurations A,B et C repérées en figure II.9a dont les CR valent 0,674, 0,682 et 0,690 respectivement. Seuls les atomes compris entre les tirets verticaux noirs de la figure II.11a sont affichés. Les crans le long de la ligne de disconnection sont situés dans les rectangles en tirets noirs et repérés par " $k_1$ " et " $k_2$ ". La configuration B montre un état intermédiaire instable pendant un "saut" de  $k_1$ . Les flèches rouges affichées sur les configurations A et B montrent les déplacements des atomes entourés menant à la configuration suivante. c) Schéma situant géométriquement les crans lors de la migration d'un jdg.

propagation-annihilation des crans qui constituent une première origine des oscillations du CEM et permettent d'expliquer l'existence des minima locaux principaux.

Le zoom sur la figure II.9a permet de mieux visualiser les oscillations dans la structure fine du CEM et les positons des états A, B et C montrés en figure II.11b. Les configurations A et C montrent une paire de crans appelés  $k_1$  et  $k_2$  et ne diffèrent que par la position de  $k_1$  qui a effectué un "saut" sur une distance de  $a_0$  selon  $\mathbf{z}$ . Remarquons que ces configurations sont métastables et correspondent à des minima locaux secondaires. En revanche la configuration B se trouve sur un maximum des oscillations. Ce maximum d'énergie est associé à des déplacements atomiques autour de  $k_1$  (flèches rouges sur A) qui génèrent une autre structure appelée  $k_1^*$  dans l'état B. Le déplacement le plus important est celui d'un atome quittant une colonne [110] de G2 pour aller dans une colonne [110] du jdj. Le passage de B à C résulte de déplacements atomiques dans la même zone et surtout du même atome qui passe d'une colonne [110] du jdj à une colonne  $[\bar{1}10]$  de G1. Une oscillation correspond donc au "saut" d'un cran ( $k_1$  ou  $k_2$ ) dans la direction  $\mathbf{z}$  dont le mécanisme vient d'être décrit. Le nombre d'oscillations joignant deux minima locaux principaux successifs correspond au nombre de sauts de crans nécessaires pour faire bouger toute la ligne de disconnection. La longueur de la ligne est égale à  $Lz$  ce qui porte le nombre d'oscillations à  $\frac{Lz}{d_{cran}} = 8$ ,  $d_{cran} = a_0$  étant l'amplitude d'un saut de cran, comme on peut le vérifier sur le CEM.

L'observation de tels crans a été rapporté par Combe et al. [24] au cours d'une étude similaire sur la migration dans le mode  $\langle 100 \rangle$  du joint  $\Sigma 17[001](410)$ . En raison des difficultés rencontrées pour faire converger la NEB les auteurs ont en fait abouti à un chemin d'énergie qualifié de "métastable" dans lequel les barrières d'énergie pour la migration  $k_1$  et  $k_2$  diffèrent d'un facteur valant environ 8. Dans ce cas là on peut s'attendre en réalité à ce que le CEM ne montre que la migration du cran ayant la barrière d'énergie la plus basse.

## 2.2.2 Décomposition du CEM à l'aide de la théorie élastique

La section précédente a permis de rendre compte du fait que la migration du joint étudié se produit par la nucléation homogène d'un dipôle de disconnections suivi de la propagation de ces dernières en sens opposé. L'énergie d'excès (par unité de longueur de disconnection)  $\xi_{dip}$  d'un dipôle de disconnections parallèles en fonction de leur distance  $d$  peut se décomposer de la façon suivante [3] [105] :

$$\xi_{dip} = 2\xi_{form}(r_c) + \xi_{int}(d, r_c) + \xi_{contr.}(d) \quad (\text{II.26})$$

où  $r_c$  est le rayon de cœur de chaque disconnection. Le premier terme dans le membre de droite correspond à l'énergie de formation d'une disconnection  $\xi_{form}$  multiplié par le nombre de disconnections c.à.d deux pour un dipôle.  $\xi_{int}$  est l'énergie d'interaction élastique entre les disconnections et le dernier terme  $\xi_{contr.}$  est le travail nécessaire pour déplacer les disconnections à une distance  $d$  l'une de l'autre en l'absence d'interactions.

Selon la théorie élastique l'énergie par unité de longueur d'interaction  $\xi_{int}^{dip}$  entre deux disconnections parallèles de vecteur de Burgers  $\mathbf{b}_1$  et  $\mathbf{b}_2$  séparées d'une distance  $d$  dans un milieu infini et isotrope s'écrit :

$$\xi_{int}^{dip} = -\frac{\mu \mathbf{b}_1 \cdot \mathbf{b}_2}{2\pi(1-\nu)} \ln\left(\frac{d}{r_c}\right) \quad (\text{II.27})$$

et comme dans notre cas les disconnections ont des vecteurs de Burgers opposés ( $\mathbf{b}_2 = -\mathbf{b}_1$ ) il vient :

$$\xi_{int}^{dip} = \frac{\mu|\mathbf{b}_1|^2}{2\pi(1-\nu)} \ln\left(\frac{d}{r_c}\right) \quad (\text{II.28})$$

avec  $\mu$  le module de cisaillement et  $\nu$  le coefficient de Poisson. Cette expression n'est cependant pas suffisante pour le système simulé puisque les disconnexions du dipôle dans la boîte de simulation sont non seulement en interaction mutuelle mais aussi en interaction avec les dipôles présents dans les images périodiques. Cette dernière contribution est appelée  $\xi_{int}^{image}$  et on a donc  $\xi_{int} = \xi_{int}^{dip} + \xi_{int}^{image}$ . D'après [23]  $\xi_{int}^{image}$  a pour expression :

$$\xi_{int}^{image} = \frac{\mu|\mathbf{b}_1|^2}{2\pi(1-\nu)} \left( \ln\left(\sin\left(\frac{\pi d}{L_y}\right)\right) - \ln\left(\frac{\pi d}{L_y}\right) \right) \quad (\text{II.29})$$

avec  $L_y$  la taille de la boîte de simulation selon la direction périodique  $\mathbf{y}$ . Ainsi l'énergie d'interaction  $\xi_{int}$  est obtenue par la somme des équations II.28 et II.29 ce qui donne :

$$\xi_{int}(d, r_c) = \frac{\mu|\mathbf{b}_1|^2}{2\pi(1-\nu)} \ln\left(\frac{L_y}{\pi r_c} \sin\left(\frac{\pi d}{L_y}\right)\right) \quad (\text{II.30})$$

Le terme  $\xi_{contr.}$  est calculé en remarquant qu'éloigner les disconnexions d'une distance  $d$  en l'absence de leur interaction mutuelle revient à déplacer une seule disconnection isolée ( $\mathbf{b}_1$  ou  $-\mathbf{b}_1$ ) sur la même distance  $d$ . Ainsi le champ élastique de la disconnection est inchangé et simplement translaté de  $d$  [45]. Dans cette situation la différence d'énergie ne dépend que de l'énergie par unité de surface du joint avant et après migration et de la surface de joint ayant migré. Ici une relation linéaire est supposée, il vient alors :

$$\xi_{contr.}(d) = (\gamma_F - \gamma_I)d \quad (\text{II.31})$$

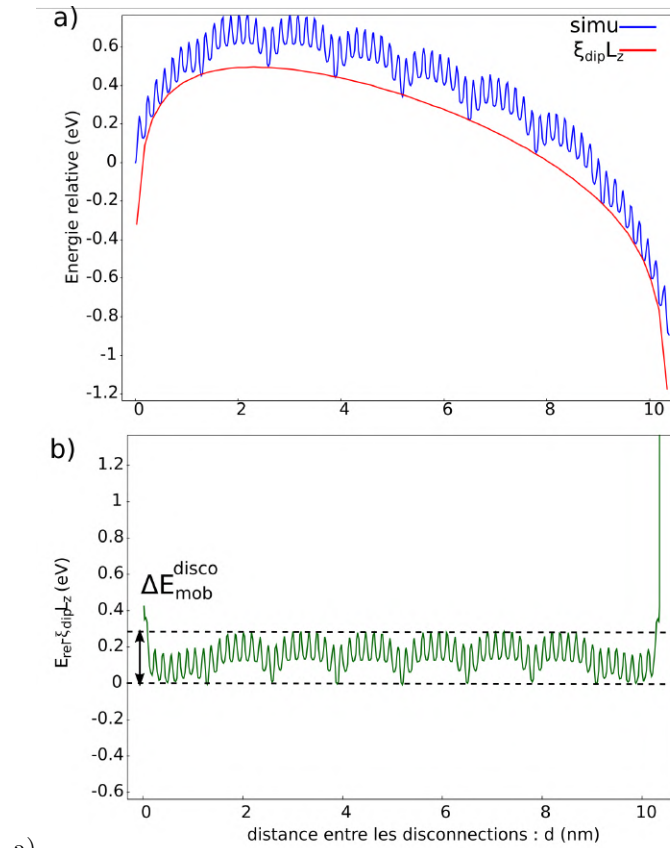
avec  $\gamma_I$  et  $\gamma_F$  l'énergie du joint par unité de surface respectivement avant et après migration (à la valeur de  $u_{slabs}$  considérée).

La dépendance de  $\xi_{int}(d, r_c)$  et  $\xi_{contr.}(d)$  avec la distance  $d$  entre les disconnexions ayant été explicitée l'énergie d'excès totale s'écrit :

$$\xi_{dip}(d, r_c) = 2\xi_{form}(r_c) + K \ln\left(\frac{L_y}{\pi r_c} \sin\left(\frac{\pi d}{L_y}\right)\right) + (\gamma_F - \gamma_I)d \quad (\text{II.32})$$

avec  $K = \frac{\mu|\mathbf{b}_1|^2}{2\pi(1-\nu)}$ .

Cette expression de l'énergie est une fonction continue de  $d$  pour  $d \in ]0, L_y[$  et la courbe représentative dans cet intervalle est supposée reproduire convenablement la répartition des points représentants l'énergie des états métastables dans lesquels les disconnexions sont rectilignes c.à.d les minimas locaux principaux. Pour tester cette hypothèse la relation entre  $d$  et  $CR$  est considérée. Les configurations atomiques le long du CEM pour  $u_{slabs} = 0,05$  nm sont attentivement observées et le tracé de  $d$  en fonction de  $CR$  aboutit à l'obtention d'une droite de pente  $\frac{d}{CR} = L_y$ . Cette relation est strictement valide pour les minimas locaux principaux et il est supposé qu'elle l'est aussi pour les autres états du CEM : ainsi le tracé de l'énergie en fonction de  $d$  peut s'effectuer.



a)

FIGURE II.12 – a) Energie relative en fonction de la distance entre les disconnections mesurée le long du CEM déterminé pour  $u_{slabs} = 0,05$  nm. L'énergie des configurations atomiques dans lesquelles les disconnections sont rectilignes (les minimas locaux principaux) est bien reproduite par la courbe représentant l'évolution de  $\xi_{dip}L_z$  en fonction de  $d$  (équation II.32) tracée avec les valeurs  $\xi_{form} = 0,0459$  eV/nm et  $K = 0,0739$  eV/nm, les deux paramètres étant considérés comme des variables d'ajustement. b) Différence entre la courbe simulée et la fonction  $\xi_{dip}L_z$  ajustée. L'énergie d'activation pour le déplacement d'une disconnection est globalement constante et vaut en moyenne  $\Delta E_{mob}^{disco} = 0,285$  eV.



La figure II.12a représente le tracé de l'énergie des configurations le long du CEM pour  $u_{slabs} = 0,05$  nm en fonction de la distance  $d$  entre les disconnexions. L'énergie des minimas locaux principaux dont la configuration atomique montre une paire de disconnexions rectilignes est reproduite de façon satisfaisante par la fonction  $\xi_{dip}(d, r_c)L_z$  comme le montre le tracé de sa courbe représentative en rouge. Pour parvenir à ce bon accord  $\xi_{form}$  et  $K$  ont été ajustés numériquement (algorithme de Levenberg-Marquardt [106]) après avoir fixé la valeur de  $r_c$  comme égale à celle du paramètre de maille de l'aluminium. Il vient donc  $\xi_{form} = 0,0459 \pm 0,0017$  eV/nm et  $K = 0,0739 \pm 0,002$  eV/nm. La différence entre ces deux courbes  $E_{rel} - \xi_{dip}L_z$  est tracée sur la figure II.12b. Une barrière d'énergie subsiste entre chaque configuration métastable et correspond à l'énergie d'activation pour le mouvement d'une disconnection  $\Delta E_{mob}^{disco}$ . Cette énergie d'activation est quasiment constante c.à.d qu'elle est indépendante de  $d$  et identique pour chaque disconnection du dipôle. Elle vaut en moyenne  $\Delta E_{mob}^{disco} = 0,285$  eV ce qui donne après division par la longueur des disconnexions  $\Delta \xi_{mob}^{disco} = \frac{\Delta E_{mob}^{disco}}{L_z} = 0,088$  eV/nm. Cette barrière d'énergie pour le mouvement d'une disconnection est presque 3 fois plus faible que la barrière d'énergie pour la migration du joint ( $\Delta E_{act} = 0,775$  eV) indiquant que c'est la nucléation homogène du dipôle de disconnexions qui est l'étape limitante du processus.

Ces résultats sont en bon accord avec ceux rapportés au cours d'une étude similaire concernant la migration du joint de flexion symétrique  $\Sigma 13(320)$  dans le cuivre [23].

### 2.3 Nucléation hétérogène et mobilité des disconnexions

Dans cette partie il sera question des résultats obtenus avec la structure Lac-jdg. Les méthodes utilisées pour observer la migration de ce jdj et pour calculer les chemins d'énergie minimum sont les mêmes que celles utilisées pour étudier la migration du P-jdg.

#### 2.3.1 Asymétrie des événements plastiques

La figure II.13a montre l'évolution de la contrainte de cisaillement en fonction du déplacement des slabs. La portion de la courbe pour  $u_{slabs} < 0$  est visible car l'enchaînement des événements plastiques n'est pas le même que dans le cas  $u_{slabs} > 0$ . En effet on observe deux sauts de contrainte successifs pendant la charge dans chaque cas qui aboutissent à la migration du jdj en direction de  $+\mathbf{x}$  pour  $u_{slabs} > 0$  et en direction de  $-\mathbf{x}$  pour  $u_{slabs} < 0$ . Ces sauts de contrainte sont repérés sur le graphe par  $u_1, u_2, u_3$  et  $u_4$ . Les évolutions structurales associées sont visibles en figure II.14a pour  $u_{slabs} > 0$  et en figure II.14b pour  $u_{slabs} < 0$ . Dans les deux cas il y a un petit saut de contrainte et un autre plus important (respectivement 0,02 GPa et 0,18 GPa en valeur absolue).

Dans la zone  $u_{slabs} > 0$  on observe tout d'abord le petit saut de contrainte à  $u_{slabs} = u_3 = 0,79$  nm puis l'autre saut se produit à  $u_{slabs} = u_4 = 0,85$  nm. La contrainte critique, notée  $\sigma_{c,upos}$  sur la figure II.13a, vaut 2,7 GPa ce qui est légèrement plus faible (5%) en comparaison avec le cas du P-jdg. Au premier saut est associé la formation d'une nouvelle paire de disconnexions appelée  $\alpha/\bar{\alpha}$  à partir des disconnexions initiales  $\beta/\bar{\beta}$ . Comme on peut le voir en figure II.14c ces disconnexions ont des vecteurs de Burgers et des hauteurs de marche opposés, ce qui implique que ces deux quantités sont conservées. La disconnection  $\alpha$  a pour vecteur de Burgers  $\mathbf{b}_\alpha = \frac{1}{82}[\bar{1}90]_{G1}$  et hauteur de marche  $h_\alpha = \frac{9}{2}h_0$ . On peut également décrire cet événement comme la migration dans la direction  $+\mathbf{x}$  de la portion du jdj comprise entre les disconnexions  $\alpha$  et  $\bar{\alpha}$  sur la figure II.14a. Le saut suivant correspond à la migration du reste du jdj et à la reformation des disconnexions  $\beta/\bar{\beta}$ .

Lorsque  $u_{slabs} < 0$  la contrainte critique, notée  $\sigma_{c,uneg}$ , est symétrique par rapport à l'axe des ordonnées d'où  $\sigma_{c,uneg} = -\sigma_{c,upos} = -2,7$  GPa. L'enchaînement des sauts de contrainte est également symétrique. Un grand saut se produit à  $u_{slabs} = u_2$  puis un petit saut à  $u_{slabs} = u_1$ . L'interprétation du

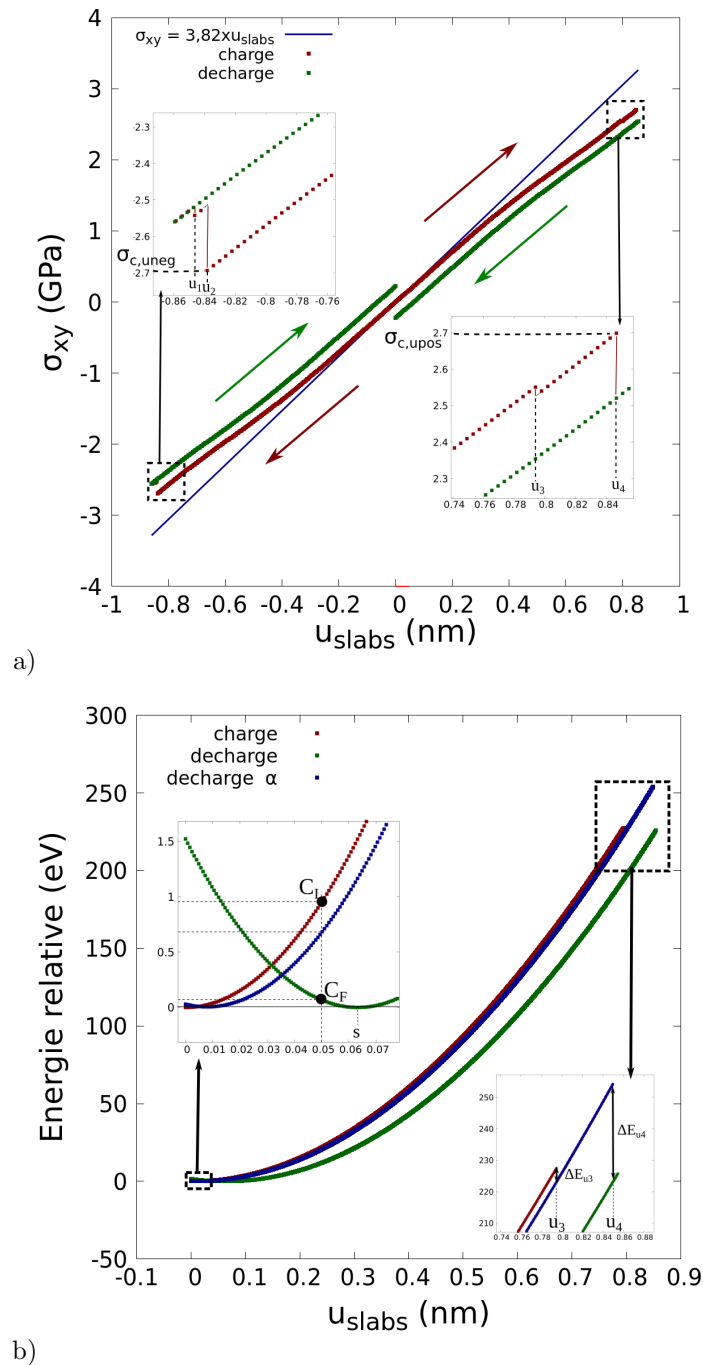


FIGURE II.13 – a)  $\sigma_{xy}$  en fonction du déplacement des slabs. La droite en trait plein est la solution en élasticité linéaire dans le cas d'un cisaillement simple. Les zooms permettent de repérer les événements plastiques que l'on distingue par la valeur de  $u_{slabs}$  à laquelle ils se produisent ( $u_1$ ,  $u_2$ ,  $u_3$  et  $u_4$ ). b) Energie relative en fonction du déplacement des slabs pour  $u_{slabs} > 0$ . La référence est la configuration initiale. La courbe bleue donne l'évolution de l'énergie de la configuration "α" observée pour  $u_3 < u_{slabs} < u_4$  au cours de la charge. Les zooms permettent repérer les configurations sélectionnées pour la NEB d'une part et d'évaluer les sauts d'énergie d'autre part.

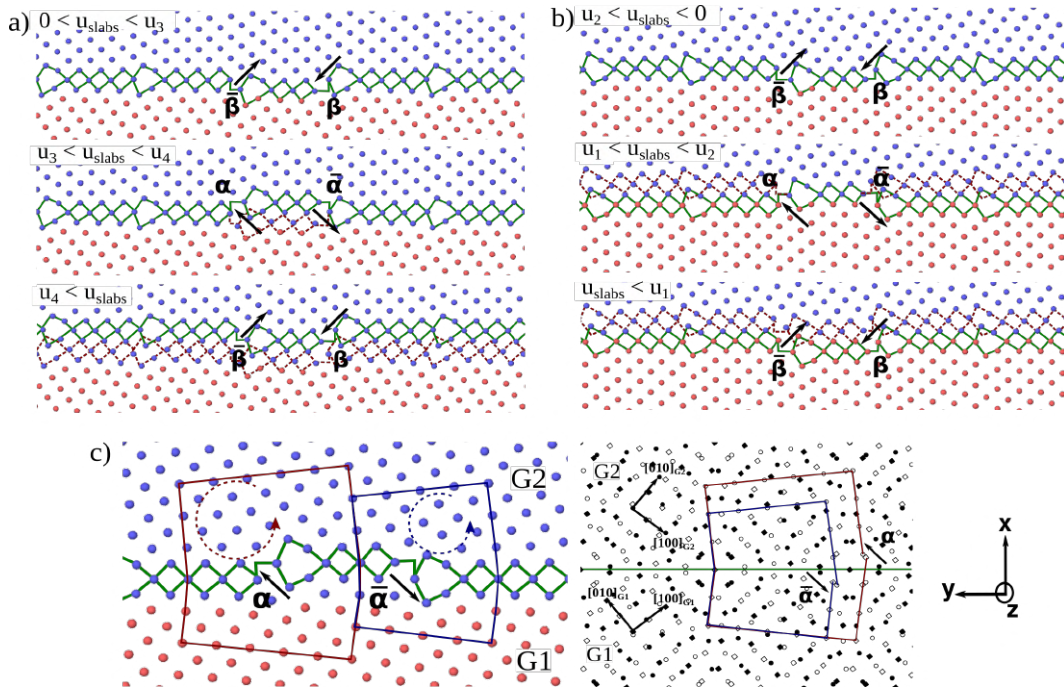


FIGURE II.14 – Événements plastiques au cours du cisaillement du système Lac-jdg. a) et b) montrent les séquences de configurations associées aux événements plastiques pour  $u_{slabs} > 0$  et  $u_{slabs} < 0$  respectivement. Les lignes en tirets rappellent la position du jdg avant migration. c) Identification de la paire de disconnections  $\alpha/\bar{\alpha}$  formée au cours de la charge dans la zone  $u_3 < u_{slabs} < u_4$ . Les distortions élastiques ont été relaxées avant d'effectuer les circuits de Frank.

point de vue des disconnections est la même que ce qui a été décrit plus haut. En effet le premier saut correspond à la formation de la paire  $\alpha/\bar{\alpha}$  et le second à la réapparition de la paire  $\beta/\bar{\beta}$ . En revanche la nucléation de la paire  $\alpha/\bar{\alpha}$  est ici associée à la migration dans la direction  $-\mathbf{x}$  de l'intégralité du jdg excepté la portion comprise entre ces deux disconnections, voir la figure II.14b. Cette dernière portion de jdg effectue ensuite sa migration avec la reformation de la paire  $\beta/\bar{\beta}$ .

Ces séquences d'événements plastiques sont aussi marquées par des sauts d'énergie potentielle comme le montre la figure II.13b qui n'affiche que la portion  $u_{slabs} > 0$  de la courbe. Comme pour les contraintes le saut d'énergie se produisant à  $u_3$  est plus faible que celui à  $u_4$  avec des valeurs de  $\Delta E_{u_3} = 4,17$  eV et  $\Delta E_{u_4} = 30,75$  eV respectivement. Le graphe montre également une courbe bleue donnant l'évolution avec  $u_{slabs}$  de l'énergie de la configuration appelée "α" formée spontanément entre  $u_3 < u_{slabs} < u_4$  au cours de la charge dans laquelle on trouve la paire de disconnections  $\alpha/\bar{\alpha}$ , voir figure II.14a. Le zoom sur la zone comprise entre  $0 < u_{slabs} < 0,08$  nm montre l'énergie des configurations extraites à  $u_{slabs} = 0,05$  nm pour lesquelles le CEM calculé entre  $C_I$  et  $C_F$  est montré sur figure II.15a et commenté dans la section suivante. La configuration  $\alpha$  est métastable à  $u_{slabs} = 0,05$  nm mais plus stable que la configuration  $\beta$  et elle est utilisée pour le calcul de ce CEM. C'est ce qui donne cette allure particulière à la courbe représentant le CEM.

Ainsi on aboutit dans les deux cas,  $u_{slabs} > 0$  et  $u_{slabs} < 0$ , à la migration du Lac-jdg qui conserve sa structure atomique. La mesure du déplacement relatif des grains après migration donne  $s = 0,0635$

nm et le jdg migre sur une distance de  $m = 0,285$  nm pour  $u_{slabs} > 0$ . Concernant  $u_{slabs} < 0$  on trouve les valeurs opposées avec  $s = -0,0635$  nm et  $m = -0,285$  nm. En conséquence les facteurs de couplage mesurés pour  $u_{slabs} > 0$  et  $u_{slabs} < 0$  sont identiques et aussi égaux à celui obtenu pour le P-jdg c.à.d  $\beta = 0,221$ . Ceci suggère que la migration du Lac-jdg à température finie opère par un mécanisme microscopique semblable à celui observé pour le P-jdg.

### 2.3.2 Nucléation de disconnections aux lacunes

Les mécanismes produisant ces séquences d'événements plastiques ont été déterminés en utilisant de nouveau la NEB. Les résultats présentés ci-après sont issus de NEB réalisées pour des configurations prélevées à  $u_{slabs} = +/- 0,05$  nm. Plusieurs disconnections vont intervenir dans les mécanismes présentés ci-après et pour en faciliter la lecture l'ensemble des disconnections observées est rappelé sur un même réseau dichromatique en figure II.18.

### 2.3.3 Zone $u_{slabs} > 0$

La figure II.15a montre le CEM du Lac-jdg ainsi que, pour rappel, celui du P-jdg pour le même déplacement des slabs. Les énergies sont calculées relativement à l'état avant migration pour le P-jdg et le Lac-jdg. La différence d'énergie entre l'état initial et l'état final est la même dans les deux situations ce qui permet une comparaison directe depuis ce graphique. L'évolution de l'énergie dans le cas du Lac-jdg prend aussi la forme de la somme d'oscillations et d'une enveloppe donnant les variations globales. Cependant les variations de l'énergie sont plus complexes que pour le P-jdg. De  $CR = 0$  jusqu'à  $CR = 0,130$  l'énergie diminue globalement jusqu'à  $-0,275$  eV. De  $CR = 0,130$  jusqu'à  $CR = 0,324$  on a une augmentation globale de l'énergie qui atteint le maximum absolu du CEM valant  $0,307$  eV. Depuis ce maximum l'énergie décroît jusqu'à atteindre la valeur de celle de l'état final ( $-0,896$  eV). De nouveau on dénombre 7 minimas locaux principaux le long du chemin aux mêmes positions en CR que précédemment. La même numérotation que sur la figure II.9a à été utilisée pour repérer ces états et les configurations associées sont affichées en figure II.15b. Ce sont aussi des états pour lesquels on a une invariance par translation selon  $\mathbf{z}$  c.à.d qu'il n'y a pas de crans le long des lignes de disconnection. Les autres configurations montrent une paire de crans et les oscillations dans la structure fine du CEM ont aussi pour origine les sauts de ces crans le long de  $\mathbf{z}$ . Notons que l'état portant le n°2 est la configuration "α" de la figure II.13b. On retrouve sur le CEM que l'énergie de l'état α est plus faible de  $0,275$  eV par rapport à l'état initial. Afin de s'assurer d'extraire la bonne valeur de l'énergie d'activation dans ce cas complexe de CEM il est nécessaire d'utiliser la théorie de l'état de transition. Dans cette théorie une quantité clé est le temps de passage moyen de l'état initial vers l'état final :  $t_{C_I \rightarrow C_F}$ . Le calcul de ce temps demande de prendre en compte tous les états métastables et toutes les barrières d'énergie le long du CEM [107]. Dans le cas présent on montre que le tracé de l'évolution de  $t_{C_I \rightarrow C_F}$  en fonction de la température suit une loi d'Arrhénius (en supposant que le préfacteur exponentiel est le même pour toutes les transitions entre états métastables) dont l'énergie d'activation est égale à la différence d'énergie entre le point de selle et la configuration α. Ainsi l'énergie d'activation de cette transition est égale à  $\Delta E_{act,2} = 0,582$  eV, voir la figure II.15a. A titre indicatif la différence d'énergie entre le point de selle et l'état initial est aussi renseignée sur cette figure et vaut  $\Delta E_{act,1} = 0,324$  eV. Il apparaît que l'énergie d'activation de la migration pour le Lac-jdg ( $0,582$  eV) est plus faible que celle du P-jdg ( $0,775$  eV) pour  $u_{slabs} = 0,05$  nm. Par la suite on montrera que cette relation d'ordre se généralise pour toutes les valeurs du déplacement des slabs.

Le mécanisme microscopique peut être interprété avec des décompositions de disconnections. Pour ce faire il est commode d'utiliser la même notation que dans [61] où le vecteur de Burgers d'une disconnection est écrit comme  $\mathbf{b}_{p/q}$  avec  $p$  et  $q$  des entiers relatifs.  $p$  et  $q$  sont reliés aux hauteurs de

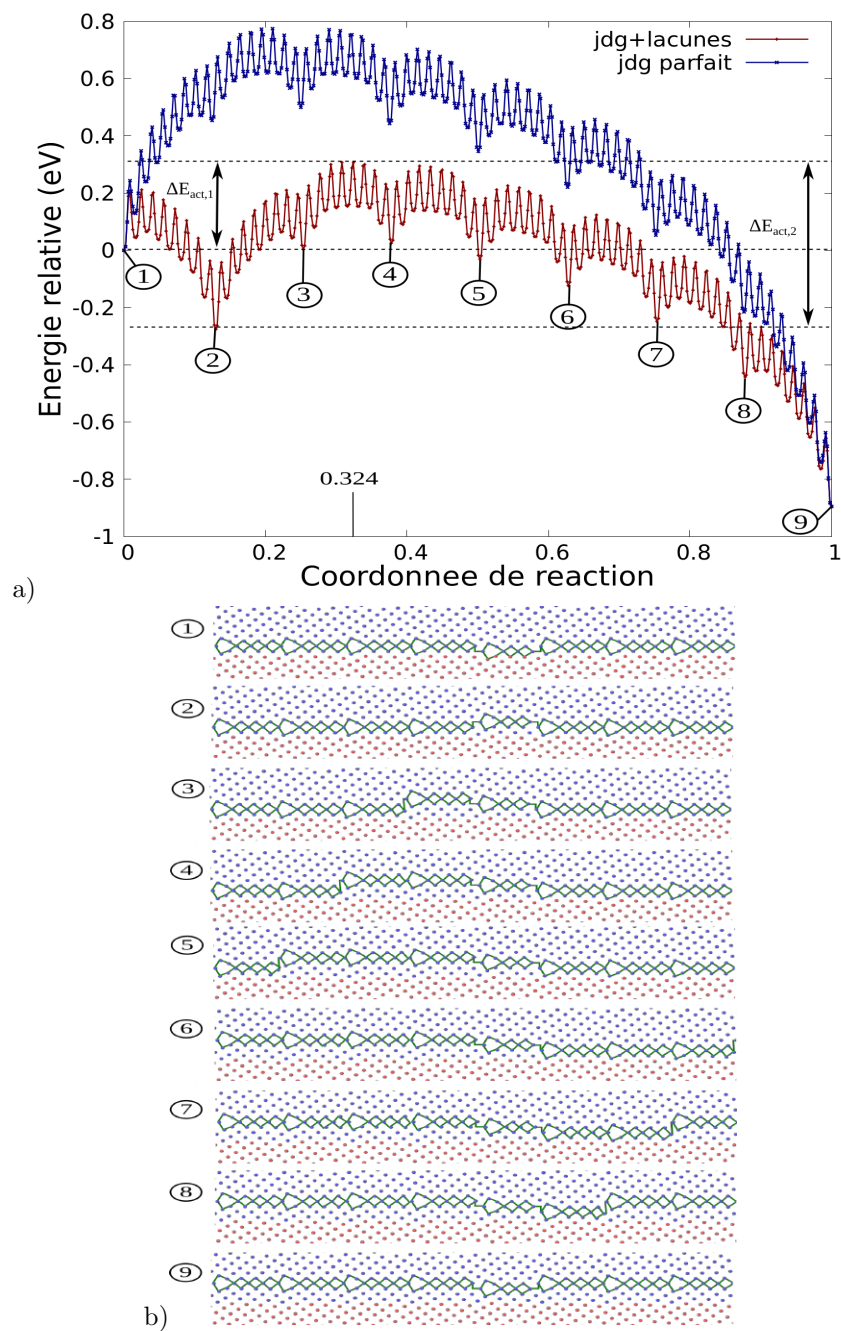
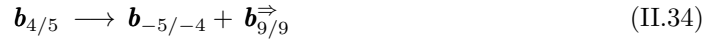
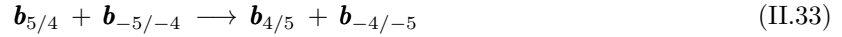


FIGURE II.15 – a) CEM de la migration du Lac-jdg pour  $u_{slabs} = 0,05$  nm. Le CEM dans le cas du P-jdg est également visible pour comparer. Les points repérés par les chiffres entourés correspondent aux configurations affichées en b). b) Échantillon de configurations extraites du CEM de la migration du Lac-jdg. Le mécanisme met en jeu la nucléation d'une disconnection glissile  $\mu$  depuis la ligne de lacunes.

marche dans chacun des grains de sorte que dans G1 elle s'exprime comme  $h_{G1} = p \times h_0$  et dans G2  $h_{G2} = q \times h_0$ . L'avantage majeur de cette notation est de pouvoir s'assurer directement de la conservation du vecteur de Burgers et des hauteurs de marche. Le tableau II.2 donne la notation  $\mathbf{b}_{p/q}$  des disconnections observées (il suffit de changer le signe des hauteurs de marche pour  $\bar{\alpha}$ ,  $\bar{\beta}$  et  $\bar{\mu}$ ).

La figure II.17a montre un schéma des principales étapes du mécanisme de migration observé lorsque  $u_{slabs} > 0$ . On observe tout d'abord la nucléation de la paire de disconnections  $\alpha/\bar{\alpha}$  à partir de la paire  $\beta/\bar{\beta}$ . Puis  $\alpha$  se décompose en  $\bar{\beta}$  et  $\mu$ . Cette dernière étant glissile elle se propage le long du jdg dans la direction  $+\mathbf{y}$ . Ayant des conditions périodiques dans le plan (y,z) une image de  $\mu$  apparaît de l'autre côté de la boîte et va interagir avec  $\bar{\alpha}$  pour redonner  $\beta$ . Ce mécanisme peut être résumé par les décompositions suivante :

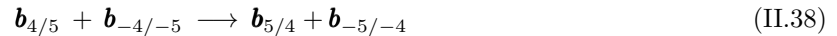


Les disconnections qui glissent dans le jdg sont repérées par une flèche en exposant.

### 2.3.4 Zone $u_{slabs} < 0$

Le CEM de la migration du jdg entre des configurations extraites à  $u_{slabs} = -0,05$  nm a également été déterminé comme on peut le voir en figure II.16a. Les variations de l'énergie avec la CR sont similaires à ce qui a été observé pour le P-jdg excepté entre les configurations n°8 (CR = 0,872) et n°9 (CR = 1). En effet cette dernière a une énergie plus élevée que la configuration n°8 qui est l'état d'énergie minimum pour cette valeur de  $u_{slabs}$ . L'énergie d'activation calculée vaut  $\Delta E_{act} = 0,503$  eV et le point de selle est situé à CR = 0,163. Comme précédemment les états invariants en  $\mathbf{z}$  ont été numérotés et les configurations sont visibles en figure II.16b.

En figure II.17b un schéma du mécanisme de migration pour  $u_{slabs} < 0$  est proposé. On commence par la décomposition de la disconnection  $\bar{\beta}$  en  $\alpha$  et  $\bar{\mu}$ . Puis  $\bar{\mu}$  glisse dans le jdg en direction de  $+\mathbf{y}$  et une autre disconnection  $\bar{\mu}$  venant de l'image voisine arrive de l'autre côté de la boîte. Cette dernière interagit avec  $\beta$  produisant  $\bar{\alpha}$ . Finalement la paire  $\beta/\bar{\beta}$  est reformée à partir des disconnections  $\alpha/\bar{\alpha}$ . La séquence de réactions s'écrit :



Notons que la lecture de ce mécanisme en sens inverse donne une séquence très similaire à ce qui a été décrit précédemment pour  $u_{slabs} > 0$ . Cette séquence résulterait en la migration du jdg dans le sens de  $+\mathbf{x}$  par la nucléation hétérogène d'une disconnection  $\bar{\mu}$ . On peut alors considérer qu'il s'agit d'une alternative au mécanisme proposé précédemment dans lequel c'est une disconnection  $\mu$  qui apparaît. Comme on pouvait s'y attendre le calcul du CEM de cette alternative pour  $u_{slabs} = 0,1$  nm ne montre pas de différence notable avec le mécanisme initialement proposé.

### 2.3.5 Energies d'activation

Le calcul du CEM pour différentes valeurs du déplacement des slabs permet de tracer l'évolution de l'énergie d'activation de la migration comme montré sur la figure II.19. Seulement quelque points ont

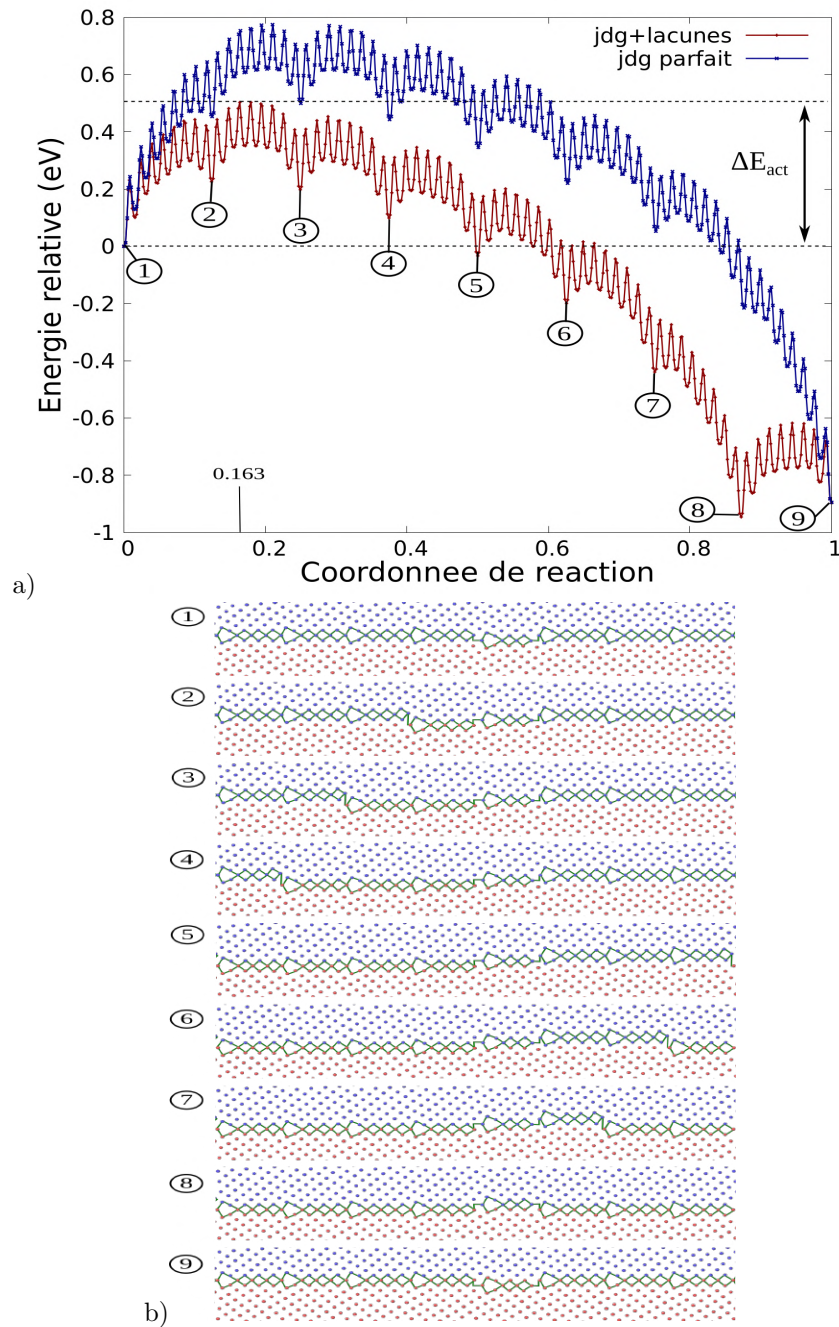


FIGURE II.16 – a) CEM de la migration du Lac-jdg pour  $u_{slabs} = -0,05$  nm. Le CEM dans le cas du P-jdg est également visible pour comparer. Les points repérés par les chiffres entourés correspondent aux configurations affichées en b). b) Échantillon de configurations extraites du CEM de la migration du Lac-jdg. Le mécanisme met en jeu la nucléation d'une disconnection glissile  $\vec{\mu}$  depuis la ligne de lacunes.

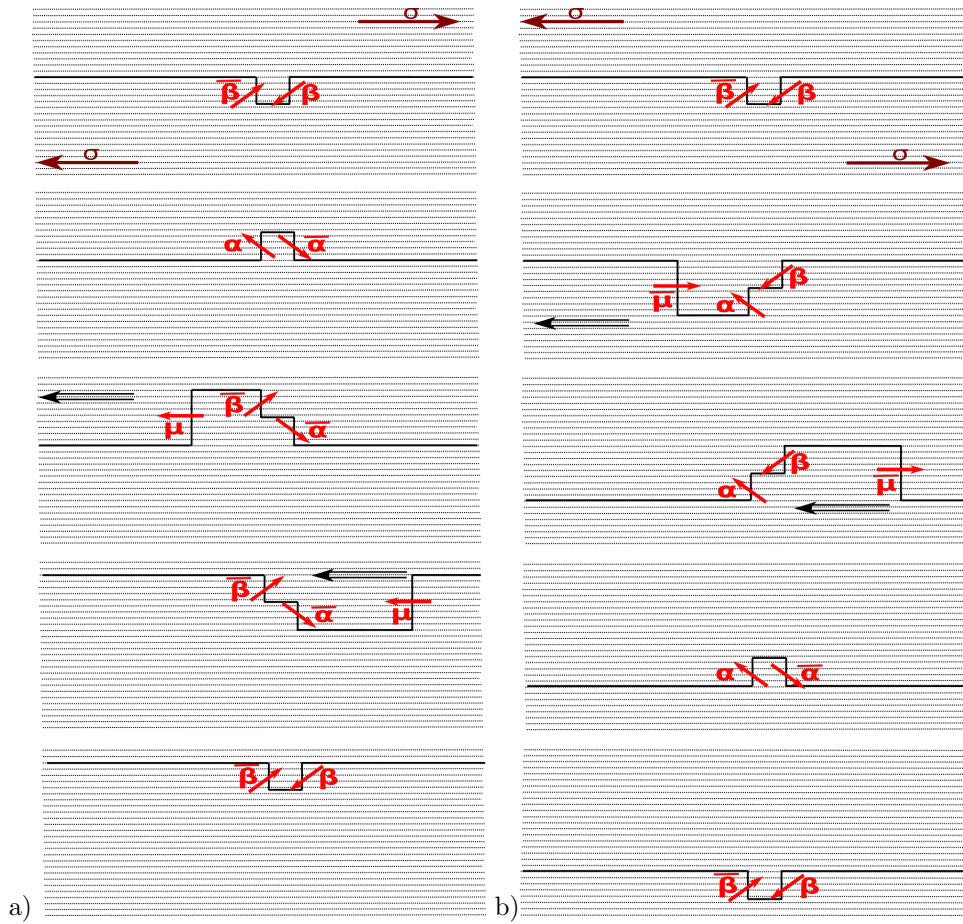


FIGURE II.17 – Schémas du mécanisme de migration du Lac-jdg pour a)  $u_{slabs} > 0$  et b)  $u_{slabs} < 0$ .

Disconnection	$\alpha$	$\beta$	$\delta$	$\mu$
$b_{G1}$	$\frac{1}{82}[\bar{1}90]$	$\frac{1}{82}[\bar{9}\bar{1}0]$	$\frac{1}{82}[\bar{1}970]$	$\frac{1}{41}[\bar{5}40]$
$b_{p/q}$	$b_{4/5}$	$b_{5/4}$	$b_{14/13}$	$b_{9/9}$

TABLE II.2 – Notation  $b_{p/q}$  des disconnections observées.



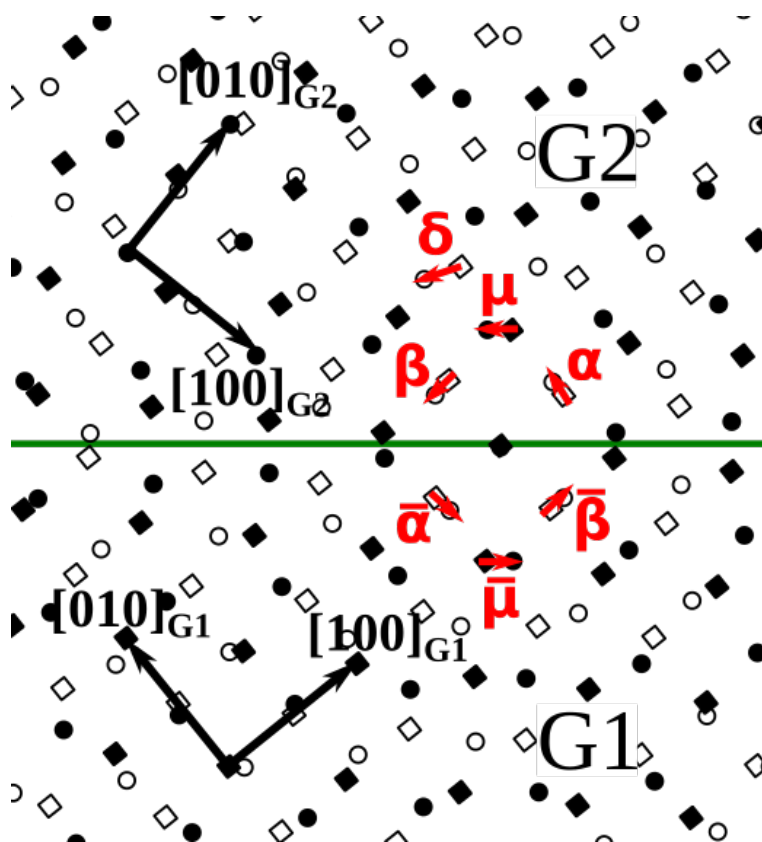


FIGURE II.18 – Résumé des disconnections observées sur le réseau dichromatique du bicristal  $\Sigma 41$   $[001](540)$ . La disconnection  $\delta$  apparaît dans la sous section 2.3.6.

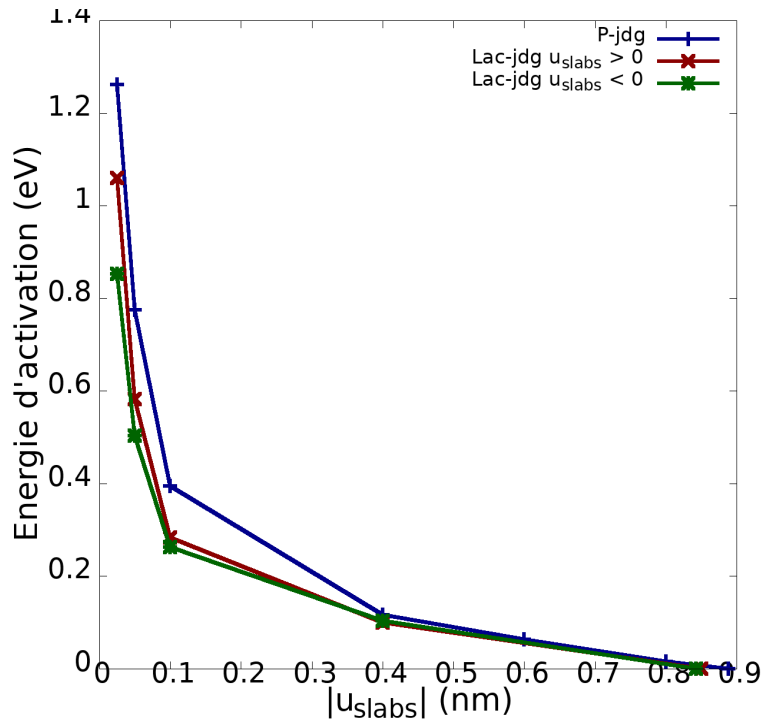


FIGURE II.19 – Évolution de l'énergie d'activation de la migration du P-jdg et du Lac-jdg en fonction du déplacement des slabs. En abscisse est représentée la valeur absolue de  $u_{slabs}$  afin de pouvoir comparer directement les différents mécanismes observés.

été calculés en raison du coût numérique associé à la détermination d'un CEM. Ces courbes montrent que l'énergie d'activation diminue avec le déplacement des slabs. Elle s'annule lorsque l'on observe la migration spontanée du jdj quand la contrainte critique est atteinte. Ce graphe montre que les mécanismes de nucléation hétérogène des disconnexions aux lacunes ont une énergie d'activation qui est toujours plus faible que celui de la nucléation homogène. On a par exemple un ratio qui est de l'ordre de 0,65 pour  $u_{slabs} = 0,1$  nm et  $u_{slabs} = 0,05$  nm lorsque l'on compare la courbe du P-jdg avec celle du Lac-jdg  $u_{slabs} > 0$ . La présence de lacunes semble davantage diminuer l'énergie d'activation pour  $u_{slabs} < 0$  que pour  $u_{slabs} > 0$  en particulier lorsque  $|u_{slabs}| < 0,1$  nm. Néanmoins les CEM de la sous section précédente montrent que pour  $u_{slabs} = +/- 0,05$  nm ce sont deux décompositions similaires qui contrôlent la barrière d'énergie. La décomposition est décrite par l'équation (II.34) pour  $u_{slabs} = +0,05$  nm et par la (II.36) pour  $u_{slabs} = -0,05$ . Dans les deux cas c'est la nucléation de la disconnection glissile ( $\mu$  ou  $\bar{\mu}$ ) depuis les lacunes qui est l'étape limitante. L'énergie d'activation  $\Delta E_{act}^2 = 0,582$  eV montrée sur la figure II.15a représente l'énergie de la décomposition (II.34) et celle de la réaction (II.36) est égale à  $\Delta E_{act} = 0,503$  eV de la migration du jdj pour  $u_{slabs} = -0,05$  comme indiqué en figure II.16a. Ces valeurs sont proches et toutes deux plus faible que l'énergie de nucléation de la paire de disconnexions ( $\mu$  et  $\bar{\mu}$ ) lors de la migration du P-jdg. Tous ces éléments permettent de conclure que la présence de la ligne de lacunes diminue la barrière d'énergie de la nucléation des disconnexions et constitue une source de disconnexions mobiles dans le jdj.

### 2.3.6 Effet des lacunes sur la mobilité des disconnexions

En section 2.2 il a été montré que la migration du P-jdg se produit par la nucléation d'une paire de disconnexions  $\mu/\bar{\mu}$  qui se propagent sous l'effet de la contrainte. Dans un matériau réel les disconnexions mobiles sont susceptibles de rencontrer d'autres défauts sur leur chemin ou bien d'autres disconnexions déjà présentes. Dans la section précédente l'effet de l'introduction d'un dipôle de disconnexions  $\beta/\bar{\beta}$  dans le jdg sur la nucléation des disconnexions mobiles a été discuté. Ici c'est une autre situation qui est étudiée et la question traitée est : que se passe-t-il lorsqu'une disconnection mobile croise un dipôle  $\beta/\bar{\beta}$  au cours de son mouvement ? Une disconnection peut avoir nucléé à un endroit, s'être déplacée et interagir avec un autre défaut autre part dans le jdg.

Pour étudier cette situation la migration du Lac-jdg, en direction de  $+\mathbf{x}$ , est envisagée comme résultant de la nucléation homogène de la paire  $\mu/\bar{\mu}$  puis de la propagation de  $\mu$  seulement,  $\bar{\mu}$  étant loin du dipôle. Ainsi sur son parcours,  $\mu$  rencontre le dipôle  $\beta/\bar{\beta}$  et l'évolution de l'énergie au cours de cette interaction peut être calculée en utilisant la NEB entre les états avant et après migration. Le chemin d'énergie calculé de cette manière ne représente pas le CEM puisque il a été montré plus haut que ce dernier montre la nucléation d'une disconnection à la position du dipôle  $\beta/\bar{\beta}$ . Néanmoins ce chemin d'énergie permet de quantifier l'interaction entre la disconnection mobile  $\mu$  et le dipôle  $\beta/\bar{\beta}$ . La figure II.20a reporte le chemin d'énergie du mécanisme considéré et la II.20b montre un schéma des étapes principales. Les équations (II.39) à (II.43) résument la séquence d'événements. Tout d'abord la paire  $\mu/\bar{\mu}$  nucléée puis  $\mu$  glisse en direction des lacunes ((II.39)). Apparaît ensuite la configuration repérée par  $C_\delta$  (CR = 0,496) qui correspond à un état intermédiaire dans lequel on forme une nouvelle disconnection appelée  $\delta$  par composition de  $\mu$  et  $\beta$  ((II.40)).  $\delta$  est identifiée en figure II.20d et à pour vecteur de Burgers  $\mathbf{b}_\delta = \mathbf{b}_\beta + \mathbf{b}_\mu = \frac{1}{82}[19\ 7\ 0]_{G1}$  ainsi qu'une hauteur de marche  $h_\delta = h_\beta + h_\mu = \frac{27}{2}h_0$ . Vient en suivant la décomposition de  $\delta$  et  $\bar{\beta}$  en  $\alpha$  et  $\beta$  ((II.41)). Enfin  $\alpha$  se décompose en  $\bar{\beta}$  et  $\mu$  ((II.42)), cette dernière pouvant glisser sous l'effet de la contrainte jusqu'à la migration complète du jdg lors de la recombinaison avec  $\bar{\mu}$  ((II.43)).

$$\vec{0}_{0/0} \longrightarrow \mathbf{b}_{-9/-9} + \vec{\mathbf{b}}_{9/9} \quad (\text{II.39})$$

$$\vec{\mathbf{b}}_{9/9} + \mathbf{b}_{5/4} \longrightarrow \mathbf{b}_{14/13} \quad (\text{II.40})$$

$$\mathbf{b}_{14/13} + \mathbf{b}_{-5/-4} \longrightarrow \mathbf{b}_{5/4} + \mathbf{b}_{4/5} \quad (\text{II.41})$$

$$\mathbf{b}_{4/5} \longrightarrow \mathbf{b}_{-5/-4} + \vec{\mathbf{b}}_{9/9} \quad (\text{II.42})$$

$$\mathbf{b}_{-9/-9} + \vec{\mathbf{b}}_{9/9} \longrightarrow \vec{0}_{0/0} \quad (\text{II.43})$$

Pour les chemins d'énergie tracés en figure II.20a il a été vérifié que la CR est proportionnelle à la distance  $d$  entre les disconnexions  $\mu$  et  $\bar{\mu}$  dans chacun des systèmes ce qui permettra de comparer directement les énergies. Pour ce faire remarquons que ces chemins d'énergie présentent 9 états pour lesquels les disconnexions sont parfaitement linéaires. Ces états sont répartis périodiquement et aux même valeurs de CR dans le P-jdg et le Lac-jdg. Ils ne diffèrent que par la distance entre les disconnexions  $\mu$  et  $\bar{\mu}$  à l'intérieur de la boîte. Il existe une relation linéaire entre  $d$  et CR pour ces états particuliers qui s'écrit  $CR = \frac{d}{L_y}$  avec  $d = 0$  nm pour CR = 0 et  $d = L_y = 10,37$  nm pour CR = 1. Une valeur de  $d$  peut être affectée à tout autre état compris entre deux de ces états particuliers par interpolation linéaire. Le tracé de l'évolution de l'énergie en fonction de la distance entre les disconnexions (normalisée par  $L_y$ ) donne une courbe identique à celle du chemin d'énergie pour le P-jdg le Lac-jdg. Ainsi on peut directement comparer les énergies pour une valeur de  $d$  donnée entre le P-jdg et Lac-jdg. La différence des énergies en fonction de  $\frac{d}{L_y}$  est montrée en figure II.20c. Dans une certaine mesure cette courbe doit renseigner sur l'évolution de l'énergie d'interaction en fonction de la distance de séparation entre la disconnection  $\mu$  et les lacunes. Il faut cependant l'interpréter avec prudence car

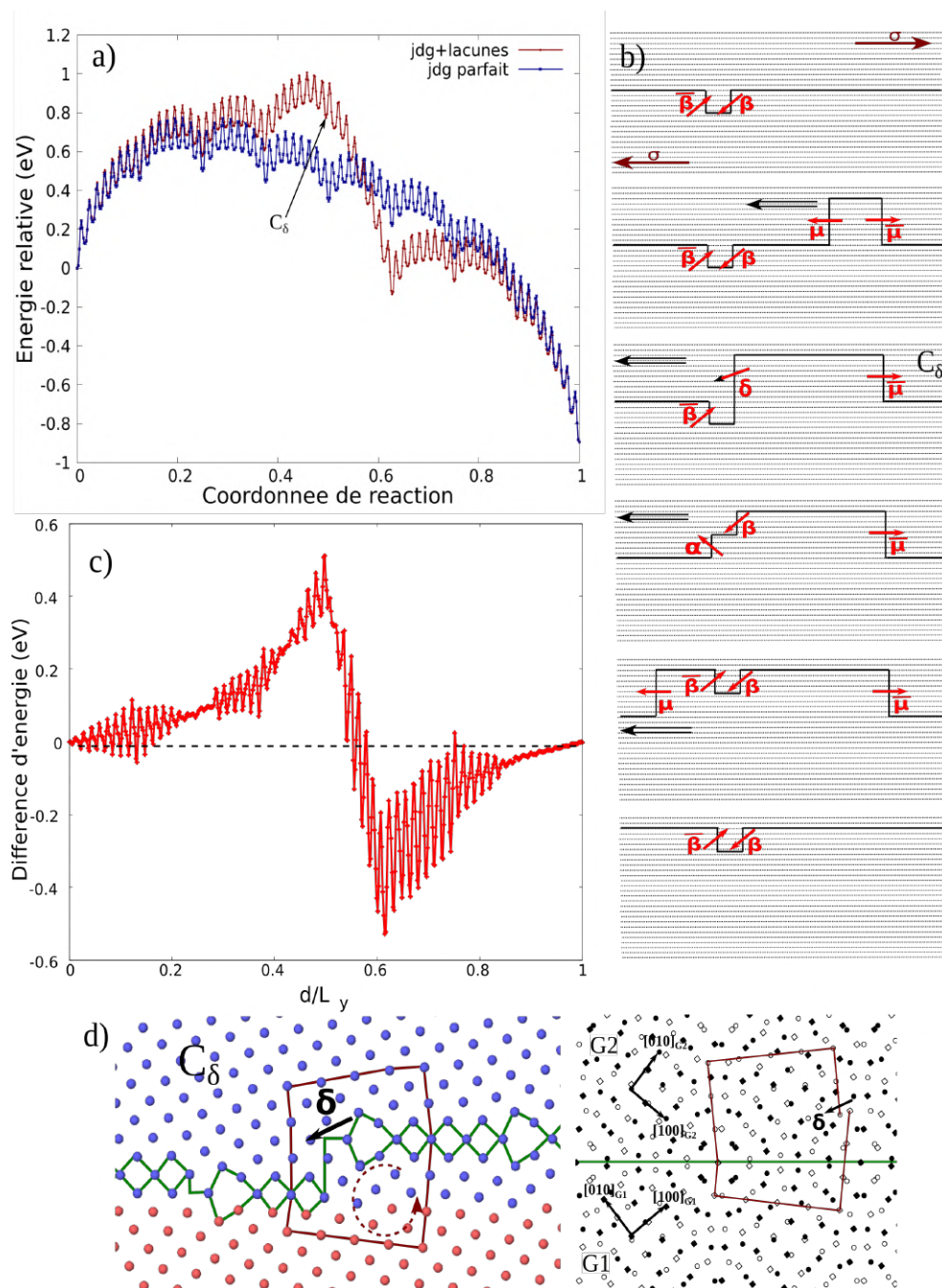


FIGURE II.20 – a) CEM de la migration du Lac-jdg par nucléation et glissement d’une disconnection  $\mu$  qui rencontre des lacunes sur son chemin. Le CEM de la migration du P-jdg est aussi tracé pour rappel.  $C_\delta$  repère une configuration contenant une disconnection  $\delta$ . b) Schéma des principales étapes du mécanisme observé. c) Différence entre les deux CEM de a) en fonction de CR. d) Identification de la disconnection  $\delta$  par tracé de circuit de Frank dans la configuration  $C_\delta$ .

d'autres contributions peuvent venir s'ajouter localement comme on peut le voir sur certaines portions de la courbe où des oscillations apparaissent (longueur d'onde d'environ 0,2 nm). Une origine possible de ces perturbations réside dans de légères variations dans la périodicité des oscillations issues des sauts de crans dans le cas Lac-jdg entraînant une différence de phase avec la courbe du P-jdg. Il est donc probable que ces oscillations n'aient pas d'origine physique et l'on peut se limiter à considérer que c'est seulement l'évolution globale de la courbe qui soit représentative de l'interaction entre  $\mu$  et le dipôle de disconnections. La différence des énergies (relatives) est nulle dans l'état avant migration ( $\frac{d}{L_y} = 0$ ). Puis une augmentation survient lorsque  $\mu$  se rapproche des lacunes. Le maximum absolu de 0,52 eV est alors atteint lorsque  $C_\delta$  apparaît pour  $\frac{d}{L_y} = 0,50$ . Entre  $\frac{d}{L_y} = 0,50$  et  $\frac{d}{L_y} = 0,62$  une diminution se produit, avec une annulation pour  $\frac{d}{L_y} = 0,56$ , jusqu'au minimum absolu valant -0,53 eV pour  $\frac{d}{L_y} = 0,62$ . La configuration associée à ce minimum est schématisée juste après  $C_\delta$  dans la figure II.20b et on y trouve  $\alpha$  et  $\beta$  formée à partir de  $\delta$  et  $\bar{\beta}$  ((II.41)). La différence d'énergie augmente de nouveau à partir de  $\frac{d}{L_y} = 0,62$  au fur et à mesure que  $\mu$  s'éloigne des lacunes et finie par s'annuler de nouveau lorsque la migration est complète à  $\frac{d}{L_y} = 1$ . Ce tracé suggère donc que lorsque  $\mu$  se rapproche des lacunes l'énergie d'interaction est positive et augmente ce qui indique une répulsion de plus en plus forte. Ceci est compatible avec une prédominance de l'énergie d'interaction élastique entre  $\mu$  et  $\beta$  dont le signe est le même que celui de  $\mathbf{b}_\mu \cdot \mathbf{b}_\beta$  (positif) et qui augmente lorsque la distance entre les disconnections diminue. Similairement l'évolution de l'énergie d'interaction lorsque  $\mu$  s'éloigne des lacunes se fait de la même manière que celle de l'énergie d'interaction élastique entre  $\mu$  et  $\bar{\beta}$  qui est négative tout comme  $\mathbf{b}_\mu \cdot \mathbf{b}_{\bar{\beta}}$  et qui augmente lorsque  $\mu$  s'éloigne de  $\bar{\beta}$ .

En résumé dans le cas présent les lacunes dans le jdj repoussent la disconnection en mouvement lorsqu'elle se rapproche et l'attirent lorsqu'elle s'éloigne. Le mécanisme décrit ici est très similaire à celui observé lors de l'interaction entre des dislocations coins et des lacunes [108]. La préexistence d'un dipôle de disconnections dans le joint agit comme une friction qui entraîne une diminution de la mobilité de la disconnection en mouvement. Ainsi le défaut introduit a également pour effet de ralentir le mouvement des disconnections glissiles au cours de la migration.

### 3 Conclusion

Dans ce chapitre les résultats obtenus dans l'étude de la migration du joint de flexion symétrique  $\Sigma 41[001](540)$  par simulation de dynamique moléculaire ont été présentés. Le potentiel effet sur le mécanisme de migration lié à l'introduction d'un défaut particulier a été sondé. Il a été montré que l'interaction du joint parfait (P-jdg) avec une ligne de lacunes parallèle à l'axe commun de rotation [001] produit une modification locale de la structure du joint identifié comme la formation d'un dipôle de disconnections sessiles ( $\beta, \bar{\beta}$ ) (structure Lac-jdg). L'application d'une déformation de cisaillement à 0 K sur P-jdg et Lac-jdg produit la migration du joint selon le même mode de couplage pour lequel  $\beta = \frac{2}{9}$ . Dans chaque cas le mécanisme microscopique de la migration a été révélé par le calcul du chemin d'énergie minimum à l'aide de la méthode NEB. Le couplage mesuré est alors expliqué par la nucléation et la propagation soit du dipôle ( $\mu, \bar{\mu}$ ) pour le P-jdg soit de la disconnection appropriée  $\mu$  ou  $\bar{\mu}$  pour le Lac-jdg. Pour ce dernier l'analyse des configurations le long du chemin d'énergie en termes de composition et décomposition des disconnections s'est avéré fructueuse. Il est apparu que le dipôle ( $\beta, \bar{\beta}$ ) constitue un site de nucléation privilégié pour les disconnections glissiles ( $\mu$  et  $\bar{\mu}$ ). L'énergie d'activation pour la migration du joint diminue avec l'augmentation de la contrainte et s'annule lorsque la contrainte critique est atteinte. Cette dernière assez peu impactée par l'introduction du dipôle ( $\beta, \bar{\beta}$ ) (diminution de 5 %) alors que l'énergie d'activation pour la migration de Lac-jdg est toujours plus

---

faible que celle calculée pour la migration de P-jdg, le ratio pouvant être de l'ordre de 0,65. Enfin la méthode mise en place a été adaptée pour étudier l'effet du dipôle  $(\beta, \bar{\beta})$  sur le mouvement d'une disconnection  $\mu$  formée ailleurs dans le joint et qui croise le dipôle au cours de son déplacement. Les résultats obtenus suggèrent que la disconnection  $\mu$  est soumise à une force répulsive à l'approche du dipôle et attractive lorsqu'elle s'en éloigne. Le résultat net est l'apparition d'une friction impliquant que le mouvement de  $\mu$  est ralenti par la présence du dipôle de disconnections sessiles  $(\beta, \bar{\beta})$ .

Ainsi d'un côté le dipôle  $(\beta, \bar{\beta})$  facilite la migration du joint notamment en agissant comme une source de disconnections glissiles  $\mu$  ou  $\bar{\mu}$  et de l'autre il peut ralentir le processus en exerçant une friction lors du passage de ces mêmes disconnections. Cette apparente ambivalence du rôle de ce dipôle de disconnections sessiles montre que l'effet de ce défaut sur la migration du joint est complexe.



## Chapitre III

# Étude expérimentale des dislocations et des disconnections dans les bicristaux déformés à haute température par microscopie électronique en transmission in-situ

Ce chapitre traite des expériences de traction in-situ dans le microscope électronique en transmission (MET) effectuées sur des lames minces préparées à partir de bicristaux symétriques d'aluminium pur (99.9995 %) de type  $\Sigma 3[110](\bar{1}\bar{1}1)$  et  $\Sigma 41[001](450)$ . La migration couplée au cisaillement de ce dernier a été observée et caractérisée énergétiquement à 0 K par les simulations atomistiques présentées au chapitre précédent. Il a notamment été montré que l'introduction d'un défaut particulier, une ligne de lacunes, dans la structure du joint influence significativement le mécanisme de migration. Cependant toute la complexité d'un système réel ne peut pas être reproduite par ces calculs numériques. En effet on peut rappeler qu'il existe une certaine concentration de lacunes dans les cristaux à température finie, qu'il y a initialement (avant déformation) des dislocations préexistantes dans les grains et souvent dans le joint ou encore que la contrainte appliquée est différente d'un cisaillement simple lors d'une traction uniaxiale. Les approches expérimentales sont nécessaires et permettent parfois de confronter le résultat des simulations à la réalité. En ce sens la MET est un outil privilégié dans le domaine de la plasticité puisqu'elle permet de visualiser directement de nombreux types de défauts cristallins comme les dislocations, les joints de grains ou encore les précipités. C'est donc un outil adapté à l'étude de la dynamique des joints de grains et des disconnections.

Dans les bicristaux considérés, les deux grains sont séparés par un joint plan dont la structure est supposée périodique (même périodicité que la CSL). C'est un système modèle simple en comparaison des polycristaux pour lesquels on a souvent des relations d'orientation entre les grains quelconques et des interfaces courbées qui ne sont pas forcément à l'équilibre. De plus cette géométrie limite l'ensemble des disconnections capables de glisser dans le joint tout en conservant sa structure ce qui fournit une base de travail pour l'analyse des défauts dans l'interface. Ceci est particulièrement vrai pour le bicristal  $\Sigma 3[110](\bar{1}\bar{1}1)$  pour lequel les disconnections élémentaires sont soit du type  $\frac{1}{6}[\bar{1}12]$  soit  $\frac{1}{3}[1\bar{1}1]$ .



Les simulations ont également montré que la migration de joint couplée au cisaillement est thermiquement activée, au moins dans le cas du joint  $\Sigma 41[001](450)$ . Pour profiter de cette activation thermique dans le but de favoriser la migration du joint plutôt que les mécanismes de déformation intragranulaire (glissement des dislocations) les expériences sont conduites à des températures allant de 200°C à 480°C, cette dernière étant proche de  $0,7T_f$  avec  $T_f$  la température de fusion de l'aluminium. Le mode de sollicitation mécanique est la traction uniaxiale pilotée par le déplacement d'un mors mobile par rapport à un mors fixe dans le porte objet du microscope. Les observations sont réalisées au cours de la relaxation de contrainte après avoir appliqué des incréments de déplacement. Les principales techniques d'imagerie utilisées au cours des expériences sont le champ clair et le mode diffraction.

Le chapitre se divise en 4 sections :

- la première section présente les bicristaux étudiés. La méthode utilisée pour mesurer la désorientation relative des grains sur les échantillons massifs est présentée et la visualisation des orientations par projection stéréographique, abondamment utilisée dans ce chapitre, est introduite. Les étapes de la préparation des lames ainsi que le matériel utilisé pour les expériences au MET sont décrits.
- la seconde section présente la MET et les principaux modes d'imagerie utilisés. Les méthodes de caractérisation des défauts cristallins (dislocations, disconnections, joint de grains) sont décrites.
- la troisième section rapporte les résultats obtenus concernant la dynamique des joints étudiés et les interactions de ces derniers avec les dislocations intragranulaires.
- la quatrième et dernière section dresse la conclusion du chapitre.

## 1 Présentation des systèmes étudiés et des expériences de traction in-situ MET

### 1.1 Obtention de bicristaux par la technique Bridgman

Les deux bicristaux utilisés ont été fabriqués à l'aide du procédé Bridgman [109] [56]. Cette technique se base sur la solidification dirigée du métal fondu contenu dans un moule en céramique placé à l'intérieur d'un four comme le montre la figure III.1. Deux germes métalliques sont insérés dans la partie inférieure du moule et symétriquement désorientés afin de produire le joint de grain désiré. La partie supérieure du moule est chauffée au delà du point de fusion du métal et la partie inférieure est refroidie ce qui génère un gradient de température permettant la solidification progressive du métal fondu qui adopte l'orientation cristalline du germe avec lequel il est en contact. Afin de s'assurer que le joint reste dans le plan initial au cours de la croissance, deux barrettes longitudinales sont insérées au contact de la paroi du moule créant ainsi une rainure de chaque côté du cristal formé. Ces rainures diminuent la surface de l'interface et permettent d'épingler le joint dans le plan désigné.

Les photographies de la figure III.2 montrent les bicristaux. Ils ont la forme d'un bloc de quelques centimètres de côté et environ 0,5 cm d'épaisseur. Le bicristal à gauche de l'image correspond au joint  $\Sigma 3[110](\bar{1}\bar{1}1)$  et provient d'un fond local dont l'origine est indéterminée. Les deux grains n'ont pas le même aspect optiquement, car la surface des deux grains après attaque chimique réfléchit différemment la lumière, et la position du plan de joint est aisément repérable : c'est la ligne horizontale séparant les grains au milieu du bloc. Il est en revanche plus difficile de repérer le joint sur l'autre bicristal, le  $\Sigma 41[001](450)$ , et sa position est indiquée à l'aide de la ligne en tirets noirs. Ce bicristal a été fourni par D. Molodov de l'université de Aachen [56]. Il sera discuté en sous section 1.4 de l'effet parfois critique que peut avoir cette différence de contraste optique sur la préparation des échantillons MET.

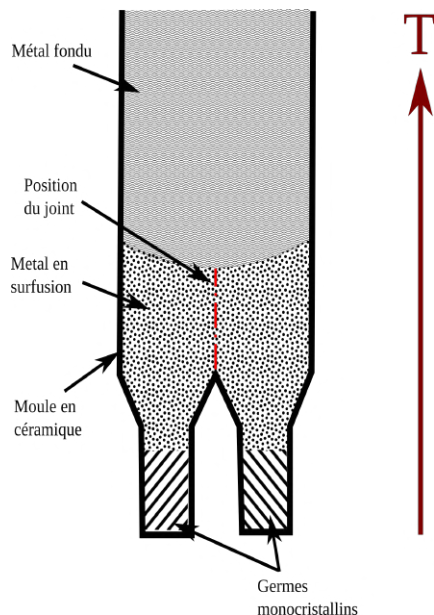


FIGURE III.1 – Schéma d'une coupe du moule en céramique utilisé lors de la croissance de bicristaux par la technique Bridgman.

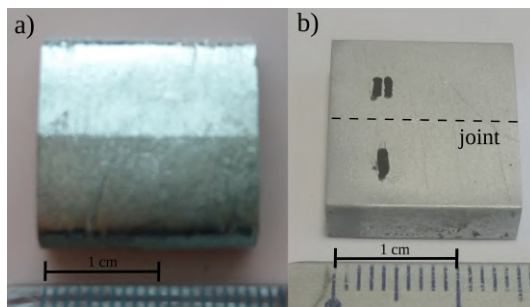


FIGURE III.2 – a) Photographie du bicristal  $\Sigma 3[110](1\bar{1}1)$ . b) Photographie du bicristal  $\Sigma 41[001](450)$ . Le plan du joint est situé sous la ligne en tirets noirs.

## 1.2 Mesure de la désorientation par diffraction des rayons X

La désorientation entre les grains d'un bicristal s'obtient en général à partir de la mesure de l'orientation de chaque grain par rapport à un repère commun. Usuellement l'orientation d'un monocristal est déterminée par l'indexation d'un cliché de diffraction des rayons X (DRX) obtenu à l'aide d'un banc de Laue. En l'absence d'un tel matériel une autre procédure également basée sur la DRX est employée. Un schéma de l'expérience effectuée au CEMES par N. Ratel-Ramond est donné en figure III.3. Le bicristal est installé sur une platine mobile possédant 5 degrés de libertés : 3 translations et 2 rotations. La détermination de l'orientation des grains ne nécessite que l'utilisation des rotations définies par : une rotation d'angle  $\Psi$  autour de l'axe  $\mathbf{t}$  (fixe) et une rotation d'angle  $\phi$  autour de l'axe

$\mathbf{r}$  (lié à l'échantillon). Les rayons X sont produits à partir d'une microsource émettant un faisceau de la radiation  $K\alpha$  du Cobalt dont la longueur d'onde vaut  $\lambda = 0,1789$  nm. Après interaction avec le grain visé le faisceau diffracté est collecté par le détecteur ponctuel. Dans le cas de ces bicristaux l'orientation d'une direction commune est connue (ou préalablement déterminée). Ceci permet de trouver deux autres directions en procédant comme suit. Tout d'abord rappelons que par définition une direction  $[hkl]^*$  du réseau réciproque d'un cristal est normale à la famille de plans d'indices de Miller  $(hkl)$  associée dans le réseau direct. De plus l'aluminium cristallin possédant une structure cubique à face centrées (cfc) la normale au plan  $(hkl)$ , notée  $\mathbf{n}_{hkl}$  sur la figure III.3, est parallèle à la direction  $[hkl]$  du réseau direct.  $[hkl]^*$  et  $[hkl]$  sont alors parallèles. Il suffit donc de repérer lorsque les plans  $(hkl)$  sont en condition de diffraction pour obtenir directement l'orientation de la direction  $[hkl]$ . Pour se faire la microsource et le détecteur sont déplacés pour produire et collecter les faisceaux diffractés à l'angle de Bragg  $\theta_{hkl}$  dont la valeur peut être prédite à partir de cette relation :

$$\sin(\theta_{hkl}) = \frac{\lambda}{2d_{hkl}} \quad (\text{III.1})$$

avec

$$d_{hkl} = \frac{a_0}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (\text{III.2})$$

$d_{hkl}$  est la distance interréticulaire et  $a_0 = 0,405$  nm le paramètre de maille de l'aluminium. Si les indices de direction de l'axe commun sont  $[pqr]$  alors l'angle  $\alpha$  avec la direction  $[hkl]$  s'exprime simplement à l'aide du produit scalaire :

$$\cos(\alpha) = \frac{[pqr] \cdot [hkl]}{\sqrt{p^2 + q^2 + r^2} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (\text{III.3})$$

Une rotation d'angle  $\Psi = \alpha$  autour de l'axe  $\mathbf{t}$  est alors appliquée. Finalement un balayage en rotation autour de l'axe  $\mathbf{r}$  doit montrer un pic d'intensité de diffraction à l'angle  $\theta_{hkl}$  lorsque les plans  $(hkl)$  diffractent les rayons X. Le couple  $(\Psi, \phi)$  pour lequel ce pic est observé permet d'orienter dans l'espace la direction  $[hkl]$  par rapport à la direction connue. Il suffit de déterminer au moins 2 directions dans chaque grain par rapport à l'axe commun pour obtenir leur désorientation.

En pratique l'orientation de chaque grain est convertie en un triplet d'angles d'Euler à l'aide du logiciel "stéréoproj" de la suite "pycotem" développée par F. Mompiau. Le logiciel "misorientation" de cette même suite est finalement utilisé pour calculer la désorientation et l'extraire sous la forme d'un couple axe/angle de rotation  $(\rho, \theta)$ . Pour l'un des deux bicristaux la mesure donne  $[50\ 49\ 0]$   $72,2^\circ$ . De plus la trace du plan de joint est presque confondue avec celle d'un plan  $(1\bar{1}1)$  d'un côté et d'un plan  $(1\bar{1}\bar{1})$  de l'autre. C'est suffisamment proche de la relation  $[110]$   $70,53^\circ$  menant à la parfaite coïncidence des réseaux pour assimiler ce bicristal à un  $\Sigma 3[110](1\bar{1}1)$ . Pour l'autre bicristal il vient  $[001]$   $77^\circ$ . La trace du plan du joint est en accord avec un plan  $(450)$  dans un grain et  $(\bar{4}50)$  dans l'autre. Il est alors raisonnable de considérer ce bicristal comme proche du  $\Sigma 41[001](450)$ . Le MET permet également la mesure de la désorientation avec une bonne précision et de manière plus locale que la diffraction des rayons X. Il est donc choisi de recalculer systématiquement les désorientations lorsqu'un échantillon est étudié au MET.

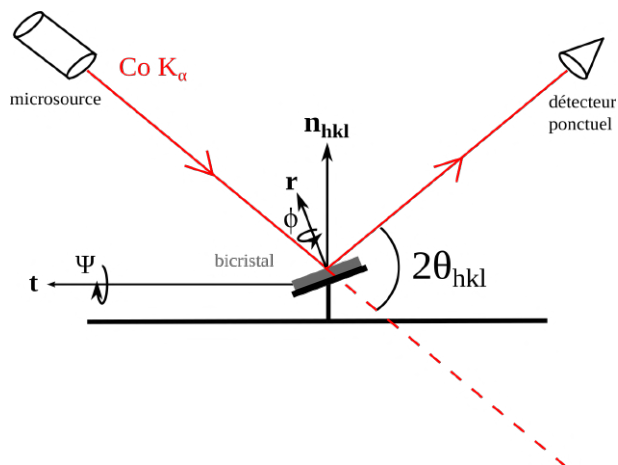


FIGURE III.3 – Schéma de la mesure des orientations cristallines par diffraction des rayons X.

### 1.3 Visualisation des orientations cristallines

La visualisation de l'orientation des directions cristallographiques d'un cristal peut se faire à l'aide de la projection stéréographique. C'est une transformation conforme c.à.d que deux droites tangentes en un même point sur la sphère unité et formant un certain angle entre elles conservent ce même angle par projection stéréographique. La figure III.4 montre le lien entre un point M situé sur la sphère unité et sa projection stéréographique P dans le plan équatorial  $\Pi$ . Ce schéma indique que le point P est situé à l'intersection du plan  $\Pi$  et de la droite reliant le point M au pôle sud de la sphère. Si on définit un repère orthonormé  $(O, \mathbf{x}, \mathbf{y}, \mathbf{z})$  dont l'origine est au centre de la sphère et l'axe  $\mathbf{z}$  parallèle à la direction Nord Sud on peut repérer le point M par ses coordonnées sphériques  $(\theta, \phi)$ .

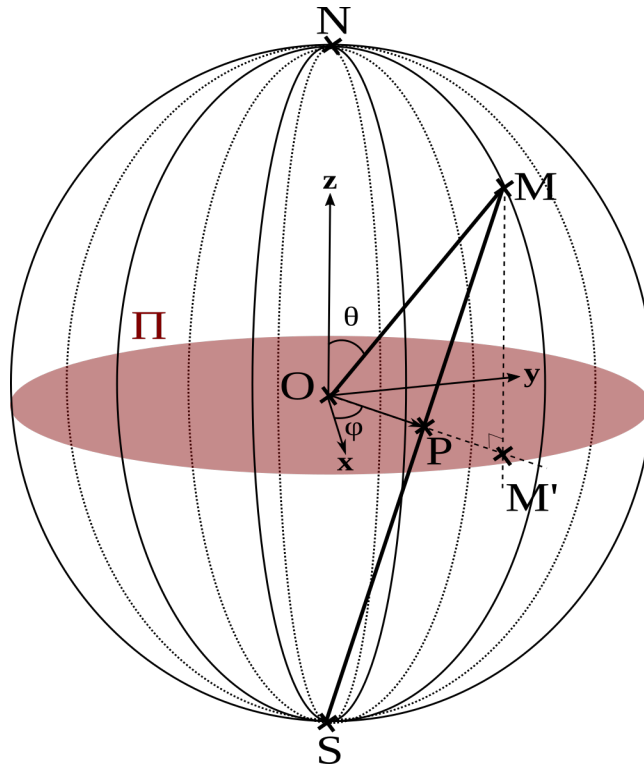


FIGURE III.4 – Projection stéréographique de pôle sud (S) d'un point M de la sphère unité.

Le vecteur  $\mathbf{OP}$  s'exprime en fonction des coordonnées de M ou de sa projection orthogonale dans le plan  $\Pi M'$  :

$$\mathbf{OP} = \tan\left(\frac{\theta}{2}\right)[\cos(\phi)\mathbf{x} + \sin(\phi)\mathbf{y}] = \frac{\tan(\frac{\theta}{2})}{\cos(\theta)}\mathbf{OM}' \quad (\text{III.4})$$

Cette identité indique que O,P et M' sont alignés dans le plan  $\Pi$  et donne le lien entre projection stéréographique et projection orthogonale d'un point. Elle permet également de montrer que les points appartenant à une même droite de l'espace passant par l'origine de la sphère ( $\theta$  et  $\phi$  constants) sont associés à un seul point par projection stéréographique.

Ainsi à l'aide de cette projection il est possible de se représenter l'orientation d'un cristal par rapport à des axes connus. Un autre effet de la projection stéréographique est de transformer les plans cristallographiques en portions de cercles. Un exemple de projection stéréographique d'un cristal de structure cfc est donné en figure III.5 pour laquelle les directions d'indices n'excédant pas 1 sont affichées ainsi que le plan (111). Dans cet exemple le plan équatorial est parallèle au plan (001) du cristal et un canevas de Wulff est superposé. Ce canevas est une projection de plans équitablement distribués appelés méridiens et parallèles. En pratique il permet de visualiser l'effet d'une rotation autour de l'axe  $\mathbf{y}$  sur les directions cristallographiques.

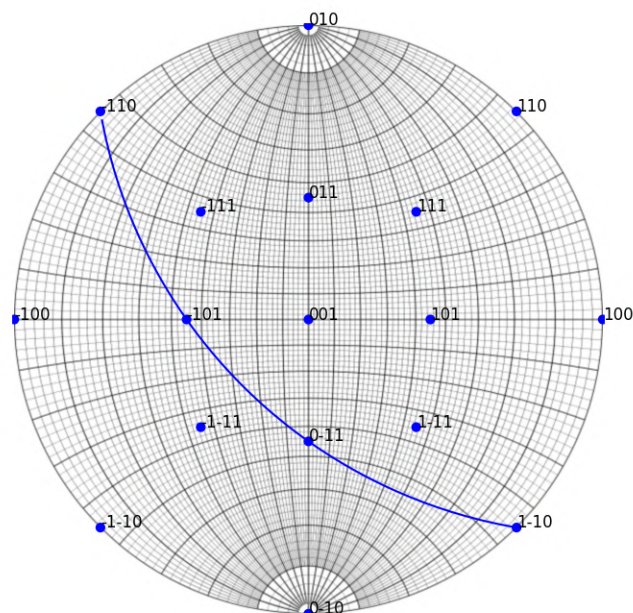


FIGURE III.5 – Exemple de projection stéréographique d'un cristal de structure cfc. Le plan (111) est représenté.

En MET la projection stéréographique est un outil indispensable. Lorsque l'on recherche par exemple à observer un échantillon sous une condition de diffraction particulière on peut l'utiliser afin de prédire les combinaisons de rotations permettant d'y parvenir. C'est très utile pour l'analyse de défauts cristallins tels que les dislocations (voir section 2.3). L'utilisation de la diffraction électronique combinée à la projection stéréographique permet également de déterminer les orientations cristallines (voir section 2.2). On peut aussi l'utiliser pour accéder à la nature d'un plan de glissement ou du plan d'une interface (comme un joint de grains par exemple) en effectuant une analyse des traces (voir section 2.4).

#### 1.4 Préparation des échantillons et présentation du matériel

Afin de rendre possible l'observation des bicristaux au MET il est nécessaire de préparer des lames minces. Tout d'abord les blocs de bicristal sont découpés à la scie à fil de diamant en veillant à positionner le joint d'une manière bien précise par rapport à la géométrie finale de la lame. Différentes positions du joint ont été testées pour chaque bicristal et sont montrées sur la figure III.8. Dans le cas présent la géométrie dans laquelle le joint est orthogonal au plan de lame est choisi pour l'exemple. Une fois découpées les lames ont pour dimensions  $3 \times 1 \times 0,5 \text{ mm}^3$ . Elles sont ensuite amincies une première fois par polissage mécanique sur disque de SiC. La position du joint n'est en général plus visible et il est nécessaire de la révéler sur la face polie en plongeant les lames dans un mélange d'acides concentrés (HCl, HNO<sub>3</sub> et HF) et d'eau. Cette solution attaque la lame en surface selon des facettes de plans de type  $\{111\}$  ce qui produit une différence dans la réflexion de la lumière d'un grain à l'autre. Un second polissage mécanique sur l'autre face permet d'affiner la lame jusqu'à une épaisseur d'environ

0,05 mm, voir figure III.6b. Les zones minces transparentes aux électrons sont finalement formées au centre de la lame, comme l'illustre la figure III.6a, par polissage anodique à  $-10^{\circ}\text{C}$  dont l'électrolyte est composé de méthanol contenant 33% d'acide nitrique. Un diaphragme en platine est positionné de façon à ce que le joint passe au centre de la zone polie. On s'attend donc à obtenir un trou à bords minces intersectant le joint. En raison de l'imprécision de cette méthode et des difficultés parfois rencontrées dans la révélation de la position du joint (en particulier pour le  $\Sigma 41[001](450)$ ) seule une certaine fraction des lames est exploitable.

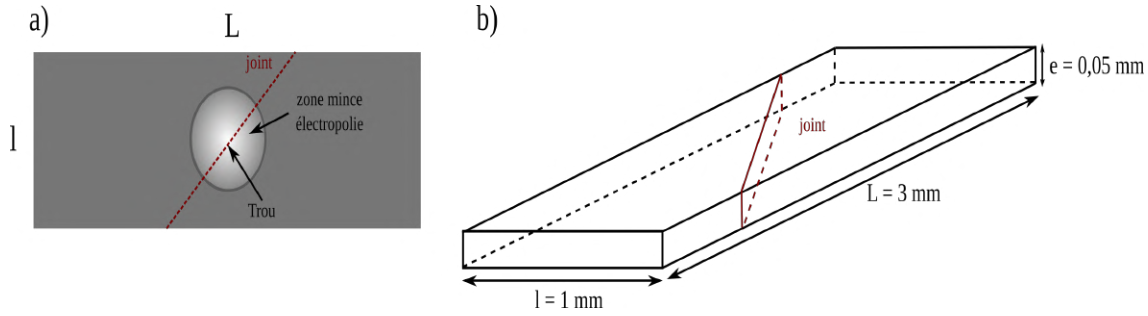


FIGURE III.6 – a) Schéma d'une lame mince vue de dessus. Au centre sont montrées les zones minces au bord desquelles les électrons sont transmis. b) Schéma d'une vue en perspective de la lame mince. La position du joint dans une des géométries testées est visible.

Les lames sont ensuite collées à l'aide d'un ciment sur une grille de cuivre ou d'aluminium percée de deux trous aux extrémités. Le ciment est composé de poudre céramique ( $\text{Al}_2\text{O}_3$  ou  $\text{ZrO}_2$ ) dispersée dans un solvant contenant un activateur de durcissement. Dans le but de pouvoir détecter si les deux grains du bicristal en cours de déformation se translatent l'un par rapport à l'autre au niveau du joint il faut ajouter des marqueurs à la surface de l'échantillon. Pour se faire une goutte d'une solution contenant des nanoparticules d'or dispersées, fabriquée par S. Mornet à l'ICMCB, est alors déposée sur l'échantillon. Ainsi en recherchant les marqueurs de surface qui ne se superposent plus après déformation sur des différences d'images on doit pouvoir détecter si les grains se sont translattés. Enfin la grille est insérée dans un porte objet de traction chauffant, développé au CEMES, comme le montre la figure III.7c. La cellule de traction se compose d'un plot fixe et d'un plot mobile dont le déplacement est contrôlé par une vis située à l'arrière du porte objet permettant d'imposer de très faibles déplacements  $\ll \mu\text{m}/\text{min}$  (figure III.7b). Le déplacement peut être imposé manuellement ou par l'intermédiaire d'un micromoteur électrique. Un fil de tungstène placé autour de la cellule de traction permet de chauffer l'échantillon par rayonnement. La température imposée est reliée à la puissance électrique délivrée via une courbe de calibration qui a été déterminée par l'observation de la fusion de divers métaux (de point de fusion connu) dans le microscope.

Le microscope utilisé est un JEOL 2010 HC. L'observation des lames est effectuée sous une tension d'accélération des électrons de 180 kV qui est issue d'un compromis entre la maximisation l'intensité lumineuse et la minimisation de la dégradation de l'échantillon sous irradiation. Au cours de la traction, le comportement dynamique de l'échantillon est filmé par une caméra CCD MEGAVIEW III enregistrant 25 images par seconde.

Contrairement aux simulations où un cisaillement simple est appliqué, les expériences in-situ ne peuvent se faire qu'en traction. Afin de maximiser la contrainte de cisaillement résolue dans le plan du joint, il est choisi de positionner la normale au plan du joint à  $45^{\circ}$  de l'axe de traction  $\mathbf{T}$  (confondu avec l'axe du porte objet). Deux géométries différentes ont été testées pour chacun des joints comme le

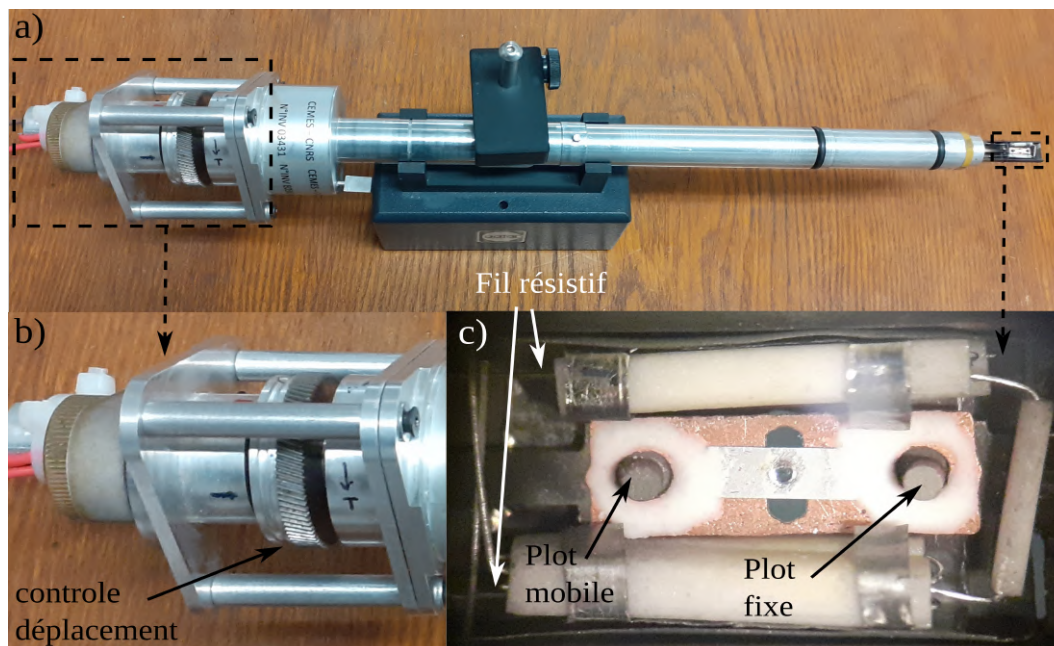


FIGURE III.7 – a) Vue d'ensemble du porte objet traction chauffant. b) Zoom sur la vis de contrôle du déplacement. c) Échantillon dans la cellule de traction.

montre la figure III.8. La première consiste à orienter le plan de lame, de normale  $\mathbf{s}$ , perpendiculairement à l'axe commun des grains. Cette géométrie est appelée  $\Sigma 3\text{-}90^\circ$  pour le joint  $\Sigma 3[110](\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  et  $\Sigma 41\text{-}90^\circ\text{-}1$  pour le joint  $\Sigma 41[001](450)$ . L'autre géométrie testée pour ce dernier est nommée  $\Sigma 41\text{-}90^\circ\text{-}2$  et diffère de la première dans le fait que la lame est taillée dans une face du bloc normale au plan de l'axe commun ( $\boldsymbol{\rho} // [110]$  pour le joint  $\Sigma 3[110](\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  et  $\boldsymbol{\rho} // [001]$  pour le joint  $\Sigma 41[001](450)$ ). En conséquence les axes  $\mathbf{T}$  et  $\mathbf{s}$  ne sont pas égaux pour les géométries  $\Sigma 41\text{-}90^\circ\text{-}1$  et  $\Sigma 41\text{-}90^\circ\text{-}2$ . Le tableau III.1 montre cette différence et en particulier que le plan de lame est proche de  $[001]$  pour  $\Sigma 41\text{-}90^\circ\text{-}1$  alors qu'il se rapproche plutôt de la direction coïncidente  $[\bar{5}40]_{G1}/[\bar{5}40]_{G2}$  dans le cas de  $\Sigma 41\text{-}90^\circ\text{-}2$ . De plus l'orientation du maximum de la contrainte de cisaillement dans le joint est aussi différente ce qui peut éventuellement permettre d'activer d'autres modes de couplages. Dans la seconde géométrie du joint  $\Sigma 3[110](\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  ce dernier est toujours incliné à  $45^\circ$  par rapport à  $\mathbf{T}$  mais aussi par rapport à  $\mathbf{s}$  dans ce cas. Tout en conservant le maximum de la contrainte selon des modes de couplage probables cette orientation permet également d'observer le bicristal selon des conditions communes aux deux grains (voir section 2.3.2) ce qui s'avère précieux lorsque l'on cherche à identifier des disconnections. Le porte objet utilisé n'ayant qu'un seul axe de rotation dont l'amplitude angulaire est limitée ( $\pm 30^\circ$  environ) il n'y a qu'avec cette géométrie qu'il est possible de sonder ces conditions tout en observant les disconnections dans le joint incliné.



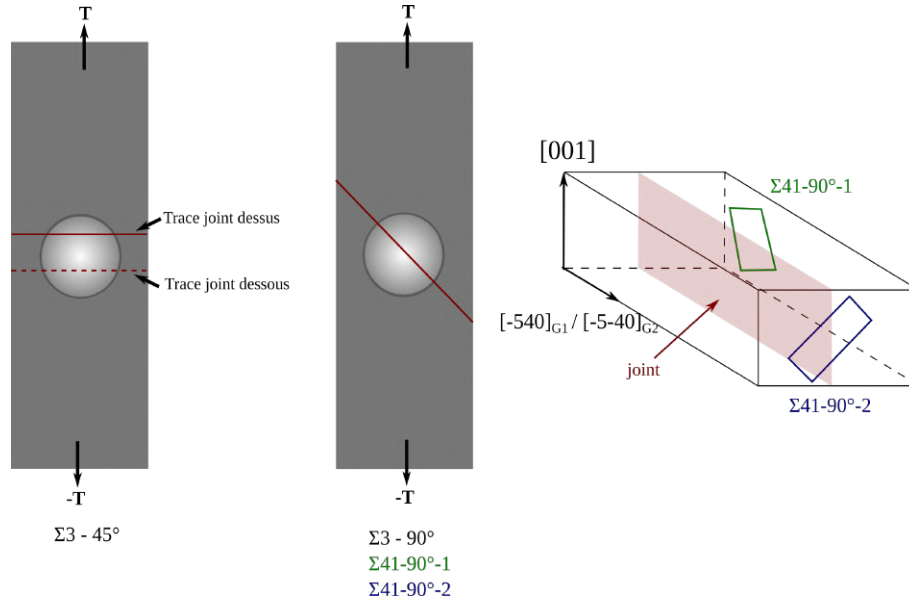


FIGURE III.8 – Schémas des géométries de lame testées découpées à partir des blocs de bicristaux  $\Sigma 3[110](\bar{1}\bar{1}1)$  et  $\Sigma 41[001](450)$ .

	$\Sigma 3-90^\circ$	$\Sigma 3-45^\circ$	$\Sigma 41-90^\circ-1$	$\Sigma 41-90^\circ-2$
$T$	$[0\bar{1}\bar{2}]_{G1}/[1\bar{2}0]_{G2}$	$[\bar{3}9\bar{2}]_{G1}/[23\bar{9}]_{G2}$	$[10\ 2\ \bar{1}]_{G1}/[1\ 10\ \bar{1}]_{G2}$	$[\bar{3}77]_{G1}/[6\bar{4}7]_{G2}$
$s$	$[12\bar{1}]_{G1}/[21\bar{1}]_{G2}$	$[30\bar{4}]_{G1}/[9\bar{3}1]_{G2}$	$[1\ 1\ 10]_{G1}/[\bar{1}\ 1\ 10]_{G2}$	$[\bar{2}10]_{G1}/[\bar{6}\bar{8}1]_{G2}$

TABLE III.1 – Orientation de l'axe de traction  $T$  et du plan de lame  $s$  pour les différentes géométries testées.

## 2 Microscopie électronique en transmission et analyse des défauts cristallins

### 2.1 Généralités sur la MET

Un microscope électronique en transmission peut être décrit comme un système optique capable de générer des électrons rapides et de contrôler leur trajectoire afin de les faire interagir avec un objet dont on veut obtenir une image. Les électrons sont émis depuis une source (filament de W chauffé à 2800 K par exemple) et accélérés sous l'effet d'une haute tension dont la valeur typique se situe autour de 200 kV. Des bobines dans lesquelles circulent un courant électrique permettent de dévier les électrons comme le ferait une lentille optique mince et convergente avec un rayon de lumière : ce sont des lentilles magnétiques. Pour s'assurer que les électrons ne soient pas dispersés par les molécules composant l'air un vide (environ  $10^{-7}$  Torr dans la colonne) doit être créé. Les électrons interagissent avec l'échantillon et ceux qui sont transmis atteignent finalement un écran fluorescent (ou une caméra) dont l'émission

d'une lumière visible par l'œil humain rend possible l'observation de l'image de l'échantillon.

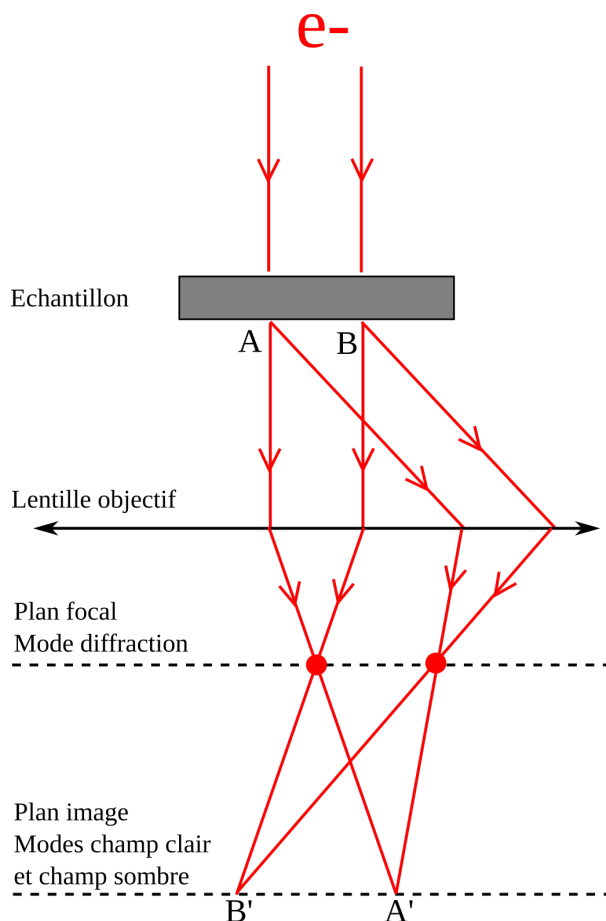


FIGURE III.9 – Schéma optique illustrant les différents modes d'observation utilisés en MET conventionnelle.

La figure III.9 montre un schéma optique donnant les différents modes d'observation utilisés en MET conventionnelle. Un faisceau parallèle d'électrons interagit avec l'échantillon (cristallin) à analyser. De façon analogue aux rayons X certains électrons sont diffractés et émergent donc de l'échantillon dans une direction différente du faisceau directement transmis. Les faisceaux transmis et diffractés rencontrent ensuite la lentille objectif qui va former dans son plan image l'image A'B' de la portion de l'échantillon située entre les points A et B. Remarquons que les faisceaux transmis convergent dans le plan focal et qu'il en va de même pour les faisceaux diffractés. Cette propriété du système optique est importante car c'est ce qui permet de produire du contraste de diffraction sur l'image finale. En effet la sélection des faisceaux qui vont former l'image peut ainsi s'opérer par l'ajout d'un diaphragme dans le plan focal. Il est souvent possible de choisir la taille du diaphragme et d'obtenir une image contrastée plus ou moins locale ce qui est très utile si l'échantillon est polycristallin. Lorsque l'on observe l'image (dans le plan image donc) et que le diaphragme ne sélectionne que le faisceau transmis le mode d'imagerie est le champ clair. Si c'est le faisceau diffracté qui est sélectionné alors le mode est le champ sombre.

Enfin on peut également sous focaliser la lentille objectif pour observer le plan focal directement sur l'écran et obtenir un cliché de diffraction, c'est le mode diffraction.

Un cliché de diffraction électronique est relié à la structure cristalline par la loi de Bragg. Pour que les faisceaux diffusés par les atomes appartenant à la famille de plans (hkl) se recombinent en phase il faut que l'angle d'incidence  $\theta_{hkl}$  soit égal à la valeur donnée par l'équation III.1. Un autre moyen de décrire cette relation consiste à utiliser le réseau réciproque du cristal étudié. Si la maille du cristal est définie par ses vecteurs de base  $(\mathbf{a}_1, \mathbf{a}_2, \mathbf{a}_3)$  alors les vecteurs de base de la maille du réseau réciproque notés  $(\mathbf{a}_1^*, \mathbf{a}_2^*, \mathbf{a}_3^*)$  peuvent être déduits à partir de l'équation suivante :

$$\mathbf{a}_i^* = 2\pi \frac{\mathbf{a}_j \wedge \mathbf{a}_k}{\mathbf{a}_i \cdot (\mathbf{a}_j \wedge \mathbf{a}_k)} \quad (\text{III.5})$$

avec  $(i,j,k) = (1,2,3) +$  permutations circulaires. Une conséquence intéressante de cette définition est que les plans de la famille d'indices de Miller (hkl) sont perpendiculaires au vecteur  $\mathbf{g}_{hkl} = h\mathbf{a}_1^* + k\mathbf{a}_2^* + l\mathbf{a}_3^*$  du réseau réciproque.

La théorie de la diffraction nous apprend qu'une famille de plans (hkl) diffracte lorsque son vecteur de diffraction  $\mathbf{K}$  appartient au réseau réciproque du cristal : c'est la condition de Laue. Formellement on peut l'exprimer par l'équation suivante :

$$\mathbf{K} \cdot \mathbf{T} = 2\pi N \quad (\text{III.6})$$

ou  $\mathbf{T}$  est une translation entière du cristal et  $N$  un entier relatif. En pratique il est possible de déterminer graphiquement les familles de plans qui diffractent lorsque l'on connaît la structure du cristal et le vecteur d'onde du faisceau incident. Pour se faire il faut déterminer le réseau réciproque et tracer la sphère d'Ewald, voir figure III.10. Cette dernière a pour propriétés d'être dotée d'un rayon valant  $\frac{2\pi}{\lambda}$ ,  $\lambda$  étant la longueur d'onde du faisceau incident, et d'accueillir l'origine du réseau réciproque quelque part à sa surface. Si l'on choisit de définir l'origine du réseau réciproque à la tête du vecteur d'onde incident  $\mathbf{k}_i$ , dont la queue est au centre de la sphère, alors les vecteurs d'onde diffractés  $\mathbf{k}_d$  qui pointent sur un autre nœud du réseau réciproque à la surface de la sphère donnent les familles de plans en condition de diffraction. Les familles de plans diffractant ont pour indices (hkl) que l'on déduit à partir de  $\mathbf{K} = \mathbf{k}_d - \mathbf{k}_i = \mathbf{g}_{hkl} = h\mathbf{a}_1^* + k\mathbf{a}_2^* + l\mathbf{a}_3^*$ .

Remarquons que si la longueur d'onde du faisceau incident augmente alors la sphère d'Ewald se contracte. Lorsque la longueur d'onde est trop grande, il est impossible de former une intersection entre la sphère et le réseau réciproque (en excluant l'origine) et le cristal ne diffracte pas. Cette simple construction géométrique rend compte de la nécessité d'utiliser des rayonnements de petite longueur d'onde, comme les rayons X, ou des électrons rapides. Il faut cependant préciser que dans le cas des électrons se déplaçant sous une tension de 200 kV la longueur d'onde est très petite (2,5 pm), même en comparaison des rayons X ( $\lambda_{K\alpha}^C = 179$  pm). La sphère d'Ewald des électrons rapides est donc très grande et peut être assimilée localement à une surface plane (pour cette raison on pourra considérer que le vecteur diffraction est normal au faisceau incident en condition de Bragg). De plus la préparation du cristal sous la forme d'une lame mince entraîne un relâchement des conditions de Bragg que l'on peut décrire comme une élongation des nœuds du réseau réciproque [110]. Ainsi en diffraction électronique il est fréquent d'observer des clichés de diffraction montrant de nombreux points (car il y a de multiples faisceaux diffractés) donnant une image peu déformée du réseau réciproque (permet la mesure des orientations cristallines).

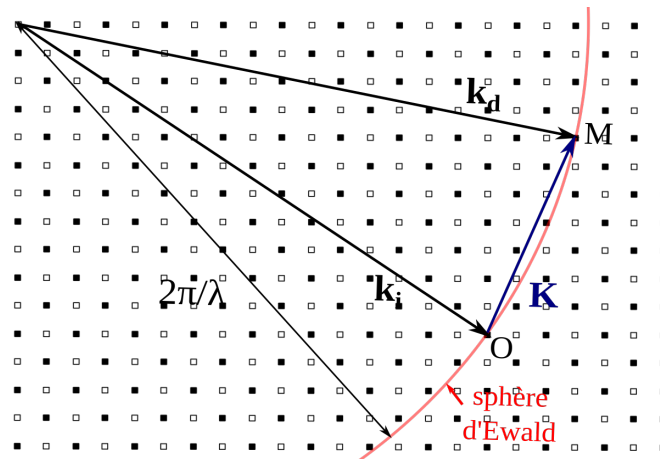


FIGURE III.10 – Sphère d'Ewald intersectant un réseau réciproque cubique centré d'origine O. Sur la portion montrée seul le nœud situé au point M permet d'obtenir  $\mathbf{K}$  appartenant au réseau réciproque.

## 2.2 Mesure des désorientations cristallines en MET

En sous section 1.2 il a été mentionné que les désorientations cristallines sont recalculées au MET. Le principe est le même que pour les rayons X : mesure de l'orientation de chacun des grains par rapport à un repère connu (défini par l'axe du porte objet et la direction du faisceau d'électrons) puis calcul de la désorientation. La méthode utilisée ici consiste à enregistrer plusieurs clichés de diffraction afin d'orienter le réseau réciproque de chaque grain puis d'en déduire l'orientation du réseau direct. Dans le cas d'un cristal de structure cfc les vecteurs de base de la maille conventionnelle du réseau réciproque sont parallèles aux vecteurs de base de la maille conventionnelle du réseau directe. L'orientation des grains se fait alors directement par indexation des plans cristallographiques sur les clichés de diffraction.

La figure III.11 montre un exemple de calcul de la désorientation au MET pour le bicristal  $\Sigma 3[110](1\bar{1}1)$ . Le faisceau transmis est au centre et est défini comme l'origine du réseau réciproque. Les autres taches lumineuses sont les faisceaux diffractés et sur un cliché calibré, la distance réciproque avec le faisceau transmis est directement reliée à  $d_{hkl}$  (via la longueur d'onde et la longueur de caméra). On en déduit directement la distance interréticulaire de la famille de plans en condition de Bragg ce qui permet l'identification de la direction cristallographique. La mesure de l'angle par rapport à un axe de référence dans le plan de diffraction et la connaissance de l'angle d'inclinaison de l'échantillon par rapport au faisceau d'électrons, appelé dans la suite angle de tilt, permettent l'orientation de la direction dans l'espace. Cette procédure est répétée pour 3 angles de tilt différents pour chaque grain (incertitude de l'ordre de  $\pm 2^\circ$ ) puis le calcul de la désorientation peut se faire et donne un résultat proche de la relation de coïncidence  $[110] 70,53^\circ$ . La désorientation trouvée est  $[50\ 49\ 0]_1 70,59^\circ$  et s'écarte d' $1^\circ$  de celle déterminée par diffraction des rayons X.

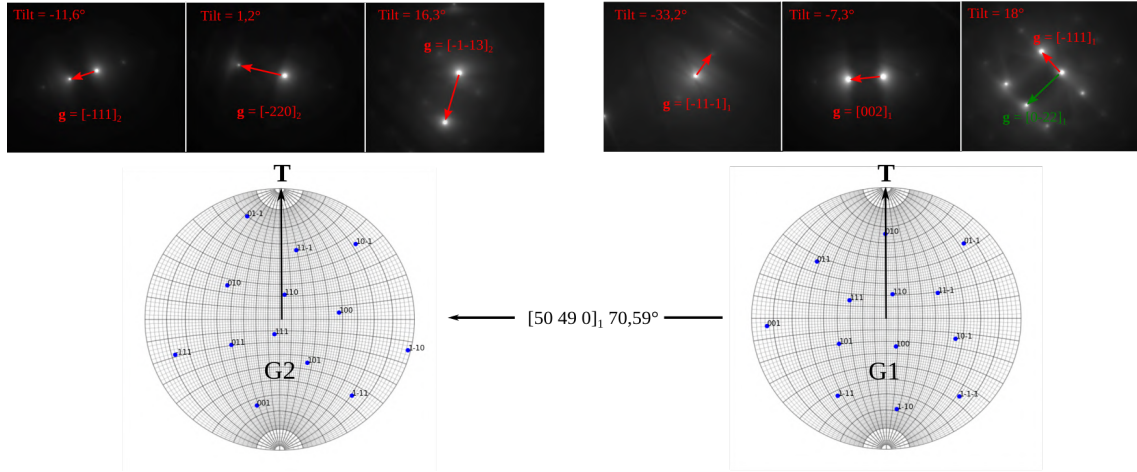


FIGURE III.11 – Exemple illustrant le calcul de la désorientation entre les grains d'un bicristal  $\Sigma 3[110](\bar{1}\bar{1}1)$  à partir de clichés de diffraction obtenus en MET.  $\mathbf{T}$  correspond à l'axe de tilt du porte objet.

### 2.3 Analyse du contraste des dislocations

L'observation de matériaux cristallins en MET révèle souvent la présence de nombreux défauts dans la structure du cristal. La topologie et la nature de ces défauts sont multiples mais dans le cas présent il est suffisant de se limiter aux dislocations (défaut 1D) et aux joints de grains plans (défaut 2D). Le contraste en MET de ces défauts provient du fait qu'ils génèrent localement une distorsion par rapport à l'ordre cristallin parfait. Pour comprendre le lien contraste / distorsion il faut réécrire les équations d'Howie-Whelan en y intégrant le champ de déplacement  $\mathbf{R}(\mathbf{r})$  qu'entraîne la présence du défaut [110]. Ces équations rendent compte du fait que les amplitudes des faisceaux transmis et diffractés sont couplées dynamiquement lors de la propagation des électrons dans le cristal. Au MET il est souvent possible de tilter l'échantillon de façon à ce qu'il n'y ait qu'un faisceau diffracté en plus du faisceau transmis sur le cliché de diffraction. Cette situation est qualifiée de "deux ondes" et on peut s'y limiter lors de la résolution des équations d'Howie-Whelan. Le champ de déplacement élastique autour d'une dislocation rectiligne dans un cristal isotrope étant connu, il est possible d'établir des règles pratiques permettant de remonter au vecteur de Burgers de la dislocation à partir de l'observation des contrastes en MET. L'aluminium cristallin ayant un coefficient d'anisotropie proche de 1 ( $A = \frac{2C_{44}}{C_{11} - C_{12}} = 1,2$ ) il est convenable de considérer que ces règles s'appliquent à ce matériau. Dans le cas général d'une dislocation mixte le champ de déplacement s'écrit [3](en coordonnées polaires) :

$$\mathbf{R}(r, \phi) = \frac{1}{2\pi} [\mathbf{b}\phi + \frac{1}{4(1-\nu)} \{ \mathbf{b}_e + \mathbf{b} \wedge \mathbf{u} (2(1-2\nu) \ln(r) + \cos(2\phi)) \}] \quad (\text{III.7})$$

avec  $\mathbf{b}$  le vecteur de Burgers,  $\mathbf{b}_e$  sa composante coin,  $\mathbf{u}$  le vecteur de ligne et  $\nu$  le coefficient de Poisson.

Dans la suite les règles de contraste seront rappelées pour le cas d'une dislocation intragranulaire isolée et celui d'une dislocation intergranulaire.

### 2.3.1 Dislocation intragranulaire

La figure III.12 montre un schéma d'une dislocation coin dans un cristal illuminé par un faisceau d'électrons. La famille de plans de normale parallèle à la direction de  $\mathbf{b}$  est fortement distordue près du coeur de la dislocation et se retrouve localement en condition de Bragg alors que les autres plans ne le sont pas. En champ clair on verra donc une ligne sombre sur l'écran permettant de suivre la position du coeur de la dislocation.

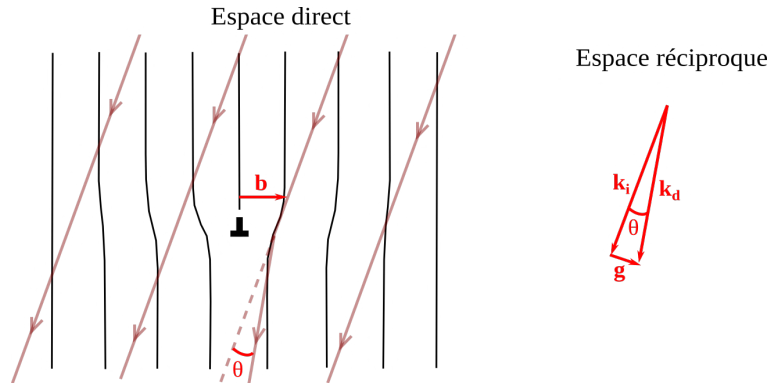


FIGURE III.12 – Schéma de la courbure locale d'une famille de plans cristallographiques par une dislocation coin. La dislocation est visible car la condition de Bragg est satisfaite près du coeur.

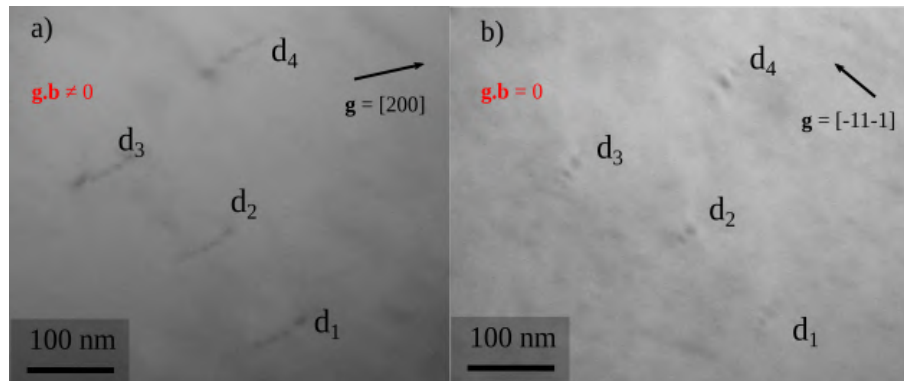


FIGURE III.13 – Images MET en champ clair d'un grain dans un bicristal d'aluminium. a) 4 dislocations sont visibles quand observées avec le  $\mathbf{g} = [\bar{2}00]$ . b) Les mêmes dislocations vues sous le  $\mathbf{g} = [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ . Il ne reste qu'un contraste résiduel montrant des alternances sombres et lumineuses. Le critère  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$  peut s'appliquer ici.

L'insertion de  $\mathbf{R}(r, \phi)$  dans les équations d'Howie-Whelan montre qu'il existe des cas d'invisibilité complète de la dislocation. Le premier cas est celui d'une dislocation vis pour laquelle  $\mathbf{b}_e = \mathbf{b} \wedge \mathbf{u} = \vec{0}$ . La condition d'invisibilité s'exprime alors comme  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ ,  $\mathbf{g}$  étant une notation simplifiée de  $\mathbf{g}_{hkl}$ . La direction du vecteur de Burgers est donc connue dès lors que deux extinctions sont obtenues pour deux conditions de diffraction différentes  $\mathbf{g}_1$  et  $\mathbf{g}_2$  ce qui donne  $\mathbf{b} \parallel \pm \mathbf{g}_1 \wedge \mathbf{g}_2$ . Concernant les dislocations

coins ( $\mathbf{b}$  et  $\mathbf{u}$  orthogonaux, voir figure III.12) il n'existe qu'une situation d'invisibilité complète. Elle se produit lorsque  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$  et  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} \wedge \mathbf{u} = 0$  ce qui signifie que  $\mathbf{b} \parallel \pm \mathbf{g} \wedge (\mathbf{u} \wedge \mathbf{g})$ . Dans le cas général d'une dislocation mixte aucune invisibilité complète n'est possible car lorsque  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$  on a toujours une contribution de  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} \wedge \mathbf{u}$ .

En pratique il n'est pas rare d'observer un contraste faible, ou résiduel, comme on peut le voir sur l'image champ clair de la figure III.13b. Les 4 dislocations de cette image sont assez peu visibles mais il apparaît tout de même une alternance de zones sombres et de zones lumineuses le long de leur ligne. Cette situation est qualifiée d'invisibilité effective et se produit généralement lorsque  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$  et  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} \wedge \mathbf{u}$  petit (typiquement  $< 0,64$ ). Comme pour le cas des invisibilités complètes de la dislocation vis, il suffit d'observer deux invisibilités effectives pour  $\mathbf{g}_1$  et  $\mathbf{g}_2$  pour en déduire  $\mathbf{b} \parallel \pm \mathbf{g}_1 \wedge \mathbf{g}_2$ . Cette règle est appelée "critère d'invisibilité  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$ ".

### 2.3.2 Dislocation intergranulaire ou disconnection

Pour traiter le cas d'une dislocation intergranulaire isolée il faut commencer par différencier deux situations. Dans la première on considère que tout le bicristal diffracte et que le vecteur de diffraction est commun aux deux grains c.à.d qu'il s'agit d'une direction de même type comme par exemple  $[10\bar{1}]_1$  et  $[01\bar{1}]_2$  dans le joint  $\Sigma 3[110](1\bar{1}1)$ . En conséquent la famille de plans normale au vecteur de diffraction est continue à l'interface. C'est en fait le cas pour toute famille de plans parallèle à un plan du réseau de coïncidence. Dans ces conditions l'utilisation du critère d'invisibilité  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$  est possible [111]. L'autre situation dans laquelle en pratique on se retrouve souvent est lorsqu'un grain diffracte intensément alors que l'autre ne diffracte pas. Il apparaît dans ce cas que le contraste des dislocations intergranulaires semble persister même lorsque  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$  ce qui rend inutilisable ce critère d'invisibilité  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$  [112].

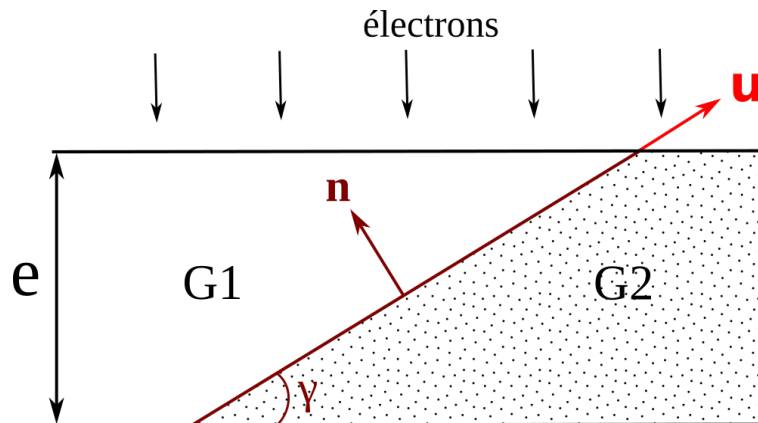


FIGURE III.14 – Schéma de la géométrie du bicristal utilisée pour simuler le contraste d'une dislocation intergranulaire dans [113].

Une autre méthode se basant sur l'analyse de la symétrie des contrastes autour de la dislocation peut être exploitée pour estimer l'orientation (et le sens) du vecteur de Burgers [113]. Elle utilise la simulation des contrastes MET en condition deux ondes autour d'une dislocation intergranulaire dans un bicristal dont la géométrie est visible dans la figure III.14. La ligne de la dislocation est parallèle à  $\mathbf{u}$  et le joint, de normale  $\mathbf{n}$ , est incliné d'un angle  $\gamma = 30^\circ$  par rapport au plan de lame (la lame est d'épaisseur  $e$ ). Seul G1 est en condition de diffraction et la symétrie des images est analysée en fonction

de l'orientation de  $\mathbf{g}$  et  $\mathbf{b}$ . Les résultats montrent qu'il est possible de relier simplement la symétrie du contraste au signe de  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$  ou au signe de  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} \wedge \mathbf{u}$  et ils sont résumés dans le tableau III.2.

Contraste	Analyse
Sombre (gauche) / Clair (droite)	$\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} > 0$
Clair (gauche) / Sombre (droite)	$\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} < 0$
Sombre	$\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$ faible et $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} \wedge \mathbf{u} > 0$
Clair	$\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$ faible et $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} \wedge \mathbf{u} < 0$

TABLE III.2 – Résumé de la dépendance de la symétrie du contraste autour d'une dislocation intergranulaire avec  $\mathbf{g}$  et le vecteur de Burgers  $\mathbf{b}$ .

L'orientation gauche/droite suppose que la dislocation est regardée à la verticale avec la flèche du vecteur ligne  $\mathbf{u}$  pointant vers le haut de la lame. Si une asymétrie du contraste autour de la dislocation est observée alors le signe de  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$  peut être déduit. Ces caractéristiques du contraste restent inchangées si c'est le grain du bas qui diffracte (et le grain du haut qui ne diffracte pas). Si le contraste est symétrique alors  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$  est faible et la nature sombre ou clair du contraste renseigne sur le signe de  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} \wedge \mathbf{u}$ . Dans ce cas si c'est le grain du bas qui diffracte il faut inverser le sens des inégalités sur le signe de  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} \wedge \mathbf{u}$ . Remarquons qu'un changement de condition de diffraction allant de  $\mathbf{g}$  à  $-\mathbf{g}$  doit montrer une inversion du contraste. Il est donc préférable, quand c'est possible, d'enregistrer des paires d'images  $\mathbf{g}/-\mathbf{g}$  afin de renforcer l'analyse.

Les deux méthodes venant d'être décrites sont complémentaires et sont utilisées dans les sections 3.2.2 et 3.4 pour l'analyse de certaines configurations des dislocations intragranulaires dans le bicristal  $\Sigma 3[110](1\bar{1}1)$ . Étant donné que les conditions décrites plus haut donnent lieu à des inégalités, le vecteur de Burgers ne peut être déduit analytiquement. Toutefois, cela permet de restreindre le choix possible des vecteurs. Graphiquement cela consiste à déterminer la région contiguë de la projection stéréographique délimitée par les courbes d'équation  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ . C'est parfois suffisant pour sélectionner le vecteur de Burgers parmi les plus petites translations élémentaires du cristal ou du bicristal (vecteurs du DSC) pointant dans la zone délimitée.

## 2.4 Mesure des traces et de la largeur apparente des interfaces

Lorsque qu'un joint de grains ou un plan de glissement est observé au microscope ce que l'on voit se résume à la projection des traces formées par l'intersection du plan avec les deux plans de lame. Plusieurs méthodes permettent de déterminer la nature du plan observé et nécessitent souvent de positionner le plan parallèle au faisceau d'électrons. Ce n'est cependant pas toujours applicable lorsque le porte objet est simple tilt avec une amplitude angulaire limitée (cas du porte objet traction utilisé). Une méthode plus générale se basant sur la mesure de l'orientation des traces projetées et de la largeur apparente entre ces dernières pour différentes conditions d'observations (au moins 3) est proposée dans [114]. La géométrie considérée et les relations entre les quantités projetées et réelles sont explicitées sur le schéma de la figure III.15.

Un plan cristallographique de normale  $\mathbf{n}$  intersecte les deux surfaces de la lame selon la direction



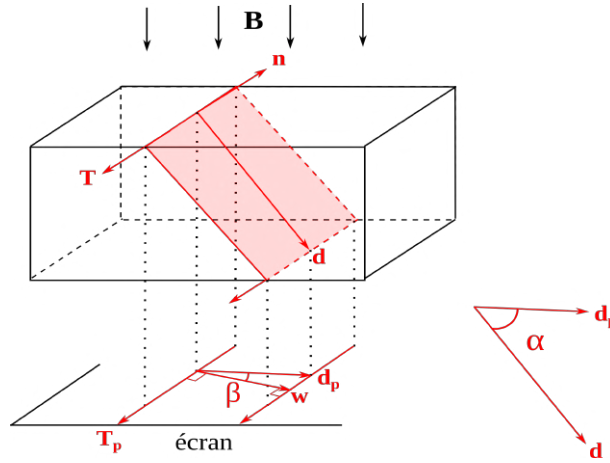


FIGURE III.15 – Schéma des relations géométriques entre les caractéristiques d'un plan cristallographique et celles de sa projection sur l'écran MET

$\mathbf{T}^1$ . La distance séparant ces traces est égale à la norme  $d$  du vecteur  $\mathbf{d} = d\mathbf{n} \wedge \mathbf{T}$ . Les électrons se déplacent en faisceau parallèle au vecteur  $\mathbf{B}$  qui est donc normal au plan de projection (et à l'écran MET). La trace  $\mathbf{T}$  et le vecteur  $\mathbf{d}$  ont pour projection respectivement  $\mathbf{T}_p$  et  $\mathbf{d}_p$ . Ce que l'on peut mesurer sur une image MET se limite à l'orientation de  $\mathbf{T}_p$  et à la distance  $w$  entre les traces projetées (appelée aussi largeur apparente). Cet écart est mesuré perpendiculairement à  $\mathbf{T}_p$  ce qui implique que le vecteur  $\mathbf{w}$ , de norme  $w$ , et  $\mathbf{d}_p$  ne sont pas forcément colinéaires (angle  $\beta$  sur la figure III.15). Ce constat permet d'exprimer la relation géométrique entre  $w$  et  $d$  :

$$w = d \cos(\alpha) \cos(\beta) \quad (\text{III.8})$$

que l'on peut aussi écrire avec le produit scalaire :

$$w = d \frac{\mathbf{B} \cdot \mathbf{n}}{\sqrt{1 - (\mathbf{B} \cdot \mathbf{T})^2}} \quad (\text{III.9})$$

(L'équation III.9 est très utile car la dépendance de  $w$  avec l'orientation du plan  $\mathbf{n}$  est visible.) Lorsque l'on dispose d'un jeu d'au moins 3 conditions (3 jeux  $\mathbf{B}, \mathbf{T}_p, w$  différents) il devient possible d'estimer  $\mathbf{n}$  par la minimisation des moindres carrés de l'équation III.9. Le prérequis à la recherche d'une telle solution est la connaissance de la trace  $\mathbf{T}$  dont on peut également estimer une solution optimisée puisque chaque condition d'observation confine  $\mathbf{T}$  dans le plan  $\mathbf{B} \wedge \mathbf{T}_p$ .  $\mathbf{T}$  doit donc être orientée parallèlement à l'intersection des plans de normale  $\mathbf{B} \wedge \mathbf{T}_p$ .

Il peut arriver que les traces de glissement ne restent visibles que quelques minutes, voire secondes, après que la dislocation soit passée (surtout à haute température). De plus la visibilité d'une trace de glissement dépend en général du  $g$  sous lequel elle est observée puisqu'elle produit une marche aux

1. Il est considéré ici que les surfaces sont parallèles mais cette hypothèse peut être relaxée en théorie. Le raisonnement est aussi valable si les surfaces sont quelconques moyennant que les mesures de la largeur apparente  $w$  s'effectuent par rapport à un même point (souvent une impureté ou une dislocation épinglée à la surface de l'échantillon) situé sur l'une des traces que l'on peut suivre lors du tilt de l'échantillon.

surfaces de la lame dépendant du vecteur de Burgers de la dislocation qui est passée. Il ne reste alors parfois qu'une ou deux images exploitables ce qui rend la recherche d'une solution optimisée impossible. Dans ce cas, le calcul de l'épaisseur locale de la lame (que l'on peut déduire à partir d'une mesure de la largeur apparente au joint par exemple) peut permettre de discriminer entre plusieurs possibles solutions.

Dans la suite du chapitre nous avons interprété nos observations à l'aide des outils présentés précédemment. Au cours des expériences in-situ, l'analyse du plan de glissement est en général possible. Il est cependant souvent difficile de déterminer les vecteurs de Burgers de toutes les dislocations et disconnections car cela nécessite de tilter l'échantillon pour atteindre différentes conditions de diffraction. Ceci est en revanche possible "post-mortem" si les disconnections / dislocations restent présentes en l'état après l'expérience. La caractérisation des disconnections reste cependant délicate en imagerie conventionnelle et se limite aux vecteurs de Burgers donnant des produits  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$  suffisamment grands. De ce point de vue, les observations de disconnections dans le joint  $\Sigma 3[110](\bar{1}\bar{1}1)$  sont plus aisées car elles possèdent des vecteurs de Burgers souvent assez longs (typiquement  $|\mathbf{b}| > \frac{a_0}{6}$ ). Lorsque le vecteur de Burgers des dislocations ne peut être déterminé, l'argument du facteur de Schmid maximum dans le plan de glissement sera utilisé au besoin pour sélectionner le vecteur le plus probable (parmi les translations de type  $\frac{1}{2} \langle 110 \rangle$ ) et compatible avec les conditions d'imageries collectées. Cette condition est généralement vérifiée autour d'un trou à bords minces où l'axe de traction dans les zones observées est parallèle à l'axe du porte objet [115]. De plus dans les scénarii d'interactions dislocation / joint proposés seront toujours vérifiées la conservation du vecteur de Burgers et celle de la hauteur des marches au joint. Le critère de la réduction de l'énergie élastique (critère de Frank) sera utilisé pour discriminer les différents produits de réaction.

### 3 Rôle des dislocations intragranulaires dans la dynamique des joints $\Sigma 3[110](1\bar{1}1)$ et $\Sigma 41[001](450)$

Cette section résume les résultats obtenus à l'issue des expériences de traction in-situ MET des deux bicristaux étudiés. De façon générale il est apparu que les configurations et la dynamique des disconnexions est fortement corrélée à l'activité environnante des dislocations intragranulaires. Pour illustrer ce constat il sera montré dans un premier temps qu'une intense activité des dislocations se produit simultanément à la migration couplée au cisaillement du joint  $\Sigma 41[001](450)$ . La décomposition des dislocations dans le joint suivie du glissement des disconnexions produites permet de rendre compte de la valeur mesurée du facteur de couplage. Dans le joint  $\Sigma 3[110](1\bar{1}1)$  des disconnexions de type  $\frac{1}{6}[\bar{1}1\bar{2}]$  se déplacent par glissement lors de la traction et le mouvement de grandes marches a aussi été observé. L'origine de ces disconnexions est ensuite abordée à travers la description d'interactions avec les dislocations intragranulaires attestant directement ou indirectement de leur présence. Enfin dans le joint  $\Sigma 3[110](1\bar{1}1)$  des réseaux hexagonaux de disconnexions seront caractérisés et les conséquences de leur formation examinées.

#### 3.1 Migration couplée au cisaillement du joint $\Sigma 41[001](450)$

Des lames du bicristal  $\Sigma 41[001](450)$  ont été préparées selon la géométrie  $\Sigma 41-90^\circ-1$  (voir figure III.8). La migration du joint a été observée au moment du refroidissement progressif du système depuis  $480^\circ\text{C}$  jusqu'à la température ambiante ( $\sim 25^\circ\text{C}$ ). Avant cette phase la lame a été déformée sans que l'on observe de migration mesurable du joint. Les figures III.16a et b montrent la même zone du bicristal respectivement avant et après la migration du joint. Une contrainte de traction est engendrée au cours du refroidissement par la contraction de l'échantillon le long de la direction  $\mathbf{T}$  indiquée. Dans les conditions d'observation les deux grains diffractent simultanément ( $\mathbf{g}_{G1} = [0\bar{2}0]_{G1}$  et  $\mathbf{g}_{G2} = [\bar{2}00]_{G2}$ ) et le joint est vu debout. Par conséquent une seule trace est visible et elle est indiquée par la ligne en tirets TrJG. Entre  $t = 0$  s (figure III.16a) et  $t = 288$  s (figure III.16b) seule la partie inférieure du joint sur l'image s'est déplacée sur une distance de 380 nm. Par conséquent il se forme progressivement une facette dont l'orientation correspond à l'autre famille de plans denses de la CSL du bicristal c.à.d  $(5\bar{4}0)_{G1}/(540)_{G2}$ . Des marqueurs (amas de nanoparticules d'or) déposés à la surface de la lame sont entourés sur l'image de part et d'autre du joint.

	$ \mathbf{s}^{\parallel} $ (nm)	$ \mathbf{s}^{\perp} $ (nm)	$\beta_{app}$	$\beta_{app}^{\parallel}$	$\beta_{app}^{\perp}$
$\langle X \rangle$	117	18	+0,312	+0,308	-0,047
$ \frac{\sigma(X)}{\langle X \rangle} $	0,11	0,68	0,15	0,11	0,68

TABLE III.3 – Valeur moyenne  $\langle X \rangle$  et écart-type relatif  $|\frac{\sigma(X)}{\langle X \rangle}|$  des composantes parallèle et perpendiculaire au joint du champ de déplacement  $\mathbf{s}$  et du facteur de couplage apparent  $\beta_{app}$  mesurés après la migration.

La présence de ces marqueurs permet la mesure du déplacement relatif entre les grains  $\mathbf{s}$  potentiellement associé à la migration du joint en effectuant la différence lors de la superposition des images avant et après migration. C'est ce que montre la figure III.16c où les images sont superposées et le contraste de l'image après migration inversé. Pour se donner une référence, il est choisi de superposer les marqueurs

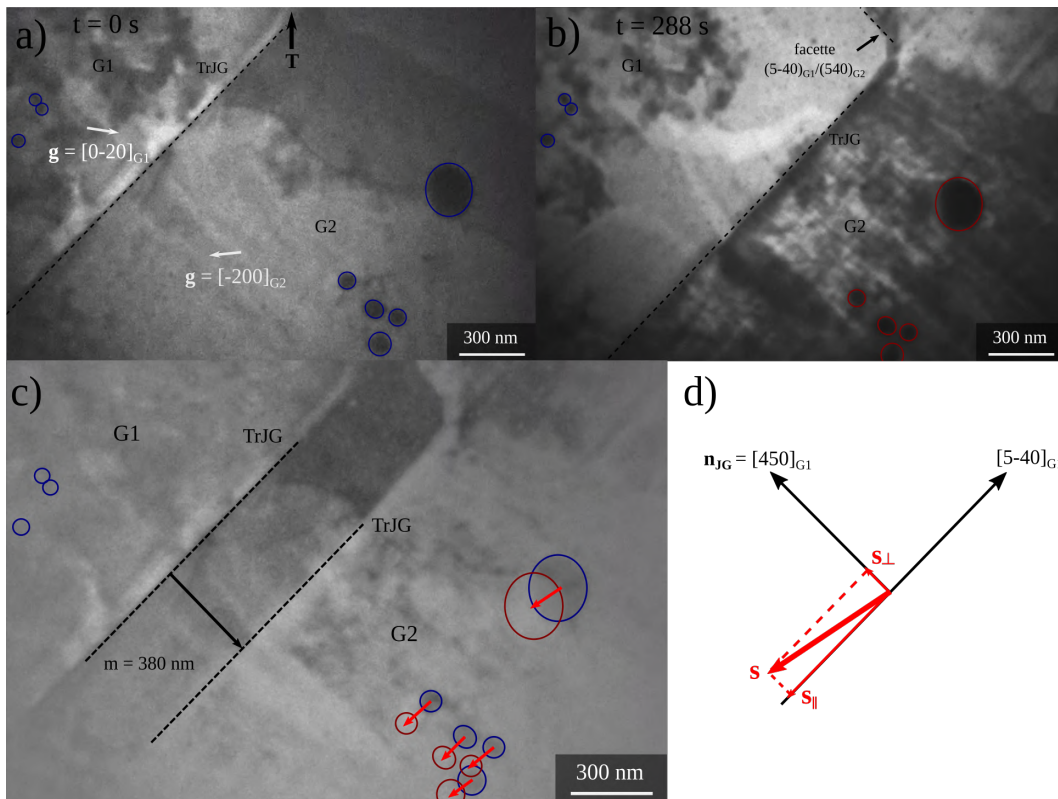


FIGURE III.16 – Images MET en champ clair du bicristal  $\Sigma 41[001](450)$  avant a) et après b) la migration du joint. c) Superposition des images a) et b). Les marqueurs de surface de G1 sont superposés et le contraste de l'image finale est inversé ce qui montre que la migration du joint est couplée au cisaillement du bicristal. d) Décomposition du vecteur déplacement  $\mathbf{s}$  des marqueurs de surface.

de surface entourés dans G1. On voit alors que la trace du joint s'est déplacée et que la position des marqueurs dans G2 a changé. On en déduit que le joint a migré sur une distance  $m = 380$  nm et que le cristal s'est déformé plastiquement. Le champ de déplacement  $\mathbf{s}$  des marqueurs de G2 est indiqué par les flèches rouges et le schéma de la figure III.16d montre que l'on a des composantes parallèle et perpendiculaire au plan du joint. La quantité  $\beta_{app} = \frac{|\mathbf{s}|}{m}$  appelée facteur de couplage apparent peut alors être calculée : elle quantifie l'intensité du couplage entre migration et cisaillement. Cette mesure ne donne qu'un couplage apparent en raison de l'impossibilité d'accéder à une éventuelle composante de  $\mathbf{s}$  parallèle à la direction du faisceau d'électrons. Le tableau III.3 montre la valeur moyenne, calculée à partir des 5 marqueurs montrés dans G2, ainsi que l'écart type relatif des composantes de  $\mathbf{s}$ , de  $\beta_{app}$  ainsi que ses projections parallèle  $\beta_{app}^{\parallel}$  et perpendiculaire  $\beta_{app}^{\perp}$  au joint.  $|\mathbf{s}^{\parallel}|$  est 6,5 fois plus grande que  $|\mathbf{s}^{\perp}|$  et la valeur élevée de l'écart-type relatif sur  $|\mathbf{s}^{\perp}|$  traduit par ailleurs une grande incertitude sur cette composante. La valeur moyenne de  $\beta_{app}$  est très proche de celle de sa composante  $\beta_{app}^{\parallel}$  qui est légèrement supérieure à 30%.

L'échantillon étant très déformé au moment où la migration du joint se produit il est difficile à cet instant de suivre précisément le mouvement des dislocations. Il apparaît néanmoins qu'un certain

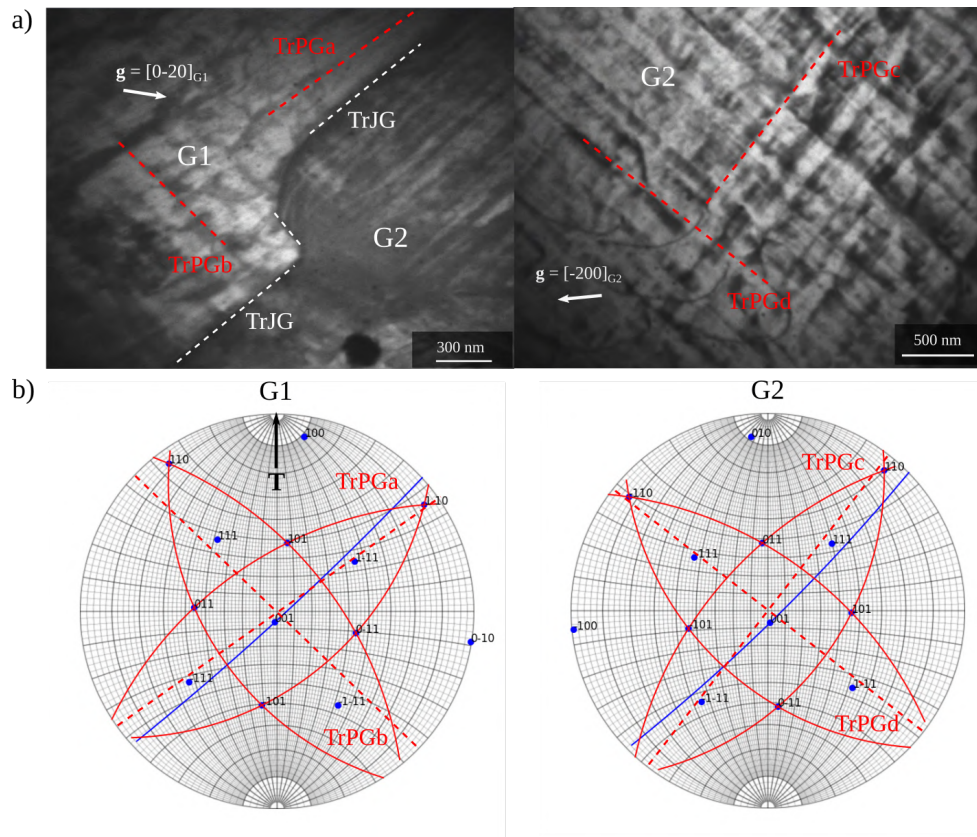


FIGURE III.17 – a) Images MET en champ clair montrant les traces de glissement s'étant formées dans chacun des grains pendant la migration du joint. b) Les traces sont reportées sur les projection stéréographique de chaque grain et correspondent à celles des plans compacts.

nombre de dislocations ont été absorbées / émises par le joint au cours de la migration. Ces dislocations ont glissé dans les grains en se rapprochant / s'éloignant du joint et après leur passage il reste des familles de traces parallèles comme le montrent les deux images de la figure III.17a. Dans G1 et G2 il y a deux familles de traces presque perpendiculaires : TrPGa et TrPGb pour G1, TrPGc et TrPGd pour G2. L'orientation des traces projetées sur les images MET est reportée sur les projections stéréographiques de G1 ou G2 de la figure III.17b où l'on constate qu'elles sont compatibles avec la projection des directions de type  $\langle 110 \rangle$  perpendiculaires à l'axe commun  $[001]$  ( $[110]$  et  $[1\bar{1}0]$  dans les deux grains). Le plan de lame étant proche de  $(001)$ , ces directions sont aussi les traces des plans compacts de type  $\{111\}$ .

Le facteur de Schmid maximum dans ces plans est élevé comme le montre le tableau III.4. Dans ces conditions il est concevable que la contrainte critique dans ces plans soit atteinte en même temps et que s'activent alors simultanément au moins deux de ces systèmes de glissement produisant ainsi les deux familles de traces perpendiculaires observées dans chaque grain. Cette multiplicité des systèmes de glissement activés implique que plusieurs type de dislocations ont pu interagir avec le joint au cours de la migration. Ces interactions peuvent potentiellement être à l'origine de la nucléation hétérogène

	(111)	(111)	(111)	(111)
G1	0,458	0,434	0,333	0,444
G2	0,436	0,349	0,448	0,439

TABLE III.4 – Valeur maximale du facteur de Schmid dans les plans compacts  $\{111\}$  et les directions de type  $\langle 110 \rangle$  pour l'orientation du bicristal  $\Sigma 41[001](450)$  montrée en figure III.17b.

de disconnexions dans le joint dont le déplacement sous l'effet de la contrainte appliquée produit sa migration [25]. Cette hypothèse se voit renforcée par l'observation d'une vitesse de migration plus grande (jusqu'à 4 nm/s) lorsque l'activité des dislocations dans la zone du joint est importante.

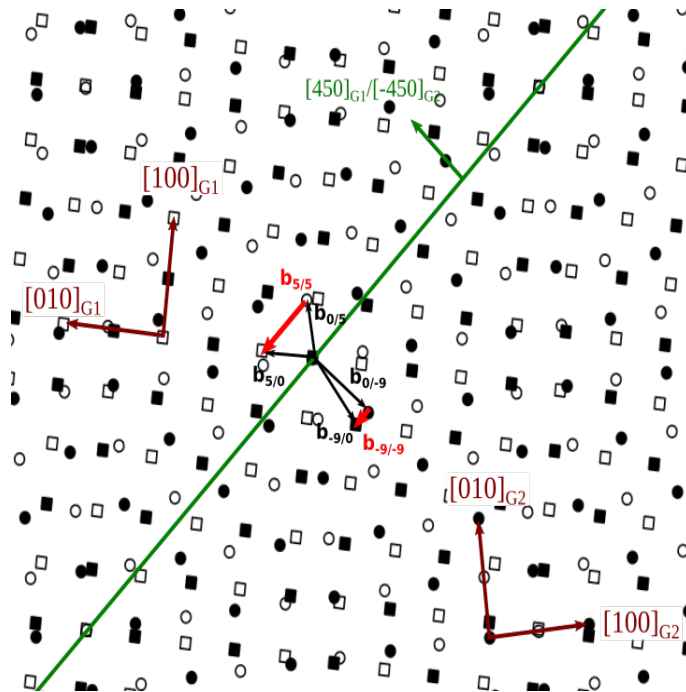


FIGURE III.18 – Réseau dichromatique du bicristal  $\Sigma 41[001](450)$  montrant les disconnexions (en rouge) dont la combinaison permet de reproduire le couplage mesuré expérimentalement. Les flèches noires correspondent aux dislocations dont l'interaction peut conduire à la génération des disconnexions dans le joint.

L'observation du joint debout ne permet pas de voir directement la dynamique des disconnexions au moment de la migration. Cependant on peut toujours connecter les propriétés de ces disconnexions ( $\mathbf{b}$  et  $\mathbf{h}$ ) à la valeur du facteur de couplage apparent mesuré. Les simulations présentées dans le chapitre précédent ont montré que pour ce joint le couplage vaut  $\beta = +0,22$  et que le mécanisme implique la propagation en sens opposé d'une paire de disconnexions  $\mathbf{b}_{9/9}$  et  $\mathbf{b}_{-9/-9}$ . Si on néglige  $|\mathbf{s}^\perp|$  alors le

glissement de  $\mathbf{b}_{-9/-9}$  permet de rendre compte partiellement du couplage mesuré expérimentalement. Cette disconnection est reportée sur le réseau dichromatique de la figure III.18. On voit qu'il est possible de la produire par l'interaction de deux dislocations intragranulaires :

$$\mathbf{b}_{-9/-9} = \mathbf{b}_{-9/0} - \mathbf{b}_{0/-9} \quad (\text{III.10})$$

en explicitant les vecteurs de Burgers il vient :

$$\frac{1}{41}[\bar{5}40]_{G1} = \frac{1}{2}[\bar{1}\bar{1}0]_{G1} - \frac{1}{2}[1\bar{1}0]_{G2} \quad (\text{III.11})$$

Remarquons que  $\mathbf{b}_{-9/0}$  et  $\mathbf{b}_{0/-9}$  sont parallèles aux directions de type  $\langle 110 \rangle$  selon lesquelles le facteur de Schmid est maximum dans les plans  $(\bar{1}11)_{G1}$  (0,434) et  $(11\bar{1})_{G2}$  (0,439) respectivement.

Des simulations dans le cuivre montrent que pour une certaine plage de température (généralement élevée) le couplage peut basculer subitement du mode  $\langle 110 \rangle$  vers le mode  $\langle 100 \rangle$  pour certains joints de la série [001] [8]. Le facteur de couplage de ce dernier mode vaut -1,6 pour ce joint et la disconnection associée est  $\mathbf{b}_{5/5}$ , voir figure III.18. Notons que  $\mathbf{b}_{5/5}$  peut aussi provenir de l'interaction au joint des dislocations intragranulaires. Il est possible d'expliquer la valeur du facteur de couplage mesurée en combinant les modes  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle 100 \rangle$ . Il suffit en effet d'envisager un mélange des modes par le glissement des disconnections  $\mathbf{b}_{-9/-9}$  et  $\mathbf{b}_{5/5}$ . Pour le vérifier rappelons que  $\mathbf{b}_{-9/-9}$  est parallèle à  $\mathbf{b}_{5/5} = \frac{4}{41}[\bar{5}40]_{G1}$ , que  $|\mathbf{b}_{-9/-9}| = 2h_0$  et  $|\mathbf{b}_{5/5}| = 8h_0$  avec  $h_0 = 0,032$  nm la distance interreticulaire parallèle au joint. Si  $k$  représente le ratio du nombre de disconnections  $\mathbf{b}_{-9/-9}$  sur le nombre de disconnections  $\mathbf{b}_{5/5}$  qui glissent dans le joint alors le facteur de couplage s'exprime comme :

$$\beta = \frac{2k + 8}{9k - 5} \quad (\text{III.12})$$

dont la valeur la plus proche de  $\beta_{app}^{\parallel}$  est  $\beta = +0,311$  obtenue pour  $k = 12$ . Il faut donc qu'il y ait 12 fois plus de disconnections  $\mathbf{b}_{-9/-9}$  que de disconnections  $\mathbf{b}_{5/5}$  qui glissent dans le joint pour retrouver la valeur expérimentale du couplage. Une possible explication de cette prédominance de  $\mathbf{b}_{-9/-9}$  réside dans la potentielle difficulté à produire  $\mathbf{b}_{5/5}$  à partir des dislocations intragranulaires. En effet pour la générer il faut que les dislocations  $\mathbf{b}_{5/0}$  et  $\mathbf{b}_{0/5}$  se rencontrent au joint. Or le facteur de Schmid dans la direction parallèle à  $\mathbf{b}_{5/0}$  est très faible, quelque soit le plan de glissement envisagé (0,024 dans  $(11\bar{1})_{G1}$  et 0,014 dans  $(1\bar{1}1)_{G1}$ ), ce qui doit rendre difficile sa formation et son glissement.

De cette analyse il ressort donc que le mode  $\langle 110 \rangle$  reste largement majoritaire lors de la migration du joint  $\Sigma 41[001](450)$  ce qui est en accord avec les résultats des simulations atomistiques du chapitre précédent.

## 3.2 Dynamique des disconnections dans le joint $\Sigma 3[110](1\bar{1}1)$

### 3.2.1 Déplacement de marches le long du joint

L'observation des lames de  $\Sigma 3-90^\circ$  a souvent montré des discontinuités dans le joint dont le caractère de marche est aisément identifiable au niveau de l'intersection de son plan avec la surface. Un exemple est visible sur la figure III.19a dans laquelle le joint est montré incliné et avec G2 en condition de diffraction. Deux marches de hauteur projetée  $h_1$  et  $h_2$  sont montrées. Elles sont clairement identifiables sur la trace  $\text{TrJG}_1$  et la hauteur mesurée vaut environ 7-8 nm. On voit sur l'image à  $t = 0$  s que chacune

des marches est délimitée par une ligne courbe connectée à un réseau hexagonal irrégulier de lignes. Ce sont donc des disconnections. La position de la trace  $\text{TrJG}_2$  semble plus difficile à repérer avec précision. Une alternance de marches peut être attendue au niveau de  $\text{TrJG}_2$  mais il n'est pas possible de le confirmer avec ces images.

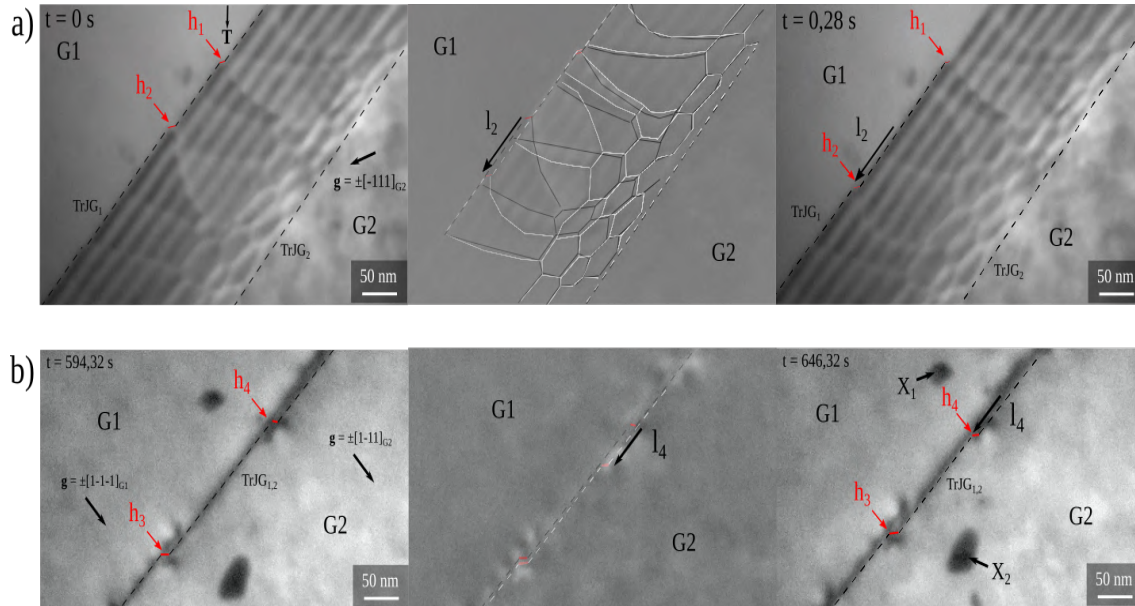


FIGURE III.19 – Séquences d'images montrant le déplacement de marches le long du joint  $\Sigma 3[110](1\bar{1}1)$  vu a) incliné et b) debout. La superposition des images est montrée pour chaque et séquence avec le contraste de l'image finale qui est inversé. Le mouvement de  $h_2$  s'accompagne de réactions entre disconnections et de leur déplacement comme on peut le voir sur la superposition a).

La traction de cette lame à  $400^\circ\text{C}$  produit localement le déplacement de  $h_2$  sur environ 75 nm en 0,28 s dans la direction marquée par le vecteur  $l_2$ . Ce déplacement peut être apprécié sur la superposition placée entre les deux images. Après le mouvement de la marche le réseau de disconnections ne se superpose pas parfaitement au réseau initial. Il se produit en effet des mouvements de disconnections générant des réactions complexes qui modifient localement l'allure du réseau. Notons également que  $h_1$  se déplace pas ou peu et que la configuration du réseau de disconnections à son niveau n'évolue presque pas.

La figure III.19b montre une autre zone de la lame quelques minutes plus tard. Le joint est observé debout avec les deux grains diffractant selon un vecteur  $g$  commun et deux autres marches,  $h_3$  et  $h_4$ , sont visibles. La hauteur de ces marches est, comme précédemment, aux alentours de 7-8 nm. Sous l'action de la contrainte la marche  $h_4$  se déplace sur environ 52 nm pendant une durée de 52 s alors que  $h_3$  est restée quasi immobile. Des marqueurs présents à la surface de la lame sont visibles sur ces images et repérés par  $X_1$  et  $X_2$ . Ils sont utilisés pour superposer les images et pour rechercher si un déplacement relatif des grains est lié au mouvement des marches c.à.d s'il y a couplage. Comme le montre la superposition des images les marqueurs se superposent parfaitement indiquant que le couplage, s'il existe pour ces marches, n'est pas mesurable après un tel déplacement.

Rajabzadeh et al. ont observé le mouvement de marches de différentes hauteurs se déplaçant à



des vitesses différentes le long du joint  $\Sigma 41[001](450)$  dans l'aluminium [45]. En conséquence des empilements de marches se sont formés au niveau des marches les plus lentes résultant en l'apparition de macro marches de hauteur égale à plusieurs dizaines de marches pures. Une certaine quantité de cisaillement entre les grains est associée au déplacement de ces marches indiquant qu'il s'agit de disconnections. Dans le cas présent la formation des marches observées peut résulter de l'empilement d'une disconnection ayant un vecteur de Burgers non nul avec un certain nombre de marches pures. Remarquons en effet que la hauteur des marches observées est au moins 10 fois plus grande que celle de la marche pure qui vaut  $h_{mp} = a_0\sqrt{3} = 0,70$  nm. Si une disconnection se déplace sous l'effet d'une contrainte appliquée et croise suffisamment de marches pures sur son chemin alors leur superposition peut aboutir à la formation des grandes marches montrées ici.

Une marche pure peut être vue comme une facette de joint symétrique de type (112) dans lequel chaque période est constituée d'un triplet de dislocations partielles  $\frac{1}{6} < 112 >$  dont la somme des vecteurs de Burgers est nulle [116]. Dans les métaux ayant une faible énergie de faute d'empilement (Cu, Ag) ce triplet est dissocié et la migration du joint (112) sous l'effet d'une contrainte est concevable à partir du glissement de ces dislocations. Cependant dans le cas de l'aluminium ce mécanisme est peu probable en raison de la non dissociation du triplet de dislocations dans la marche pure impliquant qu'elle doit peu interagir avec une contrainte extérieure, comme confirmé dans les simulations de la référence [116]. Ainsi le mouvement des marches observé au cours de la traction serait alors le résultat du déplacement de la disconnection associée par glissement et/ou montée.

### 3.2.2 Observation du mouvement et identification d'une famille de disconnections

Le joint  $\Sigma 3[110](\bar{1}\bar{1}1)$  a aussi été observé en traction in-situ MET à une température de 350°C. La géométrie testée est celle pour laquelle le joint est incliné à 45° par rapport au plan de lame,  $\Sigma 3-45^\circ$  voir figure III.8. La projection stéréographique de chaque grain lorsque la lame est observée à tilt nul est visible en figure III.20a avec également le tracé du plan du joint qui est  $(1\bar{1}\bar{1})_{G1}/(\bar{1}\bar{1}1)_{G2}$ . La mesure de la désorientation au MET donne  $[71\ 700]72,69^\circ$  ce qui est en bon accord avec la relation déterminée par diffraction des rayons X.

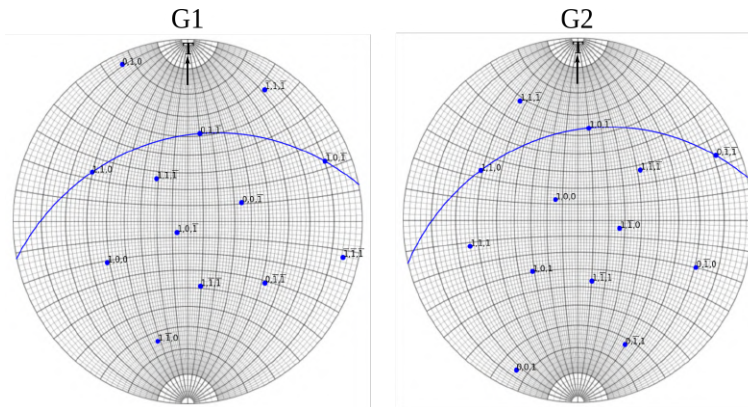


FIGURE III.20 – Projections stéréographiques des grains du bicristal  $\Sigma 3[110](\bar{1}\bar{1}1)$  montrant le plan du joint  $(1\bar{1}\bar{1})_{G1}/(\bar{1}\bar{1}1)_{G2}$ .

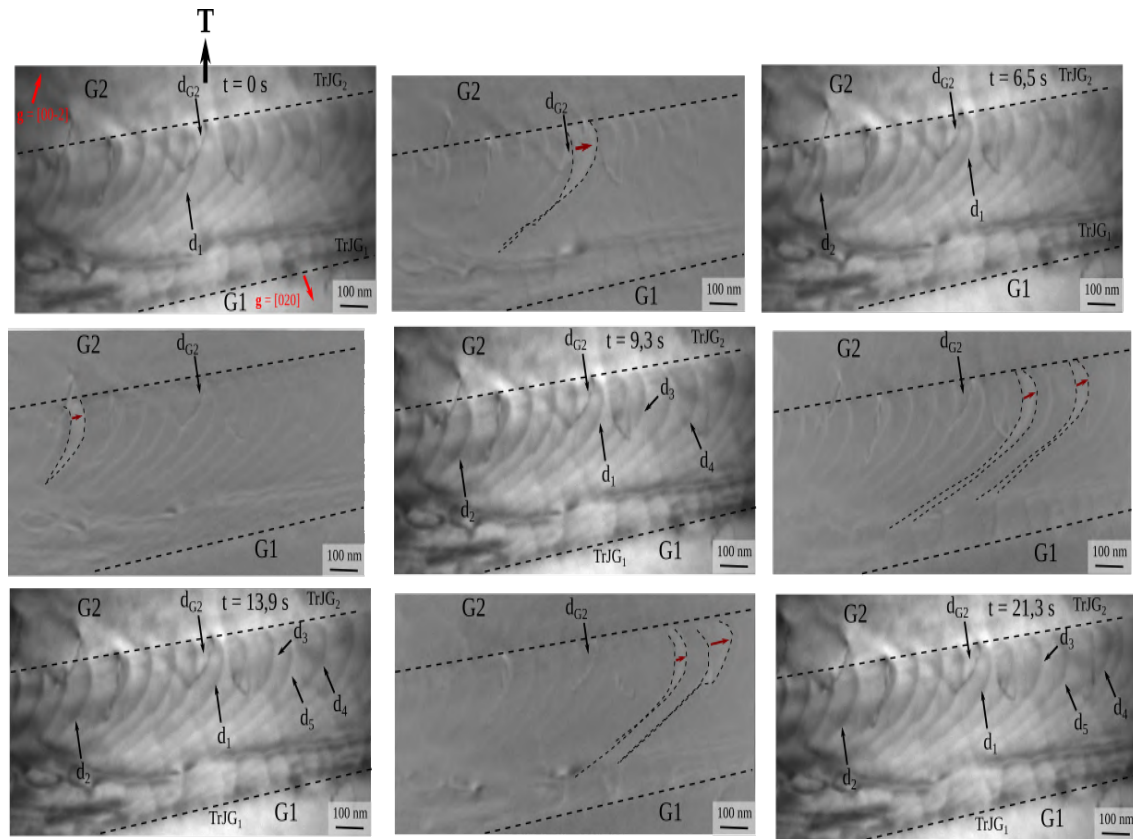


FIGURE III.21 – Séquence d’images MET champ clair montrant le mouvement des disconnections dans le joint  $\Sigma 3[110](\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  vu incliné. Le sens de lecture est de la gauche vers la droite et de haut en bas. Entre deux images successives se trouve leur superposition sur laquelle le mouvement des disconnections est visible.

Des disconnections se déplaçant dans le joint ont été observées au cours de la déformation. La figure III.21 montre une séquence de 5 images MET enregistrées dans un intervalle de temps au cours duquel plusieurs disconnections se sont déplacées. L’axe de traction est indiqué par la flèche  $\mathbf{T}$ . Entre une image donnée et la suivante est insérée leur superposition sur laquelle il est possible de visualiser les positions avant et après le mouvement des disconnections. Sur chaque superposition d’images sont indiqués des objets n’ayant pas bougé au cours de la séquence et qui sont tout le temps superposables d’une image à l’autre. Ici ces objets sont les traces du joint ainsi que la position de la dislocation  $d_{G2}$  (ayant préalablement glissé dans G2 probablement dans le plan  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})_{G2}$ ). Les disconnections en mouvement au cours de la séquence sont également indiquées. Il apparaît qu’elles se déplacent de façon saccadée par pas de quelques dizaines de nanomètres sur une durée étant égale ou inférieure à 40 ms (la période d’enregistrement d’une image). Leur courbure indique qu’elles se déplacent sous l’effet de la contrainte appliquée. En supposant que la tension de ligne des disconnections équilibre cette contrainte appliquée alors elle peut être localement estimée. Si l’on prend  $R = 140$  nm le rayon de courbure, la contrainte de tension de ligne est en première approximation  $\tau = \frac{\mu b}{R}$  avec  $\mu = 32$  GPa le module de cisaillement et  $b = \frac{a_0}{\sqrt{6}}$  il vient  $\tau \approx 40$  MPa. De plus, on ne voit souvent qu’une portion

de la disconnection se déplacer en même temps. L'orientation de la ligne de disconnection étant proche de  $[01\bar{1}]_{G1}/[10\bar{1}]_{G2}$  la distance projetée mesurée est environ égale à la distance réelle parcourue. De  $t = 0$  s à  $t = 6,5$  s on observe le mouvement de la disconnection  $d_1$  sur une distance d'environ 95 nm de la gauche vers la droite sur les images. Puis de  $t = 6,5$  s à  $t = 9,3$  s, environ 530 nm plus loin,  $d_2$  bouge dans la même direction et parcourt 48 nm. Ensuite de  $t = 9,3$  s à  $t = 13,9$  s deux disconnexions proches l'une de l'autre,  $d_3$  et  $d_4$ , se déplacent successivement sur des distances de 51 nm et 48 nm respectivement. Enfin de  $t = 13,9$  s à  $t = 21,3$  s  $d_5$ , située entre  $d_3$  et  $d_4$ , bouge sur 44 nm puis  $d_4$  se déplace de nouveau sur 72 nm.

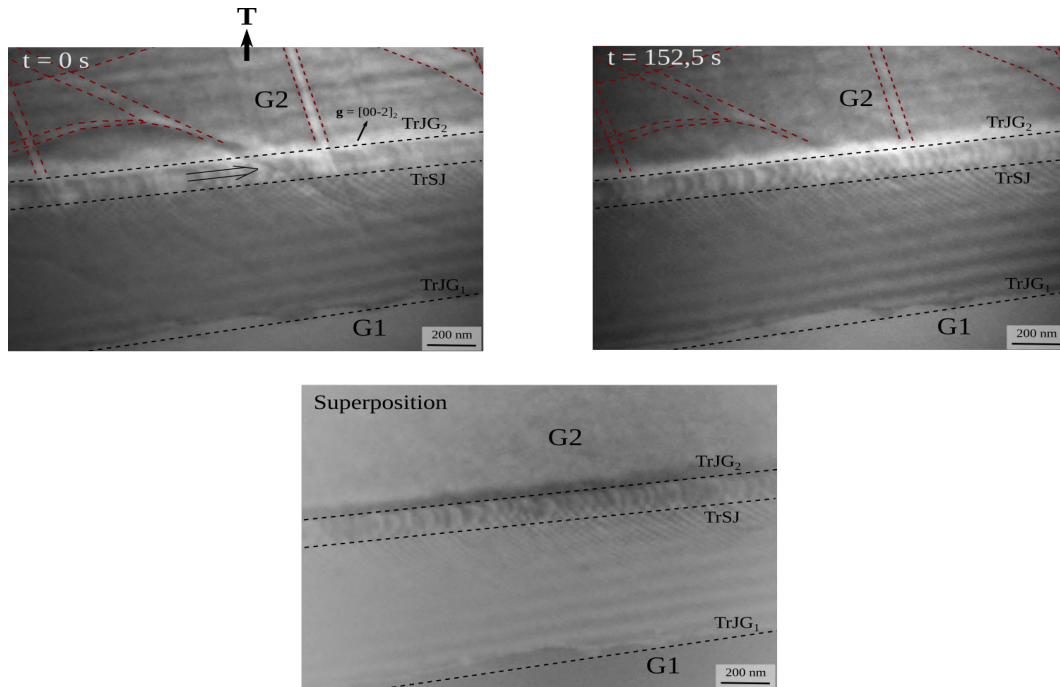


FIGURE III.22 – Images MET champ clair enregistrées avant et après le mouvement de plusieurs dizaines de disconnexions dans le joint. Un sous joint de grains se superpose partiellement au joint et sa trace est indiquée par TrSJ. Le réseau de traces de glissement visible dans G2 sert de référence. Sous les deux images se trouve leur superposition sur laquelle on constate que les traces du joint ne se sont pas déplacées impliquant que le joint n'a pas migré sur une distance mesurable.

Des mouvements de disconnexions bien plus fréquents et rapides ont aussi été observés en particulier dans des zones plus épaisses. Les vitesses mesurées vont jusqu'à 130 nm/s et la densité de disconnexions est telle que l'on en voit passer en moyenne 1,3 /s par endroit. La figure III.22 montre deux images de la même zone enregistrées à 152,5 s d'intervalle avec leur superposition juste en dessous. Remarquons que le contraste des dislocations d'un sous joint situé proche de G1 se superpose à celui des disconnexions mobiles. Il ne semble pas y avoir d'interactions entre le sous joint et le joint et il est tout de même possible de suivre chaque disconnection dans son mouvement en observant la zone entre la trace du joint TrJG<sub>2</sub> et celle du sous joint TrSJ. Supposons qu'il y ait 1 disconnection toute les 2 secondes qui passe à un endroit donné. Au bout de 152,5 s il y en aura au moins 76 qui seront passées et si à chaque disconnection on associe une marche simple, qui vaut  $h_0 = 0,234$  nm pour

ce bicristal, alors le joint devrait avoir migré sur une distance de  $m = 17,8$  nm. Le joint étant incliné dans la lame, le déplacement observé de la trace doit être supérieur à  $m$  (il doit être égal à  $\sqrt{2}m$  si le joint est à  $45^\circ$  du plan de lame). Des déplacements de l'ordre de 1 px sont mesurables sur nos images ce qui est équivalent à des migrations de 3,1 nm. Il nous est donc possible de mesurer cette potentielle migration du joint.

Pour le vérifier on se sert du réseau de traces de glissement préexistant dans G2 comme référence afin de mesurer le déplacement des traces du joint. Ces traces de glissement se recouvrent parfaitement sur la superposition des deux images et on voit aussi que la position des traces du joint ne semble pas avoir changé non plus. Le joint n'a donc pas subi de migration sur une distance mesurable et on peut en déduire que ces disconnections ne sont pas toutes associées à des marches de même signe (ou que les disconnections ont une marche nulle). En raison de l'absence de marqueurs à la surface de l'échantillon dans cette zone il n'a pas été possible de prendre la mesure du déplacement relatif des grains consécutif au mouvement de ces disconnections. L'observation du mouvement de ces disconnections en l'absence de migration du joint s'apparente au mécanisme de glissement au joint observé dans les polycristaux comme rapporté par plusieurs auteurs [117] [118] [13] [14].

Des séries de tilt ont été effectuées afin d'essayer de déterminer le vecteur de Burgers de cette famille de disconnections. Sur la figure III.23a est défini le vecteur de ligne de la famille repéré par  $\mathbf{i}$ . Malgré la présence du sous joint qui recouvre une partie du joint le contraste autour des disconnections est bien discernable. Un ensemble de 5 paires de conditions  $\mathbf{g}$  (gauche) /  $-\mathbf{g}$  (droite) est montré en figure III.23b. Sur chacune de ces images un seul grain est en condition de diffraction et la nature de l'asymétrie des contrastes autour des disconnections est donnée par le duo de lettres "n" (noir, sombre) et "b" (blanc, clair). Les paires d'images  $\mathbf{g}/-\mathbf{g}$  affichent bien une inversion de l'asymétrie des contrastes. Cette inversion est particulièrement visible sur la paire  $[002]_{G2}/[00\bar{2}]_{G2}$ . La méthode d'analyse développée en sous section 2.3.2 peut alors s'appliquer et les résultats sont résumés dans le tableau III.5 et sur la projection stéréographique de la figure III.24a.

$\mathbf{g}$	$[020]_{G1}$	$[\bar{1}11]_{G1}$	$[002]_{G2}$	$[442]_{G1}$	$[111]_{G2}$	$[511]_{G1}$	$[020]_{G2}$	$[244]_{G1}$
Signe $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$	+	+	-		-		-	

TABLE III.5 – Signe de  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$  déduit de l'analyse de l'asymétrie des contrastes MET autour des disconnections montrées en figure III.23b.

La conséquence de l'ensemble de conditions sur  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$  énumérées dans le tableau III.5 est une délimitation de la zone de l'espace dans laquelle le vecteur de Burgers doit être orienté. Sur la projection stéréographique de la figure III.24a cette zone est contiguë et le vecteur de Burgers peut être sélectionné parmi les translation élémentaires du réseau DSC  $\Sigma 3$ . Il n'y a qu'un de ces vecteurs qui pointe dans cette zone ce qui donne  $\mathbf{b}_i = \frac{1}{6}[\bar{1}1\bar{2}]_{G1}$ . Cette disconnection est glissile dans le joint ce qui est compatible avec l'observation de son mouvement sous contrainte. Comme on peut le voir sur la figure III.24b elle a un caractère mixte puisque  $\mathbf{i} = \frac{1}{\sqrt{2}}[01\bar{1}]_{G1}$ . Remarquons de plus que le facteur de Schmid selon cette direction est élevé (0,421). La figure III.25 donne le réseau dichromatique du joint  $\Sigma 3[110](\bar{1}\bar{1}1)$  dans lequel on montre les disconnections ayant pour vecteur de Burgers  $\mathbf{b}_i$ . Si on limite la hauteur des marches à la période de la CSL perpendiculairement au joint il ne reste que deux possibilités qui sont  $\mathbf{b}_{1/1}$  et  $\mathbf{b}_{-2/-2}$ . Pour  $\mathbf{b}_{1/1}$  la marche est simple, positive et de hauteur  $h_0 = 0,234$  nm. Concernant  $\mathbf{b}_{-2/-2}$  elle est double, négative et vaut  $-2h_0 = -0,468$  nm.

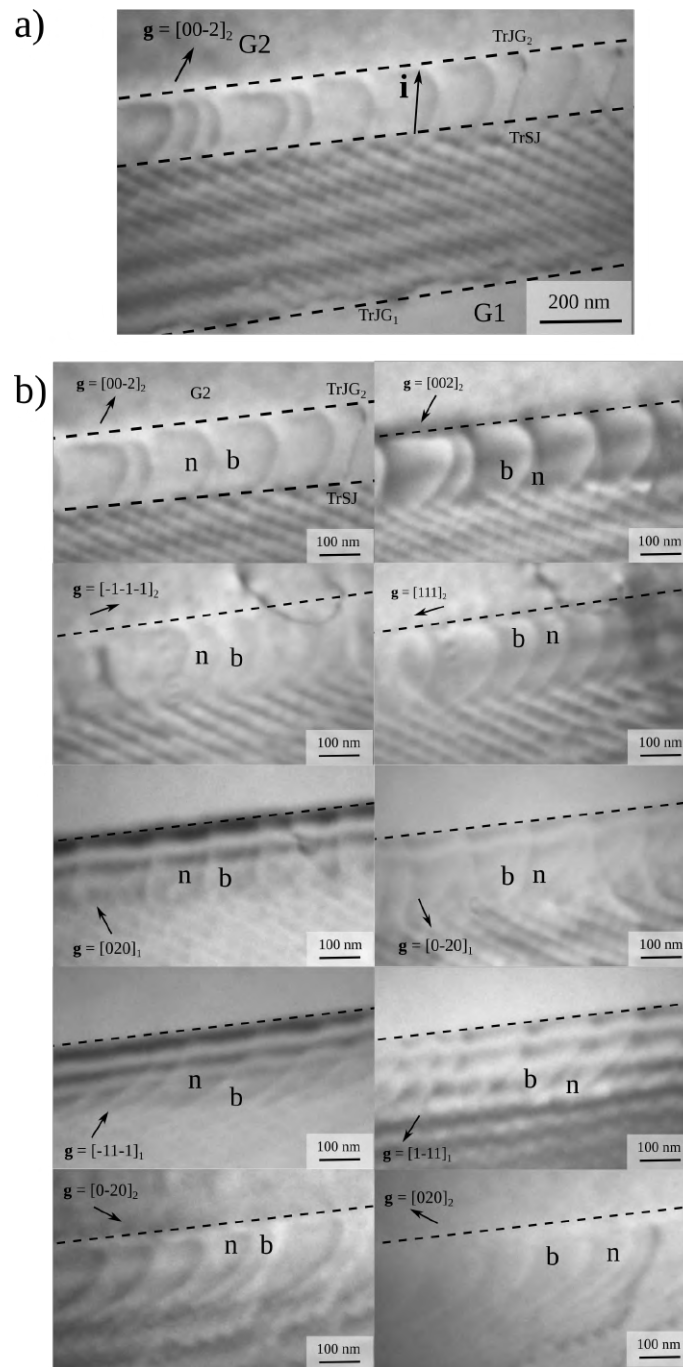


FIGURE III.23 – a) Image MET en champ clair indiquant l'orientation du vecteur de ligne  $\mathbf{i}$  déterminé pour la famille de disconnections. Un sous joint se superpose partiellement au joint et sa trace est indiquée par TrSJ. b) 5 paires d'images  $\mathbf{g}/-\mathbf{g}$  montrant l'inversion des contrastes asymétriques autour des disconnections  $\mathbf{i}$ . L'analyse montre que  $\mathbf{b}_i = \frac{1}{6}[\bar{1}1\bar{2}]_{G1}$  est un vecteur de Burgers compatible sélectionné parmi les translations élémentaires du réseau DSC  $\Sigma 3$ .

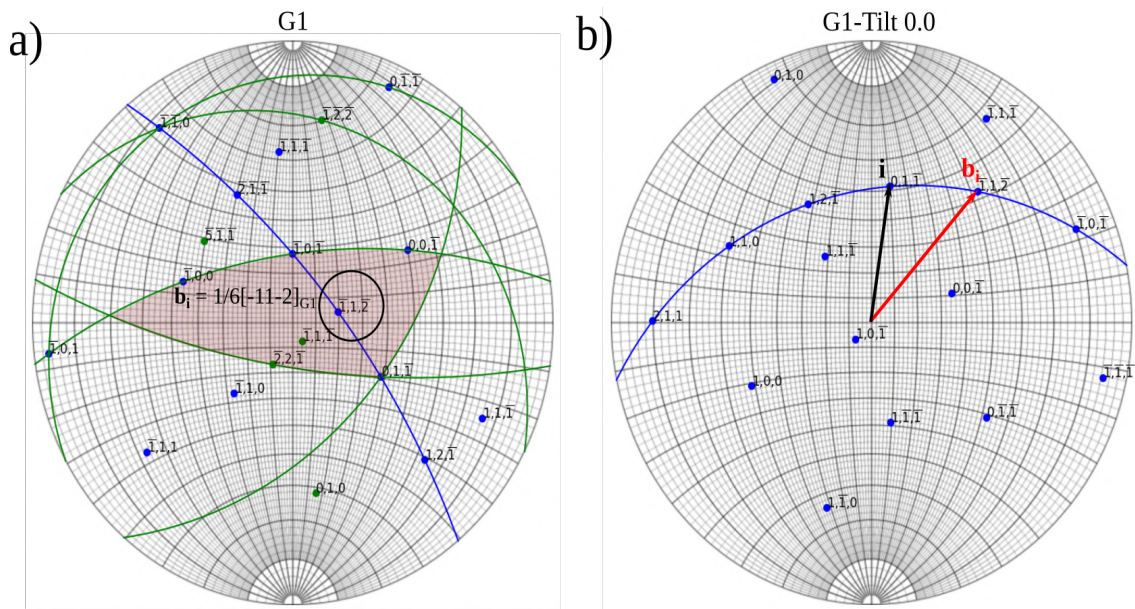


FIGURE III.24 – a) Projection stéréographique de  $G_1$  sur laquelle est délimitée en rouge la zone dans laquelle le vecteur de Burgers des disconnections observées en figure III.23 doit être orienté. Cette zone est définie par le signe de  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$  pour les 5 vecteurs  $\mathbf{g}$  renseignés dans le tableau III.5 et également montrés en vert sur cette projection. Une translation du réseau DSC  $\Sigma 3$  est compatible avec cette analyse et peut être sélectionnée comme vecteur de Burgers :  $\mathbf{b}_i = \frac{1}{6}[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]_{G_1}$ . Cette translation est incluse dans le plan du joint ce qui rend cette disconnection glissile. b) Visualisation de l'orientation de la ligne  $\mathbf{i}$  et du vecteur de Burgers  $\mathbf{b}_i$  sur la projection à tilt nul.

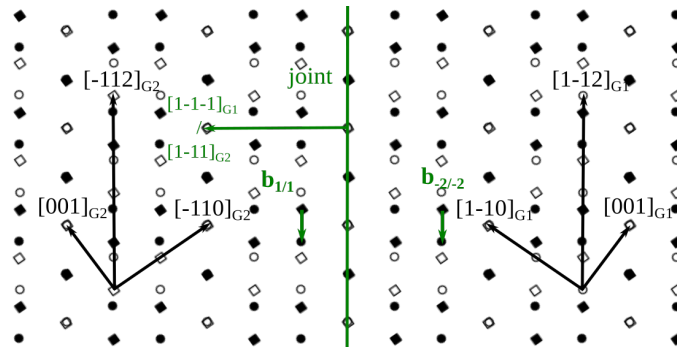


FIGURE III.25 – Réseau dichromatique du joint  $\Sigma 3[110](\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  dans lequel les disconnections compatibles avec le vecteur de Burgers  $\mathbf{b}_i = \frac{1}{6}[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]_{G_1}$  sont montrées. Deux possibilités sont identifiées avec  $\mathbf{b}_{1/1}$  qui a une marche simple positive et  $\mathbf{b}_{-2/-2}$  qui présente une marche double négative.

L'absence de migration mesurable comme l'a montrée l'analyse de la séquence résumée par la figure III.22 suggère qu'il y a un mélange de marches simples et doubles de signe opposé parmi les disconnexions en mouvement dans le joint. Les possibles origines extrinsèques de ces disconnexions sont discutées dans la prochaine section.

### 3.3 Interactions joint / dislocations intragranulaires menant à la formation des disconnexions

Dans les sections précédentes l'importance des disconnexions dans les mécanismes de déformation plastique des joints  $\Sigma 3[110](1\bar{1}1)$  et  $\Sigma 41[001](450)$  a été montré. L'intense activité des dislocations intragranulaires a déjà été mentionnée dans le cas du joint  $\Sigma 41[001](450)$  et c'est l'objectif de cette section de montrer que de nombreuses interactions dislocations / joint ont été observées dans ces bicristaux. L'analyse de tels évènements permet parfois d'établir le lien entre la configuration des disconnexions et les dislocations ayant interagi avec le joint. Dans la suite les joints considérés sont préparés selon les géométries  $\Sigma 3-90^\circ$ ,  $\Sigma 41-90^\circ-1$  et  $\Sigma 41-90^\circ-2$  montrées en figure III.8 (joint perpendiculaire au plan de lame).

#### 3.3.1 Interaction d'un sous joint avec le joint $\Sigma 3[110](1\bar{1}1)$

En plus du glissement des dislocations isolées il est arrivé au cours des expériences de traction à  $400^\circ\text{C}$  de lames  $\Sigma 3-90^\circ$  que des dislocations se déplaçant dans des plans adjacents adoptent une configuration en sous joint. Ces derniers sont souvent très mobiles sous l'effet de la contrainte appliquée. La majorité des sous joints observés sont constitués d'une seule famille de dislocations parallèles entre elles et en général espacées assez régulièrement les unes des autres. La figure III.26a montre deux sous joints, nommés A et B, après la migration de A sur quelques centaines de nanomètres dans la direction du joint  $\Sigma 3[110](1\bar{1}1)$ . Ce dernier est presque debout et sa trace est visible dans le coin inférieur gauche de l'image. Une analyse de la nature du sous joint A est proposée dans ce qui suit.

Les dislocations composant ce sous joint sont suffisamment espacées pour être résolues individuellement et leur densité diminue au fur et à mesure que l'on se rapproche de son extrémité. On peut ainsi considérer que la dislocation  $\mathbf{l}$  est dans le sous joint alors que  $\mathbf{l}'$  est plutôt isolée. L'orientation de  $\mathbf{l}'$  et  $\mathbf{l}$  diffère légèrement ce qui suggère que cette dernière se soit sensiblement réorientée lors de la formation du sous joint. Il n'est pas observé de modification de la structure du sous joint au cours de son mouvement indiquant que la migration de ce dernier opère par un mécanisme conservatif. De plus des traces correspondant au glissement des dislocations du sous joint sont observées et leur orientation est compatible avec celle de la famille de plans compacts  $(1\bar{1}\bar{1})_{G2}$  comme montré sur la figure III.26b. Dans ce plan la ligne des dislocations est parallèle à la direction  $\mathbf{l} = \frac{1}{\sqrt{6}}[211]_{G2}$ .

D'après l'équation de Frank un sous joint composé d'une seule famille de dislocations parallèles et régulièrement espacées ne peut être qu'un sous joint de flexion pure dans lequel l'axe de rotation est parallèle à la ligne des dislocations dont le vecteur de Burgers est normal au plan du sous joint [34]. Si la rotation entre les grains séparés par ce sous joint est d'axe  $\boldsymbol{\rho}$  et d'angle  $\theta$  alors les dislocations du réseau sont parallèles à  $\mathbf{l} = \boldsymbol{\rho}$  et leur densité s'écrit  $\frac{1}{d} = 2 \frac{\sin(\frac{\theta}{2})}{b}$ ,  $b$  étant la norme de leur vecteur de Burgers. Rappelons par ailleurs que ces dislocations se situent à l'intersection du plan du joint et du plan de glissement, voir figure III.26d, et que leurs extrémités s'alignent le long des traces du sous joint comme le montre la figure III.26c. Ainsi l'orientation des traces du sous joint peut être déterminée sur l'image MET, elles sont marquées par  $\text{TrSJ}_{A1}$  et  $\text{TrSJ}_{A2}$ . Elles sont compatibles avec le plan de sous joint  $(01\bar{1})_{G2}$  ce qui implique que les dislocations ont un vecteur de Burgers parallèle à la direction  $[01\bar{1}]_{G2}$ . Les dislocations dans ce cristal étant généralement du type  $\frac{1}{2} \langle 110 \rangle$  on peut

alors sélectionner  $\mathbf{b} = \pm \frac{1}{2}[01\bar{1}]$ . Ainsi  $b = a_0 \frac{\sqrt{2}}{2} = 0,286 \text{ nm}$  et il devient possible d'estimer  $\theta$  par la mesure de  $d$ .

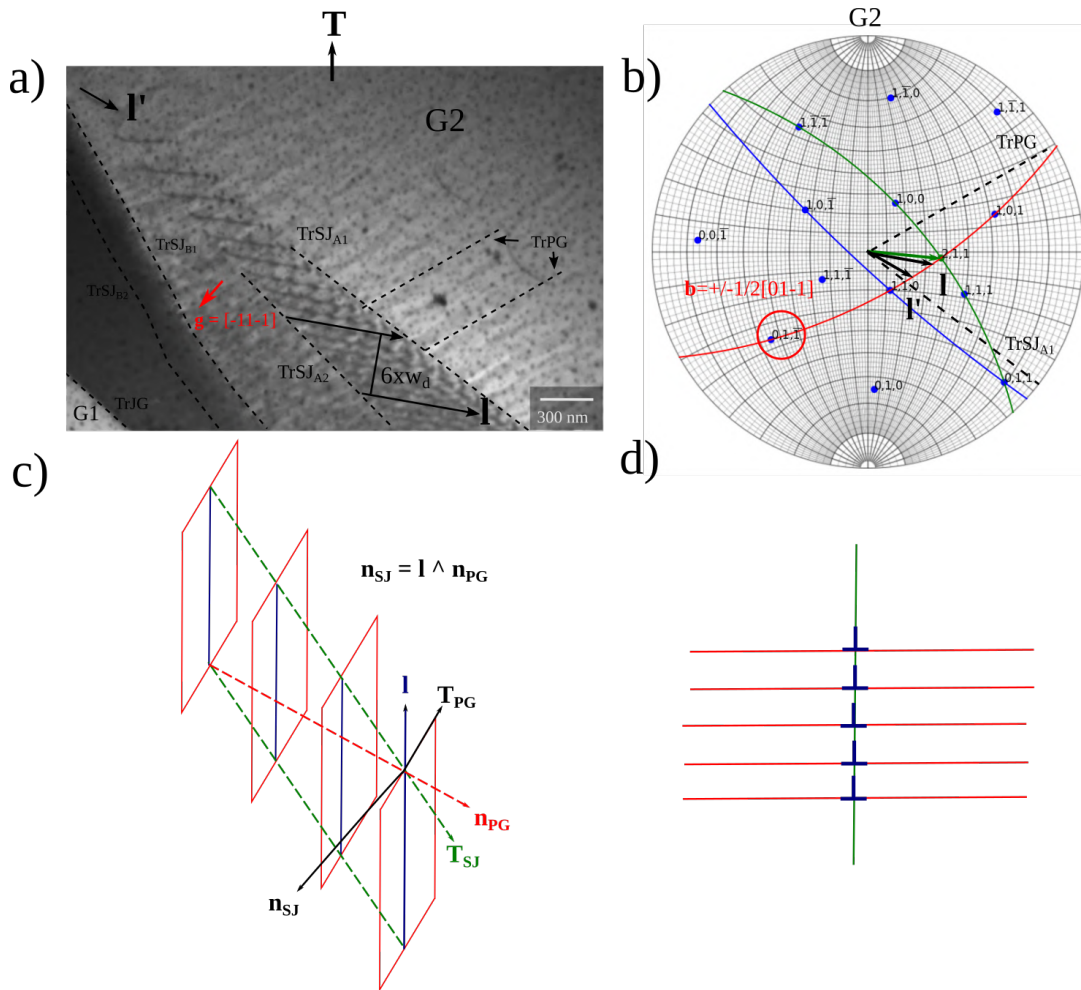


FIGURE III.26 – a) Image MET en champ clair montrant deux sous joints inclinés, A et B, après la migration de A. Les dislocations de ce dernier sont suffisamment espacées pour être résolues individuellement ce qui rend visible les traces de glissement. b) Projection stéréographique de G2 résumant l'analyse proposée du sous joint A. La ligne rouge correspond au plan de glissement des dislocations, la ligne verte au plan du sous joint et la ligne bleue au plan du joint  $\Sigma 3[110](1\bar{1}\bar{1})$ . c) et d) sont des schémas du sous joint en perspective et plan respectivement.  $\mathbf{n}_P$  et  $\mathbf{T}_P$  désignent la normale et la trace du plan P. SJ se réfère au sous joint et PG au plan de glissement.  $\mathbf{l}$  est parallèle à la ligne des dislocations.

La relation entre l'espacement projeté  $w_d$  et  $d$  pour cet angle d'observation est exprimable à partir de l'équation III.9 en remplaçant  $\mathbf{T}$  par  $\mathbf{l}$  et  $w$  par  $w_d$  ce qui donne  $\frac{w_d}{d} = 0,77$ . La mesure de l'espacement entre 6 dislocations sur l'image donne après calcul  $d = 76 \text{ nm}$ . La désorientation accommodée par le sous joint A vaut donc  $\theta = 0,22^\circ$ . La migration observée de ce sous joint peut être décrite par le



modèle de Cahn [8], présenté au premier chapitre. Dans ce modèle la migration du sous joint s'effectue par le glissement des dislocations de structure dans leur plan de glissement avec simultanément une rotation de la portion de matière traversée par le sous joint. Par conséquent il y a un couplage entre la migration du sous joint et le cisaillement des grains qui s'exprime comme  $\beta = 2 \tan(\frac{\theta}{2})$  et dans notre cas il vaut  $\beta = 0,004$ . C'est une valeur très faible et malgré la migration observée le déplacement associé serait plus petit que la résolution accessible à ce grandissement. Aucun déplacement des marqueurs situés autour du joint avant et après sa migration n'a été relevé. L'importante mobilité d'un tel joint de faible angle pour lequel les dislocations intrinsèques peuvent se déplacer dans une famille de plans compact a également été constaté par Winning et al. [53] au cours de la déformation de bicristaux macroscopiques d'aluminium.

La poursuite de la déformation de l'échantillon pendant quelques minutes conduit à l'interaction des sous joints A et B avec le joint. La figure III.27 montre une zone voisine de celle exposée sur l'image III.26a dans laquelle ces interactions se produisent. Deux images prises à 24 s d'intervalle et leur superposition (en dessous) sont visibles. Sur l'image initiale ( $t = 0$  s) on voit que les deux grains sont en conditions de diffraction selon une famille de plans qui est continue à l'interface  $((\bar{1}\bar{1}\bar{1})_{G2}/(\bar{1}\bar{1}\bar{1})_{G1})$ . Le joint est debout et en interaction avec le sous joint B. Bien qu'incliné il n'y a qu'une seule trace de B qui est visible. Le sous joint A est proche du joint et partiellement en contact avec B. Ses deux traces sont visibles mais il est difficile de suivre  $\text{TrSJ}_{A1}$  dans la zone où les contrastes de A et B se superposent. Entre  $t = 0$  s et  $t = 24$  s la migration de A en direction du joint se produit et pour la visualiser le déplacement des traces est indiqué sur la superposition des images (le marqueur de surface X est la référence). Les champs de flèches rouges et bleus rapportent le déplacement de  $\text{TrSJ}_{A1}$  et  $\text{TrSJ}_{A2}$  respectivement. Il apparaît que les traces ne se déplacent pas de façon homogène sur toute leur longueur. Lorsque le déplacement de  $\text{TrSJ}_{A1}$  va jusqu'au joint on voit que le sous joint semble avoir été "absorbé" par le joint.  $\text{TrSJ}_{B1}$  étant restée immobile tout s'est passé comme si A avait traversé B avant de rencontrer le joint. Aucun défaut n'a semblé être émis depuis le joint dans G1 pendant cette interaction et il n'a pas non plus migré sur une distance mesurable. Les dislocations du sous joint A n'ont pas été transmises dans G1 et doivent donc se trouver dans le joint. Bien qu'elles puissent éventuellement se décomposer en disconnections il n'y pas d'éléments sur cette séquence qui permettent de le montrer. Il existe pourtant une réaction de décomposition qu'il semble intéressant de considérer [119] :

$$\pm \frac{1}{2} [01\bar{1}]_{G2} \longrightarrow \pm \left( \frac{1}{3} [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_{G2} + \frac{1}{6} [21\bar{1}]_{G2} \right) \quad (\text{III.13})$$

Le bilan du point de vue de la variation de l'énergie élastique est neutre si l'on utilise le critère de Frank. La disconnection  $\pm \frac{1}{3} [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$  est sessile alors que  $\pm \frac{1}{6} [21\bar{1}]$  est glissile. Ainsi cette décomposition peut faire office de mécanisme de relaxation de contrainte en générant une disconnection capable de glisser dans le joint. Cependant la géométrie actuelle ne favorise pas le glissement de  $\pm \frac{1}{6} [21\bar{1}]_{G2}$ . Ce vecteur de Burgers étant normal à l'axe de traction la force de Peach-Koehler exercée par la contrainte appliquée est nulle sur la disconnection. Dans ce contexte les dislocations du sous joint peuvent préférer ne pas se décomposer.

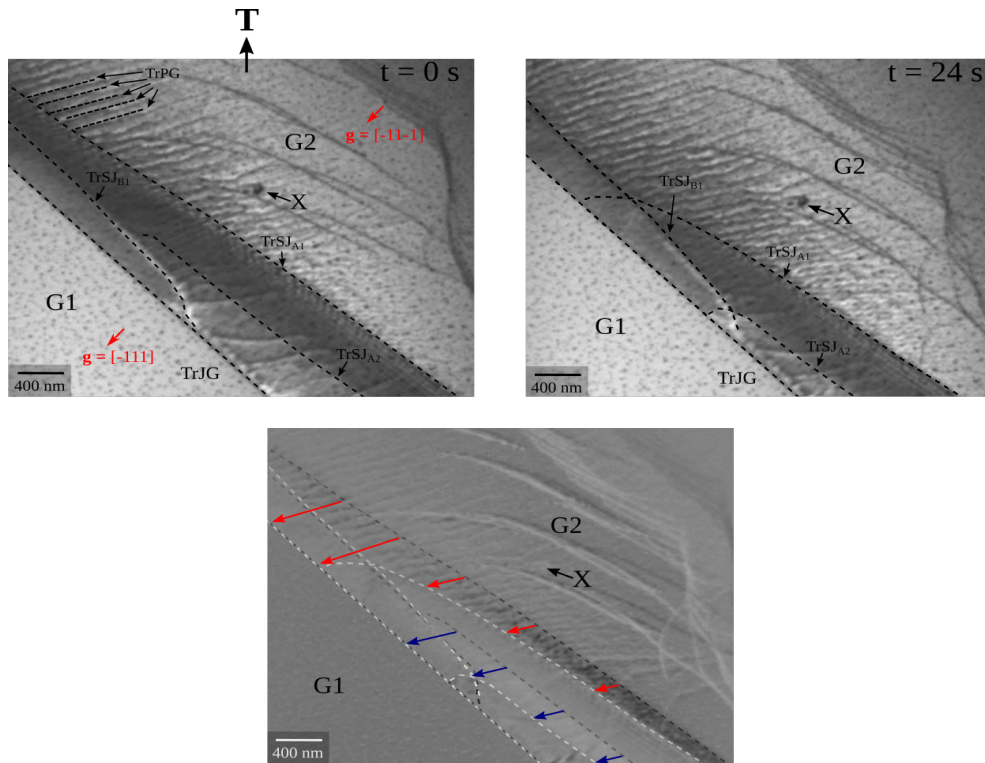


FIGURE III.27 – Séquence de deux images MET montrant l'interaction du sous joint A identifié en figure III.26 avec le joint  $\Sigma 3[110](\bar{1}\bar{1}1)$ . Un autre sous joint, nommé B, est aussi en interactions avec le joint. En dessous des deux images se trouve leur superposition sur laquelle est montré le déplacement des traces du sous joint A.

### 3.3.2 Insertion d'une dislocation intragranulaire et interactions avec les disconnexions dans le joint $\Sigma 3[110](\bar{1}\bar{1}1)$

La figure III.28a montre une séquence d'images enregistrées sous contrainte sur des lames  $\Sigma 3\text{-}90^\circ$  et à une température de  $400^\circ\text{C}$ . Les projections stéréographiques des grains sont données en figure III.28b. La première image ( $t = 0$  s) montre le joint incliné et les deux traces sont indiquées par des droites en tirets. Seul le grain de droite diffracte. Des marqueurs situés à la surface de la lame sont visibles et repérés de  $X_1$  à  $X_3$ . Une discontinuité de la trace repérée par  $\text{TrJG}_1$  révèle la présence d'une marche de hauteur  $h = 10$  nm associée à la disconnection repérée par  $d_5$ . D'autres disconnexions sont visibles ( $d_1$  à  $d_4$ ) et montrent toutes le même contraste ainsi qu'une orientation de leur ligne presque parallèle  $[211]_{G1}$  avec un espacement allant de 82 nm à 104 nm. Il est probable que ces disconnexions soient identiques. L'axe de traction est indiqué par la flèche blanche verticale sur l'image suivante enregistrée 0,24 s plus tard. Sous l'effet de la contrainte la dislocation  $d_6$  se déplace rapidement dans le grain de droite et se rapproche du joint. Sur son passage elle laisse dans le joint une dislocation ayant le même contraste qui forme de nouveaux segments labellisés de  $d'_1$  à  $d'_3$  par interaction avec les disconnexions  $d_1$  à  $d_3$ . Il ne semble pas y avoir d'éléments indiquant une décomposition de  $d_6$ . Les traces de glissement de cette dernière ne sont pas visibles sur cette séquence ce qui est trop limitant pour conjecturer de la

nature de cette dislocation.

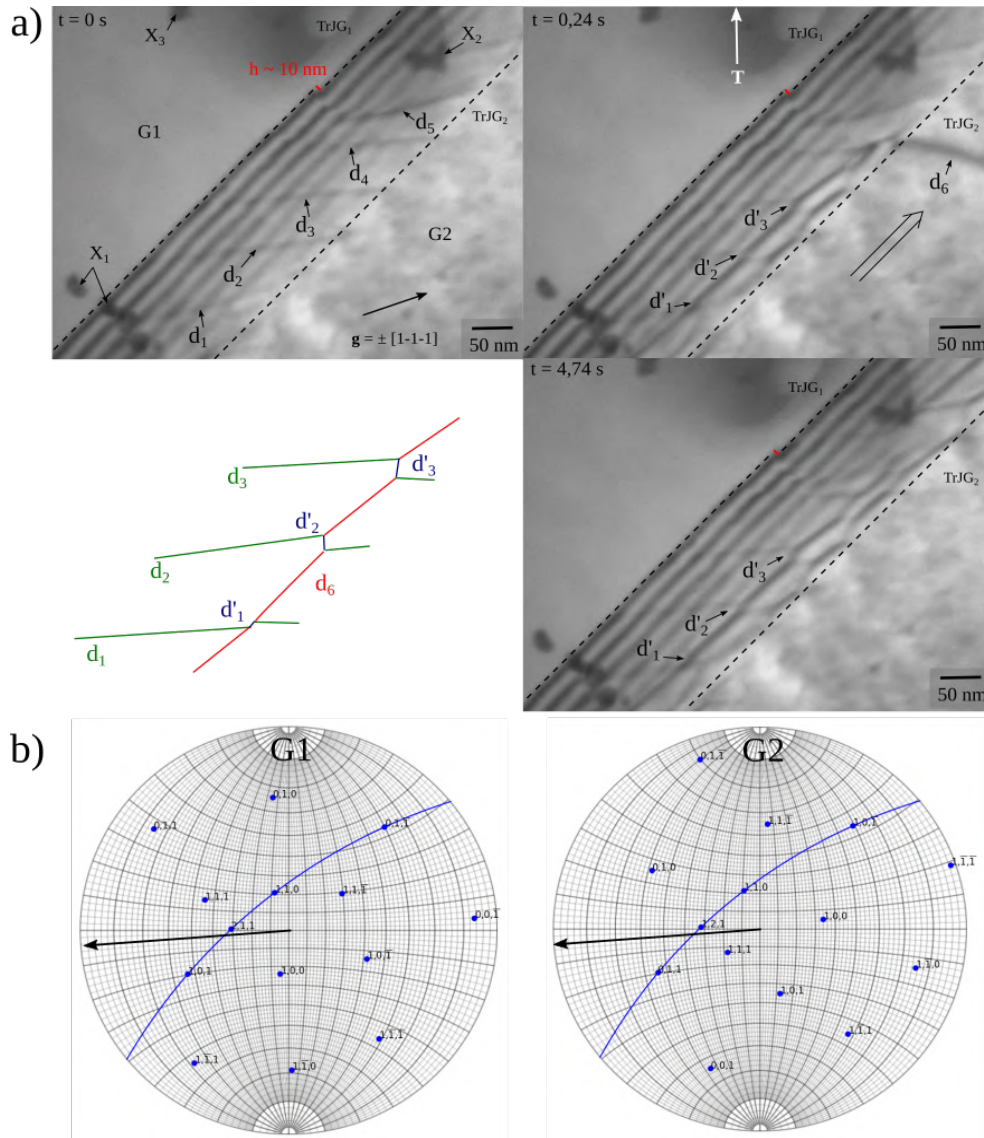


FIGURE III.28 – a) Séquence d'images MET en champ clair montrant l'insertion d'une dislocation intragranulaire  $d_6$  par glissement dans le joint. L'interaction avec une famille de disconnexions  $d_n$  préexistante avec  $d_6$  produit de petits segments identifiés par les lettres  $d'_n$ . Une marche de hauteur  $h = 10$  nm est associée à  $d_5$ . Des marqueurs de surface (nanoparticules d'or) sont repérés par  $X_n$ . Un schéma est montré en bas à gauche illustrant la description de la configuration finale par des interactions. b) Projections stéréographiques de chacun des grains, le plan du joint est affiché et la flèche donne la direction projetée de la ligne de  $d_3$ .

La dernière image montre la configuration finale après le passage de  $d_6$  et la relaxation du système.

Un schéma  $\gamma$  est associé dans lequel la configuration finale est obtenue par l'interaction de la famille de disconnections préexistante avec  $d_6$ . Les segments  $d'_1$  à  $d'_3$  sont situés à proximité de l'intersection des disconnections  $d_1$  à  $d_3$  avec  $d_6$  car leur formation doit permettre de diminuer localement l'énergie élastique [48] [120]. Une analyse plus complète est effectuée dans la section 3.4 sur des configurations très similaires observées dans une autre lame de ce même joint.

### 3.3.3 Insertion et émission de dislocations intragranulaires au joint $\Sigma 3[110](\bar{1}\bar{1}1)$

Une séquence vidéo d'environ 70 s enregistrée au cours de la traction d'un joint  $\Sigma 3\text{-}90^\circ$  à  $400^\circ\text{C}$  montre une succession d'évènements d'insertion (ou d'incorporation) et d'émission de dislocations au joint. Une visualisation attentive de la séquence permet de dénombrer 15 évènements répartis entre 6 insertions depuis G2 dans le joint et 9 émissions depuis le joint dans G1. Comme les évènements se produisent à différents instants et positions dans le joint nous avons recherché d'éventuelles corrélations spatiale et temporelle entre l'insertion et l'émission des dislocations. Pour ce faire des marqueurs à la surface de l'échantillon dont les positions relatives sont fixes pendant la séquence sont utilisés afin de définir une référence pour la mesure de la position de l'insertion / l'émission au joint. A chaque évènement on peut alors associer une position et un temps ce qui permet de représenter graphiquement la succession d'évènements observé comme montré en figure III.29. Une forte cohérence temporelle ou spatiale correspond donc ici à deux évènements d'insertion et d'émission se situant sur des lignes horizontale et verticale respectivement.

Sur la figure III.29 on voit que le début de la séquence, de  $t = 0$  s jusqu'à  $t = 7$  s, est marqué par une succession d'émission de dislocations dans G1 à différentes positions dans le joint séparées de plusieurs centaines de nanomètres. Puis de  $t = 7$  s à environ  $t = 10$  s, 3 insertions et 3 émissions sont observées à plusieurs endroits du joint. Les deux évènements entourés correspondent à une insertion aussitôt suivie d'une émission localisée quelques dizaines de nanomètres plus loin. La caméra utilisée pour enregistrer cette séquence capture 1 image toute les 40 ms ce qui implique que s'il y a une corrélation entre ces deux évènements alors le mécanisme à l'œuvre opère en moins de 40 ms. Ensuite deux droites horizontales en tirets isolent 3 évènements, 2 insertions et 1 émission, qui ont été sélectionnés à titre d'exemple et sont commentés au paragraphe suivant qui s'appuie sur la figure III.30. Après cela peu d'activité est observée avec seulement une dernière insertion à  $t = 36$  s suivie d'une émission à  $t = 70$  s. Ces observations ne semblent pas aller dans le sens d'une corrélation directe entre l'insertion et l'émission des dislocations au joint. Néanmoins ces évènements peuvent être indirectement corrélés en raison du possible déplacement des dislocations ou de leur produit de décomposition dans le joint, comme discuté plus loin.

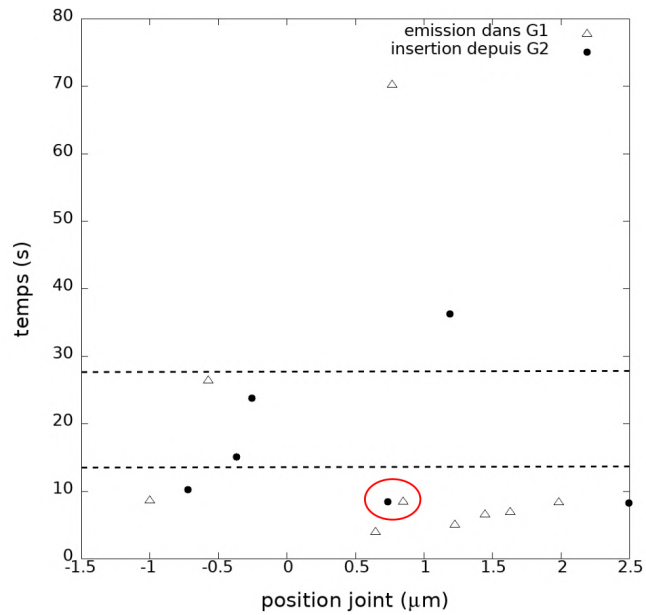


FIGURE III.29 – Position et temps des événements d’insertion et d’émission de dislocations au joint observés au cours d’une séquence durant environ 70 s enregistrée pendant la traction du bicristal  $\Sigma 3[110](1\bar{1}1)$ . Les lignes horizontales en tirets isolent les 3 événements successifs montrés en figure III.30. L’insertion suivie de l’émission entourés constituent l’exemple où les plus fortes corrélations sont observées.

Les deux insertions et l’émission situées entre les droites horizontales en tirets se sont produites entre les instants  $t = 14,5$  s et  $t = 26,44$  s et des images de cet extrait sont montrées en figure III.30a. La situation initiale est décrite ci-après à partir de l’image de gauche à  $t = 14,5$  s. Le joint est vu debout et ses traces sont repérées par TrJG. Les deux grains sont observés selon un vecteur de diffraction commun. Des marqueurs de surface sont visibles, comme  $X_1$  et  $X_2$  par exemple, et peuvent servir de référence pour apprécier le mouvement des dislocations. Un sous joint de G2, dont la trace est marquée TrSJ, est au contact du joint et ne semble pas se déplacer significativement au cours de cette séquence. Des dislocations se déplacent dans G2 en direction du joint en laissant sur leur passage des traces plus ou moins rectilignes.

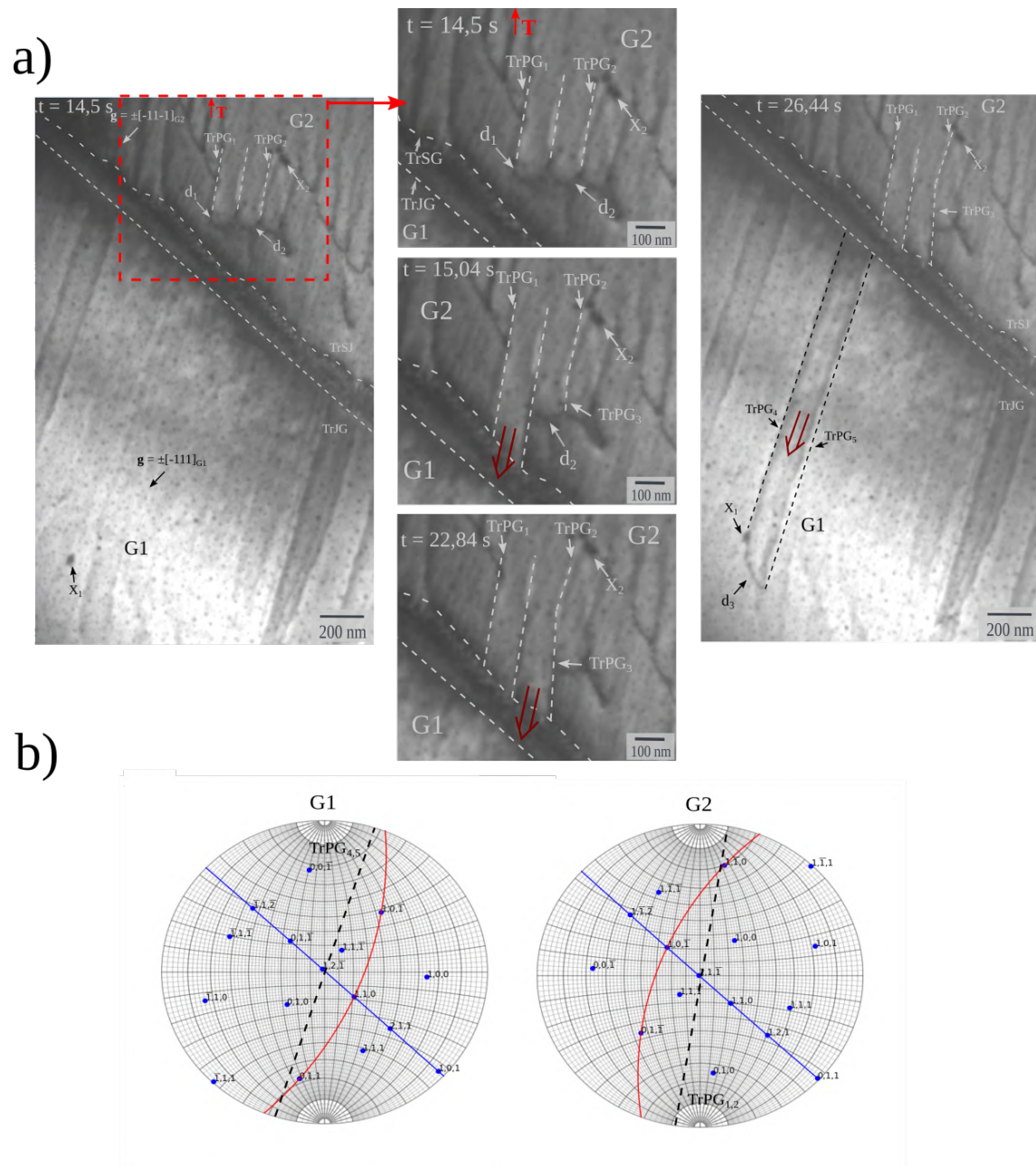


FIGURE III.30 – a) Séquence d’images prises pendant la traction du joint  $\Sigma 3\text{-}90^\circ$  montrant l’insertion dans le joint de dislocations provenant d’un grain et l’émission par le joint d’une dislocation dans l’autre grain. b) Projections stéréographiques de chacun des grains sur lesquelles sont tracés en rouge les plans de glissement probables des dislocations.

Deux d’entre elles,  $d_1$  et  $d_2$ , sont en mouvement au cours de la séquence montrée. Elles semblent se

déplacer dans la même direction et dans des plans de la même famille. Les traces laissées à la surface de l'échantillon sont repérées par  $\text{TrPG}_1$  et  $\text{TrPG}_2$ . Elles sont parallèles et leur orientation reportée sur la projection stéréographique de G2 est compatible avec la trace de la famille de plans compacts  $(111)_{G2}$ . De  $t = 14,5$  s à  $t = 15,04$  s  $d_1$  se déplace et son contraste disparaît après son interaction avec le joint. Dans le même temps  $d_2$  bouge également mais sur une plus faible distance et la trace marquée par  $\text{TrPG}_3$  est légèrement inclinée par rapport à  $\text{TrPG}_2$ . Entre  $t = 15,04$  s et  $t = 22,84$  s  $d_2$  continue de se déplacer dans la même direction jusqu'à disparaître après être entrée en contact avec le joint. L'image finale est prise à  $t = 26,44$  s et montre l'émission depuis le joint d'une dislocation appelée  $d_3$  dans G1. Elle se déplace par des mouvements rapides entrecoupés de cours instants d'immobilité jusqu'au marqueur de surface  $X_1$  auprès duquel elle semble ralentir. Les traces observées sont marquées par  $\text{TrPG}_4$  et  $\text{TrPG}_5$  et sont parallèles entre elles. Sur la projection stéréographique de G1 leur direction est en accord avec les traces projetées de la famille de plans compacts  $(1\bar{1}1)_{G1}$ .

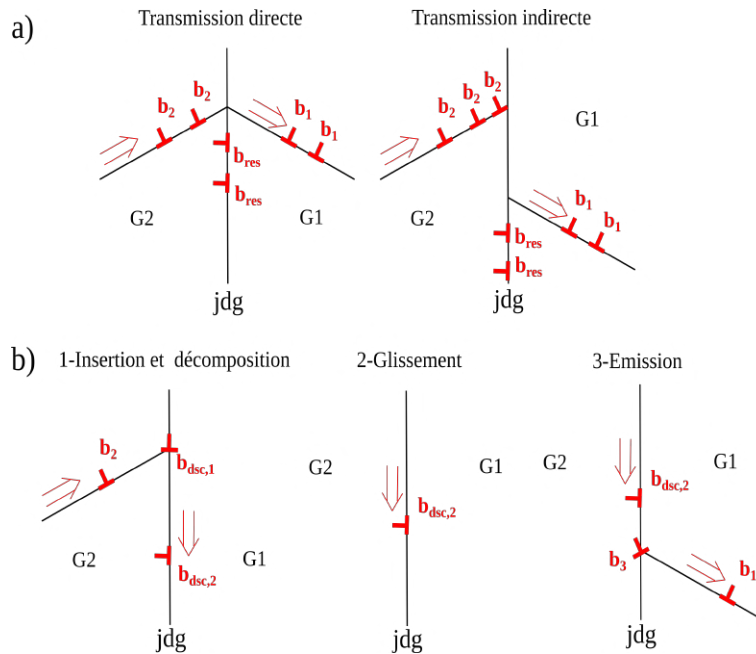


FIGURE III.31 – a) Mécanismes de transmission des dislocations à un jdg. Le vecteur de Burgers des dislocations émises ( $b_1$ ) étant généralement différent de celui des dislocations insérées ( $b_2$ ) il se forme des dislocations résiduelles dans le joint ( $b_{res}$ ). b) Mécanisme résultant en la transmission de la déformation se déroulant en 3 étapes : la dislocation incidente ( $b_2$ ) s'insère et se décompose (1) puis le produit glissile ( $b_{res,2}$ ) se déplace dans le joint (2) et finalement ce dernier se recombine avec une dislocation piégée ( $b_3$ ) avant d'émettre le produit ( $b_1$ ) dans l'autre grain (3).

Nous discutons ici de l'interprétation que l'on peut faire des observations énoncées précédemment au regard des différents mécanismes proposés dans la littérature. Une première possibilité consiste à considérer qu'une dislocation qui s'insère depuis un grain agit directement comme une source de dislocations émises dans l'autre grain. Ce mécanisme est souvent désigné comme de la transmission directe et implique en général l'apparition d'une dislocation résidu dans le joint, voir figure III.31a [38]. Cette dernière est dans ce cas complètement déterminée par la différence entre le vecteur de Burgers

des dislocations émises et insérées :  $\mathbf{b}_{res} = \mathbf{b}_1 - \mathbf{b}_2$ . Ce mécanisme a été largement observé et étudié dans les polycristaux métalliques tels que les aciers inoxydables par exemple [51]. Dans ces matériaux, l'activation d'un système glissement dans un grain donne lieu à l'empilement de dislocations à un joint avec un autre grain. Sous l'effet de la contrainte exercée par cet empilement de dislocations une transmission peut s'effectuer à travers le joint. La nature du joint semble primordiale si l'on souhaite prédire quels systèmes de glissement vont opérer préférentiellement dans un mécanisme de transmission. Si l'intersection entre le plan de glissement des dislocations et le joint s'écrit  $\mathbf{l}$  alors pour un couple de systèmes de glissement  $(\mathbf{n}_i, \mathbf{b}_i)$  dans un grain et  $(\mathbf{n}_j, \mathbf{b}_j)$ , dans l'autre le critère de Shen et al. stipule qu'il faut rechercher le maximum de  $M = (\mathbf{l}_i \cdot \mathbf{l}_j) \left( \frac{\mathbf{b}_i \cdot \mathbf{b}_j}{|\mathbf{b}_i| |\mathbf{b}_j|} \right)$  pour obtenir le mécanisme de transmission le plus facile [121]. Ainsi d'après ce critère il est plus aisé de transmettre la déformation plastique au joint lorsque le degré de continuité des plans de glissement est important et que le vecteur de Burgers de la dislocation résiduelle est petit. Les simulations atomistiques ont été très utilisées dans l'étude de l'interaction dislocation / joint de macle dans les métaux. Des simulations reproduisant l'interaction d'une dislocation vis de type  $M = 1$  avec un joint de macle dans plusieurs métaux montrent que pour l'aluminium la transmission n'est pas observée en raison de la décomposition spontanée de la dislocation incidente en disconnections glissiles dans le joint [122] [123]. En simulant le même type d'interaction sur un système grande échelle (7,2 millions d'atomes) en l'absence de conditions aux bords périodiques Dupraz et al. [124] ont observé la transmission directe dans l'aluminium. Cependant le mécanisme se déroule en plusieurs étapes impliquant de multiples composition / décomposition des dislocations et à contrainte élevée (0,48 GPa) (mécanisme observé expérimentalement dans le cuivre [111]). Pour une dislocation de vecteur de Burgers non commun aux deux grains la transmission a été observée dans d'autres simulations avec un niveau de contrainte proche du GPa en laissant dans le joint un résidu de type  $\frac{1}{6} \langle 112 \rangle$  [119]. Dans cette même étude, il est montré que si la même dislocation incidente approche le joint à plus faible contrainte elle va s'insérer et se décomposer selon le même type de réaction que dans l'équation III.13.

Il apparaît alors que dans le cas du joint étudié, il existe des modes de transmission faciles pour lesquels  $M = 1$  (on peut donc les voir comme du glissement dévié) : ce sont tous les couples de systèmes pour lesquels  $\mathbf{l}_i // \mathbf{l}_j // \mathbf{b}_i // \mathbf{b}_j // \pm [10\bar{1}]_{G2}$  ou  $// \pm [110]_{G2}$  ou  $// \pm [011]_{G2}$ . Les couples compatibles sont au nombre de 3 et les plans de glissement dans chaque couple sont symétriques. Malgré l'existence de ces configurations favorables à la transmission directe il ne semble pas que ce soit le mécanisme observé principalement en raison de l'absence de corrélations spatiales entre les événements d'insertion et d'émission. En prenant les dislocations dont le vecteur de Burgers est orienté dans la direction de plus haut facteur de Schmid dans les plans de glissement identifiés il vient  $M = 0,25$  indiquant que dans cette configuration la transmission semble peu probable. De plus sans la formation d'un empilement de dislocations fournissant un niveau de contrainte suffisant au joint il devient en réalité difficile de transmettre directement les dislocations [122]. Remarquons également que dans un bicristal le nombre de systèmes de glissement activables est bien plus faible que dans un polycristal ce qui limite géométriquement les modes de transmission directe possibles.

Bien que les observations rapportées puissent correspondre à un mécanisme de transmission indirecte (voir figure III.31a), ce dernier est en général vu à proximité d'une concentration de contrainte souvent produite par un empilement de dislocations au joint [38]. Ici les dislocations sont émises sur plusieurs microns le long du joint et pas nécessairement à proximité de sites d'insertion ce qui ne semble pas aller dans le sens de ce mécanisme.

Comme mentionné plus haut la famille de dislocations incidentes peut aussi s'insérer dans le joint pour éventuellement s'y décomposer. Ce processus a été rapporté par plusieurs auteurs [48] [44]. El-kajbaji et al. ont par exemple observé en MET haute résolution la décomposition d'une dislocation dissociée s'approchant du joint  $\Sigma 9[011](12\bar{2})$  dans un bicristal de silicium déformé en compression



[125]. Il est montré que la dislocation partielle de tête s'incorpore dans le joint puis se décompose en deux disconnexions dont le vecteur de Burgers appartient au DSC  $\Sigma 9$ . L'une est sessile et reste immobile, l'autre est glissile et se déplace dans le joint avec une marche associée. Ensuite la partielle de queue s'incorpore sans se décomposer et interagit de façon répulsive avec la disconnection sessile. Par l'analyse du contraste en MET des dislocations et disconnexions dans un bicristal  $\Sigma 3[110](1\bar{1}\bar{1})$  dans le cuivre Couzinié et al. ont montré qu'une dislocation dissociée pouvait se décomposer dans le joint soit par l'incorporation puis la décomposition des dislocations partielles l'une après l'autre soit par la constriction de ces dernières à l'approche de l'interface [111].

En partant de l'hypothèse que les dislocations entrant en contact avec le joint se décomposent, une interprétation des observations expérimentales peut être proposée. Si l'un des produits de décomposition est glissile alors sous l'effet de la contrainte appliquée ce dernier peut se déplacer dans le joint. Son interaction avec une éventuelle dislocation piégée dans le joint peut aboutir à la formation d'une dislocation parfaite de l'autre grain qui sera éjectée s'il existe un système de glissement suffisamment contraint. La figure III.31b montre un schéma d'un tel processus. Dans le cas présent rappelons qu'en section 3.3.1 un sous joint dans G2 a été identifié comme composé de dislocations de vecteur de Burgers  $\pm \frac{1}{2}[01\bar{1}]_{G2}$ . Ce sous joint a été vu se déplacer en direction du joint jusqu'à y entrer en contact provoquant la disparition du contraste des dislocations. Ces dernières se sont certainement insérées dans le joint sans se décomposer (nullité de la force sur le sous produit glissile, comme discuté en section 3.3.1). Considérons maintenant le déplacement d'une dislocation dans G2 de vecteur de Burgers  $\mathbf{b}_2$  en direction du joint dans le plan  $(111)_{G2}$ . Dans ce plan la dislocation de type  $\frac{1}{2} < 110 >$  ayant le plus haut facteur de Schmid (0,298) est  $\frac{1}{2}[\bar{1}10]_{G2}$  et il est donc supposé que  $\mathbf{b}_2 = \mathbf{b}_{0/-1} = \frac{1}{2}[\bar{1}10]_{G2}$ . Mentionnons que le signe de ces vecteurs de Burgers est compatible avec le sens de déplacement des dislocations sous la contrainte appliquée, voir l'annexe A. Dans la suite les dislocations / disconnexions impliquées dans les réactions considérées sont représentées graphiquement sur la figure III.32. Une fois à proximité du joint  $\mathbf{b}_2$  s'insère dans le joint et se décompose selon la réaction suivante :

$$\mathbf{b}_{0/-1} \longrightarrow \mathbf{b}_{-1/-2} + \mathbf{b}_{1/1} , \quad (\text{III.14})$$

$$\frac{1}{2}[\bar{1}10]_{G2} \longrightarrow \frac{1}{3}[\bar{1}1\bar{1}]_{G2} + \frac{1}{6}[\bar{1}12]_{G2} \quad (\text{III.15})$$

Le premier sous produit  $\mathbf{b}_{-1/-2} = \frac{1}{3}[\bar{1}1\bar{1}]_{G2}$  est une disconnection sessile. Elle ne peut se déplacer dans le joint que par montée pure et on considère dans le cas présent qu'elle est immobile. Le second sous produit  $\mathbf{b}_{1/1} = \frac{1}{6}[\bar{1}12]_{G2}$  est une disconnection glissile. Son mouvement dans le joint doit donc conserver sa structure et le faire migrer sur une distance égale à la hauteur de marche associée. Le système de glissement défini par le plan du joint et la direction de  $\mathbf{b}_{1/1}$  est contraint dans cette géométrie en raison d'un facteur de Schmid élevé (0,445). Ainsi à l'issue de cette décomposition  $\mathbf{b}_{-1/-2}$  est immobile et  $\mathbf{b}_{1/1}$  glisse dans le joint. Il est intéressant de noter qu'il s'agit de la même disconnection que celle identifiée en section 3.2.2 (en effet  $\mathbf{b}_{1/1} = \frac{1}{6}[\bar{1}12]_{G2} = \frac{1}{6}[1\bar{1}2]_{G1} = -\mathbf{b}_i$ ). (La possibilité que cette réaction se produise est renforcée par l'identification de disconnexions de même vecteur de Burgers que  $\mathbf{b}_{-1/-2}$  rapportée récemment par S. Lartigue à l'issue d'une communication privée). Comme mentionné plus haut il existe également des dislocations bloquées au joint issues de l'interaction passée avec le sous joint décrit en section 3.3.1. En prenant  $\mathbf{b}_3 = \mathbf{b}'_{0/-1} = \frac{1}{2}[01\bar{1}]_{G2}$  on voit que la rencontre avec  $\mathbf{b}_{1/1}$  à l'issue du glissement de cette dernière dans le joint résulte en la formation d'une dislocation parfaite de G1 de vecteur de Burgers  $\mathbf{b}_1 = \mathbf{b}_{1/0} = \frac{1}{2}[011]_{G1}$  selon la réaction suivante :

$$\mathbf{b}_{1/1} + \mathbf{b}'_{0/-1} \longrightarrow \mathbf{b}_{1/0}, \quad (\text{III.16})$$

$$\frac{1}{2}[\text{01}\bar{1}]_{G2} + \frac{1}{6}[\bar{1}12]_{G2} \longrightarrow \frac{1}{6}[\bar{1}4\bar{1}]_{G2} = \frac{1}{2}[\text{011}]_{G1} \quad (\text{III.17})$$

D'après le critère de Frank une réduction de 25 % de l'énergie élastique totale est induite par cette réaction. A l'issue de cette interaction le produit  $\mathbf{b}_1 = \frac{1}{2}[\text{011}]_{G1}$  peut être réémis dans G1 dans le plan  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})_{G1}$ .  $[\text{011}]_{G1}$  est en effet la direction du type  $\frac{1}{2} \langle 110 \rangle$  selon laquelle le facteur de Schmid est le plus élevé (0,309) dans le plan  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})_{G1}$ .

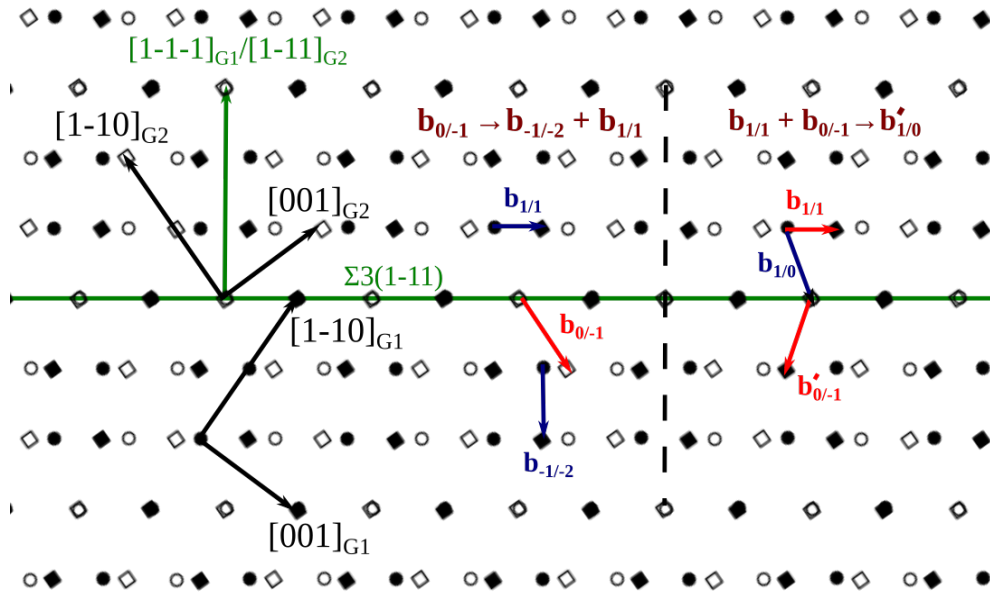


FIGURE III.32 – Représentations des réactions entre disconnexions proposées dans le réseau dichromatique du joint  $\Sigma 3[110](\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ . Pour chaque réaction les réactifs sont colorés en rouge et les produits en bleu. Cette représentation permet de s'assurer visuellement de la conservation du vecteur de Burgers et de la hauteur de marche à l'issue de chaque réaction.

### 3.3.4 Insertion et réémission des dislocations dans le joint $\Sigma 41[001](450)$

Le joint  $\Sigma 41\text{-}90^\circ\text{-}2$  a été observé en traction in-situ MET à  $430^\circ\text{C}$ . Deux séquences d'images enregistrées au cours de cette expérience sont montrées ci-après dans les figures III.33a et III.34a. Le joint est vu incliné et ses traces sont marquées par  $\text{TrJG}_1$  et  $\text{TrJG}_2$ . Une activité des dislocations aux alentours du joint s'est produite avant l'enregistrement de la première séquence comme en témoigne les nombreuses traces de glissement visibles. Un marqueur présent à la surface de l'échantillon appelé  $X_1$  permet de remarquer que c'est la même zone de la lame qui est montrée sur les deux figures. Une famille de dislocations parallèles entre elles est présente dans le joint et l'orientation de leur ligne est montrée sur la projection stéréographique du grain 2 de la figure III.33b par le vecteur  $l_{JG} \parallel [001]$ .

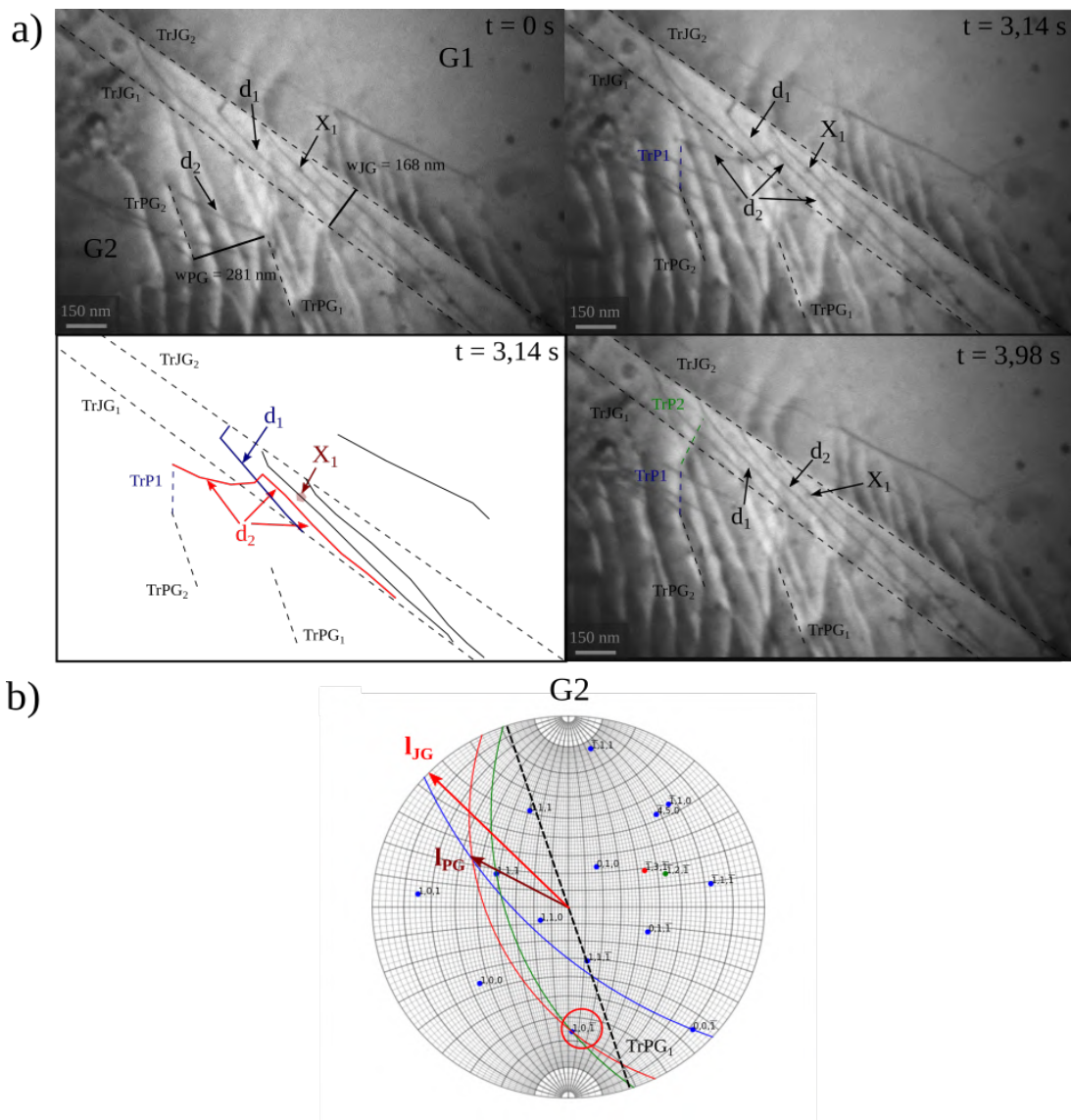


FIGURE III.33 – a) Séquence d’images MET montrant l’insertion d’une dislocation dans le joint  $\Sigma 41[001](450)$ . b) Projection stéréographique du grain 2 sur laquelle est tracé le plan du joint  $(\bar{4}50)$  et le potentiel plan de glissement non compact de la dislocation  $d_2$  ( $\bar{1}3\bar{1}$ ) ou  $(\bar{2}4\bar{2})$ .

Sur la première image à  $t = 0$  s de la figure III.33a une dislocation de cette même famille est repérée par  $d_1$ . Une autre dislocation nommée  $d_2$  se déplace dans G2 en laissant derrière elle deux traces parallèles  $TrPG_1$  et  $TrPG_2$ . Afin de déterminer la nature du plan de glissement sur cette image il est supposé que le plan de lame est normal au faisceau d’électrons à tilt nul. Cette hypothèse fixe l’orientation des traces des plans cristallographiques et permet le calcul de l’épaisseur de la lame  $e$  à partir de la mesure la largeur apparente du joint  $w_{JG}$ . Dans le cas présent il vient  $e = 411$  nm. Il est

alors possible de calculer la normale au plan de glissement à partir de la mesure de l'orientation des traces et de la largeur apparente. Aucun plan compact de G2 n'est suffisamment proche pour convenir ce qui conduit à considérer des plans non compacts de type  $\{200\}$ ,  $\{220\}$ ,  $\{311\}$  et  $\{224\}$  [126] [127]. Les plans  $(\bar{1}3\bar{1})$  et  $(\bar{2}4\bar{2})$  offrent le meilleur accord avec les observations bien que les largeurs apparentes prédites dévient légèrement de +15,4% et -11,1% respectivement. Cette différence peut provenir d'une possible variation de l'épaisseur de la lame entre la zone où est mesurée  $w_{JG}$  et celle où est mesurée  $w_{PG}$ . De plus des erreurs sur la mesure de la largeur apparente peuvent aussi s'ajouter, l'incertitude étant de l'ordre de  $\pm 4$  nm. Les plans déterminés sont tracés sur la figure III.33b.

Le déplacement de  $d_2$  suggérant qu'elle est glissile, son vecteur de Burgers peut être recherché parmi les plus petites translations contenues dans les plans  $(\bar{1}3\bar{1})$  et  $(\bar{2}4\bar{2})$ . Il vient alors que  $\mathbf{b}_{d_2} = \pm \frac{1}{2}[10\bar{1}]$  est un possible vecteur de Burgers. L'orientation de  $d_2$  projetée dans le plan  $(\bar{1}3\bar{1})$  est mesurée par le vecteur  $\mathbf{l}_{PG}||[547]$  montré sur la figure III.33b. On en déduit que  $d_2$  serait presque coin. Après s'être rapprochée à moins de 50 nm du joint  $d_2$  s'insère progressivement dans le plan de ce dernier et s'oriente parallèlement aux dislocations intergranulaires voisines (et donc à  $d_1$ ). L'image prise à  $t = 3,14$  s montre qu'au cours de cette insertion une portion de la ligne de  $d_2$  est passée dans le joint alors que le reste semble se déplacer dans un autre plan que le plan de glissement initial comme en témoigne l'observation de la trace TrP1. Un schéma de cette image est également donné en figure III.33a. A  $t = 3,98$  s il apparaît que  $d_2$  s'est complètement insérée dans le joint parallèlement aux autres dislocations intergranulaires. Le dernier déplacement menant à cette insertion a produit une trace TrP2 différente de TrP1 et TrPG<sub>1,2</sub>. Notons que l'orientation de  $d_2$  dans le joint ( $\mathbf{l}_{JG}$ ) diffère de celle mesurée sur l'image  $t = 0$  s lorsqu'elle était dans son plan de glissement ( $\mathbf{l}_{PG}$ ).

La figure III.34a est une séquence d'images prises quelques secondes plus tard au cours de la même expérience. On retrouve sur l'image enregistrée à  $t = 81,28$  s les dislocations de joint  $d_1$  et  $d_2$  ainsi que le marqueur de surface  $X_1$ . Dans le joint la dislocation voisine de  $d_2$  est nommée  $d_3$ . Au cours de la traction de la lame  $d_3$  est émise depuis le joint vers G1 en une durée d'environ 1 s. Dans le même temps  $d_3$  semble interagir avec une dislocation de G1 repérée par  $d_4$ . Sur l'image finale ( $t = 82,26$  s) les traces du plan de glissement de  $d_3$  sont repérées par TrPG qui est reportée sur la projection stéréographique de G1 de la figure III.34b. L'espacement apparent entre ces traces et leur orientation sont compatibles avec le plan compact  $(1\bar{1}1)_{G1}$ . Quelques instants après l'émission de  $d_3$ , cette dernière rencontre des dislocations glissant dans G1 et leur interaction ne permet plus de la discerner des autres dislocations. En raison de cette interaction il n'a pas été possible d'observer le contraste de  $d_3$  sous différentes conditions de diffraction afin de déterminer son vecteur de Burgers.

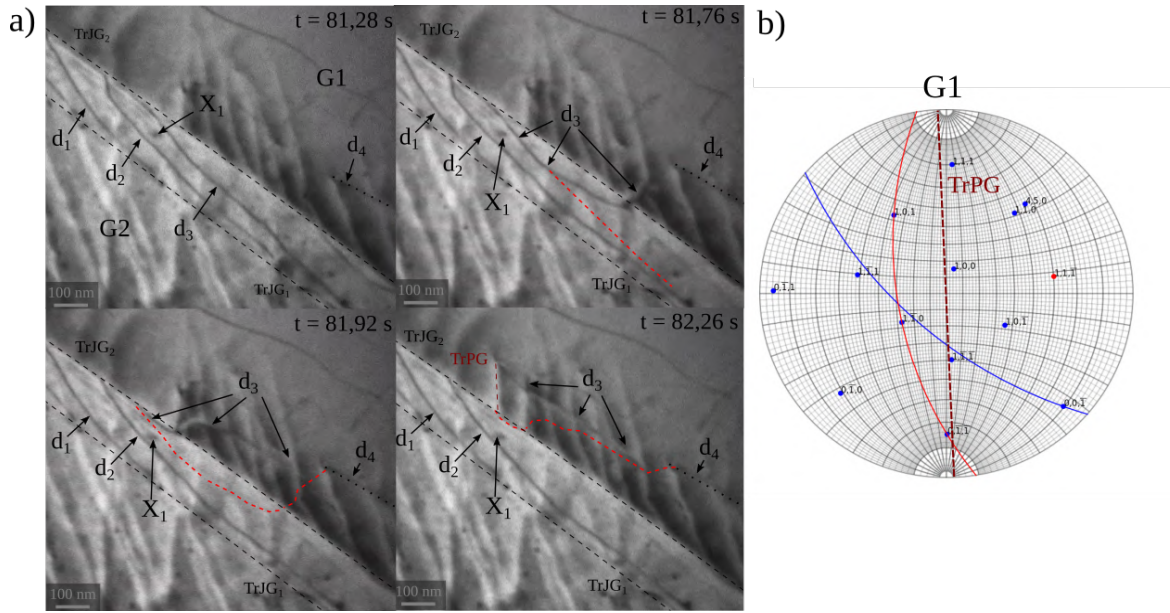


FIGURE III.34 – a) Séquence d'images MET montrant l'émission d'une dislocation nommée  $d_3$  depuis le joint  $\Sigma 41[001](450)$  dans G1. Sur chaque image la position de sa ligne dans l'image précédente est rappelée par une ligne en tirets rouges. b) Projection stéréographique de G1.

Ces séquences ont montré dans le détail comment des dislocations peuvent s'insérer dans le joint  $\Sigma 41[001](450)$  et également comment elles peuvent être émises depuis ce dernier. Dans le joint  $d_2$  et  $d_3$  sont parallèles et semblent appartenir à la même famille. En fait  $d_3$  est très probablement issue de l'insertion passée d'une dislocation du même type que  $d_2$ . En effet, dans l'intervalle de temps séparant l'image prise à  $t = 3,98$  s et celle prise à  $t = 81,28$  s, toutes les dislocations intergranulaires se sont déplacées sur quelques nanomètres de la gauche vers la droite dans le joint. Cependant  $d_3$  a été vue glisser dans G1 et est certainement une dislocation de type  $\frac{1}{2} \langle 110 \rangle_{G1}$ . Si le vecteur de Burgers de  $d_3$  dans G1 est  $\mathbf{b}_{d3}$  alors il doit rester une disconnection résiduelle dans le joint dont le vecteur de Burgers est donné par  $\mathbf{b}_{res} = \mathbf{b}_{d3} - \mathbf{b}_{d2}$ . Comme il n'y a pas de direction de type  $\frac{1}{2} \langle 110 \rangle$  commune entre G1 et G2 il apparaît que  $\mathbf{b}_{res}$  est forcément non nul. Bien que le contraste de  $d_2$  ne semble pas avoir changé lors de son insertion dans le joint, il est possible qu'elle se soit décomposée comme cela a été envisagé par Rajabzadeh et al. [50]. De même, l'émission de  $d_3$  conduit à la disparition du contraste dans le joint. Une explication possible à ces observations réside dans le fait que la (ou les) possible disconnection résiduelle soit invisible et / ou que leur contraste soit trop faible en raison d'un vecteur de Burgers trop petit. Deux de ses situations peuvent être rencontrées dans le cas présent et elles sont illustrées sur le réseau dichromatique de la figure III.35. Dans la situation nommée "A" si  $\mathbf{b}_{d3}^A = \frac{1}{2}[0\bar{1}\bar{1}]_{G1}$  (vecteur parallèle au plan  $(1\bar{1}1)_{G1}$ ) la différence avec  $\mathbf{b}_{d2} = \frac{1}{2}[10\bar{1}]_{G2}$  donne la disconnection  $\mathbf{b}_{res}^A = \mathbf{b}_{-5/-4} = \frac{1}{82}[\bar{9}\bar{1}0]_{G1}$ . La norme de son vecteur de Burgers est bien plus petite que pour les dislocations de type  $\frac{1}{2} \langle 110 \rangle$  (le ratio est inférieur à  $\frac{1}{7}$ ) et sa hauteur de marche vaut  $h_{res}^A = -\frac{9}{2} \frac{a_0}{2\sqrt{41}} = 0,14$  nm. De plus le produit scalaire  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}_{res}^A$  est nul car  $\mathbf{g}$  est parallèle à  $[002]$  sur ces images. Pour la situation "B" le vecteur de Burgers de la dislocation émise est  $\mathbf{b}_{d3}^B = \mathbf{b}_{4/0} = \frac{1}{2}[10\bar{1}]_{G1}$  (également parallèle à  $(1\bar{1}1)_{G1}$ ) ce qui laisse dans le joint la disconnection  $\mathbf{b}_{res}^B = \mathbf{b}_{4/-4} = \frac{4}{41}[450]_{G1}$ .

Son vecteur de Burgers est normal au plan du joint, de longueur comparable à celui des dislocations de type  $\frac{1}{2} \langle 110 \rangle$  (le ratio est de l'ordre de  $\frac{7}{8}$ ) et sa hauteur de marche  $h_{res}^B$  est nulle. Comme  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}_{res}^B = 0$  le contraste de cette disconnection est potentiellement faible. De plus elle peut se décomposer selon la réaction  $\mathbf{b}_{4/-4} \rightarrow 4 \times \mathbf{b}_{1/-1}$  avec  $\mathbf{b}_{1/-1} = \frac{1}{41}[450]_{G1}$ . Dans ce cas le contraste observé pour chaque sous produit individuel doit être encore plus faible que pour  $\mathbf{b}_{4/-4}$  car la contribution de  $\mathbf{g} \cdot (\mathbf{b}_{1/-1} \wedge \mathbf{u})$  est plus petite. L'observation d'un contraste provenant des potentielles disconnections résiduelles sous la condition d'imagerie  $\mathbf{g} = [002]$  semble donc difficile.

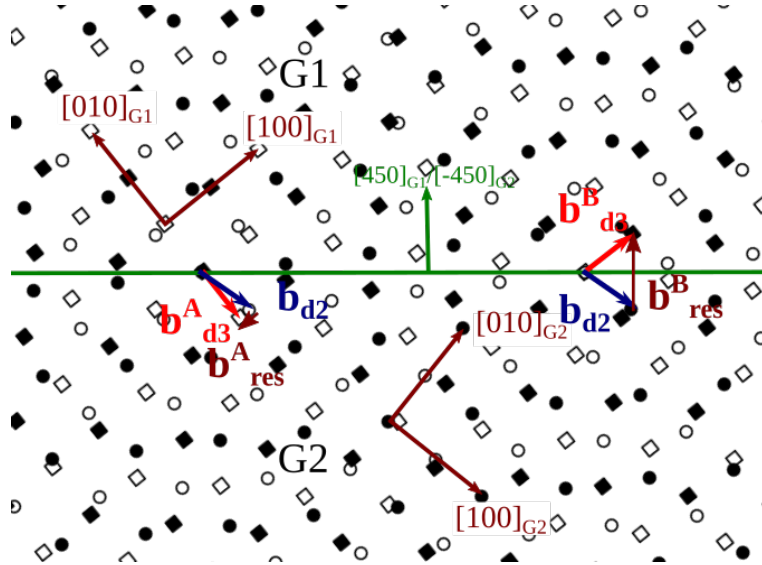


FIGURE III.35 – Possible disconnection résiduelle  $\mathbf{b}_{res}^A = \mathbf{b}_{-5/-4} = \frac{1}{82}[\bar{9}\bar{1}0]_{G1}$  ou  $\mathbf{b}_{res}^B = \mathbf{b}_{4/-4} = \frac{4}{41}[450]_{G1}$  résultant de l'insertion de  $\mathbf{b}_{d2} = \mathbf{b}_{0/-4} = \frac{1}{2}[10\bar{1}]_{G2}$  dans le joint puis l'émission de  $\mathbf{b}_{d3}^A = \mathbf{b}_{-5/0} = \frac{1}{2}[0\bar{1}\bar{1}]_{G1}$  ou  $\mathbf{b}_{d3}^B = \mathbf{b}_{4/0} = \frac{1}{2}[10\bar{1}]_{G1}$  dans G1.

En résumé l'insertion et l'émission de dislocations par le joint ont été observés dans les joints  $\Sigma 3[110](\bar{1}\bar{1}1)$ , voir section 3.3.3, et  $\Sigma 41[001](450)$ . Dans le premier l'absence de zones concentrant la contrainte au joint, comme les empilements de dislocation, et l'absence de corrélation spatiale entre insertion et émission ont conduit à écarter les mécanismes de transmission directe. Un mécanisme plus complexe est proposé dans lequel il faut qu'une disconnection glissile se déplace dans le joint afin de rendre compte des observations. Pour le joint  $\Sigma 41[001](450)$ , l'observation du plan de joint incliné a permis d'accéder au détail des processus d'insertion et d'émission. Dans ce cas ni l'insertion de la dislocation incidente ni l'émission de la dislocation sortante n'ont clairement montré une variation de contraste attestant d'une réaction. Malgré ce constat l'existence d'une ou plusieurs disconnections résiduelles est possible et permettrait d'expliquer la différence entre les vecteurs de Burgers des dislocations incidentes et sortantes. L'un des scénarii envisagés résulte en la formation de la disconnection  $\mathbf{b}_{-5/-4} = \frac{1}{82}[\bar{9}\bar{1}0]_{G1}$  identique à la disconnection  $\bar{\beta}$  du dipôle étudié dans le chapitre précédent. Elle peut potentiellement se comporter comme une source de disconnections mobiles en formant par exemple les disconnections  $\mathbf{b}_{9/9}$  vues en simulation où les  $\mathbf{b}_{-9/-9}$  invoquées pour rendre compte du facteur de couplage mesuré en section 3.1.

### 3.4 Identification des réseaux de disconnexions

Les interactions décrites dans la section précédente ont souvent conduit à l'observation de réseaux de disconnexions dans le joint  $\Sigma 3[110](\bar{1}\bar{1}1)$ . Un exemple de tels réseaux est fourni en figure III.36a. Dans cette section la géométrie des échantillons observés est de type  $\Sigma 3$ -45° c.à.d que le joint et le plan de la lame forment un angle proche de 45° (voir figure III.8). Une dislocation nommée  $d_1$  sert de repère pour les analyses de contrastes qui seront présentées dans la suite. Un réseau de disconnexions de forme plus ou moins hexagonale est visible dans joint. Il s'étend sur environ 650 nm parallèlement à la direction de  $\text{TrJG}_1$  et occupe tout l'espace entre les deux traces. La taille typique d'un hexagone est autour de 70 nm.

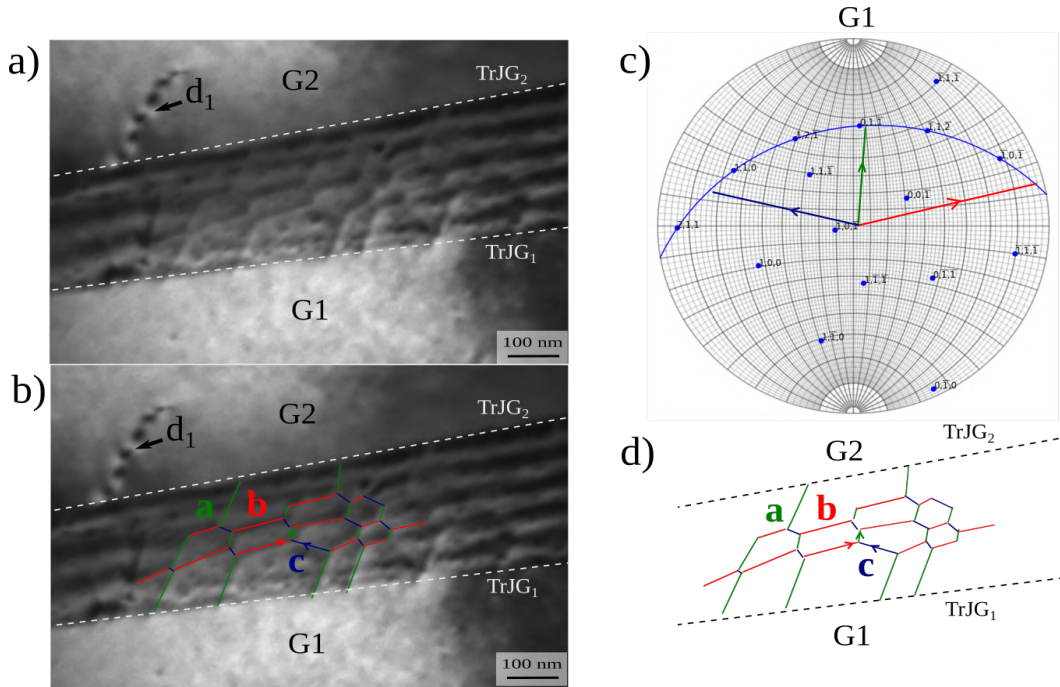


FIGURE III.36 – a) Image MET en champ clair montrant un réseau de disconnexions dans le joint  $\Sigma 3[110](\bar{1}\bar{1}1)$ . b) Même image que a) sur laquelle le modèle de d) est superposé. c) Projection stéréographique de G1 montrant l'orientation des vecteurs ligne dans le plan du joint. d) Modélisation du réseau a) à l'aide des 3 familles de disconnexions **a**, **b** et **c**.

Pour générer une telle configuration il suffit d'envisager deux familles de disconnexions dont l'interaction produit les segments d'une troisième famille. Dans la figure III.37a deux disconnexions, nommées **a** et **c**, se croisent et interagissent. L'espace du cristal (EC) est divisé en 4 zones, numérotées de 1 à 4, au niveau du croisement des disconnexions. Ces zones diffèrent par leur état de translation relatif qui est modifié par le vecteur de Burgers des disconnexions. Lorsqu'une disconnection de vecteur de Burgers **b** se déplace dans une direction **d** normale à son vecteur ligne **u** alors la région du cristal du côté de laquelle pointe le vecteur  $\mathbf{u} \wedge \mathbf{d}$  depuis le plan de glissement est déplacée de **b** par rapport à l'autre région [3]. Avec cette convention, il vient que 2 est translattée de  $\mathbf{b}_a$  par rapport à 1 et que 4 est translattée de  $\mathbf{b}_c$  par rapport à 1. On voit aussi que 3 diffère de  $\mathbf{b}_c$  par rapport à 2 et donc

de  $\mathbf{b}_a + \mathbf{b}_c = \mathbf{b}_d$  par rapport à 1. Enfin de la même façon on déduit que 4 est translatée de  $\mathbf{b}_a - \mathbf{b}_c = \mathbf{b}_b$  par rapport à 2. Ces relations entre les différentes régions sont schématisées dans l'espace des vecteurs de déplacement (EVD).

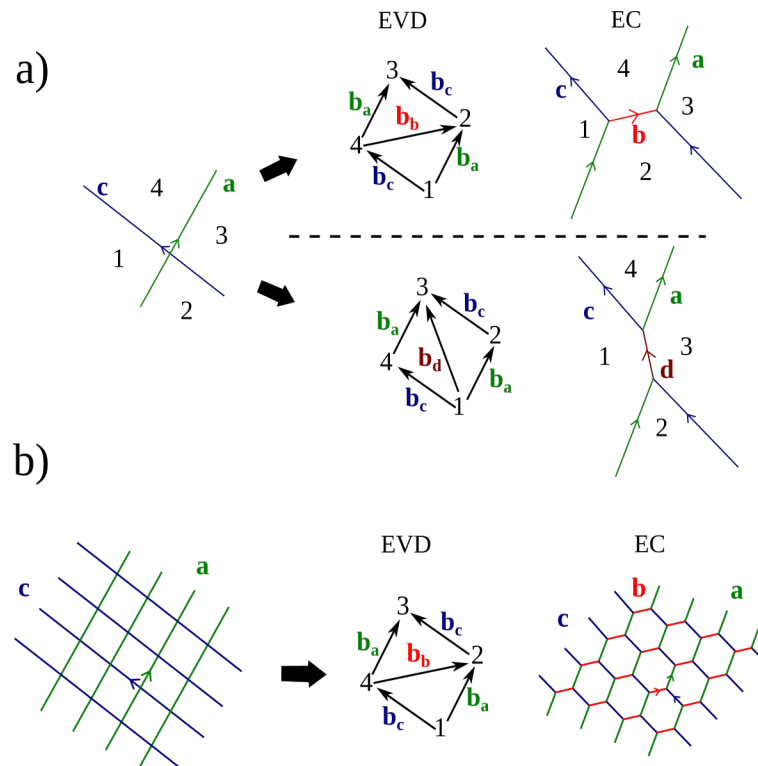


FIGURE III.37 – a) Schéma montrant les issues possibles lors de l'interaction entre deux dislocations  $\mathbf{a}$  et  $\mathbf{c}$  qui se croisent dans un plan cristallographique (les vecteurs de Burgers sont supposés non orthogonaux). Les vecteurs de Burgers peuvent soit s'ajouter (en bas,  $\mathbf{b}_d = \mathbf{b}_a + \mathbf{b}_c$ ) soit se retrancher (en haut,  $\mathbf{b}_b = \mathbf{b}_a - \mathbf{b}_c$ ). Cette composition des vecteurs de Burgers dans l'EVD se traduit par l'apparition d'un segment de la dislocation produite dans l'EC. b) Formation d'un réseau hexagonal de disconnections  $\mathbf{a}, \mathbf{b}, \mathbf{c}$  à partir de l'interactions des deux familles  $\mathbf{a}$  et  $\mathbf{c}$ .

Ainsi il n'est pas équivalent de générer un segment de disconnection entre les régions 1 et 3 ou entre 2 et 4 puisque le vecteur de Burgers de la disconnection à produire diffère. C'est ce qui est montré en figure III.37a où le segment  $\mathbf{b}$  est généré au-dessus de la ligne en tirets horizontale alors que c'est le segment  $\mathbf{d}$  qui est formé en dessous. La longueur du nouveau segment de disconnection doit résulter d'un équilibre entre la réduction de l'énergie élastique et l'augmentation de la tension de ligne locale. Comme mentionné dans [48], le critère de Frank peut être utilisé pour estimer la stabilité d'une réaction donnée. Si l'on considère maintenant que l'on a deux familles de disconnections  $\mathbf{a}$  et  $\mathbf{c}$  en interaction et que c'est la formation de  $\mathbf{b}$  qui est élastiquement favorisée alors il se forme bien un réseau  $\mathbf{a}, \mathbf{b}$  et  $\mathbf{c}$  comme le montre la figure III.37b.

Le réseau montré en figure III.36a peut être donc vu comme constitué de 3 familles de disconnections que l'on nomme également  $\mathbf{a}, \mathbf{b}$  et  $\mathbf{c}$ . La figure III.36d montre un schéma de la modélisation du réseau



et une superposition de l'image MET et du schéma modèle est donnée en figure III.36b. Dans la suite une analyse des contrastes de ce réseau sera présentée et les conséquences possibles de sa formation examinées.

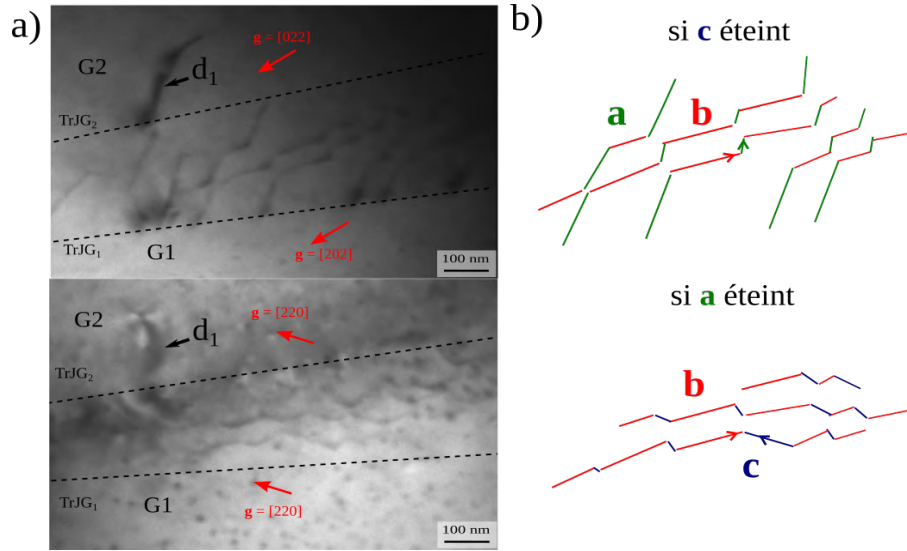


FIGURE III.38 – a) Images MET en champ clair montrant le réseau de disconnexions lorsque les deux grains diffractent pour un  $\mathbf{g}$  commun. Sur l'image du haut la famille  $\mathbf{c}$  n'est plus visible alors que sur celle du bas c'est la famille  $\mathbf{a}$  qui est éteinte. b) Modèle du réseau lorsqu'une famille sur les trois est éteinte. L'extinction des familles  $\mathbf{a}$  et  $\mathbf{c}$  est montrée pour illustrer les images MET.

La nature des vecteurs de Burgers des familles de disconnexions composant ce réseau est analysée à l'aide de la recherche d'extinctions ainsi qu'en examinant les contrastes autour des lignes de défauts. Pour ce faire il faut orienter les lignes de ces disconnexions comme montré en figure III.36b ou elles sont reportées sur la projection stéréographique de  $G_1$  à tilt nul et dans le plan du joint. Seule la ligne de  $\mathbf{a}$  semble avoir une orientation proche d'une direction de bas indices,  $[01\bar{1}]_{G_1}$  dans ce cas. La jonction des lignes des disconnexions aux noeuds du réseau implique une relation de dépendance entre les vecteurs de Burgers qui s'écrit comme suit :

$$\mathbf{b}_a = \mathbf{b}_b + \mathbf{b}_c \quad (\text{III.18})$$

Des séries de tilt ont été réalisées et un total de 8 conditions d'imageries ont pu être exploitées. La figure III.38a montre le joint observé lorsque les deux grains diffractent pour deux vecteurs communs  $\mathbf{g}_c$  différents. Sur l'image du haut le vecteur commun est  $[202]_{G_1} = [022]_{G_2}$  et la famille  $\mathbf{c}$  semble être éteinte. Le schéma de la figure III.38b montrant l'allure du réseau sans la famille  $\mathbf{c}$  est en accord avec l'image MET et confirme l'extinction de cette dernière. D'après les règles rappelées en sous section 2.3.2 il vient (système de coordonnées de  $G_1$ )  $[202] \cdot \mathbf{b}_c = 0$ . Sur l'image suivante c'est la famille de plans normaux à l'axe commun  $[110]$  qui est en condition de diffraction. Il est clair qu'il manque le contraste de la famille  $\mathbf{a}$  sur cette image et on en déduit directement que  $[220] \cdot \mathbf{b}_a = 0$ .

Ces extinctions sont précieuses mais insuffisantes pour obtenir une solution unique sur l'orientation des vecteurs de Burgers. Pour y parvenir la nature de l'asymétrie des contrastes autour des disconnec-

$\mathbf{g}$	$[020]_{G1}$	$[\bar{1}11]_{G1}$	$[111]_{G1}$	$[111]_{G2} \parallel [511]_{G1}$	$[020]_{G2} \parallel [244]_{G1}$	$[200]_{G1}$
Disconnection						
$\mathbf{a}$	I	+	-	-	-	I
$\mathbf{b}$	-	+	-	-	-	I
$\mathbf{c}$	I	I	I	+	I	+

TABLE III.6 – Signe de  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$  déduit de l'analyse de l'asymétrie des contrastes MET autour du réseau de disconnections de la figure III.36b. Un I indique que la nature de l'asymétrie est indéterminée.

tions du réseau est examinée sur un total de 6 vecteurs de diffraction (un grain sur les deux diffracte). Ces analyses sont résumées dans le tableau III.6 dans lequel le signe  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$  est donné lorsque c'est possible. Si les contrastes ne permettent pas de trancher sur la nature asymétrie un " I " indique que le signe de  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$  est indéterminé. Il y a 4 conditions exploitables pour  $\mathbf{a}$ , 5 pour  $\mathbf{b}$  et 2 pour  $\mathbf{c}$ . La zone admissible pour l'orientation de  $\mathbf{b}_a$  est délimitée sur la projection de la figure III.39a. L'extinction de  $\mathbf{a}$  pour  $\mathbf{g}_c = [220]$  est représentée par la trace du plan (220) dans lequel doit se trouver  $\mathbf{b}_a$ . La seule translation élémentaire du DSC  $\Sigma 3$  compatible avec ces observations est  $\mathbf{b}_a = \frac{1}{6}[\bar{1}1\bar{2}]_{G1}$ . C'est le même vecteur de Burgers que celui de la disconnection  $\mathbf{i}$  qui a été vu se déplacer sous contrainte en sous section 3.2. Concernant la famille  $\mathbf{b}$  les conditions sur le signe de  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}_b$  limitent suffisamment la zone admissible de la projection stéréographique pour isoler une solution. Comme on peut le voir sur la figure III.39b  $\mathbf{b}_b = \frac{1}{6}[\bar{2}\bar{1}\bar{1}]_{G1}$  est la translation élémentaire satisfaisant les observations. D'après l'équation III.18 on a  $\mathbf{b}_c = \mathbf{b}_a - \mathbf{b}_b = \frac{1}{6}[12\bar{1}]_{G1}$ . Cette solution est compatible avec les analyses sur le signe de  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}_c$  du tableau III.6 ainsi qu'avec l'extinction observée lorsque  $\mathbf{g}_c = [202]_{G1}$  ( $[202] \cdot \frac{1}{6}[12\bar{1}] = 0$ ).

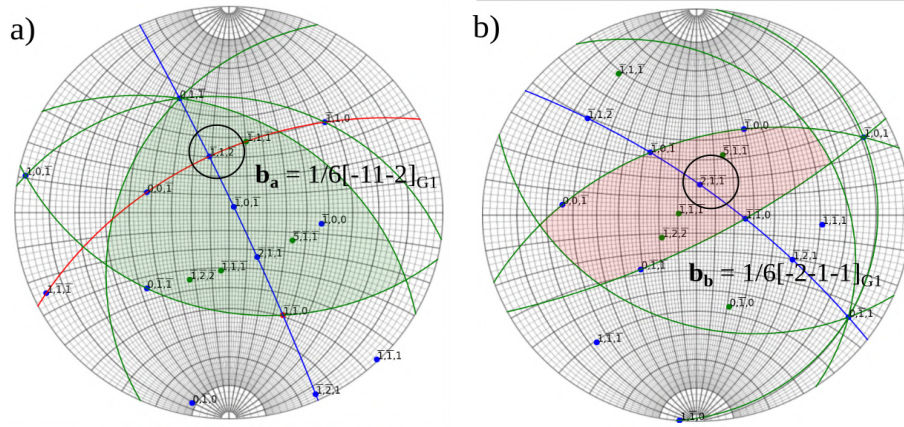


FIGURE III.39 – Visualisation de la zone admissible pour l'orientation du vecteur de Burgers des disconnections  $\mathbf{a}$  pour a) et  $\mathbf{b}$  pour b). Les courbes vertes délimitent l'espace en fonction du signe de  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$  et les courbes rouges montrent l'ensemble des pôles compatible avec  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ .

Les vecteurs de Burgers des 3 familles de disconnections impliquées dans la formation des réseaux

sont donc déterminés d'après l'analyse des contrastes en MET.

Remarquons que l'équation de Frank prédit que deux familles de disconnections non parallèles dont les vecteurs de Burgers sont orientés dans le plan du joint peuvent accommoder un écart à l'orientation coïncidente (sous joint de torsion pure). Une comparaison directe avec la structure prédite peut se faire via la mesure de la densité et de l'orientation des lignes de disconnection, connaissant les vecteurs de Burgers. Cela suppose néanmoins que les disconnections observées aient une origine intrinsèque, ce qui ne semble pas être le cas au regard de l'irrégularité en taille du réseau et de son étalement très local dans le joint. De plus aucun choix de paire de familles  $((\mathbf{a}, \mathbf{b}), (\mathbf{a}, \mathbf{c})$  ou  $(\mathbf{b}, \mathbf{c})$ ) ne semble être compatible avec les prédictions que l'on peut faire. Des origines extrinsèques semblent donc à privilégier et ont déjà été discutées dans la section précédente.

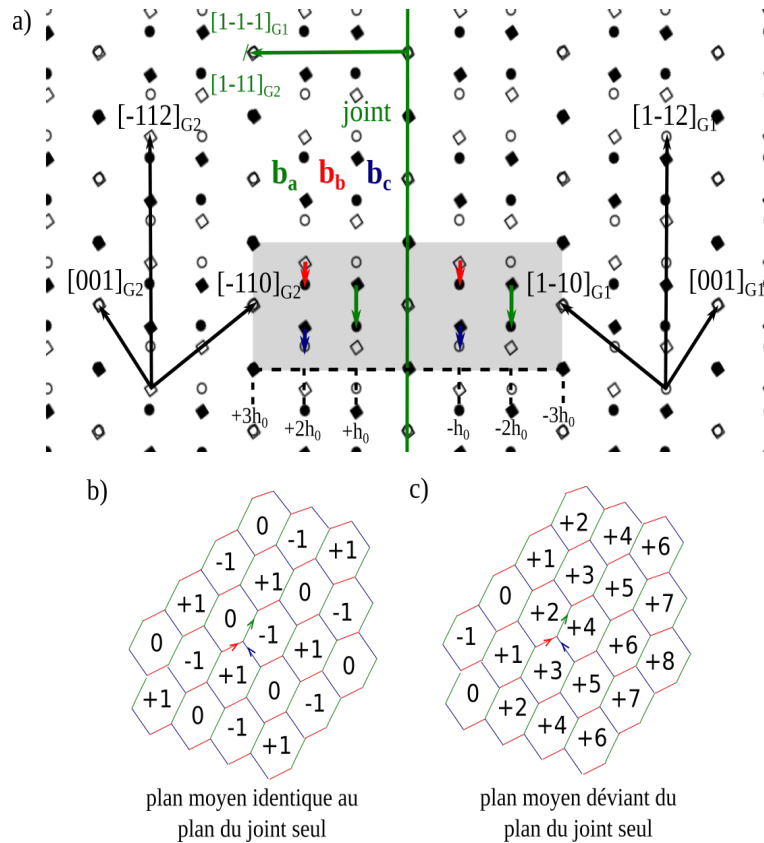


FIGURE III.40 – a) Réseau dichromatique du joint  $\Sigma 3[110](\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  montrant les disconnections compatibles avec les vecteurs de Burgers de  $\mathbf{a}$ ,  $\mathbf{b}$  et  $\mathbf{c}$ . La hauteur des marches est bornée par celle de la marche pure (0,70 nm). b) Représentation de l'étalement du joint sur plusieurs plans de la famille  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})_{G1}/(\bar{1}\bar{1}\bar{1})_{G2}$  du à la présence du réseau de disconnections. Dans ce cas les familles  $\mathbf{b}$  et  $\mathbf{c}$  sont constituées d' $\frac{1}{3}$  de marches simples et de  $\frac{2}{3}$  de marches doubles. c) Les familles  $\mathbf{b}$  et  $\mathbf{c}$  ne présentent que des marches simples. Remarquer que dans ce dernier exemple le plan moyen du joint dévie du plan du joint seul.

Dans le réseau dichromatique du joint  $\Sigma 3[110](\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  de la figure III.40a sont montrées les possibles

marches associées aux vecteurs de Burgers  $\mathbf{b}_a$ ,  $\mathbf{b}_b$  et  $\mathbf{b}_c$ . La hauteur des marches est limitée par celle de la marche pure (0,70 nm). Pour chacune des trois familles identifiées il existe une disconnection possédant une marche simple et une autre disposant d'une marche double de signe opposé (comme pour  $\mathbf{i}$ ). Il est clair qu'il n'est pas possible de faire la distinction entre de si petites marches juste par l'examen des images MET obtenues.

Il apparaît cependant que la répartition entre marches simple et double peut impacter la localisation du plan du joint dans le bicristal. Même si le réseau traité ici est assez irrégulier et peu étendu il peut être intéressant d'examiner l'effet sur le joint d'un réseau de marches régulier et présent partout. Pour ce faire rappelons tout d'abord que les hauteurs de marche des 3 familles de disconnections du réseau ne sont pas indépendantes. Comme pour les vecteurs de Burgers, il y a conservation de la hauteur des marches aux nœuds du réseau ce qui impose la relation suivante :

$$h_a = h_b + h_c \quad (\text{III.19})$$

avec  $h_a$ ,  $h_b$  et  $h_c$  la hauteur de marche des disconnections  $\mathbf{a}$ ,  $\mathbf{b}$  et  $\mathbf{c}$  respectivement.

Le choix de  $h_b$  et  $h_c$  impose donc celui de  $h_a$ . Considérons maintenant deux répartitions particulières différentes de ces marches. La première est schématisée par la figure III.40b où l'on peut voir un réseau de marches avec un chiffre dans chaque hexagone indiquant sa position dans la famille de plans  $(1\bar{1}\bar{1})_{G1}/(1\bar{1}1)_{G2}$  par rapport à celle du joint seul repérée par le chiffre 0. Il y a une alternance de marches simple et double pour les 3 familles  $\mathbf{a}$ ,  $\mathbf{b}$  et  $\mathbf{c}$ . Il semble également qu'un motif se répète périodiquement : un hexagone de position 0 est toujours entouré de 6 hexagones +1 et -1 alternés. Il est clair que cette répartition précise conserve le plan moyen du joint dans la même position que celle du joint seul. Pour l'obtenir il suffit d'imposer pour les familles  $\mathbf{b}$  et  $\mathbf{c}$  que 2 marches simples négatives se suivent et précèdent 1 marche double positive. Ainsi on se retrouve avec une succession de 2 marches simples positives suivies d'une marche double négative pour  $\mathbf{a}$ . Une autre répartition est envisagée sur la figure III.40c où le résultat final est très différent. Il ne semble plus y avoir de motif qui se répète et les hexagones se répartissent sur davantage de plans de la famille  $(1\bar{1}\bar{1})_{G1}/(1\bar{1}1)_{G2}$ . Il y a en fait une déviation du plan moyen par rapport au plan du joint seul. Dans ce cas les marches de  $\mathbf{b}$  et  $\mathbf{c}$  sont toutes simples et négatives ce qui induit des marches doubles et négatives pour  $\mathbf{a}$ .

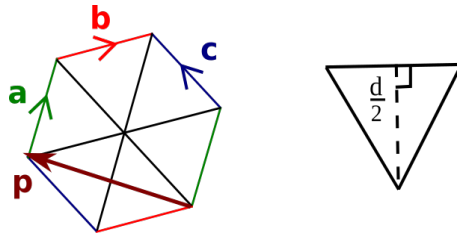


FIGURE III.41 – Hexagone régulier modèle pour le calcul de la déviation du plan moyen du joint par un réseau de marches. Les 3 familles  $\mathbf{a}$ ,  $\mathbf{b}$  et  $\mathbf{c}$  ont la même densité et la dimension caractéristique est  $d$  (espacement entre deux marches voisines d'une même famille).  $\mathbf{p}$  est l'axe de rotation dans le cas où  $\mathbf{b}$  et  $\mathbf{c}$  sont des marches simples négatives.

Si l'on admet que les hexagones sont réguliers et d'espacement  $d$  entre deux côtés opposés, voir figure III.41, alors il devient possible d'estimer simplement la déviation du plan moyen par rapport au plan du joint seul. Cette déviation prend la forme d'une rotation d'axe  $\mathbf{p}$  et d'angle  $\theta$  qui s'expriment comme suit :

$$\mathbf{p} \parallel \langle h_c \rangle \mathbf{b} - \langle h_b \rangle \mathbf{c} \quad (\text{III.20})$$

pour l'orientation de  $\mathbf{p}$  et

$$\tan(\theta) = \frac{\sqrt{\langle h_b \rangle^2 + \langle h_c \rangle^2 + \langle h_b \rangle \langle h_c \rangle}}{d \frac{\sqrt{3}}{2}} \quad (\text{III.21})$$

pour l'angle  $\theta$ .  $\langle X \rangle$  représente la valeur moyenne spatiale de la quantité X. Mentionnons que l'expression de l'orientation de  $\mathbf{p}$  est une bonne approximation seulement pour de faibles valeurs de  $\theta$ . Dans ces équations n'apparaissent que des paramètres reliés aux familles  $\mathbf{b}$  et  $\mathbf{c}$ . Pour faire ressortir la famille  $\mathbf{a}$  il suffit d'utiliser la relation III.19 avec une expression spécifique à la géométrie d'un hexagone régulier c.à.d  $\mathbf{a} = \mathbf{b} + \mathbf{c}$ . Ainsi n'importe quelle paire de familles  $(\mathbf{a}, \mathbf{b})$ ,  $(\mathbf{a}, \mathbf{c})$  ou  $(\mathbf{b}, \mathbf{c})$  peut être utilisée pour le calcul de cette déviation. Un ordre de grandeur est maintenant estimable et pour ce calcul il est choisi de remplacer  $d$  par la taille typique des hexagones observés expérimentalement. Comme cela a été dit au début de cette sous section cette taille se situe autour de 70 nm. Dans le cas où les familles  $\mathbf{b}$  et  $\mathbf{c}$  ne sont faites que de marches simples négatives il vient  $\tan(\theta) = \frac{2h_0}{d}$  et  $\mathbf{p} \parallel \mathbf{c} - \mathbf{b}$  ce qui donne  $\theta = 0,38^\circ$ . En utilisant les directions mesurées expérimentalement de  $\mathbf{b}$  et  $\mathbf{c}$  l'orientation de  $\mathbf{p}$  se retrouve proche de  $[211]_{G1}$  (voir la projection de la figure III.36c). On peut donc en principe accommoder une petite déviation par rapport au plan coïncident en superposant un réseau hexagonal de marches au joint.

Si le réseau observé a une origine extrinsèque alors il n'y a pas de raison que toutes les marches soient identiques, qu'elles aient la même hauteur et le même signe comme dans l'exemple de la figure III.40c. Au contraire on peut plutôt s'attendre à une alternance de marches positives et négatives de hauteur différentes si les disconnections observées sont issues de la décomposition des dislocations intragranulaires provenant des deux grains.

## 4 Conclusion

Dans ce chapitre les résultats concernant les expériences de déformation in-situ MET des bicristaux d'aluminium  $\Sigma 3[110](1\bar{1}1)$  et  $\Sigma 41[001](450)$  ont été présentés et discutés. La dynamique observée de chaque joint a été corrélée de façon directe ou indirecte à celle des disconnexions et des dislocations intragranulaires. Globalement ces deux joints se sont montrés assez peu mobiles bien qu'ils soient souvent le siège d'une intense activité des disconnexions / dislocations. La migration couplée au cisaillement du joint  $\Sigma 41[001](450)$  se produit conjointement à une intense activité plastique intragranulaire mettant en jeu plusieurs systèmes de glissement dans chaque grain. Le couplage mesuré est interprété par le glissement de différentes disconnexions dont la source principale est l'interaction des dislocations au joint. La plupart des disconnexions mobiles est potentiellement identique à l'une ou l'autre des disconnexions  $\mu$  et  $\bar{\mu}$  observées dans les simulations. Le joint  $\Sigma 3[110](1\bar{1}1)$  a montré de grandes marches associées à des disconnexions se déplaçant sous contrainte. Des disconnexions ont été identifiées comme ayant un vecteur de Burgers égal à  $\frac{1}{6}[\bar{1}1\bar{2}]$ . L'absence de migration du joint associée à ces mouvements conduit à conclure à un mélange de marches de signe et de hauteur différente.

Dans ces bicristaux de nombreuses interactions joint / dislocations sont possibles et se produisent. Les deux joints étudiés peuvent se comporter comme des sources ou des puits de dislocations. La transmission directe n'est pas observée et la transmission indirecte est peu probable en l'absence de concentration de contrainte. L'insertion et l'émission de dislocations au joint est interprétée par des mécanismes de décomposition dans lesquels des disconnexions glissiles et sessiles sont produites dans le joint. Ces disconnexions doivent participer directement au couplage ou indirectement par la création de sources (comme vu dans les simulations).

Les réactions dans le joint conduisent à la formation de microstructure de disconnexions complexes, dont des réseaux en forme d'hexagones irréguliers que nous avons pu caractériser dans le joint  $\Sigma 3[110](1\bar{1}1)$  et en accord avec la littérature ([48]). (Un tel réseau idéal peut éventuellement accommoder une déviation dans l'orientation du plan du joint.) Nous pouvons penser que ces réseaux puissent agir comme obstacles dans le mouvement des disconnexions mobiles impliquées dans le couplage.

En bref, ces résultats illustrent l'importance du rôle des dislocations intragranulaires dans la dynamique des joints dans les bicristaux. La rencontre des dislocations avec un joint influence sa migration et la configuration des disconnexions. La dynamique observée nécessite souvent de faire appel à un mélange de différentes disconnexions (et donc un mélange de modes de couplage).



## Chapitre IV

# Conclusion générale

Ces travaux de thèse ont porté sur l'étude de la dynamique du joint de grains dans des bicristaux d'aluminium sous contrainte. Les joints de grains ont un rôle prépondérant dans la plasticité des matériaux nanocristallins (taille des grains  $\lesssim 100$  nm) qui se manifeste par différents mécanismes. L'étude conduite s'est focalisée sur la migration de joints couplée au cisaillement (MJCC) en raison de sa capacité à accommoder la déformation plastique. La MJCC peut exister sous la forme d'un processus conservatif et se produit par le mouvement de disconnexions. Alors que de nombreux modèles et simulations sur la MJCC supposent que les joints sont initialement parfaits, sans défauts extrinsèques, d'autres montrent que les disconnexions sont produites préférentiellement au niveau de défauts dans le joint tels qu'une dislocation piégée à l'interface, une jonction triple ou encore l'intersection entre le joint et une surface libre. Afin d'apporter une meilleure compréhension de ces mécanismes d'interactions joints / défauts extrinsèques une double approche mêlant simulations atomistiques et expériences de traction in-situ au microscope électronique en transmission de bicristaux d'aluminium a été adoptée.

Le principal intérêt des simulations atomistiques dans ce contexte est de pouvoir isoler l'interaction d'un défaut particulier avec le joint et de contrôler parfaitement les conditions de l'étude comme la géométrie, le mode de sollicitation (la force motrice), la température ... Nous avons tiré profit de ces avantages en effectuant une étude comparative par dynamique moléculaire à 0 K de la migration du joint  $\Sigma 41[001](450)$  avec et sans l'ajout d'un défaut dans sa structure. Le défaut introduit est une ligne de lacunes dont l'insertion dans le joint résulte en l'apparition d'un dipôle de disconnexions sessiles. L'application d'un cisaillement sur ce joint produit sa migration et à l'aide de la méthode Nudged Elastic Band (NEB) le chemin d'énergie minimum de la migration a été révélé. Il est montré que le dipôle de disconnexions agit comme un site de nucléation préférentiel pour les disconnexions se déplaçant dans le joint. De plus l'énergie d'activation de la migration du joint défectueux est réduite par rapport à celle du joint parfait, contrairement à la contrainte critique de migration qui n'est presque pas impactée. Cependant une disconnection mobile qui croise sur son chemin le dipôle dans le joint perçoit une friction de part son interaction avec ce dernier ce qui peut éventuellement la piéger. Ainsi le rôle de ce défaut sur la migration apparaît ambivalent. Tous les mécanismes observés peuvent s'interpréter en terme de composition / décomposition des disconnexions. Ces résultats viennent s'ajouter à ceux d'autres études ayant porté sur l'impact de défauts différents (dislocation, lacune isolée) dans la migration du joint. Tous ces éléments combinés permettent de mieux prendre la mesure de ce qui influence la dynamique des joints dans les matériaux réels. Par ailleurs ils participent à montrer qu'il faut considérer un joint comme une entité cristallographique à part entière dont le comportement est



dépendant de la structure et des défauts dans cette structure.

Expérimentalement, la technique principalement utilisée a été la traction en température de lames minces observées au microscope électronique en transmission (MET). Ces expériences permettent une observation directe de la dynamique à l'échelle sub-micronique au cours de la déformation de l'échantillon. Deux joints différents ont été observés de cette façon : le  $\Sigma 3[110](\bar{1}\bar{1}1)$  et  $\Sigma 41[001](450)$ , ce dernier ayant une structure identique ou au moins très proche de celui étudié par simulation. Le joint  $\Sigma 41[001](450)$  a montré de la MJCC se produisant simultanément à une intense activité des dislocations intragranulaires aux abords du joint. Le couplage observé est alors interprété comme le glissement de disconnexions qui sont majoritairement du même type que celles vues dans les simulations. Dans le joint  $\Sigma 3[110](\bar{1}\bar{1}1)$ , une famille de disconnexions se déplaçant sous l'effet de la contrainte a été identifiée comme ayant un vecteur de Burgers du type  $\frac{1}{6} \langle 112 \rangle$ . Bien que l'on puisse s'attendre à mesurer un couplage avec le cisaillement ça n'a pas été le cas ce qui conduit à conclure que ces disconnexions doivent coupler selon différents modes conduisant à un mélange de marches de signe opposé. En revanche, le mouvement de facettes nanométriques certainement associées à des disconnexions a permis la mesure de la migration de ce joint. Nos observations ont également montré différentes séquences d'interactions des dislocations intragranulaires avec les joints étudiés. La transmission des dislocations n'est pas observée dans ces expériences, certainement en raison de l'absence de concentration de la contrainte (au travers d'un empilement de dislocations par exemple). Ce sont plutôt des successions d'insertion / émission des dislocations qui se produisent et que l'on interprète comme la décomposition des dislocations en disconnexions dont la formation et l'éventuel déplacement (pour les produits glissiles) permet de rendre compte des événements observés. Les disconnexions ainsi produites doivent participer au couplage soit directement par leur déplacement soit par la création de sources. Ces différentes interactions ont donné lieu à l'apparition de microstructure de disconnexions complexe dont des réseaux de disconnexions de type  $\frac{1}{6} \langle 112 \rangle$  en accord avec des observations similaires [48]. Ces réseaux sont susceptibles de se comporter comme des obstacles au mouvement de disconnexions mobiles capable de générer du couplage.

Le travail effectué peut être poursuivi de plusieurs manières. Premièrement, des simulations de MJCC recherchant à caractériser l'expansion d'une boucle de disconnection plutôt que la propagation de disconnexions rectilignes doivent être conduites. Ce travail a été initié au cours de cette thèse pour le joint  $\Sigma 41[001](450)$ . Comme pour les dislocations dans un cristal, la nucléation et la croissance d'une boucle de disconnection est le mécanisme attendu. La publication récente de simulations dans le cuivre ont confirmé ce mécanisme pour le joint  $\Sigma 13[001](320)$  seul ou avec une certaine concentration de lacunes isolées [128]. Deuxièmement le calcul des barrières d'énergie en NEB ne tient pas compte des effets entropiques alors que pour estimer les barrières d'énergie libre il faut les quantifier. Troisièmement, la plupart des simulations de MJCC disponibles étudient des joints de flexion symétriques alors que dans les systèmes réels polycristallins les joints peuvent être asymétriques et / ou avoir un caractère quelconque c.à.d mixte de flexion et de torsion. Il existe néanmoins quelques études qui montrent que les joints asymétriques produisent du couplage dans les cristaux cubiques [129] [130] montrant que les modèles existants doivent être étendus à ces joints. Quatrièmement la préparation d'échantillons à l'aide de techniques de faisceau ionique focalisé (FIB en anglais) permet d'obtenir des lames de faible épaisseur potentiellement observables au microscope électronique en transmission haute résolution après déformation (en cours). L'usage de cette technique complémentaire permettrait d'identifier plus précisément les configurations de disconnexions observées à l'issue de la traction de l'échantillon. Cette approche conduirait à renforcer la concordance entre les simulations et les expériences en fournissant un moyen de vérifier directement les mécanismes prédits en simulation. Cependant la faible épaisseur

---

des lames peut entraîner des effets importants liés aux surfaces libres et en conséquence éloigner ces expériences des conditions réelles. Cinquièmement, une autre approche de l'étude des mécanismes de migration aux joints consiste à étudier les modes de couplage de façon statistique sur un grand nombre de joints. Avec le développement des techniques de cartographie d'orientation automatisées (ACOM) couplée à des essais de traction in-situ MET sur des polycristaux l'évolution de la microstructure peut être corrélée aux paramètres cristallographiques des joints (mais aussi à la température ou à l'orientation de la contrainte). R. Gautier se dévoue actuellement à cette tâche dans le cadre de sa thèse au CEMES. Sixièmement, il peut être intéressant d'effectuer ces expériences dans d'autres métaux tels que le cuivre et le nickel qui ont une faible énergie de faute d'empilement en comparaison de l'aluminium. L'étude des mêmes joints dans ces autres systèmes permettrait certainement d'observer d'autres mécanismes d'interactions dislocation / joint et potentiellement différents modes de couplage. Enfin un autre point à considérer est la possibilité de conduire des essais de déformation instrumentés au microscope électronique à balayage. L'accès à la mesure de la contrainte et du champ de déformation y est plus simple qu'en MET mais il faut se placer en condition de fluage et que la microstructure de l'échantillon testé soit suffisamment simple.

Des perspectives à plus long terme peuvent aussi être envisagées. Nous avons vu dans cette thèse que l'interprétation des résultats à l'aide du formalisme des disconnections s'avère fructueuse. Ces défauts semblent jouer un rôle central dans la compréhension des mécanismes de déformation aux joints et donc dans l'évolution microstructurale associée. L'unification de l'ensemble des mécanismes de déformation des joints connus à l'aide des disconnections permettrait d'avancer dans l'élaboration d'une théorie prédictive du comportement des matériaux polycristallins sous contrainte. On pourrait alors délibérément favoriser certains joints plutôt que d'autres en fonction de leur mobilité par exemple et pratiquer ainsi de l'ingénierie des joints de grains.



# Annexes



## Annexe A

# Signe d'une dislocation en mouvement au cours d'une traction uniaxiale

Lors de la traction uniaxiale d'un échantillon métallique il se forme des dislocations lorsque la contrainte critique de cisaillement résolue dans un système de glissement est atteinte. Sous l'effet de la contrainte appliquée ces mêmes dislocations vont ressentir une force de Peach-Koehler  $\mathbf{F}_{PK}$  dont l'effet provoque généralement le mouvement des dislocations par glissement dans leur plan de glissement. Supposons que l'échantillon soit sollicité en traction par ses faces de normales  $+\mathbf{s} = \mathbf{e}_y$  et  $-\mathbf{s} = -\mathbf{e}_y$  (dans la base orthonormée  $(\mathbf{e}_x, \mathbf{e}_y, \mathbf{e}_z)$ ) et que la contrainte appliquée vaut  $\sigma$  ( $\sigma > 0$ ) alors le tenseur des contraintes  $\bar{\sigma}$ , supposé homogène dans tout l'échantillon, s'écrit :

$$\bar{\sigma} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & \sigma & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad (\text{A.1})$$

La force de Peach-Koehler sur une dislocation de vecteur de Burgers  $\mathbf{b}$  et de ligne parallèle à  $\mathbf{u}$  a pour expression :

$$\mathbf{F}_{PK} = \bar{\sigma}(\mathbf{b}) \wedge \mathbf{u} = \sigma(\mathbf{b} \cdot \mathbf{e}_y)\mathbf{e}_y \wedge \mathbf{u} \quad (\text{A.2})$$

La direction  $\mathbf{d}$  selon laquelle la dislocation peut glisser est parallèle à la projection  $\mathbf{F}_{PK}^{//}$  de  $\mathbf{F}_{PK}$  dans le plan de glissement  $\mathbf{n}$ . Cette projection a pour expression :

$$\mathbf{F}_{PK}^{//} = \mathbf{F}_{PK} - (\mathbf{F}_{PK} \cdot \mathbf{n})\mathbf{n} = \sigma(\mathbf{b} \cdot \mathbf{e}_y)[\mathbf{e}_y \wedge \mathbf{u} - ((\mathbf{u} \wedge \mathbf{n}) \cdot \mathbf{e}_y)\mathbf{n}] \quad (\text{A.3})$$

Le calcul du produit vectoriel  $\mathbf{F}_{PK}^{//} \wedge \mathbf{n}$  donne :

$$\mathbf{F}_{PK}^{//} \wedge \mathbf{n} = \sigma(\mathbf{b} \cdot \mathbf{e}_y)[(\mathbf{n} \cdot \mathbf{e}_y)\mathbf{u} - (\mathbf{u} \cdot \mathbf{n})\mathbf{e}_y] \quad (\text{A.4})$$

Le second terme dans le membre de droite est nul puisque par définition  $\mathbf{u} \cdot \mathbf{n} = 0$  et finalement il apparaît la relation suivante :

$$\mathbf{d} \wedge \mathbf{n} // \mathbf{F}_{PK}^{//} \wedge \mathbf{n} = \sigma(\mathbf{b} \cdot \mathbf{e}_y)(\mathbf{n} \cdot \mathbf{e}_y)\mathbf{u} \quad (\text{A.5})$$

Cette expression explicite le lien qu'il existe entre la direction de glissement d'une dislocation et son vecteur de Burgers dans le cas d'une traction uniaxiale de l'échantillon. En particulier il apparaît qu'une fois le vecteur de ligne défini le sens de déplacement d'une dislocation ne dépend que du signe de son vecteur de Burgers. Un moyen simple de satisfaire cette relation est par exemple d'imposer les conditions  $\mathbf{n} \cdot \mathbf{e}_y > 0$  et  $\mathbf{b} \cdot \mathbf{e}_y > 0$ . Dans ce cas il faut que le vecteur ligne soit fixé par  $\mathbf{u} = \mathbf{d} \wedge \mathbf{n}$ . Alternativement on peut imposer  $\mathbf{n} \cdot \mathbf{e}_y > 0$  et  $\mathbf{u} \cdot \mathbf{e}_y > 0$ . Il suffit alors que  $\mathbf{b}$  vérifie  $\text{sgn}((\mathbf{d} \wedge \mathbf{n}) \cdot \mathbf{e}_y) = \text{sgn}(\mathbf{b} \cdot \mathbf{e}_y)$  où  $\text{sgn}(x)$  retourne le signe de  $x$ . Dans tous les cas il apparaît bien que le signe de la dislocation peut être sélectionné à partir de la mesure de la direction de son déplacement au cours d'une traction uniaxiale.

# Bibliographie

- [1] W SYLWESTROWICZ et E O HALL. “The Deformation and Ageing of Mild Steel”. en. In : *Proceedings of the Physical Society. Section B* 64.6 (juin 1951), p. 495-502. ISSN : 0370-1301. DOI : 10.1088/0370-1301/64/6/305.
- [2] N. J. PETCH. “The Cleavage Strength of Polycrystals”. en. In : (jan. 1953). DOI : null.
- [3] P.M. ANDERSON, J.P. HIRTH et J. LOTHE. *Theory of Dislocations*. Cambridge University Press, 2017. ISBN : 978-0-521-86436-7.
- [4] S. SCHMIDT et al. “Watching the Growth of Bulk Grains during Recrystallization of Deformed Metals”. eng. In : *Science (New York, N.Y.)* 305.5681 (juil. 2004), p. 229-232. ISSN : 1095-9203. DOI : 10.1126/science.1098627.
- [5] C. KERISIT et al. “EBSD Coupled to SEM *in Situ* Annealing for Assessing Recrystallization and Grain Growth Mechanisms in Pure Tantalum : SEM *IN SITU* ANNEALING FOR ASSESSING RECRYSTALLIZATION IN Ta”. en. In : *Journal of Microscopy* 250.3 (juin 2013), p. 189-199. ISSN : 00222720. DOI : 10.1111/jmi.12034.
- [6] Marc LEGROS, Daniel S. GIANOLA et Kevin J. HEMKER. “In Situ TEM Observations of Fast Grain-Boundary Motion in Stressed Nanocrystalline Aluminum Films”. en. In : *Acta Materialia* 56.14 (août 2008), p. 3380-3393. ISSN : 13596454. DOI : 10.1016/j.actamat.2008.03.032.
- [7] F. MOMPIOU, D. CAILLARD et M. LEGROS. “Grain Boundary Shear–Migration Coupling—I. In Situ TEM Straining Experiments in Al Polycrystals”. en. In : *Acta Materialia* 57.7 (avr. 2009), p. 2198-2209. ISSN : 1359-6454. DOI : 10.1016/j.actamat.2009.01.014.
- [8] John W. CAHN, Yuri MISHIN et Akira SUZUKI. “Coupling Grain Boundary Motion to Shear Deformation”. en. In : *Acta Materialia* 54.19 (nov. 2006), p. 4953-4975. ISSN : 13596454. DOI : 10.1016/j.actamat.2006.08.004.
- [9] W. T. READ et W. SHOCKLEY. “Dislocation Models of Crystal Grain Boundaries”. en. In : *Physical Review* 78.3 (mai 1950), p. 275-289. ISSN : 0031-899X. DOI : 10.1103/PhysRev.78.275.
- [10] Jack WASHBURN et Earl R. PARKER. “Kinking in Zinc Single-Crystal Tension Specimens”. en. In : *JOM* 4.10 (oct. 1952), p. 1076-1078. ISSN : 1543-1851. DOI : 10.1007/BF03397774.
- [11] Conyers HERRING. “Diffusional Viscosity of a Polycrystalline Solid”. en. In : *Journal of Applied Physics* 21.5 (mai 1950), p. 437-445. ISSN : 0021-8979, 1089-7550. DOI : 10.1063/1.1699681.
- [12] R. L. COBLE. “A Model for Boundary Diffusion Controlled Creep in Polycrystalline Materials”. en. In : *Journal of Applied Physics* 34.6 (juin 1963), p. 1679-1682. ISSN : 0021-8979, 1089-7550. DOI : 10.1063/1.1702656.



- [13] F. MOMPIOU et al. "Inter- and Intragranular Plasticity Mechanisms in Ultrafine-Grained Al Thin Films : An in Situ TEM Study". en. In : *Acta Materialia* 61.1 (jan. 2013), p. 205-216. ISSN : 1359-6454. DOI : 10.1016/j.actamat.2012.09.051.
- [14] Zhang-Jie WANG et al. "Sliding of Coherent Twin Boundaries". en. In : *Nature Communications* 8.1 (déc. 2017), p. 1108. ISSN : 2041-1723. DOI : 10.1038/s41467-017-01234-8.
- [15] Hosni IDRISSEI et al. "Plasticity Mechanisms in Ultrafine Grained Freestanding Aluminum Thin Films Revealed by In-Situ Transmission Electron Microscopy Nanomechanical Testing". In : *Applied Physics Letters* 104.10 (mar. 2014), p. 101903. ISSN : 0003-6951. DOI : 10.1063/1.4868124.
- [16] K. E. HARRIS, V. V. SINGH et A. H. KING. "Grain Rotation in Thin Films of Gold". en. In : *Acta Materialia* 46.8 (mai 1998), p. 2623-2633. ISSN : 1359-6454. DOI : 10.1016/S1359-6454(97)00467-9.
- [17] Tatiana GORKAYA et al. "Concurrent Grain Boundary Motion and Grain Rotation under an Applied Stress". en. In : *Acta Materialia* 59.14 (août 2011), p. 5674-5680. ISSN : 1359-6454. DOI : 10.1016/j.actamat.2011.05.042.
- [18] Mingwei CHEN et al. "Deformation Twinning in Nanocrystalline Aluminum". en. In : *Science* 300.5623 (mai 2003), p. 1275-1277. ISSN : 0036-8075, 1095-9203. DOI : 10.1126/science.1083727.
- [19] Tatiana GORKAYA, Dmitri A. MOLODOV et Günter GOTTSTEIN. "Stress-Driven Migration of Symmetrical  $\langle 100 \rangle$  Tilt Grain Boundaries in Al Bicrystals". en. In : *Acta Materialia* 57.18 (oct. 2009), p. 5396-5405. ISSN : 13596454. DOI : 10.1016/j.actamat.2009.07.036.
- [20] A. RAJABZADEH et al. "Evidence of Grain Boundary Dislocation Step Motion Associated to Shear-Coupled Grain Boundary Migration". en. In : *Philosophical Magazine* 93.10-12 (avr. 2013), p. 1299-1316. ISSN : 1478-6435, 1478-6443. DOI : 10.1080/14786435.2012.760760.
- [21] Qi ZHU et al. "In Situ Atomistic Observation of Disconnection-Mediated Grain Boundary Migration". en. In : *Nature Communications* 10.1 (déc. 2019). ISSN : 2041-1723. DOI : 10.1038/s41467-018-08031-x.
- [22] J. P. HIRTH. "Dislocations, Steps and Disconnections at Interfaces". en. In : *Journal of Physics and Chemistry of Solids* 55.10 (oct. 1994), p. 985-989. ISSN : 0022-3697. DOI : 10.1016/0022-3697(94)90118-X.
- [23] A. RAJABZADEH et al. "Elementary Mechanisms of Shear-Coupled Grain Boundary Migration". en. In : *Physical Review Letters* 110.26 (juin 2013). ISSN : 0031-9007, 1079-7114. DOI : 10.1103/PhysRevLett.110.265507.
- [24] N. COMBE, F. MOMPIOU et M. LEGROS. "Disconnections Kinks and Competing Modes in Shear-Coupled Grain Boundary Migration". en. In : *Physical Review B* 93.2 (jan. 2016). ISSN : 2469-9950, 2469-9969. DOI : 10.1103/PhysRevB.93.024109.
- [25] N. COMBE, F. MOMPIOU et M. LEGROS. "Heterogeneous Disconnection Nucleation Mechanisms during Grain Boundary Migration". en. In : *Physical Review Materials* 3.6 (juin 2019). ISSN : 2475-9953. DOI : 10.1103/PhysRevMaterials.3.060601.
- [26] *Contraintes mécaniques en micro, nano et optoélectronique - Mireille Mouis*. fr.

- 
- [27] Mingdong CAI, Stephen C. LANGFORD et J. THOMAS DICKINSON. “Orientation Dependence of Slip Band Formation in Single-Crystal Aluminum Studied by Photoelectron Emission”. en. In : *Acta Materialia* 56.20 (déc. 2008), p. 5938-5945. ISSN : 13596454. DOI : 10.1016/j.actamat.2008.08.015.
- [28] Joël DOUIN. *Mécanique des milieux continus : introduction à la plasticité des matériaux*. fr. Diderot multimédia, 1997. ISBN : 978-2-84352-035-8.
- [29] Vito VOLTERRA. “Sur l’équilibre des corps élastiques multiplément connexes”. fr. In : *Annales scientifiques de l’École normale supérieure* 24 (1907), p. 401-517. ISSN : 0012-9593, 1873-2151. DOI : 10.24033/asens.583.
- [30] J. HICKMAN et Y. MISHIN. “Extra Variable in Grain Boundary Description”. en. In : *Physical Review Materials* 1.1 (juin 2017). ISSN : 2475-9953. DOI : 10.1103/PhysRevMaterials.1.010601.
- [31] Günter GOTTSTEIN et Lazar Simkhovich SHVINDLERMAN. *Grain Boundary Migration in Metals : Thermodynamics, Kinetics, Applications*. English. Boca Raton, Fla : CRC Press, 2010. ISBN : 978-1-4200-5435-4.
- [32] S. RANGANATHAN. “On the Geometry of Coincidence-Site Lattices”. en. In : *Acta Crystallographica* 21.2 (août 1966), p. 197-199. ISSN : 0365-110X. DOI : 10.1107/S0365110X66002615.
- [33] W. BOLLMANN. “Mathematical Aspects of a Geometrical Theory of Crystalline Interfaces”. In : *Advances in Applied Probability* 4 (1972), p. 151-174. ISSN : 0001-8678. DOI : 10.2307/1425980.
- [34] A.P. SUTTON et R.W. BALLUFFI. *Interfaces in Crystalline Materials*. Monographs on the Physics and Chemistry of Materials. Clarendon Press, 1995. ISBN : 978-0-19-851385-8.
- [35] William Thornton READ. *Dislocations in Crystals*. en. McGraw-Hill, 1953.
- [36] H.A. KHATER et al. “The Disconnection Mechanism of Coupled Migration and Shear at Grain Boundaries”. en. In : *Acta Materialia* 60.5 (mar. 2012), p. 2007-2020. ISSN : 13596454. DOI : 10.1016/j.actamat.2012.01.001.
- [37] E. P. KVAM et R. W. BALLUFFI. “Observations of Hierarchical Grain-Boundary Dislocation Structures in [001] Symmetric Tilt Boundaries in Gold”. en. In : *Philosophical Magazine A* 56.1 (juil. 1987), p. 137-148. ISSN : 0141-8610, 1460-6992. DOI : 10.1080/01418618708204471.
- [38] Louissette PRIESTER. *Les joints de grains*. fr. EDP Sciences, déc. 2012. ISBN : 978-2-7598-0241-8.
- [39] Adrian Peter SUTTON, V. VITEK et John Wyrill CHRISTIAN. “On the Structure of Tilt Grain Boundaries in Cubic Metals I. Symmetrical Tilt Boundaries”. In : *Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences* 309.1506 (mar. 1983), p. 1-36. DOI : 10.1098/rsta.1983.0020.
- [40] J. P. HIRTH et R. C. POND. “Steps, Dislocations and Disconnections as Interface Defects Relating to Structure and Phase Transformations”. en. In : *Acta Materialia* 44.12 (déc. 1996), p. 4749-4763. ISSN : 1359-6454. DOI : 10.1016/S1359-6454(96)00132-2.
- [41] R. C. POND, W. BOLLMANN et Frederick Charles FRANK. “The Symmetry and Interfacial Structure of Bicrystals”. In : *Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences* 292.1395 (oct. 1979), p. 449-472. DOI : 10.1098/rsta.1979.0069.
- [42] Hans GRIMMER. “A Reciprocity Relation between the Coincidence Site Lattice and the DSC Lattice”. en. In : *Scripta Metallurgica* 8.11 (nov. 1974), p. 1221-1223. ISSN : 0036-9748. DOI : 10.1016/0036-9748(74)90334-2.

- [43] J. Dana. HONEYCUTT et Hans C. ANDERSEN. "Molecular Dynamics Study of Melting and Freezing of Small Lennard-Jones Clusters". en. In : *The Journal of Physical Chemistry* 91.19 (sept. 1987), p. 4950-4963. ISSN : 0022-3654, 1541-5740. DOI : 10.1021/j100303a014.
- [44] R. C. POND. "TEM Studies of Line Defects in Interfaces". en. In : *Ultramicroscopy* 30.1 (juin 1989), p. 1-7. ISSN : 0304-3991. DOI : 10.1016/0304-3991(89)90165-4.
- [45] Armin RAJABZADEH. "Étude Expérimentale et Théorique de La Migration de Joints de Grains, Couplée à Un Cisaillement". These de Doctorat. Toulouse 3, jan. 2013.
- [46] D. G BRANDON et al. "A Field Ion Microscope Study of Atomic Configuration at Grain Boundaries". en. In : *Acta Metallurgica* 12.7 (juil. 1964), p. 813-821. ISSN : 0001-6160. DOI : 10.1016/0001-6160(64)90175-0.
- [47] J. P HIRTH et R. W BALLUFFI. "On Grain Boundary Dislocations and Ledges". en. In : *Acta Metallurgica* 21.7 (juil. 1973), p. 929-942. ISSN : 0001-6160. DOI : 10.1016/0001-6160(73)90150-8.
- [48] C SOLENTHALER. "On Dislocation Reactions in F.C.C. X3 Twin Boundaries". en. In : (), p. 10.
- [49] R. C. POND et D. A. SMITH. "On the Absorption of Dislocations by Grain Boundaries". en. In : *Philosophical Magazine* 36.2 (août 1977), p. 353-366. ISSN : 0031-8086. DOI : 10.1080/14786437708244939.
- [50] A. RAJABZADEH et al. "The Role of Disconnections in Deformation-Coupled Grain Boundary Migration". en. In : *Acta Materialia* 77 (sept. 2014), p. 223-235. ISSN : 13596454. DOI : 10.1016/j.actamat.2014.05.062.
- [51] T. C. LEE, I. M. ROBERTSON et H. K. BIRNBAUM. "TEM *in Situ* Deformation Study of the Interaction of Lattice Dislocations with Grain Boundaries in Metals". en. In : *Philosophical Magazine A* 62.1 (juil. 1990), p. 131-153. ISSN : 0141-8610, 1460-6992. DOI : 10.1080/01418619008244340.
- [52] Choh Hsien LI et al. "Stress-Induced Movement of Crystal Boundaries". en. In : *Acta Metallurgica* 1.2 (mar. 1953), p. 223-229. ISSN : 0001-6160. DOI : 10.1016/0001-6160(53)90062-5.
- [53] M. WINNING, G. GOTTSTEIN et L. S. SHVINDLERMAN. "Stress Induced Grain Boundary Motion". en. In : *Acta Materialia* 49.2 (jan. 2001), p. 211-219. ISSN : 1359-6454. DOI : 10.1016/S1359-6454(00)00321-9.
- [54] Q. YU, M. LEGROS et A.M. MINOR. "*In Situ* TEM Nanomechanics". en. In : *MRS Bulletin* 40.1 (jan. 2015), p. 62-70. ISSN : 0883-7694, 1938-1425. DOI : 10.1557/mrs.2014.306.
- [55] J. W. CAHN, Y. MISHIN et A. SUZUKI. "Duality of Dislocation Content of Grain Boundaries". en. In : *Philosophical Magazine* 86.25-26 (sept. 2006), p. 3965-3980. ISSN : 1478-6435, 1478-6443. DOI : 10.1080/14786430500536909.
- [56] D MOLODOV, V IVANOV et G GOTTSTEIN. "Low Angle Tilt Boundary Migration Coupled to Shear Deformation". en. In : *Acta Materialia* 55.5 (mar. 2007), p. 1843-1848. ISSN : 13596454. DOI : 10.1016/j.actamat.2006.10.045.
- [57] Dmitri A. MOLODOV, Tatiana GORKAYA et Günter GOTTSTEIN. "Dynamics of Grain Boundaries under Applied Mechanical Stress". en. In : *Journal of Materials Science* 46.12 (juin 2011), p. 4318-4326. ISSN : 1573-4803. DOI : 10.1007/s10853-010-5233-6.
- [58] N. COMBE, F. MOMPIOU et M. LEGROS. "Shear-Coupled Grain-Boundary Migration Dependence on Normal Strain/Stress". en. In : *Physical Review Materials* 1.3 (août 2017). ISSN : 2475-9953. DOI : 10.1103/PhysRevMaterials.1.033605.

- 
- [59] Dmitri A. MOLODOV, Tatiana GORKAYA et Günter GOTTSTEIN. “Migration of the  $\Sigma 7$  Tilt Grain Boundary in Al under an Applied External Stress”. en. In : *Scripta Materialia* 65.11 (déc. 2011), p. 990-993. ISSN : 1359-6462. DOI : 10.1016/j.scriptamat.2011.08.030.
- [60] Konstantin D. MOLODOV et Dmitri A. MOLODOV. “Grain Boundary Mediated Plasticity : On the Evaluation of Grain Boundary Migration - Shear Coupling”. en. In : *Acta Materialia* 153 (juil. 2018), p. 336-353. ISSN : 1359-6454. DOI : 10.1016/j.actamat.2018.04.057.
- [61] A. SERRA et D. J. BACON. “A New Model for  $\{10\ 1\ 2\}$  Twin Growth in Hcp Metals”. en. In : *Philosophical Magazine A* 73.2 (fév. 1996), p. 333-343. ISSN : 0141-8610, 1460-6992. DOI : 10.1080/01418619608244386.
- [62] A. H. KING et D. A. SMITH. “The Effects on Grain-Boundary Processes of the Steps in the Boundary Plane Associated with the Cores of Grain-Boundary Dislocations”. en. In : *Acta Crystallographica Section A* 36.3 (mai 1980), p. 335-343. ISSN : 0567-7394. DOI : 10.1107/S0567739480000782.
- [63] W.M. LOMER. “A Dislocation Reaction in the Face-Centred Cubic Lattice”. en. In : *The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science* 42.334 (nov. 1951), p. 1327-1331. ISSN : 1941-5982, 1941-5990. DOI : 10.1080/14786444108561389.
- [64] A. H. COTTRELL. “LX. The Formation of Immobile Dislocations during Slip”. In : *The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science* 43.341 (juin 1952), p. 645-647. ISSN : 1941-5982. DOI : 10.1080/14786440608520220.
- [65] H. FUKUTOMI et al. “Sliding Behavior of Coincidence Grain Boundaries Deviating from Ideal Symmetric Tilt Relationship”. en. In : *Acta Metallurgica et Materialia* 39.7 (juil. 1991), p. 1445-1448. ISSN : 0956-7151. DOI : 10.1016/0956-7151(91)90229-T.
- [66] C. M. F. RAE et D. A. SMITH. “On the Mechanisms of Grain Boundary Migration”. en. In : *Philosophical Magazine A* 41.4 (avr. 1980), p. 477-492. ISSN : 0141-8610, 1460-6992. DOI : 10.1080/01418618008239327.
- [67] S.E BABCOCK et R.W BALLUFFI. “Grain Boundary Kinetics—II. In Situ Observations of the Role of Grain Boundary Dislocations in High-Angle Boundary Migration”. en. In : *Acta Metallurgica* 37.9 (sept. 1989), p. 2367-2376. ISSN : 00016160. DOI : 10.1016/0001-6160(89)90034-5.
- [68] S.E BABCOCK et R.W BALLUFFI. “Grain Boundary Kinetics—I. In Situ Observations of Coupled Grain Boundary Dislocation Motion, Crystal Translation and Boundary Displacement”. en. In : *Acta Metallurgica* 37.9 (sept. 1989), p. 2357-2365. ISSN : 00016160. DOI : 10.1016/0001-6160(89)90033-3.
- [69] I. MAJID et P.D. BRISTOWE. “Dynamical Simulation of Structural Multiplicity in Grain Boundaries”. en. In : *Scripta Metallurgica* 21.8 (août 1987), p. 1153-1157. ISSN : 00369748. DOI : 10.1016/0036-9748(87)90268-7.
- [70] K. L. MERKLE, L. J. THOMPSON et Fritz PHILLIPP. “High-Resolution Electron Microscopy at a (113) Symmetric Thermally Activated Step Motion Observed by Tilt Grain-Boundary in Aluminium”. en. In : *Philosophical Magazine Letters* 82.11 (nov. 2002), p. 589-597. ISSN : 0950-0839, 1362-3036. DOI : 10.1080/0950083021000038074.
- [71] D. CAILLARD, F. MOMPIOU et M. LEGROS. “Grain-Boundary Shear-Migration Coupling. II. Geometrical Model for General Boundaries”. en. In : *Acta Materialia* 57.8 (mai 2009), p. 2390-2402. ISSN : 13596454. DOI : 10.1016/j.actamat.2009.01.023.

- [72] F. MOMPIOU, M. LEGROS et D. CAILLARD. "SMIG Model : A New Geometrical Model to Quantify Grain Boundary-Based Plasticity". en. In : *Acta Materialia* 58.10 (juin 2010), p. 3676-3689. ISSN : 13596454. DOI : 10.1016/j.actamat.2010.03.003.
- [73] R. SMOLUCHOWSKI. "Theory of Grain Boundary Motion". In : *Physical Review* 83.1 (juil. 1951), p. 69-70. DOI : 10.1103/PhysRev.83.69.
- [74] M. UPMANYU et al. "Misorientation Dependence of Intrinsic Grain Boundary Mobility : Simulation and Experiment". en. In : *Acta Materialia* 47.14 (oct. 1999), p. 3901-3914. ISSN : 1359-6454. DOI : 10.1016/S1359-6454(99)00240-2.
- [75] H. ZHANG, M. UPMANYU et D.J. SROLOVITZ. "Curvature Driven Grain Boundary Migration in Aluminum : Molecular Dynamics Simulations". en. In : *Acta Materialia* 53.1 (jan. 2005), p. 79-86. ISSN : 13596454. DOI : 10.1016/j.actamat.2004.09.004.
- [76] Arthur F. VOTER et Shao Ping CHEN. "Accurate Interatomic Potentials for Ni, Al and Ni3Al". en. In : *MRS Online Proceedings Library Archive* 82 (1986/ed). ISSN : 0272-9172, 1946-4274. DOI : 10.1557/PROC-82-175.
- [77] B. SCHÖNFELDER et al. "Molecular-Dynamics Method for the Simulation of Grain-Boundary Migration". en. In : *Interface Science* 5.4 (nov. 1997), p. 245-262. ISSN : 1573-2746. DOI : 10.1023/A:1008663804495.
- [78] H. ZHANG, M.I. MENDELEV et D.J. SROLOVITZ. "Computer Simulation of the Elastically Driven Migration of a Flat Grain Boundary". en. In : *Acta Materialia* 52.9 (mai 2004), p. 2569-2576. ISSN : 13596454. DOI : 10.1016/j.actamat.2004.02.005.
- [79] M. I. MENDELEV et al. "Effect of Fe Segregation on the Migration of a Non-Symmetric  $\Sigma 5$  Tilt Grain Boundary in Al". en. In : *Journal of Materials Research* 20.1 (jan. 2005), p. 208-218. ISSN : 2044-5326, 0884-2914. DOI : 10.1557/JMR.2005.0024.
- [80] Mo-Rigen HE et al. "Linking Stress-Driven Microstructural Evolution in Nanocrystalline Aluminium with Grain Boundary Doping of Oxygen". en. In : *Nature Communications* 7.1 (avr. 2016), p. 11225. ISSN : 2041-1723. DOI : 10.1038/ncomms11225.
- [81] X.J. SHEN, D. TANGUY et D. CONNÉTABLE. "Atomistic Modelling of Hydrogen Segregation to the  $\Sigma 9\{2\ 2\ 1\}[1\ 1\ 0]$  Symmetric Tilt Grain Boundary in Al". en. In : *Philosophical Magazine* 94.20 (juil. 2014), p. 2247-2261. ISSN : 1478-6435, 1478-6443. DOI : 10.1080/14786435.2014.910333.
- [82] J. W. CAHN, J. D. PAN et R. W. BALLUFFI. "Diffusion Induced Grain Boundary Migration". en. In : *Scripta Metallurgica* 13.6 (juin 1979), p. 503-509. ISSN : 0036-9748. DOI : 10.1016/0036-9748(79)90078-4.
- [83] Mats HILLERT et Gary R. PURDY. "Chemically Induced Grain Boundary Migration". en. In : *Acta Metallurgica* 26.2 (fév. 1978), p. 333-340. ISSN : 0001-6160. DOI : 10.1016/0001-6160(78)90132-3.
- [84] R. W. BALLUFFI et J. W. CAHN. "Mechanism for Diffusion Induced Grain Boundary Migration". en. In : *Acta Metallurgica* 29.3 (mar. 1981), p. 493-500. ISSN : 0001-6160. DOI : 10.1016/0001-6160(81)90073-0.
- [85] Robert C. FOLWEILER. "Creep Behavior of Pore-Free Polycrystalline Aluminum Oxide". en. In : *Journal of Applied Physics* 32.5 (juin 2004), p. 773. ISSN : 0021-8979. DOI : 10.1063/1.1736104.

- 
- [86] Stanley I. WARSHAW et Frederick H. NORTON. “Deformation Behavior of Polycrystalline Aluminum Oxide”. en. In : *Journal of the American Ceramic Society* 45.10 (1962), p. 479-486. ISSN : 1551-2916. DOI : 10.1111/j.1151-2916.1962.tb11038.x.
- [87] A. E. PALADINO et R. L. COBLE. “Effect of Grain Boundaries on Diffusion-Controlled Processes in Aluminum Oxide”. en. In : *Journal of the American Ceramic Society* 46.9 (1963), p. 460-460. ISSN : 1551-2916. DOI : 10.1111/j.1151-2916.1963.tb11779.x.
- [88] L. E. MURR. “Energetics of Grain-Boundary Triple Junctions and Corner-Twinned Junctions : Transmission Electron Microscope Studies”. In : *Journal of Applied Physics* 39.12 (nov. 1968), p. 5557-5566. ISSN : 0021-8979. DOI : 10.1063/1.1656013.
- [89] Steve PLIMPTON. “Fast Parallel Algorithms for Short-Range Molecular Dynamics”. en. In : (), p. 42.
- [90] Alexander STUKOWSKI. “Visualization and Analysis of Atomistic Simulation Data with OVITO—the Open Visualization Tool”. en. In : *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering* 18.1 (jan. 2010), p. 015012. ISSN : 0965-0393, 1361-651X. DOI : 10.1088/0965-0393/18/1/015012.
- [91] R. C. POND et V. VITEK. “Periodic Grain Boundary Structures in Aluminium. I. A Combined Experimental and Theoretical Investigation of Coincidence Grain Boundary Structure in Aluminium”. en. In : *Proceedings of the Royal Society A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences* 357.1691 (nov. 1977), p. 453-470. ISSN : 1364-5021, 1471-2946. DOI : 10.1098/rspa.1977.0179.
- [92] Liang WAN et Shaoqing WANG. “Shear Response of the  $\Sigma 11, \langle 110 \rangle \{131\}$  Symmetric Tilt Grain Boundary Studied by Molecular Dynamics”. en. In : *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering* 17.4 (juil. 2009), p. 045008. ISSN : 0965-0393, 1361-651X. DOI : 10.1088/0965-0393/17/4/045008.
- [93] K. W. JACOBSEN, J. K. NORSKOV et M. J. PUSKA. “Interatomic Interactions in the Effective-Medium Theory”. en. In : *Physical Review B* 35.14 (mai 1987), p. 7423-7442. ISSN : 0163-1829. DOI : 10.1103/PhysRevB.35.7423.
- [94] Y. MISHIN et al. “Interatomic Potentials for Monoatomic Metals from Experimental Data and *Ab Initio* Calculations”. en. In : *Physical Review B* 59.5 (fév. 1999), p. 3393-3407. ISSN : 0163-1829, 1095-3795. DOI : 10.1103/PhysRevB.59.3393.
- [95] Murray S. DAW et M. I. BASKES. “Embedded-Atom Method : Derivation and Application to Impurities, Surfaces, and Other Defects in Metals”. en. In : *Physical Review B* 29.12 (juin 1984), p. 6443-6453. ISSN : 0163-1829. DOI : 10.1103/PhysRevB.29.6443.
- [96] R. FLETCHER et C. M. REEVES. “Function Minimization by Conjugate Gradients”. en. In : *The Computer Journal* 7.2 (jan. 1964), p. 149-154. ISSN : 0010-4620. DOI : 10.1093/comjnl/7.2.149.
- [97] E. POLAK et G. RIBIERE. “Note sur la convergence de méthodes de directions conjuguées”. fr. In : *Revue française d’informatique et de recherche opérationnelle. Série rouge* 3.16 (1969), p. 35-43. ISSN : 0373-8000. DOI : 10.1051/m2an/196903R100351.
- [98] Gerhard HUMMER, Niels GRØNBECH-JENSEN et Martin NEUMANN. “Pressure Calculation in Polar and Charged Systems Using Ewald Summation : Results for the Extended Simple Point Charge Model of Water”. In : *The Journal of Chemical Physics* 109.7 (août 1998), p. 2791-2797. ISSN : 0021-9606, 1089-7690. DOI : 10.1063/1.476834. arXiv : physics/9806038.

- [99] Robert J. SWENSON. “Comments on Virial Theorems for Bounded Systems”. en. In : *American Journal of Physics* 51.10 (oct. 1983), p. 940-942. ISSN : 0002-9505, 1943-2909. DOI : 10.1119/1.13390.
- [100] Aidan P. THOMPSON, Steven J. PLIMPTON et William MATTSON. “General Formulation of Pressure and Stress Tensor for Arbitrary Many-Body Interaction Potentials under Periodic Boundary Conditions”. en. In : *The Journal of Chemical Physics* 131.15 (oct. 2009), p. 154107. ISSN : 0021-9606, 1089-7690. DOI : 10.1063/1.3245303.
- [101] Daniel SHEPPARD, Rye TERRELL et Graeme HENKELMAN. “Optimization Methods for Finding Minimum Energy Paths”. en. In : *The Journal of Chemical Physics* 128.13 (avr. 2008), p. 134106. ISSN : 0021-9606, 1089-7690. DOI : 10.1063/1.2841941.
- [102] Graeme HENKELMAN et Hannes JÓNSSON. “Improved Tangent Estimate in the Nudged Elastic Band Method for Finding Minimum Energy Paths and Saddle Points”. en. In : *The Journal of Chemical Physics* 113.22 (déc. 2000), p. 9978-9985. ISSN : 0021-9606, 1089-7690. DOI : 10.1063/1.1323224.
- [103] Graeme HENKELMAN, Blas P. UBERUAGA et Hannes JÓNSSON. “A Climbing Image Nudged Elastic Band Method for Finding Saddle Points and Minimum Energy Paths”. en. In : *The Journal of Chemical Physics* 113.22 (déc. 2000), p. 9901-9904. ISSN : 0021-9606, 1089-7690. DOI : 10.1063/1.1329672.
- [104] Y. MISHIN et al. “Stick-Slip Behavior of Grain Boundaries Studied by Accelerated Molecular Dynamics”. en. In : *Physical Review B* 75.22 (juin 2007), p. 224101. ISSN : 1098-0121, 1550-235X. DOI : 10.1103/PhysRevB.75.224101.
- [105] Jian HAN, Spencer L. THOMAS et David J. SROLOVITZ. “Grain-Boundary Kinetics : A Unified Approach”. en. In : *Progress in Materials Science* 98 (oct. 2018), p. 386-476. ISSN : 00796425. DOI : 10.1016/j.pmatsci.2018.05.004.
- [106] Donald W. MARQUARDT. “An Algorithm for Least-Squares Estimation of Nonlinear Parameters”. In : *Journal of the Society for Industrial and Applied Mathematics* 11.2 (1963), p. 431-441. ISSN : 0368-4245.
- [107] Eli POLLAK, Anthony AUERBACH et Peter TALKNER. “Observations on Rate Theory for Rugged Energy Landscapes”. en. In : *Biophysical Journal* 95.9 (nov. 2008), p. 4258-4265. ISSN : 0006-3495. DOI : 10.1529/biophysj.108.136358.
- [108] Emmanuel CLOUET. “The Vacancy - Edge Dislocation Interaction in Fcc Metals : A Comparison between Atomic Simulations and Elasticity Theory”. en. In : *Acta Materialia* 54.13 (août 2006), p. 3543-3552. ISSN : 13596454. DOI : 10.1016/j.actamat.2006.03.043. arXiv : cond-mat/0607194.
- [109] Gim S. CHEN et al. “Growth of Nickel-Base Superalloy Bicrystals by the Seeding Technique with a Modified Bridgman Method”. en. In : *Journal of Crystal Growth* 179.3-4 (août 1997), p. 635-646. ISSN : 00220248. DOI : 10.1016/S0022-0248(97)00134-6.
- [110] David B. WILLIAMS et C. Barry CARTER. *Transmission Electron Microscopy : A Textbook for Materials Science*. en. 2. ed. New York : Springer, 2009. ISBN : 978-0-387-76500-6 978-0-387-76502-0 978-0-387-76501-3.
- [111] J.P. COUZINIÉ, B. DÉCAMPS et L. PRIESTER. “Interaction of Dissociated Lattice Dislocations with a  $\Sigma=3$  Grain Boundary in Copper”. en. In : *International Journal of Plasticity* 21.4 (avr. 2005), p. 759-775. ISSN : 07496419. DOI : 10.1016/j.ijplas.2004.04.013.

- 
- [112] P. HUMBLE et C. T. FORWOOD. “Identification of Grain Boundary Dislocations : I. The Simultaneous Two-Beam Method for Obtaining Experimental and Computed Electron Micrographs”. en. In : *Philosophical Magazine* 31.5 (mai 1975), p. 1011-1023. ISSN : 0031-8086. DOI : 10.1080/00318087508226826.
- [113] K. MARUKAWA. “A New Method of Burgers Vector Identification from Electron Microscope Images”. en. In : *Philosophical Magazine A* 40.3 (sept. 1979), p. 303-312. ISSN : 0141-8610, 1460-6992. DOI : 10.1080/01418617908234842.
- [114] Rui-Xun XIE et al. “A General and Robust Analytical Method for Interface Normal Determination in TEM”. en. In : *Ultramicroscopy* 215 (août 2020), p. 113009. ISSN : 03043991. DOI : 10.1016/j.ultramic.2020.113009.
- [115] A. COUJOU et al. “Determination of the Local Tensile Axis Direction in a Tem in Situ Strained  $\Gamma'$  Single Crystal—a Finite Element Approach”. en. In : *Acta Metallurgica et Materialia* 38.5 (mai 1990), p. 825-837. ISSN : 0956-7151. DOI : 10.1016/0956-7151(90)90036-G.
- [116] J. WANG et al. “Dislocation Structures of  $\Sigma 3$  {112} Twin Boundaries in Face Centered Cubic Metals”. en. In : *Applied Physics Letters* 95.2 (juil. 2009), p. 021908. ISSN : 0003-6951, 1077-3118. DOI : 10.1063/1.3176979.
- [117] R. C. GIFKINS. “Grain-Boundary Sliding and Its Accommodation during Creep and Superplasticity”. en. In : *Metallurgical Transactions A* 7.8 (août 1976), p. 1225-1232. ISSN : 1543-1940. DOI : 10.1007/BF02656607.
- [118] R. C. POND, D. A. SMITH et P. W. J. SOUTHERDEN. “On the Role of Grain Boundary Dislocations in High Temperature Creep”. en. In : *Philosophical Magazine A* 37.1 (jan. 1978), p. 27-40. ISSN : 0141-8610, 1460-6992. DOI : 10.1080/01418617808239160.
- [119] Z.-H. JIN et al. “Interactions between Non-Screw Lattice Dislocations and Coherent Twin Boundaries in Face-Centered Cubic Metals”. en. In : *Acta Materialia* 56.5 (mar. 2008), p. 1126-1135. ISSN : 13596454. DOI : 10.1016/j.actamat.2007.11.020.
- [120] S. POULAT, B. DÉCAMPS et L. PRIESTER. “Weak-Beam Transmission Electron Microscopy Study of Dislocation Accommodation Processes in Nickel  $\Sigma = 3$  Grain Boundaries”. In : *Philosophical Magazine A* 77.6 (juin 1998), p. 1381-1397. ISSN : 0141-8610. DOI : 10.1080/01418619808214259.
- [121] Z. SHEN, R. H. WAGONER et W. A. T. CLARK. “Dislocation and Grain Boundary Interactions in Metals”. en. In : *Acta Metallurgica* 36.12 (déc. 1988), p. 3231-3242. ISSN : 0001-6160. DOI : 10.1016/0001-6160(88)90058-2.
- [122] M. CHASSAGNE, M. LEGROS et D. RODNEY. “Atomic-Scale Simulation of Screw Dislocation/Coherent Twin Boundary Interaction in Al, Au, Cu and Ni”. en. In : *Acta Materialia* 59.4 (fév. 2011), p. 1456-1463. ISSN : 13596454. DOI : 10.1016/j.actamat.2010.11.007.
- [123] Z.-H. JIN et al. “The Interaction Mechanism of Screw Dislocations with Coherent Twin Boundaries in Different Face-Centred Cubic Metals”. en. In : *Scripta Materialia* 54.6 (mar. 2006), p. 1163-1168. ISSN : 13596462. DOI : 10.1016/j.scriptamat.2005.11.072.
- [124] Maxime DUPRAZ, Satish I. RAO et Helena VAN SWYGENHOVEN. “Large Scale 3-Dimensional Atomistic Simulations of Screw Dislocations Interacting with Coherent Twin Boundaries in Al, Cu and Ni under Uniaxial and Multiaxial Loading Conditions”. en. In : *Acta Materialia* 174 (août 2019), p. 16-28. ISSN : 13596454. DOI : 10.1016/j.actamat.2019.05.025.



- [125] M. ELKAJBAJI et J. THIBAUT-DESSEAUX. "Interactions of Deformation-Induced Dislocations with  $\Sigma = 9(122)$  Grain Boundaries in Si Studied by HREM". en. In : *Philosophical Magazine A* 58.2 (août 1988), p. 325-345. ISSN : 0141-8610, 1460-6992. DOI : 10.1080/01418618808209929.
- [126] M. CARRARD et J. L. MARTIN. "A Study of (001) Glide in [112] Aluminium Single Crystals : I. Creep Characteristics". en. In : *Philosophical Magazine A* 56.3 (sept. 1987), p. 391-405. ISSN : 0141-8610, 1460-6992. DOI : 10.1080/01418618708214395.
- [127] A. COURET et D. CAILLARD. "Microscopic Observations of Glide in Non Close-Packed Planes in Aluminium, and Comparison with Magnesium". en. In : *Acta Metallurgica* 36.9 (sept. 1988), p. 2515-2524. ISSN : 0001-6160. DOI : 10.1016/0001-6160(88)90197-6.
- [128] Dengke CHEN, Shuozhi XU et Yashashree KULKARNI. "Atomistic Mechanism for Vacancy-Enhanced Grain Boundary Migration". In : *Physical Review Materials* 4.3 (mar. 2020), p. 033602. DOI : 10.1103/PhysRevMaterials.4.033602.
- [129] Z. T. TRAUTT et al. "Coupled Motion of Asymmetrical Tilt Grain Boundaries : Molecular Dynamics and Phase Field Crystal Simulations". en. In : *Acta Materialia* 60.19 (nov. 2012), p. 6528-6546. ISSN : 1359-6454. DOI : 10.1016/j.actamat.2012.08.018.
- [130] S. J. FENSIN, M. ASTA et R. G. HOAGLAND. "Temperature Dependence of the Structure and Shear Response of a  $\Sigma 11$  Asymmetric Tilt Grain Boundary in Copper from Molecular-Dynamics". In : *Philosophical Magazine* 92.34 (déc. 2012), p. 4320-4333. ISSN : 1478-6435. DOI : 10.1080/14786435.2012.705911.

# Elementary mechanisms of shear coupled grain boundary migration

The shear coupled grain boundary migration of aluminium bicrystals has been investigated at the microscopic level using a double approach combining atomistic simulations of molecular dynamic and in-situ straining experiments in the transmission electron microscope (TEM).

With the simulations we have characterized the effect of the introduction of a sessile disconnections dipole in a  $\Sigma 41[001](540)$  symmetric tilt grain boundary (GB). The minimum energy path as well as the microscopic mechanism of the GB migration has been revealed using the Nudged Elastic Band method. The description of the migration mechanism through disconnection composition / decomposition and propagation has proven fruitful. In particular it shows that the disconnections dipole acts as a favored site for the nucleation of mobile disconnections that carry the GB migration. Despite the fact that only a tiny effect on the yield stress of the GB migration is calculated it appears that the activation energy is significantly lowered by a factor that can be of the order of 0,65 comparing to the value of the ideal GB migration case. Moreover it is also shown that a preexisting disconnection gliding in the GB experience a friction force from the disconnection dipole emphasising the ambivalent role of this defect concerning the GB dynamic.

In-situ TEM straining experiments have been performed using thin foils extracted from two different bicrystals : the  $\Sigma 3[110](1\bar{1}1)$  (known as a twin boundary) and the  $\Sigma 41[001](540)$ . The samples were deformed under tensile stress in the microscope at temperatures ranging from 280°C to 480°C. Globally the  $\Sigma 3[110](1\bar{1}1)$  GB showed a very low mobility, however some nanofacets associated with intergranular dislocations were seen to occasionally move in the GB. Yet an intense activity of several disconnections families has been observed among which the  $\frac{1}{6} \langle 211 \rangle$  type family that has been identified using the asymetry of their TEM contrast under several diffraction vectors ( $\mathbf{g}$ ). These results are compatible with the presence in the GB of a combination of steps of different height and sign. The straining of the  $\Sigma 41[001](540)$  GB sometimes results in its shear coupled migration with a measured coupling factor close to a predicted value of the disconnection model. In both bicristals it appears that the GB dynamic and its disconnection distribution are correlated to the interactions with the neighboring defects like subgrain boundaries and intragranular dislocations. Examples of such interactions are described and their possible implication in the GBs migration is discussed. Finally a particular configuration consisting in an irregular hexagonal network of disconnections observed in the  $\Sigma 3[110](1\bar{1}1)$  GB is analyzed. With the use of the TEM contrasts it has been possible to determine that this network is made of three families of  $\frac{1}{6} \langle 211 \rangle$  type disconnections (the potential role of such a regular and extended network in the accommodation of a slight deviation in the GB plane orientation is also discussed).

# Mécanismes élémentaires de la migration des joints de grains couplée au cisaillement

La migration de joint de grains couplée au cisaillement dans des bicristaux d'aluminium a été étudiée à l'échelle microscopique par une double approche mêlant des simulations atomistiques de dynamique moléculaire et des expériences de déformation in-situ dans le microscope électronique en transmission (MET).

Les simulations ont consisté en la caractérisation de l'effet de l'introduction d'un dipôle de disconnexions sessiles sur la migration du joint de flexion symétrique  $\Sigma 41[001](540)$  à 0 K. L'utilisation de la technique Nudged Elastic Band a permis de déterminer le chemin d'énergie minimum de la migration et de révéler le mécanisme microscopique sous-jacent. La description de ce dernier en terme de composition / décomposition et propagation des disconnexions s'avère fructueuse et montre en particulier que le dipôle introduit agit comme un site de nucléation préférentiel pour les disconnexions mobiles réalisant la migration. Bien que l'introduction du dipôle ait peu d'effet sur la contrainte critique de migration il apparaît en revanche que l'impact sur l'énergie d'activation soit plus conséquent avec une diminution pouvant être de l'ordre de 0,65 par rapport à valeur calculée pour la migration du joint idéal. Par ailleurs il est aussi montré qu'une disconnection préexistante glissant dans le joint subit une force de friction de la part du dipôle soulignant l'ambivalence de ce défaut sur la dynamique du joint.

Les expériences de déformation in-situ MET sont conduites sur des lames minces extraites de deux bicristaux différents : le  $\Sigma 3[110](1\bar{1}1)$  (joint de macle) et le  $\Sigma 41[001](540)$ . Au microscope les lames sont sollicitées en traction sous des températures situées entre 200°C et 480°C. Le joint  $\Sigma 3[110](1\bar{1}1)$  se montre globalement assez peu mobile malgré l'observation de nanofacettes associées à des dislocations intergranulaires se déplaçant occasionnellement. D'un autre côté une intense activité de plusieurs familles de disconnexions en mouvement dans le joint est observée dont une famille de type  $\frac{1}{6} \langle 211 \rangle$  identifiée par l'analyse de l'asymétrie de leur contraste pour différents vecteurs de diffraction ( $\mathbf{g}$ ). Ces résultats sont compatibles avec la présence d'un mélange de marches de signe et hauteur différents au sein d'une même famille. La traction du joint  $\Sigma 41[001](540)$  a parfois montré des événements de migration couplée au cisaillement dont la valeur du couplage mesuré est proche de prédictions effectuées à partir du modèle des disconnexions. Dans les deux bicristaux étudiés il est remarqué que la dynamique du joint ainsi que la distribution des disconnexions dans son plan sont corrélés aux interactions avec défauts environnants tels que les dislocations intragranulaires ou les sous-joints. Des exemples de telles interactions sont décrits et leur rôle possible dans la migration des joints discuté. Enfin une configuration particulière des disconnexions, en réseau d'hexagones irréguliers, observée dans le joint  $\Sigma 3[110](1\bar{1}1)$  est analysée. L'exploitation des contrastes MET permet de conclure qu'il s'agit de trois familles de disconnexions de type  $\frac{1}{6} \langle 211 \rangle$  (le rôle potentiel d'un tel réseau régulier et étendu dans l'accommodation d'une légère déviation dans l'orientation du plan du joint est aussi discuté).