



HAL
open science

Caractérisation optique des déformations à l'échelle nanométrique

Joseph Marae Djouda

► **To cite this version:**

Joseph Marae Djouda. Caractérisation optique des déformations à l'échelle nanométrique. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Université de Technologie de Troyes, 2016. Français. NNT : 2016TROY0005 . tel-03361312

HAL Id: tel-03361312

<https://theses.hal.science/tel-03361312v1>

Submitted on 1 Oct 2021

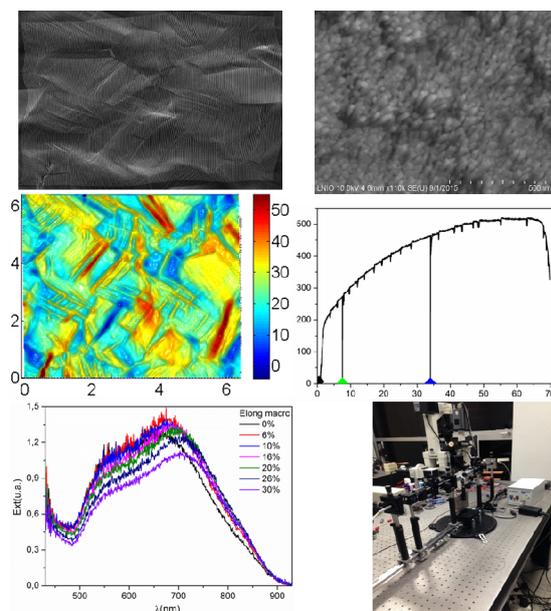
HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

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
de doctorat
de l'UTT

Joseph MARAE DJOUDA

Caractérisation optique des déformations à l'échelle nanométrique



Spécialité :
Matériaux, Mécanique, Optique et Nanotechnologie

2016TROY0005

Année 2016

THESE

pour l'obtention du grade de

DOCTEUR de l'UNIVERSITE DE TECHNOLOGIE DE TROYES

Spécialité : MATERIAUX, MECANIQUE, OPTIQUE ET NANOTECHNOLOGIE

présentée et soutenue par

Joseph MARAE DJOUDA

le 22 avril 2016

Caractérisation optique des déformations à l'échelle nanométrique

JURY

M. P.-M. ADAM	PROFESSEUR DES UNIVERSITES	Président
M. T. BÜRGI	PROFESSEUR	Examineur
M. J. CRÉPIN	DIRECTEUR DE RECHERCHE CNRS	Rapporteur
M. É. FINOT	PROFESSEUR DES UNIVERSITES	Rapporteur
M. Y. MADI	ENSEIGNANT CHERCHEUR EPF	Directeur de thèse
M. G. MONTAY	MAITRE DE CONFERENCES - HDR	Directeur de thèse
M. F. PIERRON	PROFESSOR	Examineur
M. Y. SURREL	DOCTEUR - HDR	Examineur

Personnalités invitées

M. T. MAURER	MAITRE DE CONFERENCES
M. B. PANICAUD	PROFESSEUR DES UNIVERSITES

A ma famille

A mon épouse, Mamotue Merline

Remerciements

Le travail présenté dans ce manuscrit a été réalisé à l'Université de Technologie de Troyes entre le LASMIS et le LNIO qui sont les laboratoires de mécanique et d'optique et nanotechnologie respectivement. J'ai bénéficié de l'encadrement de messieurs Guillaume Montay (LASMIS), Yazid Madi (EPF école d'ingénieurs) et Thomas Maurer (LNIO). Je tiens à leurs remercier pour l'encadrement et l'implication de chacun d'entre eux. J'exprime ma gratitude à monsieur Thomas Maurer pour m'avoir accordé sa confiance en me choisissant comme candidat pour cette thèse, en me laissant la liberté d'explorer mes idées au cours de la thèse et pour les encouragements pendant les moments difficiles.

Je suis très honoré par tous les membres de mon Jury qui a été présidé par le Professeur Pierre-Michel Adam de l'Université de Technologie de Troyes à qui j'exprime ici toute ma gratitude. Je remercie sincèrement messieurs Eric Finot, Professeur à l'Université de Bourgogne et Jérôme Crépin, Directeur de recherche à l'école de Mines de Paris pour avoir rapporté cette thèse et aussi pour toutes les remarques et discussions. J'exprime ma gratitude à messieurs Yves Surrel, Docteur-HDR, Thomas Burgui, Professeur à l'Université de Genève, Fabrice Pierron, Professeur à l'Université de Southampton pour avoir examiné ce travail de thèse. Je suis également reconnaissant à messieurs Benoit Panicaud, Professeur à l'Université de Technologie de Troyes et Thomas Maurer, Maître de Conférences à l'Université de Technologie de Troyes pour leur participation au jury en tant qu'invités.

Au cours de cette thèse, j'ai travaillé avec des personnes de divers laboratoires de France et étrangers. J'aimerais ici leurs exprimer mes remerciements pour tous ces moments passés dans les salles blanches, les salles de microscopie ou tout simplement les salles de café ☺.

Tout d'abord, les ingénieurs du LNIO, Jérémie Beal, Régis Deturche et Sergei Kostcheev. Je remercie tout particulièrement Jérémie Beal pour tout son soutien en nanofabrication et sa perspicacité. Je remercie monsieur Pierre-Michel Adam pour avoir partagé avec moi sa grande expérience en optique et instrumentation optique. Je le remercie aussi de m'avoir permis d'effectuer des expériences en optique non linéaire à l'Université de Tübingen pendant lesquelles j'ai beaucoup appris. Je suis très reconnaissant envers monsieur Gilles Lerondel pour les conseils et discussions que nous avons eu au début de ma thèse.

Au LASMIS, je remercie monsieur Benoit Panicaud qui m'a aidé dans le développement du code de traitement des déformations à partir des images MEB. L'équipe s'est agrandie durant le stage de Mélina Kronis par monsieur Emmanuel Guyot, madame Léa Lejoncour et monsieur Tao Zhaojun. Je tiens à féliciter Mélina Kronis pour la qualité de son travail. Je tiens à remercier également monsieur Manuel François pour toutes les discussions qui m'ont aidées à orienter mes travaux tout au long de ma thèse. Un grand merci à monsieur François Weil pour son aide précieuse à l'usinage des échantillons et à la fabrication des pièces pour divers montages élaborés pendant ma thèse.

Au Centre des Matériaux de l'école de Mines de Paris, je remercie monsieur Fabrice Gaslain pour tous les essais de traction in situ sous MEB que nous avons réalisés, pour les conseils et pour le soutien.

A l'Université de Lille, je remercie monsieur Gaëtan Leveque qui a réalisé toutes les simulations optiques de ce manuscrit.

Je tiens à remercier monsieur Roberto Caputo de l'Université de Calabre pour tout son soutien que ce soit pour les manip de la fin de la thèse ou pour leur interprétation.

Je remercie les membres des laboratoires LASMIS et LNIO pour la bonne ambiance durant ces années de thèse.

Je remercie mes amis Léa Lejoncour, Jérôme Poulet et Jérémie Joubert pour leur soutien et tous les bons moments passés ensemble. Et aussi pour les discussions plus philosophiques les unes que les autres. Jérémie merci de m'avoir fait voir les « sciences sociales » différemment.

Je remercie monsieur Esidor Ntsoenzok de m'avoir fait l'honneur de sa présence à ma soutenance de thèse. Et aussi un grand merci à tous mes amis de l'Université de Yaoundé I et d'Orléans pour tout.

Je tiens à remercier mon épouse de m'avoir encouragé et pour son soutien inconditionnel. Je suis également très admiratif de sa grande patience.

Je suis persuadé qu'il n'est pas possible de citer toutes les personnes que j'ai rencontrées pendant cette thèse. C'est pourquoi je prie toutes celles que j'ai omis de trouver ici toute ma gratitude ... et sachez que les mots ne suffisent pas toujours pour décrire les brefs moments partagés de satisfaction d'un résultat scientifique ou d'une idée naissante au cours d'une discussion.

Table de matières

Remerciements.....	v
Table de matières.....	vii
Introduction générale.....	1
Partie I : Utilisation des nanoparticules comme nanomarqueurs.....	7
Chapitre 1 : Revue Bibliographique.....	10
1. Les matériaux utilisés.....	10
1.1. Les alliages inoxydables.....	11
1.1.1. Les aciers inoxydables austénitiques.....	12
1.1.2. L'acier austéno-ferritique UR45N vieilli.....	14
1.2. Les polymères.....	16
1.2.1. Le polydiméthylsiloxane (PDMS).....	17
1.2.2. Le polyéthylène téréphtalate.....	17
2. L'essai de traction uniaxiale.....	18
3. Les méthodes locales de mesures de déformations.....	20
3.1. Méthodes basée sur l'utilisation d'un motif aléatoire.....	20
3.1.1. Les techniques d'interférométrie de speckle.....	20
3.1.2. La corrélation d'image numérique.....	24
3.2. Méthodes basée sur l'utilisation d'un motif périodique.....	28
3.2.1. Analyse par transformée de Fourier.....	29
3.2.2. Moiré géométrique.....	29
3.2.3. Le Moiré interférométrique.....	31
4. Techniques d'encodage de réseaux pour l'analyse locale de déformations...	34
4.1. Les réseaux désordonnés.....	35
4.2. Les réseaux ordonnés.....	36
5. La technique EBSD : application à l'analyse des déformations.....	37
6. Conclusion.....	39
Chapitre 2 : Présentation de la méthode de caractérisation de déformations locales.....	48
1. Introduction.....	48
2. Présentation de la méthode d'analyse de champs cinématiques.....	49
2.1. Utilisation des réseaux périodiques.....	49
2.2. Description de la méthode.....	50

2.2.1. Dépôt des nanoparticules métalliques par lithographie électronique.....	50
2.2.2. Traction in situ sous MEB.....	51
2.2.3. Extraction des positions de nanoparticules.....	53
2.2.4. Calcul des champs cinématiques.....	55
2.3. Analyse des résultats.....	64
2.3.1. Comparaison entre les évolutions microscopiques et macroscopiques....	64
2.3.2. Hétérogénéités.....	66
3. Conclusions.....	68
Chapitre 3 : Analyse approfondie de la microstructure de l'acier 316L	73
couplée à l'EBSD.....	
1. Présentation de l'expérience.....	73
2. Observation de la microstructure au cours de l'essai.....	75
2.1. Partie I de l'essai.....	76
2.2. Partie II de l'essai.....	78
2.3. Partie III de l'essai.....	80
3. Analyse des déformations.....	83
3.1. Analyse des déformations dans la direction de traction.....	84
3.2. Analyse des déformations ε_{xy}	89
3.3. Analyse des déformations dans la direction transverse.....	93
4. Analyse statistique des déformations.....	96
5. Analyse des distorsions.....	101
6. Ecrouissage macroscopique.....	104
7. Analyse cristallographique et comparaison avec les champs cinématiques...	105
7.1. Figure de pôle inverse.....	105
7.2. Les désorientations.....	106
7.3. Figure de pôle.....	108
8. La méthode NanoDefCristallo.....	109
9. Conclusion.....	111
Chapitre 4 : Application de la méthode « NanoDefCristallo » à la	118
caractérisation de l'UR45N.....	
1. Introduction.....	118
2. Bref rappel sur l'essai	118
3. Observation de la microstructure à partir de cartographies MEB.....	120
3.1. Microstructure de la zone du réseau.....	120

3.2. Partie I de l'essai.....	121
3.3. Partie II de l'essai.....	123
3.4. Partie III de l'essai.....	125
4. Analyses des cartes 2D des déformations.....	127
4.1. Evolution des déformations ε_{xx}	127
4.1.1. Partie I de l'essai.....	127
4.1.2. Partie II de l'essai.....	131
4.1.3. Partie III de l'essai.....	134
4.2. Evolution du cisaillement.....	135
4.2.1. Partie I de l'essai.....	135
4.2.2. Partie II de l'essai.....	139
4.2.3. Partie III de l'essai.....	142
4.3. Suivi des déformations dans la direction transverse.....	142
4.3.1. Partie I de l'essai.....	143
4.3.2. Partie II de l'essai.....	146
4.3.3. Partie III de l'essai.....	149
5. Analyse des déformations.....	149
6. Discussion.....	151
7. Analyse EBSD et comparaison avec les champs de déformations.....	153
7.1. Figures de pôle inverse.....	154
7.1.1. Phase austénitique.....	154
7.1.2. Phase ferritique.....	156
7.2. Désorientation.....	156
7.2.1. Phase austénitique.....	157
7.2.2. Phase ferritique.....	158
7.3. Facteur de qualité de l'image.....	159
7.3.1. Phase austénitique.....	159
7.3.2. Phase ferritique.....	160
Conclusions.....	160
Partie II : Utilisation des propriétés optiques de nanoparticules pour la mesure de déformations.....	165
Chapitre 5 : Vers un capteur plasmonique de déformation ?.....	170
1. Capteurs de déformations existants.....	170
1.1. Capteurs à jauges de contrainte.....	170

1.2. Les réseaux de Bragg fibrés.....	171
2. Les propriétés optiques des nanoparticules d'or.....	172
2.1. Les plasmons dans une nanoparticule d'or.....	172
2.1.1. Le modèle de Drude des métaux.....	172
2.1.2. Les plasmons de volume.....	174
2.1.3. Les plasmons de surface dans les films métalliques.....	174
2.1.4. Les plasmons localisés de surface.....	176
2.2. La règle plasmonique.....	181
2.2.1. Cas des dimères.....	182
2.2.2. Cas des réseaux de monomères.....	185
3. Capteurs plasmoniques de déformations.....	186
3.1. Développement récent de la plasmonique pour des applications de mesures de déformations.....	186
3.1.1. Variation d'absorption d'un de nanoparticules.....	186
3.1.2. Variation du couplage dans les directions longitudinale et transverse au cours de la déformation.....	187
3.2. Pré-étude à partir de la règle plasmonique.....	190
3.2.1. La forme des nanoparticules et les substrats.....	190
3.2.2. La taille des nanoparticules.....	190
3.2.3. Les nanoparticules couplées.....	192
3.2.4. Les nanoparticules non couplées.....	193
4. Etude expérimentale.....	195
4.1. Le dispositif expérimental.....	195
4.1.1. La spectroscopie d'extinction.....	195
4.1.2. Présentation du dispositif expérimental.....	195
4.2. Mesures résolues en angle.....	197
4.2.1. Résultats expérimentaux.....	198
4.2.2. Simulations numériques.....	200
4.3. Suivi des propriétés optiques au cours d'un essai de traction.....	202
4.3.1. Présentation de la configuration des nanoparticules.....	202
4.3.2. Résultats de la traction uniaxiale.....	204
4.3.3. Caractéristiques du capteur de déformations.....	210
5. Conclusion.....	210

Introduction générale

Le développement technologique actuel s'accompagne d'exigences en termes de fiabilité et de sécurité de systèmes. Les dispositifs technologiques sont de plus en plus performants et peuvent présenter des dommages importants en cas de défaillance. C'est le cas par exemple des centrales nucléaires, ou des réacteurs d'avions, ou de l'industrie de la microélectronique pour ne citer que ceux-ci. Les composants de la microélectronique par exemple subissent des cycles thermiques qui peuvent générer des fissures au cours de leur élaboration. La caractérisation de ces fissures est importante pour assurer l'intégrité des systèmes dans lesquels les composants seront incorporés. En considérant cette fois-ci l'exemple des centrales nucléaires, les alliages utilisés au niveau des circuits primaires de refroidissement subissent des contraintes thermiques, mécaniques et chimiques au cours du fonctionnement. La résistance des alliages diminue à cause de l'oxydation. Il est donc important d'avoir une bonne connaissance du comportement des matériaux que l'on utilise dans de telles structures qui sont très sensibles. La compréhension du comportement macroscopique d'un matériau passe par une bonne compréhension des propriétés des constituants de sa microstructure. L'étude des propriétés de la microstructure ou de manière globale la mesure de déformations locales s'effectue par les mesures locales de champs cinématiques. L'enjeu dans les mesures locales de champs est d'avoir une meilleure compréhension des phénomènes à l'échelle de la microstructure afin de mieux expliquer le comportement macroscopique, ce qui est capital pour l'ingénierie et l'utilisation des matériaux. Elles permettent ainsi de suivre les déformations à l'échelle micrométrique voir nanométrique. De nombreux travaux ont eu pour but de développer des approches permettant la mesure des champs cinématiques locaux. Parmi ces approches, on peut citer entre autres la corrélation d'images numérique (CIN), les techniques interférométriques et les techniques de grilles. La CIN permet d'obtenir les champs cinématiques à partir d'images acquises à différents niveaux d'une sollicitation mécanique d'une éprouvette (Lucas and Kanade 1981; Sutton et al. 1983). L'intense activité autour de la CIN est justifiée par ses avantages nombreux (Grédiac and Hild 2011). Elle se présente aujourd'hui comme une technique robuste. L'interférométrie de speckle ou ESPI (de l'anglais Electronic Speckle Pattern Interferometry) appartient à la famille des techniques interférométriques, elle exploite les propriétés d'une lumière cohérente à la surface d'une surface rugueuse (Wykes 1982). Elle est adaptée à la mesure locale des déformations. La technique de grilles quant à elle met à profit les déformations solidaires d'un réseau déposé à la surface d'une éprouvette (Carolan et al. 1992; Allais et al. 1994). Elle est facile de mettre en œuvre et bénéficie des performances des techniques d'acquisitions et de dépôts à la surface d'éprouvettes. L'ensemble des techniques généralement utilisées en métrologie présente chacune des avantages et des inconvénients dans la mesure des déformations. Les mesures locales de déformations peuvent aussi permettre le contrôle des structures au cours de leur fonctionnement. C'est le cas des capteurs de déformations tels que les jauges résistives ou les réseaux de Bragg fibrés qui sont utilisés soit pour l'étude des déformations locales ou pour le suivi des performances d'une structure (Structural Health Monitoring ou SHM en anglais).

En parallèle, les nanotechnologies ont connu un essor sans précédent au cours de ces vingt dernières années. Cet essor est d'autant plus important car il touche différents domaines. Dans la dénomination nanotechnologie, le terme « nano » fait référence à la taille du dispositif ou des éléments constituant le dispositif dont une des dimensions est comparable à la fraction du micromètre. À cette échelle, de nouvelles propriétés différentes de celles observées à l'échelle macroscopique apparaissent et sont exploitées dans diverses applications. On peut par exemple parler des propriétés magnétiques des couches minces et des nanostructures magnétiques (Šafařík and Šafaříková 2002; Pankhurst et al. 2003), des propriétés optiques de nanoparticules (NPs) ou de couches minces de métaux nobles (Kelly

et al. 2003; Rechberger et al. 2003), des propriétés électroniques (Castro Neto et al. 2009), des propriétés de catalyses des nanoparticules,...

Au sein des nanotechnologies, un nouveau domaine a émergé il y'a une quinzaine d'année et concentre une activité de recherche importante. Il s'agit de la plasmonique, elle traite des interactions de la lumière avec les NPs métalliques. Au cours de ces interactions le champ électromagnétique est fortement confiné autour des NPs et s'accompagne de l'exaltation des propriétés optiques (Maier and Atwater 2005). La lumière incidente est fortement absorbée ou fortement diffusée à la résonance plasmonique. Ces propriétés optiques sont exploitées dans des applications de biocapteurs (Hirsch et al. 2003), d'énergie (Atwater and Polman 2010), d'optique guidé (Delacour et al. 2010), de magnétisme (Maurer et al. 2007),... Les propriétés optiques de NPs dépendent de la taille, de la forme des NPs, de la distance entre NPs et du milieu les environnant. L'évolution de ces propriétés optiques, notamment la résonance plasmonique a été largement étudiée en fonction de la distance entre NPs (Sönnichsen et al. 2005; Jain, Huang, and El-Sayed 2007). Les NPs interagissent avec le rayonnement incident et entre elles lorsqu'elles sont proches, la force de ce couplage est fonction de la distance entre NPs (gap). La position de la résonance plasmonique d'une NP diffère de celle de NPs couplées. La règle plasmonique (plasmon ruler equation) décrit l'évolution de la position de la résonance plasmonique de NPs proches, elle stipule que le décalage de la position de la résonance plasmonique en fonction du gap évolue comme une exponentielle décroissante. Cette équation est fortement utilisée dans les applications capteurs en biologie (Sönnichsen et al. 2005; Jun et al. 2009).

Dans cette thèse, la problématique est de savoir s'il est possible de corréler le suivi de déformations et la plasmonique. L'idée est alors d'établir un lien entre les variations de distance entre NPs et les déplacements, ainsi les déformations. Pour ce faire, deux approches toutes basées sur l'utilisation d'un réseau de NPs ont été étudiées. Dans la première approche, le paramètre de taille (nanométrique) des NPs dans un réseau permet de rendre compte des déplacements sub-micrométriques. Les champs cinématiques locaux sont alors obtenus. Les résultats de cette partie permettent aussi d'étalonner la deuxième approche, en effet ils montrent comment se déplacent les NPs à la surface de matériaux. Dans la deuxième approche, les propriétés optiques du réseau de NPs sont reliées avec les déformations via les déplacements entre NPs. Nous étudions également la possibilité de mettre en œuvre un capteur de déformation basée sur ce paradigme. L'essai de traction uniaxiale a été utilisé en raison de sa simplicité. Ce travail de thèse est ainsi divisé en deux grandes parties consacrées chacune à une de ces approches.

Dans la première partie, les NPs sont utilisées comme nanomarqueurs de déplacements. Elles permettent alors de suivre les déplacements au sein de la microstructure d'alliages métalliques. Dans le chapitre 1, nous commençons par présenter les différents matériaux utilisés dans cette pour mettre en œuvre les différentes approches de mesures de déformations. Les principales techniques de mesures de champs locaux communément utilisées sont également exposées. Les techniques permettant d'encoder la surface des matériaux sont brièvement rappelées ainsi que la technique de diffraction des électrons diffusés.

Dans le chapitre 2, une méthode de traitement des déformations à l'échelle locale basé sur l'utilisation des NPs comme nanomarqueurs est présentée. Les différentes étapes de celle-ci incluant le dépôt de NPs à la surface de l'éprouvette par lithographie électronique, l'essai de traction in situ dans le microscope électronique à balayage (MEB) et le calcul des champs cinématiques sont exposées. L'influence de l'orientation initiale des joints de grains sur leurs déformations est mise en évidence

ainsi que les hétérogénéités de déformations plastiques à la surface d'un alliage inoxydable austénitique 316L.

Au chapitre 3, nous avons couplé le processus développé au chapitre 2 avec la technique de diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD). Les évolutions des champs cinématiques sont interprétées en tenant compte des informations cristallographiques. Les mesures obtenues par la technique EBSD mettent également en lumière les hétérogénéités des déformations. Le couplage de la traction in situ et de la technique EBSD permet de mettre en évidence l'initiation des déformations aux voisinages des macles à la transition élasto-plastique. Elle permet également de suivre les évolutions des activités de maclages et de glissements qui favorisent l'écrouissage de l'acier inoxydable austénitique 316L au cours d'un essai de traction uniaxiale. Nous avons appelé la méthode ainsi développée, la méthode « NanoDefCristallo ».

Le chapitre 4 traite l'application de la méthode NanoDefCristallo à l'alliage inoxydable austéno-ferritique vieilli UR45N. L'initiation des déformations aux niveaux de chacune des phases a été mise en évidence. Les phénomènes de plasticité au sein des phases ainsi que les mouvements des joints de phases sont analysés. Les champs cinématiques, les informations cristallographiques et le comportement macroscopique du matériau sont également confrontés.

Dans la deuxième partie de ce manuscrit, le couplage plasmonique entre NPs est mis en œuvre pour mesurer les déformations à la surface d'un matériau. Les propriétés optiques des NPs dépendent de plusieurs paramètres propres aux NPs et à leurs arrangements dans le réseau. Nous avons présenté brièvement ces propriétés optiques de NPs notamment la résonance plasmonique. Les quelques travaux visant à utiliser les propriétés optiques de NPs pour la mesure des déformations sont rappelés. Le dispositif expérimental développé pour réaliser les essais de traction in situ avec la mesure d'extinction est présenté. La preuve de concept expérimentale est exposée à la fin de chapitre.

Et nous terminons par une conclusion générale dans laquelle nous faisons le lien entre les deux approches et des perspectives à ce travail. Les annexes permettent aussi d'apporter des détails et des éclairages de certains points abordés dans les chapitres.

References :

- Allais, L., M. Bornert, T. Bretheau, and D. Caldemaison. 1994. "Experimental Characterization of the Local Strain Field in a Heterogeneous Elastoplastic Material." *Acta Metallurgica et Materialia* 42 (11): 3865–80. doi:10.1016/0956-7151(94)90452-9.
- Atwater, Harry a, and Albert Polman. 2010. "Plasmonics for Improved Photovoltaic Devices." *Nature Materials* 9 (3): 205–13. doi:10.1038/nmat2866.
- Carolan, R A, M Egashira, S Kishimoto, and N Shinya. 1992. "The Effect of Grain Boundary Defromation on the Creep Micro-Deformation of Copper." *Acta Materialia* 40 (7): 1629–36.
- Castro Neto, A. H., N. M. R., Peres, K. S., Novoselov, A. K., Geim, and F. Guinea. 2009. "The Electronic Properties of Graphene." *Reviews of Modern Physics* 81 (1): 109–62. doi:10.1103/RevModPhys.81.109.
- Delacour, Cécile, Sylvain Blaize, Philippe Grosse, Jean Marc Fedeli, Aurélien Bruyant, Rafael Salas-Montiel, Gilles Lerondel, and Alexei Chelnokov. 2010. "Efficient Directional Coupling between Silicon and Copper Plasmonic Nanoslot Waveguides: Toward Metal-Oxide-Silicon Nanophotonics." *Nano Letters* 10 (8): 2922–26. doi:10.1021/nl101065q.
- Grédiac, Michel, and François Hild. 2011. *Mesures de Champs et Identification En Mécanique Des Solides. LAVOISIER*.
- Hirsch, Leon R, R J Stafford, J a Bankson, S R Sershen, B Rivera, R E Price, J D Hazle, Naomi J Halas, and J L West. 2003. "Nanoshell-Mediated near-Infrared Thermal Therapy of Tumors under Magnetic Resonance Guidance." *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America* 100 (23): 13549–54. doi:10.1073/pnas.2232479100.
- Jain, Prashant K., Wenyu Huang, and Mostafa a. El-Sayed. 2007. "On the Universal Scaling Behavior of the Distance Decay of Plasmon Coupling in Metal Nanoparticle Pairs: A Plasmon Ruler Equation." *Nano Letters* 7 (7): 2080–88. doi:10.1021/nl071008a.
- Jun, Young-wook, Sassan Sheikholeslami, Daniel R Hostetter, Cheryl Tajon, Charles S Craik, and a Paul Alivisatos. 2009. "Continuous Imaging of Plasmon Rulers in Live Cells Reveals Early-Stage Caspase-3 Activation at the Single-Molecule Level." *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America* 106 (42): 17735–40. doi:10.1073/pnas.0907367106.
- Kelly, K. L., K. Lance Kelly, E. Coronado, L. Zhao, Eduardo Coronado, G. C. Schatz, Lin Lin Zhao, and George C. Schatz. 2003. "The Optical Properties of Metal Nanoparticles: The Influence of Size, Shape, and Dielectric Environment." *Journal of Physical Chemistry B* 107 (3): 668–77. doi:10.1021/jp026731y.
- Lucas, Bruce D., and Takeo Kanade. 1981. "An Iterative Image Registration Technique with an Application to Stereo Vision." In *DARPA Image Understanding Workshop*, 121–30. http://www.ri.cmu.edu/pub_files/pub3/lucas_bruce_d_1981_2/lucas_bruce_d_1981_2.pdf.
- Maier, Stefan a., and Harry a. Atwater. 2005. "Plasmonics: Localization and Guiding of Electromagnetic Energy in Metal/dielectric Structures." *Journal of Applied Physics* 98 (1): 1–11. doi:10.1063/1.1951057.
- Maurer, T., F. Ott, G. Chaboussant, Y. Soumare, J. Y. Piquemal, and G. Viau. 2007. "Magnetic Nanowires as Permanent Magnet Materials." *Applied Physics Letters* 91. doi:10.1063/1.2800786.
- Pankhurst, Q A, J Connolly, S K Jones, and J Dobson. 2003. "Applications of Magnetic Nanoparticles in Biomedicine." *Journal of Physics D: Applied Physics* 36 (13): R167–81. doi:10.1088/0022-

3727/36/13/201.

- Rechberger, W., a. Hohenau, a. Leitner, J. R. Krenn, B. Lamprecht, and F. R. Aussenegg. 2003. "Optical Properties of Two Interacting Gold Nanoparticles." *Optics Communications* 220 (1-3): 137–41. doi:10.1016/S0030-4018(03)01357-9.
- Šafařík, Ivo, and Mirka Šafaříková. 2002. "Magnetic Nanoparticles and Biosciences." In *Nanostructured Materials*, 759:1–23. doi:10.1007/978-3-7091-6740-3_1.
- Sönnichsen, Carsten, Björn M Reinhard, Jan Liphardt, and a Paul Alivisatos. 2005. "A Molecular Ruler Based on Plasmon Coupling of Single Gold and Silver Nanoparticles." *Nature Biotechnology* 23 (6): 741–45. doi:10.1038/nbt1100.
- Sutton, Ma, Wj Wolters, Wh Peters, Wf Ranson, and Sr McNeill. 1983. "Determination of Displacements Using an Improved Digital Correlation Method." *Image and Vision Computing* 1 (3): 133–39. doi:10.1016/0262-8856(83)90064-1.
- Wykes, Catherine. 1982. "Use Of Electronic Speckle Pattern Interferometry (ESPI) In The Measurement Of Static And Dynamic Surface Displacements." *Optical Engineering* 21 (3): 213400. doi:10.1117/12.7972922.

Partie I : Utilisation des nanoparticules comme nanomarqueurs de déplacements

Chapitre 1 : Revue Bibliographique

Table des matières

Chapitre 1 : Revue Bibliographique	10
1. Les matériaux utilisés	10
1.1. Les alliages inoxydables.....	11
1.1.1. Les aciers inoxydables austénitiques.....	12
1.1.2. L'acier austéno-ferritique UR45N vieilli	14
1.2. Les polymères.....	16
1.2.1. Le polydiméthylsiloxane (PDMS).....	17
1.2.2. Le polyéthylène téréphtalate.....	17
2. L'essai de traction uniaxiale.....	18
3. Les méthodes locales de mesures de déformations	20
3.1. Méthodes basées sur l'utilisation d'un motif aléatoire	20
3.1.1. Les techniques d'interférométrie de speckle	20
3.1.2. La corrélation d'image numérique	24
3.2. Méthodes basées sur l'utilisation d'un motif périodique.....	28
3.2.1. Analyse par transformée de Fourier	29
3.2.2. Moiré géométrique	29
3.2.3. Le moiré interférométrique.....	31
4. Techniques d'encodage de réseaux pour l'analyse locale des déformations.....	34
4.1. Les réseaux désordonnés	35
4.2. Les réseaux ordonnés	36
5. La technique EBSD : application à l'analyse des déformations.....	37
6. Conclusion.....	39
References :	40

Chapitre 1 : Revue Bibliographique

Dans cette thèse, le but est de mettre en œuvre des approches nouvelles de caractérisations de déformations à l'échelle locale. Nous exploitons les réseaux de nanoparticules (NPs) métalliques de deux manières : i-) suivi sous MEB du déplacement des NPs par la mesure de la distance centre à centre des NPs, ii-) variation du couplage plasmonique induit par la variation de distances entre NPs lorsque le substrat est soumis à des déformations. Pour mettre en évidence les capacités de chacune de ces approches, nous avons utilisé des matériaux simples et adaptés. L'utilisation des NPs comme nanojauge de déplacements permet de mettre en évidence les déformations au sein de la microstructure. Nous avons utilisé des éprouvettes d'alliages inoxydables austénitiques et duplex austéno-ferritique dans cette approche. Ce choix est motivé par le fait que l'alliage austénitique 316L est un matériau bien connu au laboratoire. Le duplex austéno-ferritique UR45N quant à lui a été étudié par diffraction des rayons X et des neutrons au laboratoire. L'étude de ses déformations aux niveaux des constituants de la microstructure pourrait apporter des informations nouvelles qui aideraient à la bonne compréhension de son comportement. Ce comportement est assez complexe à analyser à cause de la présence de deux phases différentes qui le constituent. Nous avons couplé cette approche à la technique de diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD). Cette dernière apporte des informations cristallographiques du matériau, l'analyse de ces données vis-à-vis des champs cinématiques obtenus via le déplacement des NPs et du comportement macroscopique du matériau permet d'établir des mécanismes locaux de déformations. Dans la mise à profit des propriétés optiques de NPs, notamment la résonance des plasmons localisés de surface, ce sont des matériaux à la fois transparents et élastiques que nous avons choisis dans un premier temps. La transparence permet de réaliser les mesures optiques en transmission. Le polydiméthylsiloxane (PDMS) présente en plus de sa transparence, une bonne élasticité, elle permet d'atteindre des taux importants de déformations. Cependant, il présente des limitations en termes de nanofabrication. Le polyéthylène téréphtalate (PET) est un polymère qui se prête à la lithographie électronique, présente une élasticité et une transparence suffisante. Un mode de chargement simple, la traction uniaxiale a été appliquée, elle permet de valider la méthode. Les modes de chargement plus complexes pourront être utilisés après validation des différentes approches.

Dans la littérature, plusieurs approches de mesure de déformations locales ont été développées. Elles sont séparées en deux grandes familles, les techniques basées sur l'utilisation d'un réseau ordonné et celle mettant en œuvre un réseau désordonné. Dans ce chapitre, nous allons dans un premier temps faire une présentation succincte des matériaux utilisés et des études réalisées dessus. L'essai de traction sera ensuite présenté. Nous présentons les techniques d'analyses locales de déformations à la surface des matériaux. Les avantages et les limites liées à ces différentes techniques seront soulignés. Nous allons exposer le principe de la technique de diffraction des électrons rétrodiffusés. Les propriétés optiques des NPs métalliques ainsi que leur utilisation pour la mesure des déformations vont être introduites au chapitre 5 de ce manuscrit.

1. Les matériaux utilisés

Les alliages inoxydables ont été utilisés pour mettre en évidence les hétérogénéités de déformations au sein de la microstructure, au cours d'un essai de traction uniaxiale. Nous avons utilisé dans un premier temps l'alliage inoxydable austénitique 316L. Il est utilisé dans diverses applications technologiques à cause de ses propriétés mécaniques intéressantes. Le second alliage utilisé présente

plus d'une phase, il s'agit de l'alliage inoxydable duplex austéno-ferritique. Les deux phases ainsi que les joints de phases, présentent des propriétés mécaniques spécifiques au cours de l'essai. Ces deux alliages ont permis de rendre compte de la capacité de l'utilisation de NPs métalliques comme nanomarqueurs dans l'analyse locale des déformations. Cette approche a permis de mettre en évidence les déplacements que peuvent avoir les NPs à la surface d'un matériau au cours d'une sollicitation mécanique.

Les polymères tels que le PDMS et le PET ont été utilisés pour répondre à la question de savoir s'il est possible d'utiliser la résonance des plasmons localisés de surface de NPs, pour la mesure des déformations à la surface des matériaux.

1.1. Les alliages inoxydables

Les aciers inoxydables représentent une famille étendue d'alliages composés de fer et de carbone ayant une proportion en chrome supérieure à 12%. Ils ont été découverts en 1890 par l'allemand Hans Goldschmidt (Desestret and Charles 1990). La très faible proportion en carbone de ces alliages leur procure des propriétés mécaniques exceptionnelles tandis que la teneur en chrome leur confère une bonne résistance en milieux agressifs. Ces propriétés font des aciers inoxydables des matériaux de choix dans divers domaines d'applications telles les industries mécaniques, chimiques (Biehler et al. 2014), biomédicales (Lee et al. 2011; L. Wang et al. 2015), de l'énergie (Buongiorno and MacDonald 2003), et du transport, etc...

En fonction de la composition et de la structure cristallographique, on peut regrouper les aciers inoxydables en quatre grandes catégories : les aciers ferritiques, les aciers martensitiques, les aciers austénitiques et les aciers austéno-ferritiques (ou duplex). Dans le tableau 1.1 sont regroupés les principaux composants chimiques et les fourchettes de compositions de chacune des catégories d'aciers inoxydables (Cunat 2000). La microstructure obtenue pour chaque catégorie est spécifique en termes de taille de grains et texture cristallographique.

Catégorie d'acier	Composition (%pds)				
	C	Cr	Ni	Mo	Autres
Ferrite	<0.1	13 - 30	0 - 5	<5	Ti
Martensite	0.05 – 1.2	12 - 18	<7	-	-
Austénite	<0.2	16 - 35	7 - 26	<6	N, Cu, Ti
Austéno-ferritique	<0.05	18 - 27	4 - 7	<4	N (<0.3)

Tableau 1.1 : fourchette de compositions chimiques des différentes catégories d'aciers inoxydables tirée de la référence Cunat 2000.

Tout comme leur composition, ces alliages inoxydables ont des propriétés mécaniques différentes. Sur la Figure 1.1, on observe le comportement macroscopique typique de ces aciers inoxydables au cours d'un essai de traction uniaxiale.

Les aciers martensitiques présentent une limite élastique et une résistance à la rupture très élevées avec cependant une ductilité très faible. Les aciers ferritiques présentent aussi une limite d'élasticité élevée. Les aciers austénitiques ont une ductilité très importante, une bonne résistance à la rupture avec une limite d'élasticité faible. Les aciers austéno-ferritiques (duplex) combinent à la fois la bonne ductilité des aciers austénitiques, la limite d'élasticité élevée des ferritiques et une bonne dureté.

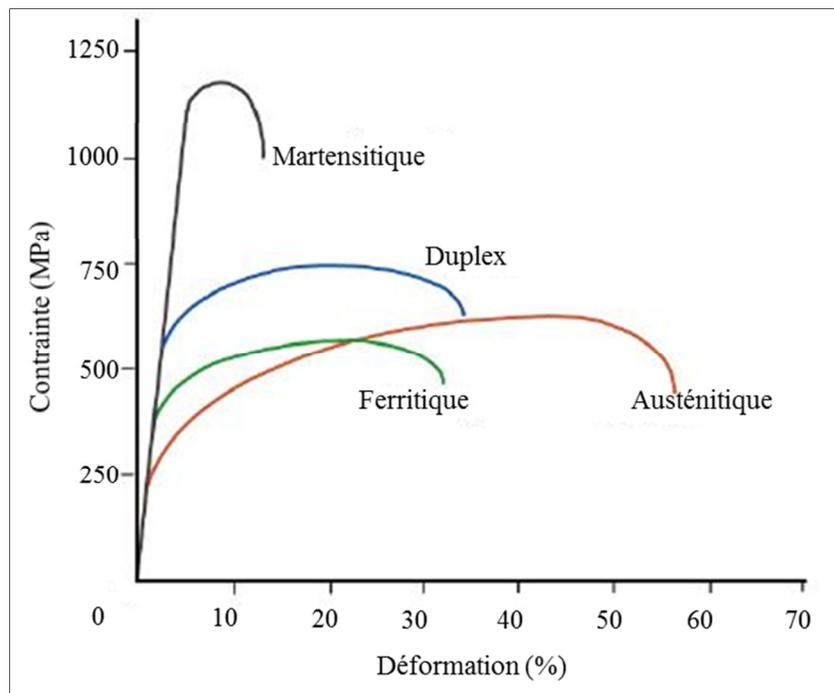


Figure 1.1 : courbes contraintes déformations typiques des différents types d'aciers inoxydables (Leffler 2005)

Nous allons évoquer plus en détail les aciers inoxydables austénitiques et duplex austéno-ferritiques que nous avons utilisés au cours de cette thèse.

1.1.1. Les aciers inoxydables austénitiques

L'acier inoxydable 316L sur lequel nous avons travaillé a été obtenu sous forme de tôle laminée d'un millimètre d'épaisseur. Dans la norme européenne, il est désigné par $X2CrNiMo17-12-2$ ou 316L dans la désignation US (norme américaine). Sa composition chimique est donnée dans le tableau 1.2. La faible proportion de carbone lui procure une grande résistance à la traction. Les proportions en chrome et nickel sont responsables de la résistance à l'oxydation et à la corrosion. Il faut noter qu'il demeure important de limiter la proportion de carbone inférieure à 3%, afin d'éviter la formation de carbure de chrome. Ces derniers sont localisés aux joints et exposent le matériau à la corrosion intergranulaire. Les autres éléments tels que l'azote, le molybdène ou le bore ont une contribution importante aux propriétés de cet alliage. L'azote associé à la faible proportion en carbone permet en effet d'augmenter la limite d'élasticité tandis que le bore contribue à la bonne résistance au fluage. De plus, la structure cristalline cubique à faces centrées (CFC) procure aux aciers austénitiques

une grande ductilité, et une bonne soudabilité comparée aux aciers martensitiques et ferritiques qui cristallisent dans une structure cubique centrée (CC). Au vue de ces différentes propriétés les aciers inoxydables austénitiques dans leur globalité ont une place de choix dans l'industrie, spécifiquement dans les applications nucléaires.

Composés	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	N	Cu	B	Co
Proportions (%)	0,025	0,38	1,33	5,4	0,027	16,70	2,09	10,20	0,03	0,4	0,0006	0,07

Tableau 1.2 : composition chimique de l'acier inoxydable austénitique en pourcentage massique.

1.1.1.1. Propriétés mécaniques des aciers austénitiques

Les propriétés mécaniques des aciers inoxydables dépendent fortement de leur composition chimique. L'énergie de faute d'empilement (EFE ou stacking fault energy en anglais) rend compte de cette composition et permet de prédire les propriétés mécaniques. La EFE peut être calculée de manière empirique par la formulation de Pickering (Pickering 1984):

$$SFE(mJ/m^2) = 25,7 + 2(\%Ni) + 410(\%C) - 0,9(\%Cr) - 77(\%N) - 13(\%Si) - 1,2(\%Mn), \quad (1.1)$$

Elle est faible pour les aciers inoxydables. Les alliages inoxydables présentent une large fourchette de proportions des éléments chimiques, ce qui induit une grande distribution de propriétés mécaniques. Elles sont regroupées dans le tableau 1.3 ci-dessous à la température ambiante et sont aussi valables pour les aciers 304L.

Dénomination AISI (US)	Composition chimique de base	$Rp_{0,2\%}$ (MPa) Minimal	Rm (MPa)	A(%)
304L	18Cr – 9Ni	185	470 – 670	45
316L	17Cr – 12Ni – 2Mo	195	480 – 680	45

Tableau 1.3 : caractéristique mécaniques à la température ambiante des aciers 304L et 316L des aciers à faibles proportions de carbone.

La EFE des aciers 304L et 316L est faible comparée à celle des métaux purs comme l'aluminium (entre 200 et 250 mJ/m²) ou le cuivre (entre 40 et 90 mJ/m²). Elle est comprise entre 17 et 26 mJ/m² pour les aciers 304L et 25 et 64 mJ/m² pour les aciers 316L. Les valeurs plus élevées pour ces derniers se justifient par la proportion en molybdène plus importante. L'alliage 316L qui est utilisé dans cette étude à une valeur de EFE égale à 11,974 mJ/m² par application de la formule 1.1.

1.1.1.2. Mécanismes de déformations des aciers austénitiques

La EFE des aciers austénitiques aussi bien que le mode de sollicitation, la vitesse, la température et l'état de contrainte sont déterminants dans le mécanisme de déformations (Lecroisey

and Pineau 1972; Joly 1992). Plusieurs mécanismes de déformations sont ainsi possibles au cours de la sollicitation, les plus récurrents sont :

i-) le glissement dévié ou planaire,

ii-) le maclage (la formation de macles due aux déformations est différente des macles de croissance au cours de la mise en forme),

iii-) la transformation de phase martensitique induite par déformations, elle se traduit par la formation de la phase martensitique de structure quadratique compacte (QC) au cours de la sollicitation.

De manière globale, les aciers austénitiques ont une faible EFE, elle influence surtout les arrangements des dislocations, la sensibilité de la transformation martensitique et le maclage. Lorsque la valeur de l'EFE est faible, le glissement dévié n'est pas favorable car ..., les dislocations se dissocient facilement en dislocations partielles de type Shockley de vecteur de Burger $\vec{b} = \frac{1}{6} \langle 112 \rangle$ qui ne peuvent pas changer de plan de glissement. Dans ces conditions c'est le glissement planaire qui l'emporte sur le glissement dévié. Les aciers inoxydables austénitiques présentent aussi un écrouissage exceptionnel à la température ambiante. Cette propriété est justifiée par l'activité de maclage et la possibilité de la transformation de phase martensitique $CFC \rightarrow CC$ et $CFC \rightarrow QC$ pendant la déformation plastique.

La transformation de phase induite est déterminée par l'énergie de faute d'empilement de l'acier (Lecroisey and Pineau 1972; Lebedev and Kosarchuk 2000). L'austénite peut se transformer en martensite soit par refroidissement soit par écrouissage. Nous nous intéressons ici principalement à la transformation induite par l'écrouissage, car c'est elle qui pourrait survenir au cours des essais réalisés durant cette thèse. On définit la température M_{d30} comme la température à laquelle 50% de martensite s'est formée après une déformation de 30% exercée en traction. Cette température peut être également calculée de manière empirique par une formulation proposée par Pickering (Pickering 1984):

$$M_{d30} = 413 - 462(\%C + \%N) - 9,2(\%Si) - 8,1(\%Mn) - 13,7(\%Cr) - 9,7(\%Ni) - 18,5(\%Mo), \quad (1.2)$$

La plasticité est à l'origine des sites de germination sur lesquels vont se développer la martensite. Au cours de la déformation, l'austénite γ peut se transformer soit progressivement en martensite ε puis en martensite α' , soit directement en martensite α' (c'est-à-dire soit $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$, soit $\gamma \rightarrow \alpha'$). Cette dernière phase est thermodynamiquement plus stable que la phase ε et son développement semble alors plus favorable. La phase α' cristallise dans une structure quadratique centrée proche du cubique centré. La phase ε se traduit sous forme de plaquette à l'intérieur de la matrice austénitique. La phase α' peut germer aux intersections entre les plaquettes de phase ε . Selon le mode de formation de la phase α' (à partir de ε ou directement), elle a une morphologie spécifique. Elle peut apparaître sous la forme de plaquettes ($\gamma \rightarrow \alpha'$) ou sous la forme de latte ($\varepsilon \rightarrow \alpha'$) (Lecroisey and Pineau 1972).

1.1.2. L'acier austéno-ferritique UR45N vieilli

L'acier biphasé UR45N utilisé dans cette thèse a été obtenu par coulée continue puis laminé à chaud de manière à ce que l'épaisseur finale soit de 15mm. La composition chimique de cet alliage est

présentée dans le tableau 1.4. La plaque a subi un traitement thermique de vieillissement de 1000h à la température de 400°C.

Composés	C	Mn	Cr	Ni	Mo	Cu	S	N	Fe
Proportions (%)	0,015	1,6	22,4	5,4	2,9	0,12	0,001	0,17	Bal.

Tableau 1.4 : composition chimique de l'acier duplex en pourcentage massique

1.1.2.1. Traitement thermique des aciers austéno-ferritiques

L'influence du traitement thermique sur les aciers inoxydables austéno-ferritiques a été étudiée par plusieurs auteurs (Desestret and Charles 1990; Calonne, Gourgues, and Pineau 2000; Calonne, Gourgues, and Pineau 2004; Calonne 2001). On peut noter que pour des traitements à faibles températures (inférieure à 600°C), ce qui est le cas de notre alliage, il se produit principalement une démixtion, la démixtion étant une transformation locale au cours de laquelle la phase ferritique se décompose en une phase α riche en fer et une phase α' riche en chrome. Il se produit alors une modification de la ductilité de la phase α c'est-à-dire qu'elle devient plus fragile. La teneur en chrome locale dans la phase α' peut atteindre 80% et s'accompagne d'un durcissement de la ferrite (Desestret and Charles 1990). En fonction de la température, deux mécanismes distincts peuvent être à l'origine de la démixtion :

- i-*) la décomposition spinodale pour des températures comprises 280° et 475°C ;
- ii-*) la germination et la croissance pour des températures proches de 500°C (Desestret and Charles 1990).

Il faut noter que les paramètres de maille des deux phases étant très proches, il est difficile de pouvoir les différencier par les techniques conventionnelles d'observation microscopique. Ce qui requiert l'utilisation de techniques plus élaborées telles que la diffraction des neutrons aux petits angles, la microscopie en transmission et la microsonde atomique (Le Joncour 2011).

1.1.2.2. Mécanismes de déformations et endommagement

Plusieurs travaux ont eu pour but d'analyser les déformations des aciers austéno-ferritiques (Joly 1992; Bugat 2000; El Bartali, Aubin, and Degallaix 2008; Le Joncour 2011), il ressort que les deux phases en présence se comportent différemment pendant l'essai :

- ❖ La phase austénitique se déforme plus facilement, on y observe de nombreuses traces de glissements qui augmentent à la surface avec le chargement.
- ❖ Les lignes de glissements dans la ferrite quant à elles apparaissent plus tard, pour des chargements plus importants, elles sont épaisses et sinueuses.

Les mécanismes de déformations de la microstructure d'un acier duplex au cours d'un essai de fatigue ont été reporté par El Bartali (El Bartali 2008). En couplant les images MEB et les acquisitions EBSD de la surface de l'éprouvette, les systèmes de glissements actifs ont été identifiés. Les premières traces de glissements (primaires) sont observées dans l'austénite après 20 cycles, les systèmes secondaires

apparaissent à la surface de certains grains au-delà de 50 cycles. Les valeurs du facteur de Schmid des systèmes primaires activés sont supérieures à 0,38.

Dans la ferrite, plusieurs systèmes sont activés, les systèmes primaires sont observables à partir de 100 cycles. Cependant, les valeurs de facteurs de Schmid des systèmes primaires ne respectent pas la règle observée sur l'austénite.

Sur les micrographies présentées dans son mémoire, plusieurs joints de grains et de phases sont restés homogènes, ce qui explique une continuité de déformations entre grains et phases. La continuité des déformations entre les deux phases est assurée par l'activation ou non de systèmes de glissement communs qui conditionnent les incompatibilités de déformations locales entre les deux phases. Ces relations sont du type Kurdjumov-Sachs (He, Godet, and Jonas 2005) qui s'expriment de la manière suivante issues de la transformation de phase :

$$(111)\langle 1\bar{1}0 \rangle_{\delta} // (110)\langle 1\bar{1}1 \rangle_{\gamma},$$

ou du type Nishijama-Wassermann :

$$(111)\langle 112 \rangle_{\delta} // (110)\langle 110 \rangle_{\gamma} \text{ ou bien } (111)\langle 110 \rangle_{\delta} // (110)\langle 100 \rangle_{\gamma}.$$

D'autres travaux au cours desquels l'acier duplex a été sollicité sous traction monotone ont mis en évidence l'évolution de la microstructure et la propagation des fissures et la rupture (Bugat 2000; Calonne 2001).

1.2. Les polymères

Pour mettre en œuvre l'utilisation des propriétés optiques de NPs métalliques pour la mesure des déformations, nous avons utilisé les substrats de polymères dans un premier temps. Pour simplifier les difficultés de nanofabrication, de mesures et d'analyses, les polymères doivent remplir un certains nombres de critères qui sont :

- ❖ **La transparence** : qui permet d'effectuer les mesures d'extinction en transmission et d'analyser plus facilement les spectres optiques.

- ❖ **Résistance aux solvants** qui sont utilisés dans le processus de lithographie électronique notamment les alcools (éthanol et isopropanol pour le nettoyage), l'acétone et la méthylisobutylcétone (MIBK).

- ❖ **Conduction** qui facilite le design et l'imagerie des motifs au cours de la lithographie et de l'analyse structurale.

- ❖ **Les propriétés mécaniques** : ce sont notamment l'élasticité et la réversibilité des déformations. Un substrat élastique pouvant atteindre des taux de déformations importants permet une bonne évaluation des performances du capteur que nous mettons en œuvre, notamment sa sensibilité en fonction de la plage de déformations. Un substrat réversible en déformation permet d'évaluer l'accrochage des NPs à la surface du substrat et de rendre compte si les NPs suivent fidèlement la déformation du substrat ou pas.

Les polymères que nous avons utilisés dans cette thèse sont le polydiméthylsiloxane (PDMS) et le polyéthylène téréphtalate (PET). Ces deux polymères sont transparents. Nous avons commencé par le PDMS qui présente de très bonnes propriétés mécaniques. Il présente cependant des difficultés au cours de la lithographie, en effet, les substrats à notre disposition ont une grande flexibilité et sont sensible à l'insolation par le faisceau d'électrons d'un microscope électronique à balayage (MEB).

Une autre méthode de dépôt de NPs a été utilisée pour ce substrat. Nous avons travaillé avec le PET qui permet la lithographie électronique. Ce dernier présente aussi de bonnes propriétés mécaniques.

1.2.1. Le polydiméthylsiloxane (PDMS)

Ce matériau est très utilisé à cause de ses propriétés élastiques exceptionnelles tant comme substrat ou pour les techniques de nanofabrication à grande échelle (Aksu et al. 2011; Gates et al. 2005). De ce fait ce matériau est très répandu dans les applications de la photonique « flexible ». Ce polymère est également prisé pour ses propriétés mécaniques, qui peuvent être couplées avec les propriétés optiques de nanoparticules déposées à sa surface ou incorporées dans son volume. Ce substrat a été utilisé récemment pour un dépôt de colloïdes d'or dont le couplage plasmonique a été étudié au cours d'un essai de traction (Cataldi et al. 2014). Des travaux similaires à ceux de Cataldi et al, ont montré la possibilité d'utiliser ce substrat sous chargement cyclique (Minnai and Milani 2015). Cependant, la grande flexibilité et la faible résistance de ce matériau au faisceau d'électrons d'un MEB, ne font pas de ce matériau un candidat idéal pour la lithographie électronique.

1.2.2. Le polyéthylène téréphtalate

Le polyéthylène téréphtalate (PET), utilisé dans cette étude a été reçu sous la forme de plaque d'épaisseur 1 mm, il a été acheté auprès de la société Goodfellow. Pour les études couplant à la fois des mesures optiques et les essais mécaniques, il est important de faire attention aux caractéristiques mécaniques, physiques et chimiques du matériau comme mentionné précédemment. Ce matériau a été choisi dans le but de déposer des NPs par lithographie électronique. Le tableau 1.4 présente les principales caractéristiques de ce matériau fourni par le fabricant. Les propriétés physiques concernent la conductivité et la résistance aux rayonnements. Il présente une bonne conduction des électrons du MEB et ne nécessite pas de rendre sa surface conductrice au cours de la lithographie. La résistance au rayonnement visible est bonne, cependant il pourrait être dégradé lors d'une longue exposition au rayonnement ultra-violet. Il faut noter que ce matériau ne résiste pas aux températures de recuit supérieures à 80°C, on observe une dilatation au-delà cette température. L'utilisation des solvants tels que l'acétone ou les alcools (éthanol et isopropanol) ne cause pas de problème lorsque le matériau n'y est pas maintenu pendant un long moment. Ils peuvent donc être utilisés pour rincer le substrat. Cependant, son élasticité n'est pas comparable à celui du PDMS, le coefficient de Poisson est compris entre 0.2 et 0.4.

Caractéristiques mécaniques	
Coefficient de Poisson	0,2-0,4
Module de tension (GPa)	2-4
Résistance à la traction (MPa)	80, film biax 190-260
Caractéristiques physiques et thermiques	
Indice de réfraction	1,58-1,64
Résistance à la radiation	Bonne

Résistance aux ultra-violets	Faible
Coefficient d'expansion thermique (10^{-6} K^{-1})	20-80
Conductivité thermique à 23°C ($\text{W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$)	0,15-0,4
Résistances chimiques	
Alcools	Bonne
Cétones	Bonne-Passable

Tableau 1.5 : caractéristiques mécaniques, physiques, thermiques et chimique du PET en plaque (d'après le fabricant Goodfellow).

2. L'essai de traction uniaxiale

Les matériaux subissent plusieurs types de sollicitations au cours du fonctionnement de la structure dans laquelle ils sont incorporés. Ces sollicitations entraînent leur endommagement et modifient leur réponse mécanique. Ceci peut avoir des conséquences plus ou moins drastiques sur le fonctionnement global de la structure. Plusieurs types d'essais mécaniques sont utilisés en laboratoire pour approcher les sollicitations réelles subies par les matériaux au cours du fonctionnement des structures. Les principaux sont : l'essai de traction (compression) uniaxiale, l'essai de traction multiaxiale, l'essai de flexion, l'essai de fatigue et l'essai de fluage. Dans cette thèse, nous avons utilisé l'essai de traction uniaxiale.

Au cours de l'essai de traction, le comportement macroscopique de l'éprouvette est obtenu par l'enregistrement de la force appliquée et du déplacement. L'essai de traction a l'avantage d'être simple de mise en œuvre et la plupart des solutions analytiques sont connues. Il permet également de déterminer plusieurs caractéristiques mécaniques telles le module d'élasticité ou le module de Young E , la limite d'élasticité σ_y , la résistance mécanique R_m , le coefficient d'érouissage n , l'allongement à la rupture A_R ou le coefficient de striction Z , l'énergie de rupture (aire sous la courbe) ...

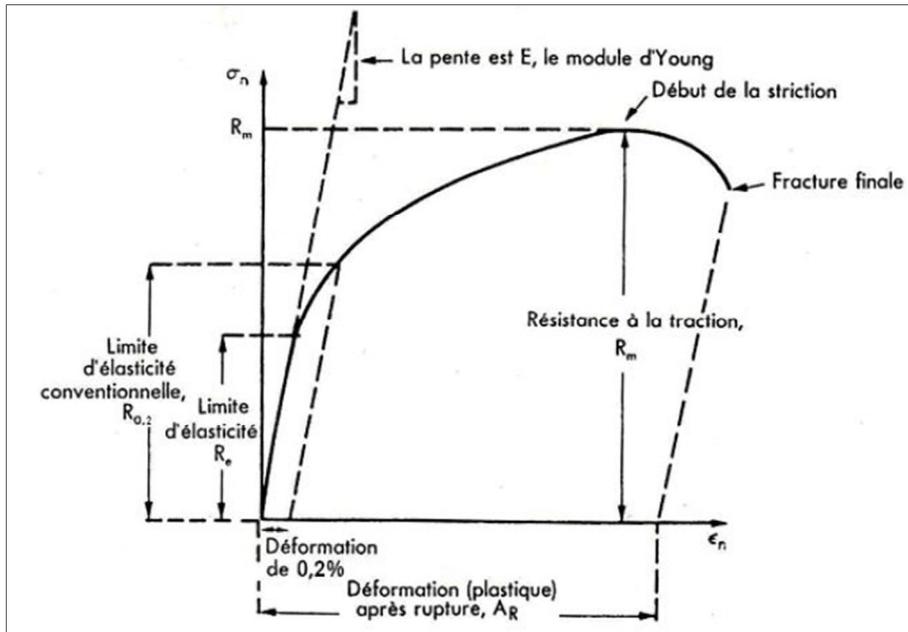


Figure 1.2 : courbe de traction conventionnelle et définition de quelques grandeurs classiques, Fig. 8.11 de la référence [Ashby 1991]

Sur la Figure 1.2, σ_n , est la contrainte nominale ou contrainte conventionnelle (dite contrainte de l'ingénieur) et est définie par :

$$\sigma_n = \frac{F}{S_0}, \quad (1.3)$$

F est la force et S_0 la section initiale de l'éprouvette. On peut aussi définir la contrainte vraie où la section prise en compte est la section réelle de l'éprouvette au cours du chargement. La déformation nominale ou déformation conventionnelle ε_n , est définie par :

$$\varepsilon_n = \frac{l - l_0}{l_0}, \quad (1.4)$$

avec l_0 la longueur initiale de l'éprouvette et l la longueur à un instant de chargement donné. La déformation vraie ou la déformation rationnelle est définie par :

$$\varepsilon_n = \ln\left(\frac{l}{l_0}\right), \quad (1.5)$$

L'habitude veut que l'on appelle courbe rationnelle, ou courbe vraie, la courbe liant la déformation rationnelle ε et contrainte rationnelle σ . Lorsque l'on se contente de dire courbe de traction, le contexte doit permettre de décider si l'on parle de grandeurs conventionnelles, rationnelles, voire même de la courbe force/déplacement. Dans cette thèse, la courbe de traction est obtenue en traçant la contrainte nominale en ordonnée et la déformation vraie en abscisse.

3. Les méthodes locales de mesures de déformations

L'analyse locale des déformations a fait l'objet de plusieurs travaux au cours de ces trois dernières décennies. Cette activité est justifiée par l'importance des informations obtenues dans la compréhension du comportement et l'ingénierie des matériaux. Les performances des outils d'acquisition d'images (camera ou de façon plus générale sous la dénomination anglaise de CCD pour charge-coupled device, microscope de types divers) et l'essor des méthodes de traitement du signal ont favorisé la prolifération rapide des méthodes de mesures locales des champs cinématiques. Les méthodes de caractérisations ainsi développées permettent des analyses aux échelles micrométriques, voir quelques fois sub-micrométriques. Elles sont généralement des méthodes dites optiques ou sans contact (contrairement aux méthodes de contact : jauges ou extensomètres ...) et présentent une grande résolution spatiale et une grande résolution en déplacement. Nous allons dans cette partie, nous focaliser sur l'ensemble de ces méthodes et en présenter quelques-unes. On peut classer ces méthodes en deux grands groupes, en fonction de la nature du motif encodé à la surface du matériau : périodique ou aléatoire. Les méthodes utilisant un motif périodique présentent l'avantage d'une bonne résolution spatiale directement liée au pas du réseau. Lorsque le réseau n'est pas propre au substrat (colloïdes déposés par évaporation et recuit d'une couche mince de métal par exemple), l'on suppose que les NPs suivent fidèlement les déformations de la surface du matériau. Il est important de noter que la taille du motif dépend de la technique de dépôt ou de gravure utilisée. On utilise un algorithme pour extraire l'information pertinente (déplacement ou déformation) du réseau et en fonction de l'algorithme on distingue plusieurs types de techniques. Nous allons présenter dans un premier temps les techniques utilisant un motif aléatoire et dans un second temps celles liées à un motif périodiques. Nous précisons les avantages et les inconvénients que présentent chacune des techniques et la résolution proposée.

3.1. Méthodes basées sur l'utilisation d'un motif aléatoire

Les techniques basées sur l'utilisation d'un motif aléatoire sont principalement les techniques interférométriques et la corrélation d'image numérique (CIN). Dans l'interférométrie de speckle (IS), la rugosité de la surface du matériau suffit généralement pour la mise en œuvre des mesures.

3.1.1. Les techniques d'interférométrie de speckle

3.1.1.1. Définitions et principe

L'interférométrie de speckle (IS) se définit comme l'ensemble des techniques qui visent à créer, enregistrer et tirer parti d'une figure d'interférence à deux ondes dont l'une au moins est une onde de speckle (Jacquot 2008). Le speckle est la distribution aléatoire de lumière issue de la diffusion d'une lumière cohérente sur une surface de rugosité nanométrique. L'enregistrement de l'onde de speckle au niveau d'un photodétecteur est caractérisé par une distribution aléatoire d'intensité lumineuse I_i . Elle peut être représentée par son amplitude complexe scalaire $H(\vec{r})$ solution de l'équation d'Helmholtz:

$$H(\vec{r}) = A(\vec{r}) \exp j\varphi(\vec{r}), \quad (1.6)$$

où A est l'amplitude du champ électrique \vec{E} dans la direction de polarisation et φ la phase. Son conjugué complexe est noté $H^*(\vec{r})$. Comme l'exprime l'équation (1.6), l'onde de speckle fluctue

spatialement en amplitude, phase et en intensité. A cause des fluctuations aux fréquences optiques du champ électrique, la grandeur mesurable au niveau des détecteurs est l'intensité lumineuse $I(\vec{r})$ qui se définit comme la moyenne temporelle du carré du champ électrique :

$$I(\vec{r}) = 2\langle E^2(\vec{r}, t) \rangle = H(\vec{r})H^*(\vec{r}) = |H(\vec{r})|^2, \quad (1.7)$$

Au niveau du photodétecteur on enregistre la superposition de deux ondes dont l'une au moins est de speckle. Cette figure est appelée specklegramme et son intensité est définie par :

$$I(\vec{r}) = |H_1(\vec{r}) + H_2(\vec{r})|^2 = |I_1(\vec{r}) + I_s(\vec{r}) + 2\sqrt{I_1(\vec{r})I_s(\vec{r})} \cos \tilde{\varphi}(\vec{r})|, \quad (1.8)$$

où l'indice s fait référence à l'onde speckle et I la seconde onde (qui peut être simple ou de speckle), $\tilde{\varphi}$ étant la différence de phase entre les deux ondes. D'après le principe de superposition des ondes, la différence de phase $\tilde{\varphi}$ est reliée à la différence de marche des ondes δ , à leur longueur d'onde λ et à l'indice de réfraction du milieu de propagation :

$$\tilde{\varphi}(\vec{r}) = \frac{2\pi}{\lambda} n\delta(\vec{r})$$

La définition précédente de la distribution d'intensité est propre aux techniques d'IS et l'exploitation de la phase permet de suivre plusieurs composantes (déplacements, indice de réfraction, etc ...). Bien que la nature aléatoire des specklegrammes ne facilite pas l'exploitation, l'IS se fonde ainsi sur la comparaison de deux évolutions corrélées d'un même état d'interférence. Lorsqu'un état initial est choisi, l'état final résulte d'une faible variation d'une des grandeurs définissant la phase (déplacement des composantes du montage optique ou des objets examinés, longueur d'onde, indice de réfraction). Indexons par R et P les états de référence et perturbé respectivement. D'après l'équation 1.8, on peut écrire :

$$I_R(\vec{r}) = I_{1R}(\vec{r}) + I_{SR}(\vec{r}) + 2\sqrt{I_{1R}(\vec{r})I_{SR}(\vec{r})} \cos \tilde{\varphi}(\vec{r}), \quad (1.9)$$

En supposant que seule la phase change à cause de la perturbation :

$$I_P(\vec{r}) = I_{1R}(\vec{r}) + I_{SR}(\vec{r}) + 2\sqrt{I_{1R}(\vec{r})I_{SR}(\vec{r})} \cos[\tilde{\varphi}(\vec{r}) + \tilde{\varphi}_{SP}(\vec{r}) + \tilde{\varphi}_{1P}(\vec{r})], \quad (1.10)$$

La soustraction en valeur absolue de ces intensités permet de comparer point à point les deux états et de mettre en évidence les régions de corrélations et de décorrélations.

$$I_- = |I_P(\vec{r}) - I_R(\vec{r})| = 4\sqrt{I_{1R}(\vec{r})I_{SR}(\vec{r})} \left| \sin \left[\tilde{\varphi}(\vec{r}) + \frac{\tilde{\varphi}_{SP}(\vec{r}) - \tilde{\varphi}_{1P}(\vec{r})}{2} \right] \right| \left| \sin \left[\frac{\tilde{\varphi}_{SP}(\vec{r}) - \tilde{\varphi}_{1P}(\vec{r})}{2} \right] \right|, \quad (1.11)$$

Le terme $\sqrt{I_{1R}(\vec{r})I_{SR}(\vec{r})} \left| \sin \left[\tilde{\varphi}(\vec{r}) + \frac{\tilde{\varphi}_{SP}(\vec{r}) - \tilde{\varphi}_{1P}(\vec{r})}{2} \right] \right|$ constitue le terme qui fluctue tandis que le terme $\left| \sin \left[\frac{\tilde{\varphi}_{SP}(\vec{r}) - \tilde{\varphi}_{1P}(\vec{r})}{2} \right] \right|$ constitue une modulation déterministe. Il apparaît que $I_- = 0$ si seulement si $\tilde{\varphi}_{SP}(\vec{r}) - \tilde{\varphi}_{1P}(\vec{r}) = 2\pi n$; n est un entier, c'est-à-dire lorsque la différence de phase des deux ondes est nulle. On retrouve ces lieux sur le profil des franges de corrélation (voir Figure 1.3).

Elle montre une image de soustraction, I_- qui peut être affichée en temps réel au cours d'une expérience d'IS. Les fluctuations sont lissées par l'utilisation d'un filtre passe-bas.

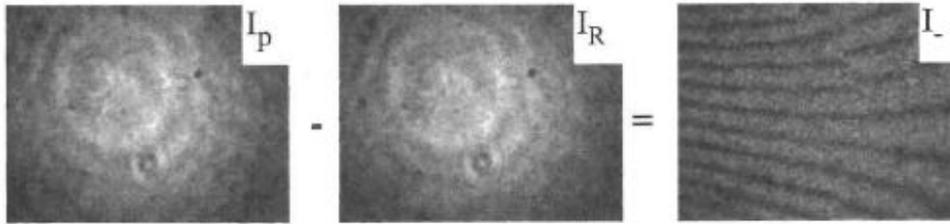


Figure 1.3 : soustraction en valeur absolue des figures d'interférences perturbée et de référence

3.1.1.2. Vecteur sensibilité et déplacement

On suppose que le speckle est observé à la surface de l'objet qui se déforme mécaniquement. En IS, c'est le déphasage optique définissant la différence de trajet optique (ou différence de marche optique) δ entre les deux ondes qui est évalué. De ce fait, il est important de relier le déphasage de l'onde de speckle de l'état perturbé $\varphi_{SP}(M)$ au déplacement à la surface de l'objet. La perturbation est due ici à la sollicitation mécanique. On suppose aussi que le système d'imagerie permettant d'observer la surface de l'objet est focalisé, et que les deux états que nous comparons sont corrélés. En d'autres termes, que l'on ne peut pas séparer deux points images M_i et M'_i du point objet M homologues dans la déformation (voir Figure 1.4). L'onde de speckle n'est pas représentée sur cette figure, par souci de clarté et de simplicité. La différence de marche optique δ peut être approchée par la projection du vecteur déplacement sur les directions d'éclairage et d'observation dans le cas des petits déplacements.

$$\delta_{opt}(M) = \vec{u}(M) \cdot [\vec{k}_o(M) - \vec{k}_e(M)] = \vec{u}(M) \cdot \vec{s}(M), \quad (1.12)$$

$\vec{s}(M) = \vec{k}_o(M) - \vec{k}_e(M)$ définit le vecteur sensibilité, il est aligné avec la bissectrice des directions d'éclairage et d'observation de vecteurs unitaires \vec{k}_e et \vec{k}_o . On a alors :

$$\varphi_{SP}(M) = \frac{2\pi}{\lambda} \vec{s}(M) \cdot \vec{u}(M), \quad (1.13)$$

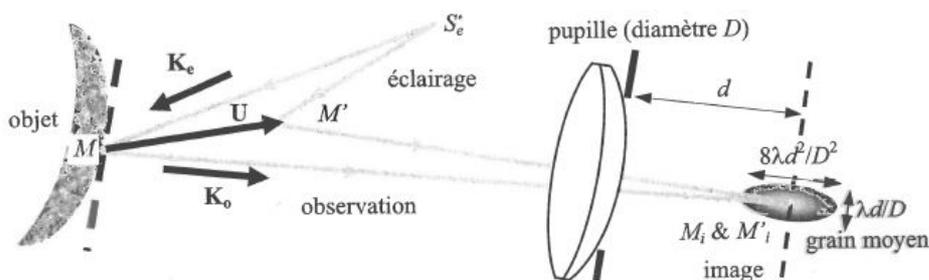


Figure 1.4 : changement de phase en fonction du champ de déplacement objet \vec{u} (Grédiac and Hild 2011).

Cette formule est fondamentale en IS, elle établit la dépendance linéaire du déplacement à la surface de speckle à la variation de phase. Elle montre également la possibilité de choisir la sensibilité de son dispositif interférométrique. En effet, les directions d'éclairage et d'observation de l'objet diffusant sont quelconques et indépendants.

Il est important de noter que plusieurs facteurs telles que : les grandes déformations comparées à la longueur d'onde concernant la géométrie d'éclairage-observation, la rugosité de surface ou la longueur d'onde laser utilisée elle-même peuvent causer la disparition des franges de corrélation. Théoriquement des travaux traitent de l'influence des facteurs de décorrélation (Memmolo et al. 2015).

3.1.1.3. Extraction de la phase

Pour aller au-delà de la visualisation des franges et des interprétations qualitatives, il est nécessaire de développer des méthodes d'extraction de la phase permettant une analyse quantitative en interférométrie de speckle. De nos jours, le développement automatique de l'information est une routine. La nature aléatoire des ondes de speckle qui entraîne des fluctuations spatiale et temporelle rapides des moyennes arithmétique I_F et géométrique I_m de l'intensité de l'onde de speckle demeure un obstacle. De très nombreuses méthodes d'extraction de la phase applicable en IS ont été développées et résolvent de manière satisfaisante les problèmes (Kerr, Mendoza Santoyo, and Tyrer 1990; Huntley, Kaufmann, and Kerr 1999; Etchepareborda et al. 2014). Les principales sont les méthodes à une-image et la méthode de décalage de phase.

Les méthodes à une-image sont basées sur la transformée de Fourier qu'on peut appliquer en une ou deux dimensions temporelle ou spatiale (s) (voir section 3.1.1.) et la transformée en ondelette (Colanna De Lega 1997) applicable aussi en temporelle ou en spatiale (s). Les méthodes à une-image sont adaptées à l'étude dynamique de la déformation.

La méthode de décalage de phase se présente aussi en IS comme une des plus robustes. Ici la variation de phase résulte de la variation du chemin optique ou de la variation d'indice de réfraction. Cette dernière modifie la propagation de l'onde lumineuse. Le décalage de phase résultant peut être temporel ou spatial. Dans le cas du déphasage temporel la différence de phase dans la phase de l'intensité en un point est calculée en considérant un nombre n d'images ($n > 3$), décalées de $\varphi = 360^\circ/n$. Les algorithmes qui utilisent n -images mettent à profit la redondance d'informations pour minimiser l'influence des non-linéarités de l'enregistrement du modulateur de phase, des incertitudes dans la réalisation des déphasages et de divers types de bruit (Surrel 2000). Les facteurs limitant sont le temps d'acquisition et la parfaite stabilité du montage expérimental pendant l'acquisition.

Dans le cas du décalage spatial, l'avantage réside dans l'utilisation d'une seule acquisition (ou image) pour le calcul du déphase. Les informations aux pixels voisins du pixel d'intérêt sont considérées. Le décalage peut être réalisé en introduisant un petit angle entre les deux ondes. Ceci résulte alors à la formation de franges parallèles équidistantes qui doivent être résolues par le photodétecteur. Deux conditions doivent être vérifiées :

i-) les franges doivent avoir une période plus grande que quelques pixels ;

ii-) la phase doit être quasi-constante sur une période. Cette condition est respectée en incorporant de gros grain de speckle à la surface du matériau.

Il ressort qu'en fonction de la géométrie du montage et des caractéristiques des modules utilisés, les dispositifs interférométriques sont orientés vers des applications spécifiques. Il est donc assez compliqué de comparer de manière globale les dispositifs interférométriques. Cependant, les spécifications des principaux modules (que sont le laser, la camera, composants optiques et logiciels) peuvent influencer sur la résolution de la (ou des) composante (s) à mesurer. Par exemple, dans les dispositifs utilisant un laser pulsé, la résolution temporelle est liée directement à la cadence de la camera d'acquisition et aux nombres d'images décalées en phase acquises pour chaque interférogramme. La résolution spatiale quant à elle dépend du nombre de pixels de la caméra, de la qualité et du grandissement de l'objectif et de la taille du speckle. De manière pratique, la résolution des franges par indexation de l'ordre d'interférence ou par dépliement de la phase exige un nombre minimal de pixels (6 à 8) par période. La meilleure résolution en phase est obtenue en générale dans le cas du dépliement temporel.

Plusieurs études ont été menées dans le but de développer l'IS et/ou de l'utiliser pour étudier le comportement local des matériaux. Les sources d'incertitudes qui apparaissent dans le calcul de la différence de phase lorsque l'on utilise la transformée de Fourier dans l'extraction de la phase ont été évaluées (Anguiano Morales et al. 2009). Il ressort de leur étude que la principale source d'erreur réside dans la définition de la largeur et de l'emplacement du masque de filtrage. L'IS a été utilisée pour caractériser les hétérogénéités de déformation plastique à la surface de l'acier inoxydable 316L, de l'aluminium et de feuille de cuivre (Guelorget et al. 2006; Petit, Montay, and François 2014). Petit et ses collaborateurs ont mis en lumière l'évolution des bandes Piobert-Lüders et les phénomènes (striction) menant à la rupture de l'éprouvette (Petit, Montay, and François 2014; Labergere, Guelorget, and Francois 2014). Le caractère non contact permet en outre son application dans des environnements souvent critiques.

Il paraît important de souligner quelques perspectives tirées de la référence (Grédiac and Hild 2011) sur le développement de l'IS. L'activité scientifique continue à se développer et s'oriente vers les basse-cohérences hors du visible (infrarouge et ultraviolet), et même dans le visible, où l'on pense à réaliser des montages comportant deux ou trois longueurs d'ondes pour des applications multiplexage.

Avantages et Inconvénients

Le principal point faible des montages interférométriques est leur grande sensibilité aux bruits de diverses natures qui entraînent des incertitudes sur la valeur de la phase. On peut différencier les bruits optoélectroniques qui incluent la base de numérisation finie et les bruits issus d'essai mécanique constitués de la turbulence de l'air et des vibrations de l'ensemble du système.

Les avantages liés à l'IS sont multiples, on peut parler par exemple de la possibilité de mesurer les trois composantes du déplacement, de la préparation de la surface du matériau qui n'est pas souvent nécessaire, des résolutions en déplacement qui peuvent atteindre des valeurs inférieures au dixième du micromètre lorsque les contraintes de minimisation du bruit sont respectées. Les prix de plus en plus modestes des modules permettent une mise en œuvre de la technique en s'affranchissant de contraintes budgétaires.

3.1.2. La corrélation d'image numérique

Dans cette partie, nous allons commencer par définir les termes qui se réfèrent à la corrélation d'image, présenter son principe dans sa globalité, donner des informations succinctes sur les

algorithmes sur lesquels elle s'appuie, les avantages et inconvénients liés à cette technique ainsi que les récents développements et les applications.

3.1.2.1. Définitions

La corrélation d'image numérique (CIN) analyse les niveaux de gris entre deux images dont l'une est considérée comme « référence » et l'autre comme « déformée ». Les images peuvent être issues de divers systèmes d'imageries : microscopie optique, électronique, à effet de champ, à force atomique, etc... De ce fait, elle permet d'accéder aux informations planes (2D) ou 3D (stéréo-corrélation). Il est important de noter que la quantité imagée est associée à une certaine propriété physique de la matière du système analysé. Le pixel qui est l'entité élémentaire d'une image numérique est donc déterminant dans cette technique et la sensibilité aux faibles déplacements est liée aux forts contrastes entre pixels consécutifs. Dans la version basique de la CIN, la rugosité de la surface peut être utilisée mais la pauvreté de contraste des images est à déplorer dans ces cas. Une préparation simple de la surface peut être judicieuse en fonction de la technique d'imagerie (Allais et al. 1994; Joo et al. 2013). Nous reviendrons au paragraphe 4 sur les techniques de préparation de surface généralement utilisées.

3.1.2.2. Principe de la CIN

La CIN repose sur la détermination de la *transformation apparente* Φ_0 sur une région d'intérêt R de l'image de référence à partir de la connaissance des niveaux de gris f_I de l'image de référence et g_I de l'image déformée. Les niveaux de gris seuls ne permettent pas de calculer le déplacement vectoriel en chaque pixel, pour cela il est impératif de se restreindre à la détermination d'une *famille de transformations* $\Phi_0(\underline{\alpha}, \cdot)$ paramétrées par N scalaires notés sous forme vectorielle $\underline{\alpha}$. L'expression générale des méthodes de corrélation peut alors se mettre sous la forme :

$$\underline{\alpha}_{\min} = \underset{\underline{\alpha} \in V_{\alpha}}{\text{Arg min}} C(\Phi_0(\underline{\alpha}, \cdot), R, [f]_R [g]), \quad (1.14)$$

avec C le *coefficient de corrélation* qui est un scalaire et qui mesure la ressemblance entre la transformée par $\Phi_0(\underline{\alpha}, \cdot)$ de la région d'intérêt R de l'image de référence $[f]$ (c'est-à-dire ensemble de pixels f_I) et l'image déformée $[g]$. Les paramètres $\underline{\alpha}$ appartiennent à un certain domaine V_{α} de R^N . La corrélation numérique de ce problème de minimisation conduit à une évaluation $\Phi_0(\underline{\alpha}_{\min}, \cdot)$ de la transformation recherchée $\Phi_{\alpha}(\cdot)$. La ressemblance entre les deux images est d'autant plus grande que le coefficient de corrélation C est petit. Les approches locales ou globales peuvent être utilisées pour la détermination de la transformation $\Phi_0(\underline{\alpha}_{\min}, \cdot)$.

Les approches locales se distinguent des approches globales par la définition du coefficient de corrélation C , les paramètres de la transformation et l'algorithme de minimisation. Ces approches constituent de manière générale les variantes des méthodes de CIN. Le calcul de la ressemblance peut être simple mathématiquement mais le contraste lié au système d'imagerie dicte quelques fois le choix analytique. On peut écrire :

$$C_1 = \int_R [f(\underline{x}) - g(\Phi_0(\underline{x}))]^2 dx = \int_R [f(\underline{x}) - g(\underline{x} + \underline{u}_0(\underline{x}))]^2 dx, (1.15)$$

où \underline{x} est un vecteur qui désigne les coordonnées d'un point de l'image. Les pixels de l'image au point \underline{x} sont décrit par la fonction $f(\underline{x})$, la transformation de ce point sur l'image déformée par $g(\Phi_0(\underline{x}))$ et le déplacement en ce point du à la déformation par $\underline{u}_0(\underline{x})$. Cet écart quadratique est le critère de ressemblance le plus simple et le plus classique et présente des opérations analytiques qui sont accessibles. C_1 est une quantité positive qui s'annule lorsque la transformation Φ_0 est égale à la transformation apparente Φ_a qui traduit la satisfaction de la condition de conservation :

$$\tilde{g}(\Phi_a(\underline{x})) = \tilde{f}(\underline{x}), (1.16)$$

pour tout point \underline{x} de l'image tel que $\Phi_a(\underline{x})$ soit dans l'image déformée.

Dans le cas où les images sont issues d'un MEB (Kammers and Daly 2011), la conversion du niveau de gris en grandeur physique n'est pas toujours garantis, on recherche alors la meilleure régression linéaire entre les niveaux de gris des deux images appariées :

$$C_2 = \underset{a,b}{\text{Min}} \int_R [f(\underline{x}) - (a.g(\Phi_0(\underline{x})) + b)]^2 dx, (1.17)$$

a et b expriment les variations de contraste et de luminosité entre les deux images. L'optimisation de C_2 est équivalente à la minimisation de C_3 :

$$C_3 = 1 - \frac{\left| \int_R (f - \bar{f}) \cdot (g - \bar{g}) dx \right|}{\sqrt{\int_R (g - \bar{g})^2 dx \int_R (f - \bar{f})^2 dx}}, (1.18)$$

C_3 est un coefficient de corrélation d'une régression linéaire compris entre 0 et 1. Pour approfondir l'étude des critères de ressemblance la référence (Chambon and Crouzil 2003) traite le détail des plus utilisés en mécanique.

3.1.2.3. Les algorithmes de la CIN

Les pixels de l'image sont distribués de manières discrètes. De ce fait, le calcul de la transformée $\Phi_0(\underline{x}(I))$, sur l'image déformée pose des difficultés lorsqu'elle s'effectue à une fraction de pixel. En effet, la détermination des coefficients de corrélation doit se faire par interpolation pour obtenir l'information. Cette dernière est alors obtenue par interpolation à la fraction du pixel. L'interpolation implique les pixels voisins du point considéré, et l'algorithme utilisé est soumis à des contraintes intrinsèques qui sont analytiques, et externes liées à la concordance du résultat en déplacement obtenu avec l'évolution réelle des niveaux de gris ceci avec une incertitude acceptable. Au cours de ces opérations, les composantes du déplacement du point à la fraction de pixel peuvent être éloignées des valeurs réelles. Les valeurs obtenues sont alors surestimées ou sous-estimées par rapport aux valeurs réelles. L'enjeu est alors de pouvoir quantifier, contrôler l'erreur commise par un choix approprié de l'interpolation correspondant à la texture de l'image ou de modifier cette texture

(Yang et al. 2010). Ceci est encore plus sensible dans le cas de petites déformations. La modification de la texture dépend du marquage de l'échantillon mais aussi des paramètres du système optique. Il existe deux principaux types d'algorithmes permettant le calcul de la transformée $\Phi_0(\underline{x}(I))$ en chaque pixel de l'image déformée.

3.1.2.3.1. Les approches locales

Dans cette approche, la transformation Φ_0 est décomposée en une multitude de transformations locales indépendantes ou fonctions de forme de la région d'intérêt R . Ces transformations locales sont paramétrées par les coefficients d'un développement limité au voisinage d'un centre \underline{x}^0 et utilisées sur un voisinage $D_{\underline{x}^0}$ de ce centre :

$$\forall \underline{x} \in D_{\underline{x}^0}, \Phi_0(\alpha, \underline{x}) - \underline{x} = \sum_i \alpha_i^0 \underline{e}_i + \sum_j \alpha_{ij}^0 (x_j - x_j^0) \underline{e}_i + \dots + \sum_{jk} \alpha_{ijk}^2 (x_j - x_j^0)(x_k - x_k^0) \underline{e}_i + \dots \underline{e}_i, \quad (1.19)$$

où les \underline{e}_i sont les vecteurs unitaires selon les axes de l'image et x_i les composantes de \underline{x} ($i \in \{1,2\}$ en 2D et $i \in \{1,2,3\}$ en 3D). L'ordre de développement limité détermine le nombre de paramètres pris en compte dans la description de Φ_0 en fonction de la dimension considérée. Une fois l'ordre de la transformation choisi, on définit les points \underline{x}^k régulièrement espacé (échantillonnage) auxquels on associe un domaine $D_{\underline{x}^k}$ de forme carré (en 2D) ou cubique (en 3D) appelé *domaine* ou *fenêtre de corrélation* ou *imassettes*. Les composantes du déplacement sont alors obtenues en chaque point \underline{x}^k et forment un ensemble discret de déplacement. En somme, trois paramètres doivent être définis dans l'approche locale : l'ordre de la transformation, la taille de fenêtre et le pas d'échantillonnage de la région d'intérêt. Ces paramètres sont plus ou moins liés les uns des autres et influencent le calcul de la déformation. Par exemple, il est difficile pour la fonction de forme de décrire exactement la transformation sur une taille de fenêtre donnée, ceci encore plus lorsque l'ordre est faible et la taille de la fenêtre grande. L'ordre de la transformation est alors lié au choix de la fenêtre (Bornert et al. 2009). Il est également important de choisir un pas inférieur ou égal à la taille de la fenêtre pour exploiter les informations contenues dans les images.

3.1.2.3.2. Les approches globales

La différence fondamentale entre les deux approches réside dans le choix de la base de description de la transformation Φ_0 . Dans les approches locales, la transformation est calculée de manière indépendante au niveau de chaque imasette, ce qui résulte en un ensemble discret de déplacements. Dans les approches globales, le calcul de la transformation est réalisé dans une base continue:

$$\underline{u}_0(\underline{x}) = \Phi_0(\alpha, \underline{x}) - \underline{x} = \sum_i \alpha_i \underline{\psi}_i(\underline{x}), \quad (1.20)$$

où les champs $\underline{\psi}_i$ forment la base cinématique choisie. Le caractère global est exprimé par l'interdépendance des valeurs des amplitudes $\underline{\alpha}$ qui est due à la superposition des champs $\underline{\psi}_i$

de la base sur l'ensemble du domaine R . Notons également qu'ici la valeur du champ de déplacement est obtenue directement en chaque pixel, ce qui rend l'étape d'interpolation caduque.

Lorsqu'on utilise la base cinématique de champs $\underline{\psi}_i$ (de façon plus générale un algorithme), il est important de vérifier si elle décrit convenablement la transformation des niveaux de gris de l'image déformée. L'analyse de l'image de résidus rend compte de l'écart entre la transformation optimale ψ_0 par rapport à la transformation cherchée. Lorsque la concordance est parfaite entre les deux transformations, les résidus ne contiennent plus que le bruit et permettent donc de localiser spatialement les erreurs résiduelles. Ainsi lorsque l'on utilise une base continue, les résidus peuvent aider à mettre en évidence des hétérogénéités ou discontinuités de géométries complexes à la surface déformée telles que les concentrations de déformations ou les fissures. Le choix de la nature de la base peut être guidé par les cinématiques observées, le type d'expérience ou il peut être supposé et ajusté par rapport à la pertinence avec laquelle il décrit la déformation expérimentale, la gamme de choix étant très étendue.

Avantages et inconvénients

La CIN présente l'avantage de traiter des images d'origines diverses issues de systèmes d'acquisition variés. Elle peut donc décrire des phénomènes d'échelles spatiales nanométriques (Pascal Doumalin and Bornert 2000; Chasiotis and Knauss 2002; Pascal Doumalin, Bornert, and Crépin 2003) ou d'échelles géophysique à partir d'images satellitaires (Leprince et al. 2007). Elle permet aussi d'accéder aux trois composantes du déplacement surfacique par l'utilisation d'un système de deux cameras d'acquisition : on parle de stéréo-corrélation (Tiwari et al. 2009; Zhu et al. 2011). Lorsque les images présentent une bonne texture c'est-à-dire des marques clairement discernables ayant une combinaison appropriée de taille et de facettes, la CIN peut atteindre des résolutions nanométriques dépendamment de la résolution spatiale de l'image. La facilité dans sa mise en œuvre fait d'elle une technique de laboratoire aussi bien qu'une technique utilisée en industrie.

En outre, le bruit des images est difficile à traiter par les algorithmes de la CIN et entraîne de ce fait une mauvaise résolution en déplacement. Des erreurs inévitables sont propres aux systèmes d'acquisition, difficulté de repositionnement (MEB, AFM, ...) des coordonnées des pixels, bruit intrinsèque dû aux niveaux de gris différents pour deux balayages consécutifs de la même configuration, déplacement artificielle en stéréo-corrélation ...etc.

Soulignons quelques travaux dans lesquels la CIN est mise en œuvre (Zhang et al. 2014; Ghadbeigi et al. 2012; Hoult et al. 2013; Joo et al. 2013; Guery et al. 2014).

3.2. Méthodes basées sur l'utilisation d'un motif périodique

Le paramètre clé dans les techniques utilisant un réseau périodique est le pas qui détermine la distance uni ou bidirectionnel du motif qui est répété pour former la grille ou le réseau. Le motif peut être un point (Allais et al. 1994; Aurelie. Clair et al. 2011; Q. Wang et al. 2013) (indent, nanoparticule métallique) ou une ligne unidirectionnelle (Mari, Marti, and Silva 1992) ou croisée (Carolan et al. 1992; Kishimoto, Shinya, and Mathew 1997a). Dans le cas d'un réseau plan (2D), le pas peut être identique ou non dans les deux directions. Plusieurs algorithmes sont communément utilisés pour traiter l'information provenant du réseau : l'analyse de la période du signal peut se faire par transformation de Fourier (Bone, Bachor, and Sandeman 1986), on peut superposer des réseaux de périodes différentes, on peut également analyser la phase du signal.

3.2.1. Analyse par transformée de Fourier

La période du signal peut être analysée par transformée de Fourier. Il a été démontré qu'elle est appropriée pour l'étude des figures interférométriques et l'analyse de l'évolution de la topographie (Mitsuo Takeda, Ina, and Kobayashi 1982). La transformée de Fourier repose sur l'extraction de la composante fréquentielle d'une figure d'interférence uni ou bidimensionnelle. Par transformée inverse de la fréquence filtrée dans le domaine du signal, on obtient la phase de la figure d'interférence modulo 2π . Considérons par exemple un réseau bidimensionnel décrit par la fonction :

$$f(\vec{r}) = A(\vec{r}) + B(\vec{r}) \cos(\varphi(\vec{r})), \quad (1.21)$$

avec $A(\vec{r})$, $B(\vec{r})$ et $\varphi(\vec{r})$ respectivement l'intensité du signal, le terme de modulation de phase et la phase à chaque point de la figure d'interférence défini par le vecteur \vec{r} . La fonction $f(\vec{r})$ décrit une figure d'interférence acquise par une caméra. En appliquant la transformée de Fourier dans le domaine fréquentiel et la transformée inverse, la figure d'interférence peut être décrite par la fonction exponentielle :

$$\tilde{f}(\vec{r}) = F^{-1}\{F\{f(\vec{r})\}\} = a(\vec{r}) \exp(j\varphi(\vec{r})), \quad (1.22)$$

F et F^{-1} sont des fonctions représentant la transformée de Fourier directe et inverse respectivement et $a(\vec{r})$ est l'amplitude de la figure d'interférence ainsi obtenue. La phase en tout point de la figure d'interférence est alors obtenue par l'expression :

$$\varphi = \tan^{-1} \left\{ \frac{\text{Im } \tilde{f}(\vec{r})}{\text{Re } \tilde{f}(\vec{r})} \right\}, \quad (1.23)$$

La transformée de Fourier a été utilisée pour l'analyse des déformations mécaniques à la surface des matériaux (Bone, Bachor, and Sandeman 1986; Roddier and Roddier 1987; Mitsuo Takeda and Yamamoto 1994).

3.2.2. Moiré géométrique

De manière simple, le moiré est un phénomène d'interférence qui peut être obtenu par la superposition de motifs de périodicités différentes ou par un battement de signaux de fréquences spatiales voisines (Grédiac and Hild 2011; Moulart 2007). Cet effet non linéaire peut être obtenu de différentes façons (multiplication, opération XOR, etc.). La figure 1.5 montre le phénomène de moiré obtenu à partir de deux réseaux de même pas et inclinés entre eux. Soit $\vec{F}_1 = f\vec{i}$ et $\vec{F}_2 = f(\cos\theta\vec{i} + \sin\theta\vec{j})$ les fréquences de chacun des réseaux. Le vecteur fréquence spatiale des franges de moiré résultant de la superposition des deux réseaux s'écrit :

$$\vec{F} = \vec{F}_1 - \vec{F}_2 = f\{(1 - \cos\theta)\vec{i} - \sin\theta\vec{j}\}, \quad (1.24)$$

Dans le cadre de la mécanique expérimentale, le moiré est très souvent mis en œuvre avec la technique de grille, et modifie dans ce cas le contenu spectral des informations délivrées par cette technique.

Considérons une grille de pas p , elle joue le rôle d'une porteuse de vecteur fréquentielle $\vec{f} = \frac{\vec{n}}{p}$, où \vec{n}

est le vecteur unitaire normal aux traits. L'intensité $I(\vec{r})$ réfléchie au point $\vec{r}(x, y)$ par cette grille dans l'état initial non déformé peut être écrite par :

$$I_i(\vec{r}) = A(1 + \text{frgn}(2\pi\vec{f}\cdot\vec{r})), \quad (1.25)$$

la fonction *frgn* est périodique et décrit le profil du trait. Le traitement mathématique de détection de la phase va permettre de rejeter les harmoniques présentes dans la fonction *frgn*, et on pourra au final considérer que la grille a un profil sinusoïdal :

$$I_i(\vec{r}) = A(1 + \delta \cos(2\pi\vec{f}\cdot\vec{r})) = A(1 + \delta \cos \varphi(\vec{r})), \quad (1.26)$$

avec $\varphi(\vec{r}) = 2\pi\vec{f}\cdot\vec{r}$ et δ est le contraste du signal modulé.

On peut déjà indiquer que le contraste en différents points de la grille aura une très grande influence. Les valeurs élevées de contraste masque le caractère sinusoïdal du profil d'intensité de la grille.

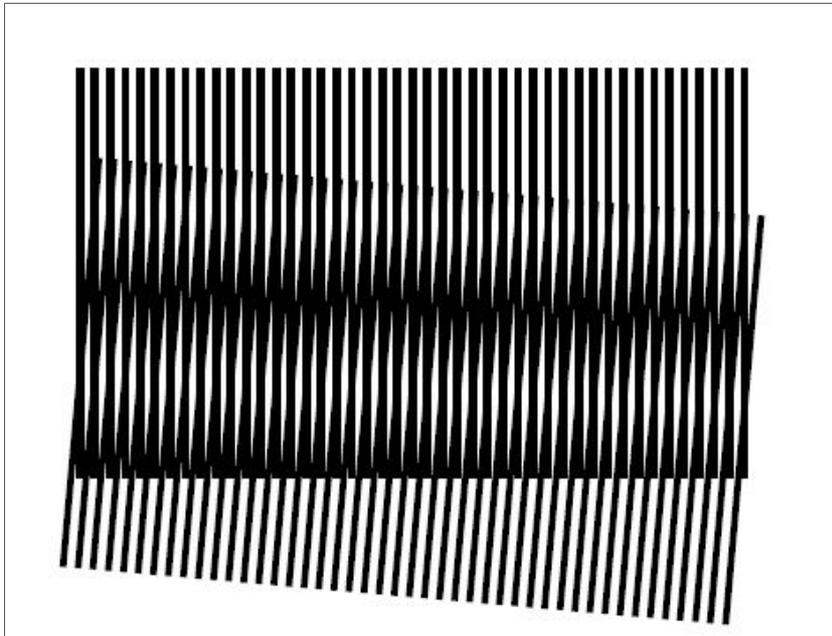


Figure 1.5 : moiré obtenu à partir de réseaux de même pas inclinés entre eux d'un angle.

Dans la pratique, le moiré est le plus souvent mis en œuvre par l'utilisation de deux réseaux parallèles. Pour simplifier le formalisme mathématique et montrer l'intérêt du moiré, nous allons décrire les réseaux à partir de leur transparence, elle peut être écrite comme une fonction sinusoïdale. Nous considérons deux grilles de transparences décrites par deux fonctions sinusoïdales dont les vecteurs fréquences spatiales f_0 et f_1 sont voisins. Elles sont définies par :

$$t_0 = \frac{1}{2} [1 + \cos(2\pi\vec{f}_0\cdot\vec{r})], \quad (1.27)$$

$$t_1 = \frac{1}{2} [1 + \cos(2\pi\vec{f}_1\cdot\vec{r})], \quad (1.28)$$

La transparence résultante est alors :

$$t = \frac{1}{4} + \frac{1}{2} [\cos(2\pi\vec{f}_0\vec{r}) + \cos(2\pi\vec{f}_1\vec{r})] + \frac{1}{8} \{ \cos[2\pi(\vec{f}_0 + \vec{f}_1)\vec{r}] + \cos[2\pi(\vec{f}_0 - \vec{f}_1)\vec{r}] \}, \quad (1.29)$$

Le signal de moiré correspond à la composante basse fréquence ; la fréquence locale des franges de moiré est donc :

$$\vec{f}_m = \vec{f}_0 - \vec{f}_1, \quad (1.30)$$

Avantages et inconvénients

L'intérêt du moiré réside précisément dans cette translation qui est décrite dans l'espace des fréquences. Dans l'espace de Fourier, on peut représenter un lobe autour de chaque fréquence nominale. Si la grille 1 est la grille déformée, et la grille 0 une référence non déformée, l'effet de la multiplication va être une translation de l'information contenue dans les lobes de f_1 et $-f_1$ vers l'origine (voir Figure 1.6). En fonction du pouvoir de résolution de l'appareil optique utilisé pour faire l'acquisition de l'image, le moiré va permettre à celui-ci de voir des informations qui correspondent aux fréquences spatiales trop élevées pour lui. Il ne va pas voir les traits de manière résolue alors qu'il voit bien les franges de moiré. Cela permet d'utiliser des grilles de pas très fin (jusqu'à 40 traits par millimètres), ce qui augmente la sensibilité de la mesure en déplacement.

Un autre effet lié au moiré est l'amplification des déformations. En effet la déformation des franges de moiré est supérieure à la déformation des traits, ceci s'explique par le fait que la variation de fréquence spatiale liée à la déformation de la grille va donner une variation du pas des franges de moiré beaucoup plus grande que celle des traits de la grille.

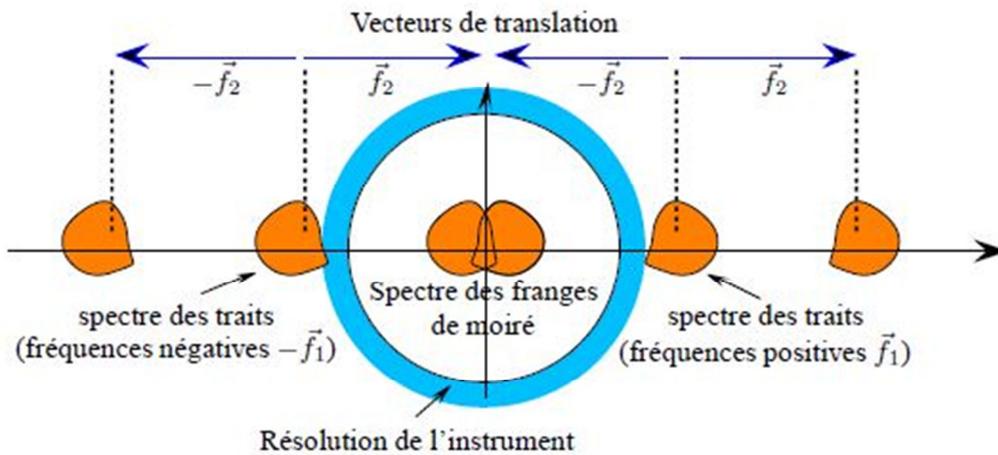


Figure 1.6 : translation du spectre du à l'effet de Moiré (Grédiac and Hild 2011)

Un des inconvénients lié à l'utilisation du moiré est la difficulté dans la mise en œuvre à cause de sa nature interférométrique. Et aussi à cause de la complexité du montage optique qui demande un positionnement très précis des différentes parties (miroirs, séparatrices, objectifs, ...) du montage.

3.2.3. Le moiré interférométrique

L'interférométrie de moiré est une méthode locale de mesure de déformations qui diffère de l'ensemble des techniques interférométriques par le fait que le phénomène d'interférence se produit sur un réseau encodé à la surface de l'éprouvette.

3.2.3.1. Principe et dispositif expérimental

La description générale de la théorie de moiré s'appuie sur la théorie des fronts d'ondes (Dai, McKelvie, and Post 1990). Un rayonnement laser est divisé en deux faisceaux cohérents collimatés A et B qui éclairent de manière symétrique le réseau à la surface de l'échantillon avec un angle d'incidence $\alpha = \arcsin(\lambda f_s)$, λ est la longueur d'onde du faisceau et f_s la fréquence du réseau. La Figure 1.7 représente de manière simple le parcours des faisceaux à la surface de l'échantillon. Le faisceau A va générer un faisceau diffracté de premier ordre $+1$, A' qui est transmis le long de la normale à la surface de l'échantillon. De même, un faisceau diffracté d'ordre -1 , B' sera transmis.

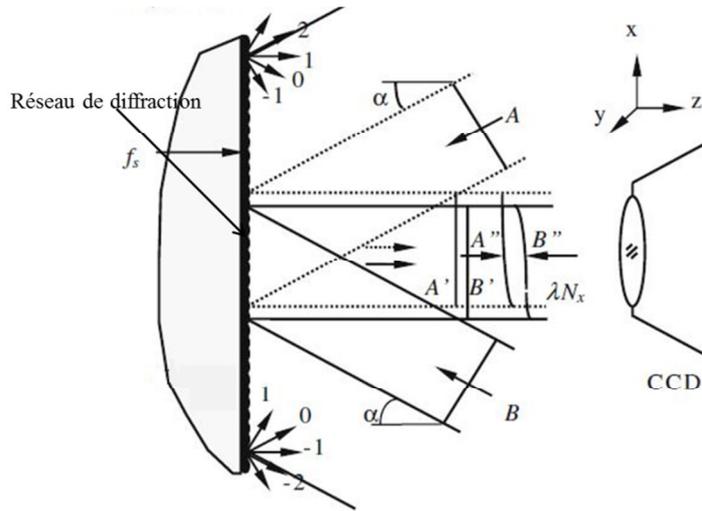


Figure 1.7 : diagramme optique du moiré interférométrique (Post, Han, and Ifju 1994)

Supposons que les deux faisceaux ont des fronts d'ondes plans et ont pour expression :

$$A' = a \exp[i\Phi_a], \quad (1.31)$$

$$B' = a \exp[i\Phi_b], \quad (1.32)$$

Φ_a et Φ_b sont des phases constantes et a est l'amplitude de l'onde laser. Lorsqu'un chargement est exercé à la surface de l'échantillon, les fronts d'onde A' et B' vont se déformer et évoluer en A'' et B'' qui ont pour expression :

$$A'' = a \exp[i(\Phi_a + \varphi_a(\vec{r}))], \quad (1.33)$$

$$B'' = a \exp[i(\Phi_b + \varphi_b(\vec{r}))], \quad (1.34)$$

avec $\varphi_a(\vec{r})$ et $\varphi_b(\vec{r})$ les variations de phase des fronts diffractés ± 1 causées par la déformation en un point $\vec{r}(x, y)$. La relation entre les composantes du déplacement et les variations de phase s'écrit :

$$\varphi_a(\vec{r}) = \frac{2\pi}{\lambda} [u_y (1 + \cos \alpha) - u_x \sin \alpha], \quad (1.35)$$

$$\varphi_b(\vec{r}) = \frac{2\pi}{\lambda} [u_y (1 + \cos \alpha) + u_x \sin \alpha], \quad (1.36)$$

u_x et u_y sont les déplacements suivant les axes x et y respectivement de la surface de l'échantillon. Les fronts d'ondes déformés ± 1 dans l'axe x interfèrent dans le plan image de la camera CCD et l'intensité lumineuse peut être décrite comme :

$$I(\vec{r}) = (A'' + B'')(A'' + B'')^* = 2a^2 \{1 + \cos[\Phi_0 + \Delta(\vec{r})]\}, \quad (1.37)$$

avec $\Phi_0 = \Phi_a - \Phi_b$ une constante. Le symbole « * » de l'équation ci-dessus signifie conjugué complexe. Φ_0 est équivalent à la différence de phase homogène causée par le déplacement de corps rigide. On a ci-dessous l'expression de $\Delta\varphi(\vec{r})$, il représente la différence de phase entre fronts d'ondes :

$$\Delta\varphi(\vec{r}) = \varphi_a(\vec{r}) - \varphi_b(\vec{r}) = \frac{4\pi}{\lambda} u_x \sin \alpha, \quad (1.38)$$

Soit $\delta(\vec{r})$ la différence de chemin optique, elle reliée à la différence de phase par la relation :

$$\delta(\vec{r}) = n\lambda = \frac{\lambda}{2\pi} \Delta(\vec{r}), \quad (1.39)$$

n est un entier qui permet de satisfaire la condition d'interférence constructive. Ainsi les déplacements à la surface de l'échantillon sont donnés par la relation :

$$u_x = \frac{N_x}{2f_s}, \quad (1.40)$$

$$u_y = \frac{N_y}{2f_s}, \quad (1.41)$$

N_x et N_y correspondent au niveau de franges dans les champs d'interférences correspondant à u_x et u_y respectivement.

3.2.3.2. Limitations théoriques

La fréquence du réseau crée par les interférences des faisceaux lasers dans le moiré est fonction de la longueur d'onde et de l'angle d'incidence à la surface de l'échantillon :

$$f = \frac{2}{\lambda} \sin \theta, \quad (1.42)$$

La fréquence théorique limite du réseau pour un rayonnement laser donné est atteinte pour une valeur d'angle $\alpha = 90^\circ$, donc la fréquence devient :

$$f = \frac{2}{\lambda}, \quad (1.43).$$

A cette fréquence théorique limite, on peut associer une sensibilité théorique en déplacement qui est de $\frac{2}{\lambda}$ frange par unité de déplacement. La limite théorique est atteinte à 97,6% lorsqu'on dépose un réseau de 2000 lignes par mm à la surface d'une éprouvette et que l'on utilise un angle $\alpha = 77,4^\circ$.

Avantage et inconvénients :

Le moiré interférométrique est une technique d'analyse locale de déformations qui présente plusieurs atouts, on peut citer entre autre :

- ❖ Sa grande sensibilité en déplacement plan qui n'est pas affectée par le déplacement hors plan au cours de l'essai.
- ❖ Sa grande résolution spatiale qui permet de suivre une zone importante de la surface de la surface de l'éprouvette et un rapport signal sur bruit important qui se traduit par des franges très contrastées et clairement visibles.

Son principal inconvénient se trouve au niveau de la limitation théorique de la fréquence.

4. Techniques d'encodage de réseaux pour l'analyse locale des déformations

Il existe plusieurs méthodes permettant d'encoder la surface des substrats. Les réseaux (ou les grilles) ainsi déposés sont couplés à des techniques de métrologie pour l'analyse des déformations à l'échelle de la microstructure. La technique de métrologie guide quelques fois le choix des paramètres du réseau. Ces paramètres sont la géométrie du motif, le pas et les dimensions du réseau. Les paramètres du réseau et la nature du matériau étudié sont à considérer dans le choix de la technique d'encodage. En effet, certaines techniques sont adaptées pour le dépôt de motifs ayant une gamme de taille donnée, de manière ordonnés ou non, ceci suivant la nature du substrat. Pour permettre les mesures locales, les motifs doivent être discernables, plus petits que les grains dans le cas d'alliages métalliques et ne pas se décoller au cours de l'essai. On suppose généralement qu'ils suivent les déformations du substrat. Le dépôt de motifs ne doit pas modifier mécaniquement la surface de l'éprouvette. Les techniques de mesures locales de déformations permettent d'avoir une bonne compréhension du comportement macroscopique des matériaux. Cette analyse multi-échelle présente deux exigences :

- i-*) la surface à analyser doit couvrir un volume proche du volume élémentaire représentatif qui vérifie la loi du comportement,
- ii-*) la technique doit permettre de mesurer les déformations à l'échelle locale dépendant de ce que l'on cherche.

Généralement les techniques qui permettent de déposer les motifs appropriés pour le suivi des déformations aux grains et aux joints de grains sont limitées en termes de dimensions du réseau. Dans le cas où le dépôt est réalisé, les instruments (microscopie électronique) permettant de visualiser le réseau ne permettent pas de suivre de grandes fenêtres. On peut alors découper le réseau en plusieurs parties qui vont être imagées et recollées, ce qui nécessite des temps d'expérience importants et l'utilisation des algorithmes de traitements d'images. Cependant, certaines techniques permettent de déposer des réseaux de dimensions comparables au volume élémentaire représentatif. Nous allons

présenter brièvement les techniques en fonction des dimensions du réseau qu'elles permettent de déposer, de la géométrie des nanoparticules aussi bien de la nature ordonnée ou pas du réseau.

4.1. Les réseaux désordonnés

Les films minces métalliques recuit permettent d'obtenir des géométries diverses de nanoparticules en fonction de l'épaisseur évaporée et de la température de recuit (Joo et al. 2013). Joo et ses collaborateurs ont étudié la taille optimale de nanoparticules obtenues par dépôt et recuit de films d'argent afin de mesurer localement avec une bonne précision les déformations à la surface d'un alliage biphasé par CIN. La taille de nanoparticules obtenues est fonction de l'épaisseur du film déposé, de la température et du temps de recuit. Les nanoparticules de quelques dizaines de nanomètres peuvent être déposées sur quelques millimètres carrés de surface par cette technique. La Figure 1.8 présente les nanoparticules obtenues par cette procédure en fonction de l'épaisseur de métal déposée.

La lithographie électronique est aussi utilisée pour déposer des réseaux aléatoires de nanoparticules (Kammers and Daly 2011; Guery et al. 2014).

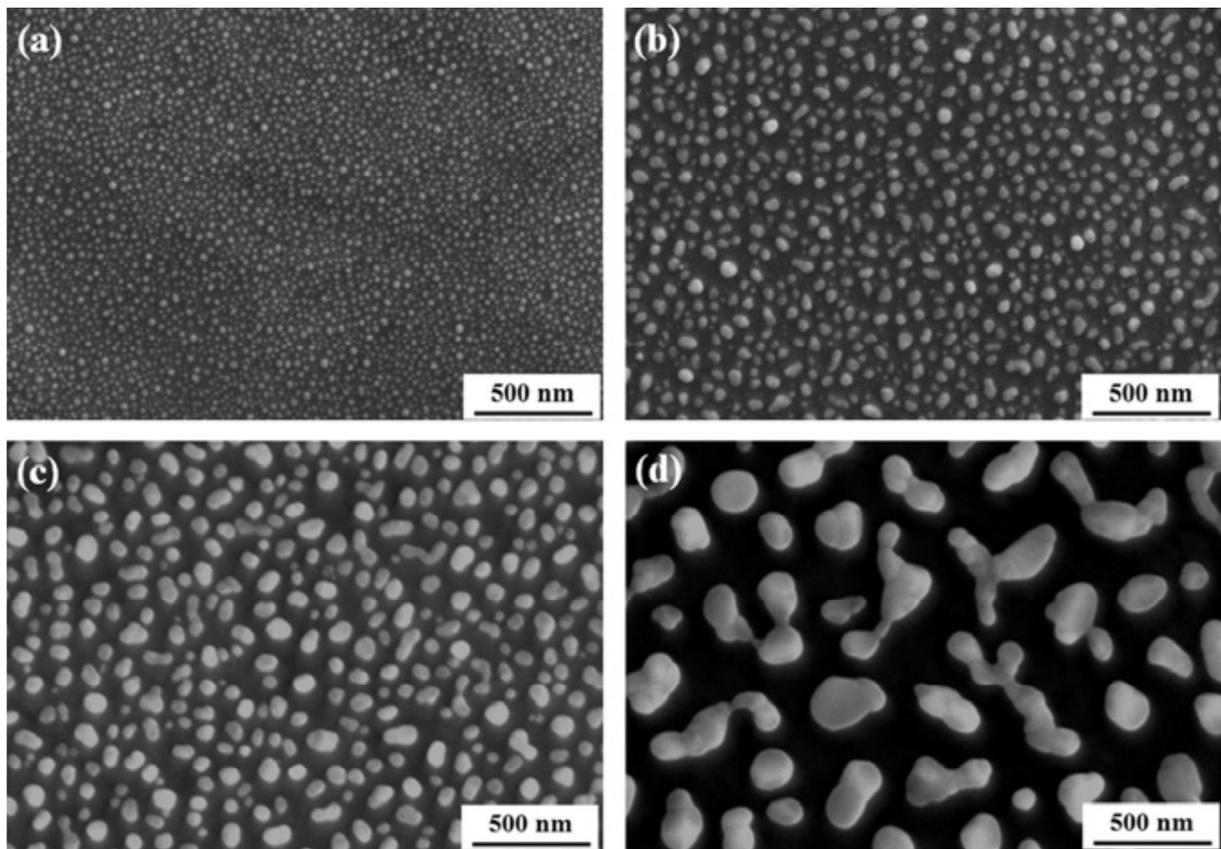


Figure 1.8 : nanoparticules obtenue après évaporation d'un film d'argent d'épaisseur de 2,5 nm en (a), de 5,0 nm en (b), de 7,5 nm en (c) et de 15 nm en (d) respectivement. Les différents films ont été recuit à 300°C pendant 5 minutes (Joo et al. 2013).

La pulvérisation de peinture permet de créer des mouchetis contrastés à la surface d'éprouvette (Lionello and Cristofolini 2014; Guo et al. 2014). Le contraste obtenu permet d'améliorer la qualité des résultats dans le cadre de la corrélation d'image numérique. On peut aussi simplement polir la surface de l'échantillon lorsqu'il est lisse dans le but de créer une rugosité.

4.2. Les réseaux ordonnés

Les techniques interférométriques qui utilisent la lumière blanche (Moullart 2007) ou ultraviolette (Mari, Marti, and Silva 1992) permettent de déposer des réseaux ordonnés de nanoparticules ou de lignes à la surface de matériaux. Ces réseaux ont un pas compris entre 1 et 10 μm et permettent de suivre les déformations à la surface des alliages métalliques ou des composites. Les pas obtenus ne permettent pas de suivre les déformations aux joints de grains dans le cas des alliages métalliques.

La lithographie électronique est une technique qui permet de déposer de façon précise diverses géométries de nanoparticules à la surface de divers substrats (Rai-Choudhury 1997). Son utilisation pour l'analyse des déformations en mécanique devient de plus en plus commune, avec une diminution progressive de la distance entre nanoparticules dans le réseau (Allais et al. 1994; Aurelie. Clair et al. 2011; Kishimoto, Shinya, and Mathew 1997b). La résolution obtenue dans l'utilisation des réseaux ordonnés est directement liée au pas. Dans les premiers travaux mettant en œuvre les réseaux de nanoparticules, le pas était proche de 5 μm (Allais et al. 1994) (voir Figure 1.9a). Clair et ses collaborateurs ont récemment utilisé des réseaux de nanoparticules avec 1 μm de pas pour mettre en évidence les hétérogénéités de déformations autour d'un point triple d'un alliage à base de nickel (Clair et al. 2011) (voir Figure 1.9b). Dans cette étude, la technique EBSD a été utilisée pour obtenir les données cristallographiques de la surface de l'éprouvette. Cette configuration de réseau a été utilisée par les mêmes auteurs pour mesurer les déformations induites par la croissance de la couche d'oxyde en milieu primaire (Clair 2011). Ainsi en réduisant la distance entre nanoparticules, il est possible de mesurer de très faibles déformations et de mettre en évidence les hétérogénéités au sein de la microstructure. Nous allons mettre en œuvre cet avantage de l'utilisation des réseaux de nanoparticules dans la première partie de cette thèse.

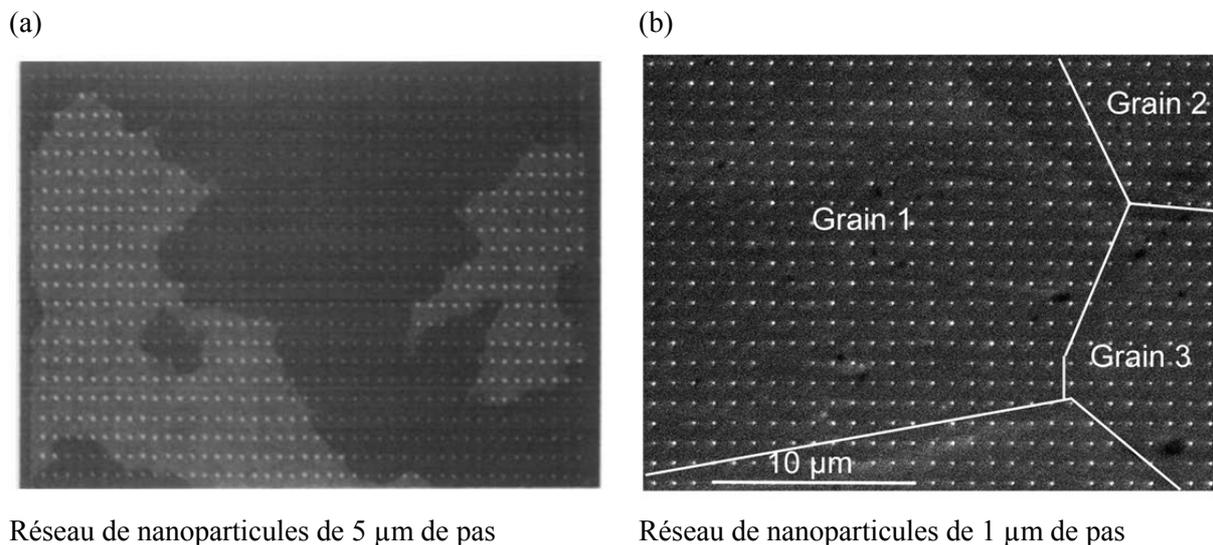


Figure 1.9 : (a) réseau de 5 μm de pas utilisé pour l'analyse des déformations d'un alliage biphasés à base d'alliage de fer/d'argent (Allais et al. 1994). (b) Réseau de nanoparticules de 1 μm de pas utilisé pour mettre en évidence les hétérogénéités de déformations à la surface d'un alliage à base de nickel (Aurelie. Clair et al. 2011).

Cependant, cette technique reste limitée à de dimensions de réseaux qui sont généralement éloignées du volume élémentaire représentatif, à cause des limitations des microscopes et du temps de lithographie. Les capacités des microscopes évoluant rapidement, il sera possible dans les années à venir de lever ces limitations de dimensions de réseau et de temps de lithographie.

5. La technique EBSD : application à l'analyse des déformations

La technique EBSD « Electron BackScatter Diffraction » en anglais ou « diffraction des électrons rétrodiffusés » en français, est une technique qui permet l'analyse locale des orientations cristallographiques de la microstructure. La microstructure regroupe la texture morphologique (taille et forme de grains) et la texture cristallographique (distribution des orientations cristallographiques). La technique EBSD est basée sur l'exploitation des diagrammes de diffraction des électrons rétrodiffusés, elle est mise en œuvre pour l'analyse des propriétés des matériaux et la compréhension de leur comportement mécanique (Publication du Groupement National de Microscopie Electronique à Balayage et de Microanalyse 2002).

Lorsqu'une onde électromagnétique de longueur d'onde λ arrive à la surface d'un matériau métallique avec une incidence θ par rapport à la surface, elle interagit avec les électrons des atomes du matériau. Une partie de ce rayonnement est absorbée dans la matière et l'autre est rétrodiffusée (voir Figure 1.10). La partie rétrodiffusée contient des interactions de natures diverses et la distribution de ces électrons définie en fonction des angles de rétrodiffusion et de la distance parcourue est la « poire d'interaction ». Lorsque les ondes issues de deux plans atomiques voisins interfèrent de façon constructive, la loi de Bragg s'écrit :

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda, (1.44)$$

Avec h, k, l les indices de Miller, d_{hkl} la distance entre plans atomiques, n un entier naturel décrivant l'ordre de diffraction. La technique EBSD est très répandue aujourd'hui dans la caractérisation des matériaux cristallins (identification des phases, analyses des orientations cristallines) et est souvent couplée à d'autres techniques d'analyses (EDS, ...) (Kell et al. 2005; Salem, Glavicic, and Semiatin 2008). Son succès dans l'analyse des déformations se justifie par la possibilité d'obtenir des informations locales (de l'ordre de quelques centaines de nanomètres) et sur des dimensions importantes, de l'ordre de quelque millimètre carré. Ce caractère multi-échelle la distingue des techniques sœurs que sont la diffraction des rayons X et la diffusion des neutrons. La technique EBSD connaît cet essor depuis les années 1990, lorsque l'acquisition, la numérisation et l'analyse ont été automatisées grâce aux travaux de Dingley (Dingley and Randle 1992). Avant ceci, elle avait été déjà mise en œuvre pour des applications mais elle souffrait du handicap de l'enregistrement fastidieux sur une plaque photographique qui ne permettait d'exploiter ses potentialités.

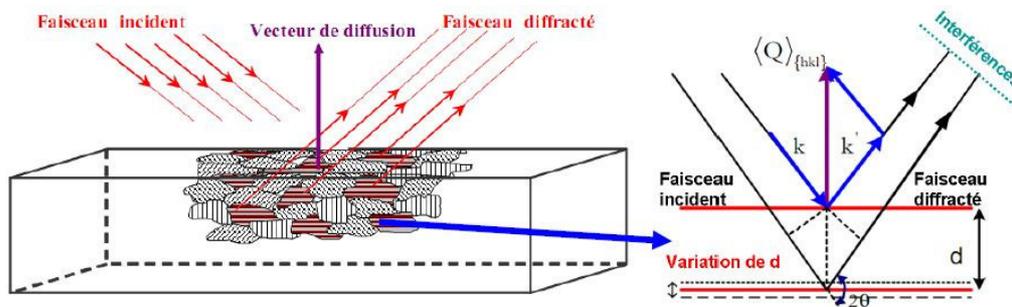


Figure 1.10 : a) diffraction d'une famille de plans $\{hkl\}$ dans un polycristal. b) diffraction du faisceau incident sur un réseau (k vecteur directeur du faisceau incident et k' celui du faisceau diffracté, Q vecteur normal au plan $\{hkl\}$ diffractant) (Le Joncour 2011).

Cette technique permet également l'analyse 3D des matériaux (Calcagnotto et al. 2010), cependant, lorsqu'elle est implémentée dans un microscope électronique à balayage, la pénétration du faisceau est d'environ 10 nm. Elle permet dans ces conditions, une analyse cristallographique de la surface de la microstructure. Dans la suite de ce manuscrit, les mesures par la technique EBSD seront effectuées dans un microscope équipé d'un détecteur OIM (Orientation Imaging Microscopy).

Comme principales inconvénients à cette technique, on peut évoquer la préparation de la surface qui est très déterminante pour la qualité de la mesure et peut s'avérer dans certains cas être très difficile. Il faut également souligner le temps d'acquisition qui est très long en fonction de la qualité souhaitée et des dimensions des surfaces à analyser et demande donc de trouver des « bons compromis ».

La technique EBSD présente des avantages multiples : tout d'abord la résolution spatiale locale, son implémentation plus ou moins facile dans la quasi-totalité des Microscope Electronique à Balayage (MEB) et sa versatilité au couplage à d'autres techniques d'analyses.

Plusieurs travaux ont eu pour but de développer la technique et l'appliquer dans divers domaines. Nous pouvons citer son application à la compréhension des mécanismes de déformation locale (Mishra et al. 2009; Gurao and Suwas 2013; Le et al. 2013; Sinha et al. 2015). Le et ses collaborateurs ont utilisé la technique EBSD pour montrer l'influence de la taille des grains sur les mécanismes de déformations de la microstructure d'aluminium (Le et al. 2013). Dans cette étude, le matériau traité thermiquement pour obtenir la taille des grains souhaitée subit une compression et est analysé par EBSD. La Figure 1.11 montre l'évolution de la microstructure à partir des figures de pôles inverses et de figures de pôles. Les analyses EBSD et EDS peuvent être couplées pour étudier les propriétés mécaniques des matériaux multicouches (Bhattacharjee, Ray, and Upadhyaya 2008).

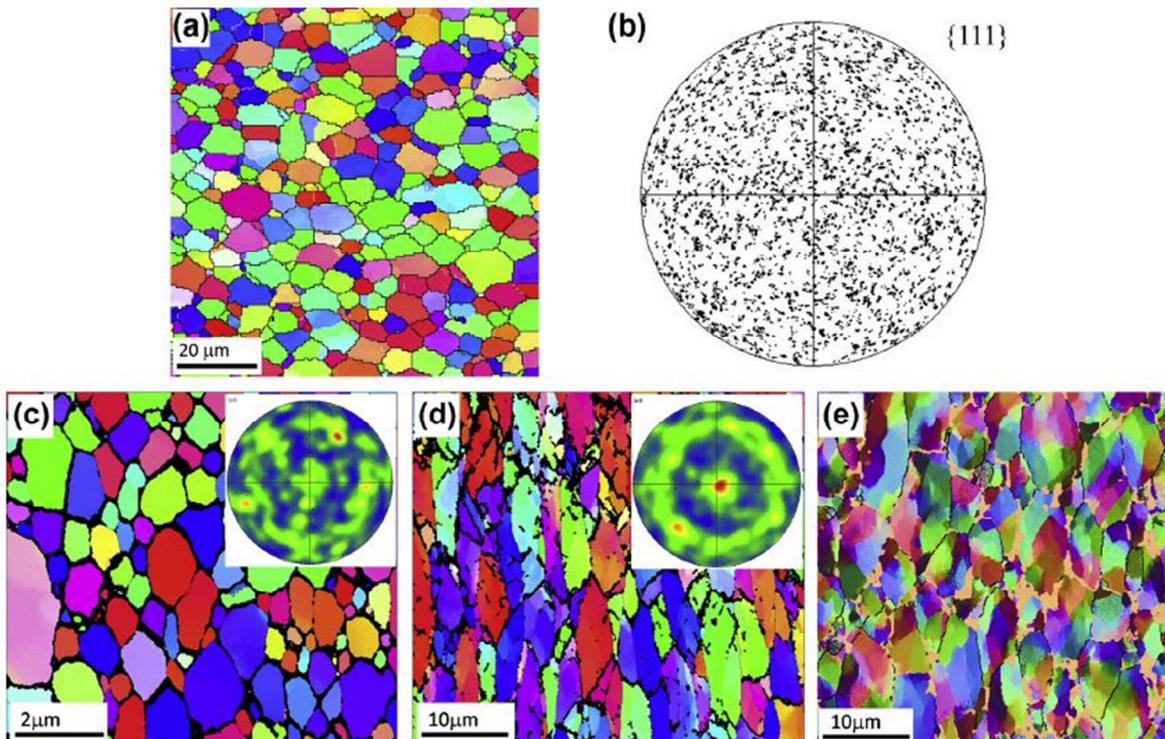


Figure 1.11 : évolution de la microstructure au cours de l'essai de compression (Le et al. 2013).

6. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons fait une présentation des matériaux qui vont être utilisés dans la suite de ce mémoire : les aciers inoxydables et les polymères. Nous avons présenté les propriétés des aciers inoxydables austénitiques 316L et duplex austéno-ferritique UR45N utilisés dans l'approche où les nanoparticules servent de nanomarqueurs de déplacement. Comme polymère nous avons utilisé le PDMS dans un premier temps. Ce polymère ne se prête pas facilement à la lithographie, nous avons utilisé également le PET sur lequel nous avons déposé des réseaux de nanoparticules par lithographie électronique. Ces polymères ont été choisis à cause de leurs propriétés mécaniques, optiques et leur tolérance chimique aux solvants utilisés en lithographie et sont utilisés pour montrer que les déformations peuvent être mesurées à partir des propriétés optiques de nanoparticules. Les principales techniques usuelles de mesures locales de déformations ont été rappelées, nous les avons présentées en fonction de la nature du motif encodé (ordonné ou aléatoire) à la surface du matériau. Nous avons également présenté quelques moyens qui permettent de déposer des réseaux aléatoires aussi bien qu'ordonnés à la surface des matériaux. La technique de diffraction des électrons rétrodiffusés permettant d'obtenir les données cristallographiques de la surface du matériau est brièvement présentée. Cette technique a été couplée aux champs cinématiques obtenue à partir des déplacements de nanoparticule dans la suite de la thèse. Les notions de bases concernant les propriétés optiques de nanoparticules métalliques vont être exposées au chapitre 5 de ce manuscrit. Dans le chapitre suivant, le détail de l'approche permettant de mesurer les déformations locales va être présenté. Nous allons nous appuyer sur l'acier inoxydable austénitique 316L pour illustrer notre approche.

References :

- Aksu, Serap, Min Huang, Alp Artar, Ahmet a. Yanik, Selvapraba Selvarasah, Mehmet R. Dokmeci, and Hatice Altug. 2011. "Flexible Plasmonics on Unconventional and Nonplanar Substrates." *Advanced Materials* 23 (38): 4422–30. doi:10.1002/adma.201102430.
- Allais, L., M. Bornert, T. Bretheau, and D. Caldemaison. 1994. "Experimental Characterization of the Local Strain Field in a Heterogeneous Elastoplastic Material." *Acta Metallurgica et Materialia* 42 (11): 3865–80. doi:10.1016/0956-7151(94)90452-9.
- Anguiano Morales, M., Amalia Martínez, J. a. Rayas, Raúl R. Cordero, and Fernando Labbe. 2009. "Uncertainty Analysis of Whole-Field Phase-Differences Retrieved from ESPI Fringe Patterns by Using the Fourier Transform Method (FTM)." *Optics Communications* 282 (5). Elsevier B.V.: 686–91. doi:10.1016/j.optcom.2008.10.072.
- Bhattacharjee, P. P., R. K. Ray, and a. Upadhyaya. 2008. "Texture and Mechanical Properties of Cold Deformed and Annealed Multilayer Ni Base Substrate Tapes Prepared by a Powder Metallurgy Route." *Materials Science and Engineering A* 488 (1-2): 84–91. doi:10.1016/j.msea.2007.10.065.
- Biehler, J., H. Hoche, M. Oechsner, P. Kaestner, K. Bunk, and G. Bräuer. 2014. "Influence of the Microstructure on the Corrosion Resistance of Plasma-Nitrided Austenitic Stainless Steel 304L and 316L." *Materialwissenschaft Und Werkstofftechnik* 45 (10): 930–46. doi:10.1002/mawe.201400329.
- Bone, D J, H a Bachor, and R J Sandeman. 1986. "Fringe-Pattern Analysis Using a 2-D Fourier Transform." *Applied Optics* 25 (10): 1653. doi:10.1364/AO.25.001653.
- Bornert, M., F. Brémand, P. Doumalin, J. C. Dupré, M. Fazzini, M. Grédiac, F. Hild, et al. 2009. "Assessment of Digital Image Correlation Measurement Errors: Methodology and Results." *Experimental Mechanics* 49 (3): 353–70. doi:10.1007/s11340-008-9204-7.
- Bugat, Stéphane. 2000. "Comportement et Endommagement Des Aciers Austeno-Ferritiques Vieillis : Une Approche Micromécanique." Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- Buongiorno, Jacopo, and Philip E. MacDonald. 2003. "Progress Report for the FY-03 Generation-IV R&D Activities for the Development of the SCWR in the U.S.," 38.
- Calcagnotto, Marion, Dirk Ponge, Eralp Demir, and Dierk Raabe. 2010. "Orientation Gradients and Geometrically Necessary Dislocations in Ultrafine Grained Dual-Phase Steels Studied by 2D and 3D EBSD." *Materials Science and Engineering A* 527 (10-11): 2738–46. doi:10.1016/j.msea.2010.01.004.
- Calonne, V., a. F. Gourgues, and A. Pineau. 2004. "Fatigue Crack Propagation in Cast Duplex Stainless Steels: Thermal Ageing and Microstructural Effects." *Fracture of Engineering Materials and Structures* 27 (1): 31–43. doi:10.1111/j.1460-2695.2004.00717.x.
- Calonne, Virginie, A F Gourgues, and A Pineau. 2000. "Influence of Thermal Ageing on Fatigue Crack Growth Behaviour in Cast Duplex Stainless Steels."
- Calonne, Virginie. 2001. "Propagation de Fissure Par Fatigue Dans Les Aciers Austéno-Ferritique Moulés: Influence de La Microstructure, Du Vieillissement et de La Température D'essai." Ecole National Supérieure de Mines de Paris. <http://cat.inist.fr/?aModele=afficheN&cpsidt=14197533>.
- Carolan, R A, M Egashira, S Kishimoto, and N Shinya. 1992. "The Effect of Grain Boundary Defromation on the Creep Micro-Deformation of Copper." *Acta Materialia* 40 (7): 1629–36.
- Cataldi, Ugo, Roberto Caputo, Yuriy Kurylyak, Gérard Klein, Mahshid Chekini, Cesare Umeton, and Thomas Bürgi. 2014. "Growing Gold Nanoparticles on a Flexible Substrate to Enable Simple Mechanical Control of Their Plasmonic Coupling." *Journal of Materials Chemistry C* 2 (37): 7927. doi:10.1039/C4TC01607F.

- Chambon, Sylvie, and Alain Couzil. 2003. "Dense Matching Using Correlation: New Measures That Are Robust near Occlusions." *British Machine Vision Conference - BMVC 2003* 1: 143–52.
- Chasiotis, Ioannis, and Wolfgang G Knauss. 2002. "A New Microtensile Tester for the Study of MEMS Materials with the Aid of Atomic Force Microscopy." *Experimental Mechanics* 42 (1): 51–57. doi:10.1177/0018512002042001789.
- Clair, Aurélie. 2011. "Caractérisation Expérimentale Des Propriétés Micromécaniques et Micromorphologiques Des Alliages Base Nickel Contraints Par La Croissance D'une Couche D'oxydes Formée Dans Le Milieu Primaire D'une Centrale Nucléaire." Université de Bourgogne.
- Clair, Aurelie., M. Foucault, O. Calonne, Y. Lacroute, L. Markey, M. Salazar, V. Vignal, and E. Finot. 2011. "Strain Mapping near a Triple Junction in Strained Ni-Based Alloy Using EBSD and Biaxial Nanogauges." *Acta Materialia* 59 (8). Acta Materialia Inc.: 3116–23. doi:10.1016/j.actamat.2011.01.051.
- Colonna De Lega, Xavier. 1997. "Processing of Non-Stationary Interference Patterns: adapted Phase-Shifting Algorithms and Wavelet analysis. Application to Dynamic Deformation Measurements by Holographic and Speckle Interferometry." Ecole Polytechnique de Lausanne.
- Cunat, Pierre-Jean. 2000. "Aciers inoxydables: Critères de choix et structure." *Techniques de l'ingénieur. L'Entreprise industrielle* 4 (M4540). Techniques de l'ingénieur: M4540.1–M4540.17. <http://cat.inist.fr/?aModele=afficheN&cpsidt=16028346>.
- Dai, Fu-long, James McKelvie, and Daniel Post. 1990. "An Interpretation of Moiré Interferometry from Wavefront Interference Theory." *Optics and Lasers in Engineering* 12: 101–18.
- Desestret, A., and J. Charles. 1990. *Aciers Inoxydables Austéno-Ferritiques*. Les aciers. Editions de physique.
- Dingley, Dj J, and V Randle. 1992. "Microtexture Determination by Electron Back-Scatter Diffraction." *Journal of Materials Science* 27: 4545–66. doi:10.1007/BF01165988.
- Doumalin, P, and M Bornert. 2000. "Micromechanical Applications of Digital Image Correlation Techniques." *Interferometry in Speckle Light*, no. DIC: 67–74. doi:10.1007/978-3-642-57323-1_9.
- Doumalin, Pascal, Michel Bornert, and Jérôme Crépin. 2003. "Caractérisation de La Répartition de La Déformation Dans Les Matériaux Hétérogènes." *Mecanique et Industries* 4 (6): 607–17. doi:10.1016/j.mecind.2003.09.002.
- El Bartali, A., V. Aubin, and S. Degallaix. 2008. "Fatigue Damage Analysis in a Duplex Stainless Steel by Digital Image Correlation Technique." *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures* 31: 137–51. doi:10.1111/j.1460-2695.2007.01207.x.
- El Bartali, Ahmed. 2008. "Apport Des Mesures de Champs Cinématiques À L'étude Des Micromécanismes D'endommagement En Fatigue Plastique D'un Acier Inoxydable Duplex." Ecole Centrale de Lille.
- Etchepareborda, Pablo, Arturo Bianchetti, Ana Laura Vadjal, Alejandro Federico, and Guillermo H Kaufmann. 2014. "Simplified Phase-Recovery Method in Temporal Speckle Pattern Interferometry."
- Gates, Byron D., Qiaobing Xu, Michael Stewart, Declan Ryan, C. Grant Willson, and George M. Whitesides. 2005. "New Approaches to Nanofabrication: Molding, Printing, and Other Techniques." *Chemical Reviews* 105 (4): 1171–96. doi:10.1021/cr030076o.
- Ghadbeigi, H., C. Pinna, and S. Celotto. 2012. "Quantitative Strain Analysis of the Large Deformation at the Scale of Microstructure: Comparison between Digital Image Correlation and Microgrid Techniques." *Experimental Mechanics* 52 (9): 1483–92. doi:10.1007/s11340-012-9612-6.

- Grediac, M., and F. Sur. 2013. "Effect of Sensor Noise on the Resolution and Spatial Resolution of Displacement and Strain Maps Estimated with the Grid Method." *Strain*, no. Dic: 1–27. doi:10.1111/str.12070.
- Grédiac, Michel, and François Hild. 2011. *Mesures de Champs et Identification En Mécanique Des Solides. Mesures de Champs et Identification En Mécanique Des Solides*. Lavoisier.
- Guelorget, Bruno, Manuel François, Cristián Vial-Edwards, Guillaume Montay, Laurent Daniel, and Jian Lu. 2006. "Strain Rate Measurement by Electronic Speckle Pattern Interferometry: A New Look at the Strain Localization Onset." *Materials Science and Engineering: A* 415 (1-2): 234–41. doi:10.1016/j.msea.2005.09.090.
- Guery, Adrien, Félix Latourte, François Hild, and Stéphane Roux. 2014. "Characterization of SEM Speckle Pattern Marking and Imaging Distortion by Digital Image Correlation." *Measurement Science and Technology* 25 (1): 015401. doi:10.1088/0957-0233/25/1/015401.
- Guo, Xiang, Jin Liang, Zhengzong Tang, Binggang Cao, and Miao Yu. 2014. "High-Temperature Digital Image Correlation Method for Full-Field Deformation Measurement Captured with Filters at 2600°C Using Spraying to Form Speckle Patterns." *Optical Engineering* 53 (6): 063101. doi:10.1117/1.OE.53.6.063101.
- Gurao, N.P., and Satyam Suwas. 2013. "Deformation Behaviour at Macro- and Nano-Length Scales: The Development of Orientation Gradients." *Materials Letters* 99. Elsevier: 81–85. doi:10.1016/j.matlet.2013.02.074.
- He, Youliang, Stéphane Godet, and John J. Jonas. 2005. "Representation of Misorientations in Rodrigues-Frank Space: Application to the Bain, Kurdjumov-Sachs, Nishiyama-Wassermann and Pitsch Orientation Relationships in the Gibeon Meteorite." *Acta Materialia* 53 (4): 1179–90. doi:10.1016/j.actamat.2004.11.021.
- Hoult, Neil a., W. Andy Take, Chris Lee, and Michael Dutton. 2013. "Experimental Accuracy of Two Dimensional Strain Measurements Using Digital Image Correlation." *Engineering Structures* 46. Elsevier Ltd: 718–26. doi:10.1016/j.engstruct.2012.08.018.
- Huntley, J M, G H Kaufmann, and D Kerr. 1999. "Phase-Shifted Dynamic Speckle Pattern Interferometry at 1 kHz." *Applied Optics* 38 (31): 6556–63. doi:10.1364/AO.38.006556.
- Jacquot, P. 2008. "Speckle Interferometry: A Review of the Principal Methods in Use for Experimental Mechanics Applications." *Strain* 44 (1): 57–69. doi:10.1111/j.1475-1305.2008.00372.x.
- Joly, Pierre. 1992. "Etude de La Rupture D'aciers Inoxydables Austeno-Ferritiques Moulés, Fragilisés Par Vieillessement À 400°C." Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- Joo, Soo-Hyun, Jae Kon Lee, Jin-Mo Koo, Sunghak Lee, Dong-Woo Suh, and Hyung Seop Kim. 2013. "Method for Measuring Nanoscale Local Strain in a Dual Phase Steel Using Digital Image Correlation with Nanodot Patterns." *Scripta Materialia* 68 (5). Acta Materialia Inc.: 245–48. doi:10.1016/j.scriptamat.2012.10.025.
- Kammers, A. D., and S. Daly. 2011. "Small-Scale Patterning Methods for Digital Image Correlation under Scanning Electron Microscopy." *Measurement Science and Technology* 22 (12): 125501. doi:10.1088/0957-0233/22/12/125501.
- Kell, J., John R. Tyrer, R. L. Higginson, and R. C. Thomson. 2005. "Microstructural Characterization of Autogenous Laser Welds on 316L Stainless Steel Using EBSD and EDS." In *Journal of Microscopy*, 217:167–73. doi:10.1111/j.1365-2818.2005.01447.x.
- Kerr, D., F. Mendoza Santoyo, and J. R. Tyrer. 1990. "Extraction of Phase Data from Electronic Speckle Pattern Interferometric Fringes Using a Single-Phase-Step Method: A Novel Approach." *Journal of the Optical Society of America A* 7 (5): 820. doi:10.1364/JOSAA.7.000820.

- Kishimoto, S, N Shinya, and M D Mathew. 1997a. "Application of Electron Beam Lithography to Study Microcreep Deformation and Grain Boundary Sliding." *Journal of Materials Science* 32 (13): 3411–17.
- . 1997b. "Application of Electron Beam Lithography to Study Microcreep Deformation and Grain Boundary Sliding." *Journal of Materials Science* 32 (1): 3411–17.
- Labergere, C., B. Guelorget, and M. Francois. 2014. "Strain Rate Distribution and Localization Band Width Evolution during Tensile Test." *International Journal of Solids and Structures* 51 (23-24). Elsevier Ltd: 3944–61. doi:10.1016/j.ijsolstr.2014.07.017.
- Le Joncour, Léa. 2011. "Analyses Expérimentales et Modélisations Multi-Échelles de L'endommagement D'un Acier UR45N Laminé Vieilli." Université de Technologie de Troyes.
- Le, G. M., a. Godfrey, N. Hansen, W. Liu, G. Winther, and X. Huang. 2013. "Influence of Grain Size in the near-Micrometre Regime on the Deformation Microstructure in Aluminium." *Acta Materialia* 61 (19): 7072–86. doi:10.1016/j.actamat.2013.07.046.
- Lebedev, A. A., and V. V. Kosarchuk. 2000. "Influence of Phase Transformations on the Mechanical Properties of Austenitic Stainless Steels." *International Journal of Plasticity* 16: 749–67.
- Lecroisey, F, and A Pineau. 1972. "Martensitic Transformations Induced by Plastic Deformation in the Fe-Ni-Cr-C System." *Metallurgical TRANSACTIONS* 3 (February).
- Lee, Woei-Shyan, Tao-Hsing Chen, Chi-Feng Lin, and Wen-Zhen Luo. 2011. "Dynamic Mechanical Response of Biomedical 316L Stainless Steel as Function of Strain Rate and Temperature." *Bioinorganic Chemistry and Applications* 2011: 173782. doi:10.1155/2011/173782.
- Leffler, Bela. 2005. "Stainless Steels and Their Properties," 1–45. <http://scholar.google.com/scholar?hl=en&btnG=Search&q=intitle:Stainless+Steels+and+Their+Properties#5>.
- Leprince, Sébastien, Sylvain Barbot, François Ayoub, and Jean Philippe Avouac. 2007. "Automatic and Precise Orthorectification, Coregistration, and Subpixel Correlation of Satellite Images, Application to Ground Deformation Measurements." *IEEE Transactions on Geoscience and Remote Sensing* 45 (6): 1529–58. doi:10.1109/TGRS.2006.888937.
- Lionello, Giacomo, and Luca Cristofolini. 2014. "A Practical Approach to Optimizing the Preparation of Speckle Patterns for Digital-Image Correlation." *Measurement Science and Technology* 25 (10): 107001. doi:10.1088/0957-0233/25/10/107001.
- Mari, D., U. Marti, and P. C. Silva. 1992. "A New Photolithographic Technique to Detect the Local Deformation of Materials: Application to WC-Co Composites." *Materials Science and Engineering*.
- Memmolo, Pasquale, Giovanni Arena, Giancarlo Fatigati, Mariangela Grilli, Melania Paturzo, Luca Pezzati, and Pietro Ferraro. 2015. "Automatic Frames Extraction and Visualization From Noisy Fringe Sequences for Data Recovering in a Portable Digital Speckle Pattern Interferometer for NDI" 11 (5): 417–22.
- Minnai, Chloé, and Paolo Milani. 2015. "Metal-Polymer Nanocomposite with Stable Plasmonic Tuning under Cyclic Strain Conditions." *Applied Physics Letters* 107 (7): 073106. doi:10.1063/1.4928725.
- Mishra, S. K., P. Pant, K. Narasimhan, a. D. Rollett, and I. Samajdar. 2009. "On the Widths of Orientation Gradient Zones Adjacent to Grain Boundaries." *Scripta Materialia* 61 (3). Acta Materialia Inc.: 273–76. doi:10.1016/j.scriptamat.2009.03.062.
- Moulart, Raphaël. 2007. "Développement et Mise En Oeuvre D' Une Méthode de Mesure de Champs de Déformation À L'échelle Micrométrique." Ecole nationale Supérieure d' Arts et Métiers.

- Petit, Johann., Guillaume. Montay, and Manuel. François. 2014. “Strain Rate Measurements by Speckle Interferometry for Necking Investigation in Stainless Steel.” *International Journal of Solids and Structures* 51 (2). Elsevier Ltd: 540–50. doi:10.1016/j.ijsolstr.2013.10.029.
- Pickering. 1984. “Physical Metallurgical Development of Stainless Steel.” In *Proceeding of the Conference Stainless Steel Prime Göteborg*.
- Post, D, B Han, and P Ifju. 1994. *High Sensitivity Moiré: Experimental Analysis for Mechanics and Materials*. Mechanical. Vol. 36. Springer-Verlag, New York.
- Publication du Groupement National de Microscopie Electronique à Balayage et de Microanalyse. 2002. *L 'analyse EBSD : Principes et Applications Editée Par Jean-Louis Pouchou*. Edited by Jean-Louis Pouchou. EDP Scienc.
- Rai-Choudhury, P. 1997. *Handbook of Microlithography, Micromachining, and Microfabrication. Handbook of Microlithography Micromachining and Microfabrication*. Vol. 1.
- Roddier, C, and F Roddier. 1987. “Interferogram Analysis Using Fourier Transform Techniques.” *Applied Optics* 26 (9): 1668–73. doi:10.1364/AO.26.001668.
- Salem, A. A., M. G. Glavicic, and S. L. Semiatin. 2008. “A Coupled EBSD/EDS Method to Determine the Primary- and Secondary-Alpha Textures in Titanium Alloys with Duplex Microstructures.” *Materials Science and Engineering A* 494 (1-2): 350–59. doi:10.1016/j.msea.2008.06.022.
- Sinha, Subhasis, Jerzy a. Szpunar, N.a.P. Kiran Kumar, and N.P. Gurao. 2015. “Tensile Deformation of 316L Austenitic Stainless Steel Using in-Situ Electron Backscatter Diffraction and Crystal Plasticity Simulations.” *Materials Science and Engineering: A* 637. Elsevier: 48–55. doi:10.1016/j.msea.2015.04.005.
- Surrel, Y. 2000. “Fringe Analysis.” *Topics in Applied Physics*, v. 77, 55–102. doi:10.1007/3-540-48800-6.
- Takeda, M, and H Yamamoto. 1994. “Fourier-Transform Speckle Profilometry: Three-Dimensional Shape Measurements of Diffuse Objects with Large Height Steps And/or Spatially Isolated Surfaces.” *Applied Optics* 33 (34): 7829–37. doi:10.1364/AO.33.007829.
- Takeda, Mitsuo, Hideki Ina, and Seiji Kobayashi. 1982. “Fourier-Transform Method of Fringe-Pattern Analysis for Computer-Based Topography and Interferometry.” *Journal of the Optical Society of America* 72 (1): 156. doi:10.1364/JOSA.72.000156.
- Tiwari, Vikrant, Michael a. Sutton, S. R. McNeill, Shaowen Xu, Xiaomin Deng, William L. Fourney, and Damien Bretall. 2009. “Application of 3D Image Correlation for Full-Field Transient Plate Deformation Measurements during Blast Loading.” *International Journal of Impact Engineering* 36 (6). Elsevier Ltd: 862–74. doi:10.1016/j.ijimpeng.2008.09.010.
- Wang, L., X. Zhao, M.H. Ding, H. Zheng, H.S. Zhang, B. Zhang, X.Q. Li, and G.Y. Wu. 2015. “Surface Modification of Biomedical AISI 316L Stainless Steel with Zirconium Carbonitride Coatings.” *Applied Surface Science* 340: 113–19. doi:10.1016/j.apsusc.2015.02.191.
- Wang, Qinghua, Satoshi Kishimoto, Yoshihisa Tanaka, and Yutaka Kagawa. 2013. “Micro/submicro Grating Fabrication on Metals for Deformation Measurement Based on Ultraviolet Nanoimprint Lithography.” *Optics and Lasers in Engineering* 51 (7). Elsevier: 944–48. doi:10.1016/j.optlaseng.2013.02.021.
- Yang, D., M. Bornert, H. Gharbi, P. Valli, and L.L. Wang. 2010. “Optimized Optical Setup for DIC in Rock Mechanics.” *EPJ Web of Conferences* 6: 22019. doi:10.1051/epjconf/20100622019.
- Zhang, Yuzheng, Troy D. Topping, Enrique J. Lavernia, and Steven R. Nutt. 2014. “Dynamic Micro-Strain Analysis of Ultrafine-Grained Aluminum Magnesium Alloy Using Digital Image

Correlation.” *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science* 45 (1): 47–54. doi:10.1007/s11661-013-1805-9.

Zhu, T., M. A. Sutton, N. Li, J.-J. Orteu, N. Cornille, X. Li, and A. P. Reynolds. 2011. “Quantitative Stereovision in a Scanning Electron Microscope.” *Experimental Mechanics* 51 (1): 97–109. doi:10.1007/s11340-010-9378-7.

Chapitre 2 :
Présentation de la
méthode de
caractérisation de
déformations locales

Table des matières

Chapitre 2	48
1. Introduction	48
2. Présentation de la méthode d'analyse de champs cinématiques.....	49
2.1. Utilisation des réseaux périodiques	49
2.2. Description de la méthode.....	50
2.2.1. Dépôt des nanoparticules métalliques par lithographie électronique	50
2.2.2. Traction in situ sous MEB.....	51
2.2.3. Extraction des positions des nanoparticules	53
2.2.4. Calcul des champs cinématiques	55
2.3. Analyse des résultats	64
2.3.1. Comparaison entre les évolutions microscopiques et macroscopiques	64
2.3.2. Hétérogénéités	66
3. Conclusions	68
Références :	69

Chapitre 2

Présentation de la méthode de caractérisation des déformations locales : illustration à l'acier inoxydable austénitique 316L

1. Introduction

Certaines structures sensibles utilisent des matériaux dans des conditions extrêmes. C'est le cas par exemple des matériaux dans les circuits primaires de refroidissement des centrales nucléaires (Le Millier 2014) ou des composants de la microélectronique (Liu et al. 2008) qui subissent des cycles thermiques pendant leur fabrication ou pendant leur utilisation. Il est alors nécessaire d'avoir une bonne compréhension du comportement du matériau de façon à pouvoir anticiper l'endommagement en fonctionnement ou au cours de la fabrication qui pourrait mettre en péril l'intégrité du système. Les déformations à l'échelle locale peuvent être dramatiques pour l'intégrité du système. De plus, le comportement macroscopique est régi par les interactions des éléments de la microstructure. De ce fait, il est primordial de pouvoir mesurer les déformations à ces échelles. La mesure des déformations à l'échelle locale demeure un challenge bien que de nombreuses approches aient été proposées. Ces approches peuvent mettre en œuvre les techniques basées sur l'utilisation d'un réseau aléatoire. Elles utilisent généralement la rugosité de surface, parmi elles, on peut citer la corrélation d'images numérique (CIN) (Grédiac and Hild 2011) ou l'interférométrie de speckle (Guelorget et al. 2006). Cependant le réseau aléatoire peut être déposé par lithographie électronique (EBL, Electron Beam Lithography) (Rai-Choudhury 1997) ou par évaporation et recuit d'un film métallique mince (Joo et al. 2013). L'utilisation d'un réseau périodique fournit des résultats intéressants. Elle peut être couplée à des techniques telles l'interférométrie (Guo et al. 2006) qui présentent une bonne résolution spatiale. Le paramètre clé dans l'utilisation des réseaux périodiques est le pas du réseau qui détermine la résolution des champs mécaniques. Ces différentes techniques ont été présentées en détail dans le chapitre 1. Dans cette thèse nous développons deux approches de mesure de déformations à l'échelle des constituants de la microstructure. Les deux approches sont basées sur l'utilisation des réseaux de nanoparticules (NPs) d'or. Les réseaux sont déposés par EBL. Dans la première approche, les NPs sont utilisées comme nanojauge de déplacement au cours d'un essai de traction in situ dans un microscope électronique à balayage (MEB). Le suivi des déplacements des NPs sur différentes cartographies MEB permet de remonter aux champs mécaniques. Ces champs peuvent être couplés avec des mesures cristallographiques de la région du réseau afin d'identifier les mécanismes de déformations locaux. Dans la deuxième approche, c'est l'interaction des NPs avec la lumière visible qui est mise à profit, notamment la résonance des plasmons localisés de surface. Les déformations locales sont confrontées au le comportement macroscopique du matériau. Dans la première partie de ce manuscrit (qui comporte les chapitres de 2 à 4), c'est la première approche qui sera présentée. Dans ce chapitre, nous présentons le principe général de la méthode en nous appuyant sur les premiers résultats obtenus sur l'acier 316L. La première étape consiste à déposer le réseau de NPs à la surface de l'éprouvette. Ensuite l'essai de traction in situ dans un MEB est réalisé. Les images de la surface du réseau sont enregistrées progressivement jusqu'à la rupture. Une fois l'essai terminé, les champs cinématiques sont obtenus par un traitement des images MEB. L'éprouvette utilisée n'a subi aucune préparation de surface, on observe sur sa surface un relief dû à l'oxydation.

2. Présentation de la méthode d'analyse de champs cinématiques

Les NPs peuvent jouer le rôle de nanojauges donnant accès aux déformations à l'échelle nanométrique par le suivi de leurs déplacements lors des essais de traction in-situ dans un MEB. Cette méthode est particulièrement performante pour cartographier les déformations à la surface des constituants de la microstructure et aussi pour mettre en évidence les hétérogénéités locales de déformations. Elle fournit une comparaison directe entre l'évolution locale des champs cinématiques et le comportement macroscopique du matériau. Dans cette section, nous présentons quelques travaux antérieurs utilisant un réseau périodique et le détail des différentes étapes de notre approche appliquée à l'alliage inoxydable 316L. Il sera mis en évidence que l'un des principaux avantages de l'utilisation des réseaux 2D de NPs est de fournir des informations sur le rôle de l'orientation angulaire de l'interface entre grains. Les hétérogénéités locales de déformations et le comportement dans les régions entre grains seront suivis aux différents niveaux de chargement. En outre, des événements particuliers peuvent être qualitativement et quantitativement étudiés comme l'apparition de bandes et l'évolution de la déformation dans le domaine plastique. Ces bandes seraient la propagation de dislocations présentes dans le volume du matériau à travers la surface, lorsque le chargement appliqué augmente.

2.1. Utilisation des réseaux périodiques

Comme mentionné plus haut, c'est le pas du réseau qui détermine la résolution dans les techniques utilisant un réseau périodique. Plusieurs stratégies de dépôt de réseaux à la surface des alliages métalliques sont communément utilisées. Des réseaux de lignes unidimensionnelles ou croisées ou de points peuvent être fabriqués par photolithographie (Mari, Marti, and Silva 1992; Moulart 2007). Cependant, les pas obtenus par cette technique restent limités au micron à cause de la loi de diffraction :

$$p = \frac{\lambda}{2 \sin \theta}, \quad (2.1)$$

avec p le pas du réseau, θ l'angle d'illumination du laser à la surface de l'échantillon et λ la longueur du laser. Ceci constitue une limitation puisque les réseaux de pas supérieurs à $1 \mu\text{m}$ ne sont pas adaptés pour mettre en évidence des déformations aux interfaces entre grains (Moulart 2007). En effet, la résolution obtenue ne suffit pour mettre en évidence les déformations aux joints de grains. D. Mari et ses collaborateurs (Mari, Marti, and Silva 1992) ont imprimé par lithographie holographique des lignes avec des pas proches de $0.13 \mu\text{m}$. Pour obtenir ces réseaux avec des pas inférieurs au micron, ils ont utilisé un laser ultra-violet (faible longueur d'onde). Les réseaux obtenus ont permis d'étudier les mécanismes de déformations des matériaux composites céramiques à base de carbure de tungstène (WC) et de cobalt.

Les pas des réseaux dans les premières études d'analyses de déformation à la surface des matériaux obtenus par EBL étaient autour de la dizaine de microns. Nous pouvons souligner les travaux de Allais et al. (Allais et al. 1994) qui ont déposé une grille de $5 \mu\text{m}$ de pas par microélectrolithographie pour étudier la distribution des déformations à la surface des matériaux biphasés à base d'alliage de fer/d'argent et de fer/cuivre. Récemment, Clair et al. (Clair et al. 2011) ont apporté une amélioration aux paramètres du réseau. Ils ont déposé par EBL des réseaux de NPs d'or de 150 nm de diamètre et de distance inter-particules égale à $1 \mu\text{m}$. Le but de cette étude était de cartographier la répartition des déformations à l'échelle locale avec les nanojauges biaxiales. Et

d'expliquer comment les déformations locales se répartissent à la surface des grains pour différents niveaux de chargement. Dans la présente étude, nous allons plus loin que les précédents travaux et nous proposons une approche originale de cartographie des déformations. L'idée principale consiste à fabriquer des réseaux de NPs avec un pas sub-micrométrique afin de suivre les déplacements de NPs et obtenir les cartographies des champs cinématiques. Les NPs jouent ainsi le rôle de nanojauges et permettent de mettre en évidence les hétérogénéités de déformations au sein de la microstructure et de les quantifier. Pour ce faire, les réseaux de NPs ont été fabriqués par EBL et un essai de traction in-situ dans un MEB a été réalisé.

2.2. Description de la méthode

2.2.1. Dépôt des nanoparticules métalliques par lithographie électronique

Dans cette thèse, les différentes approches développées reposent sur l'utilisation d'un réseau de NPs métallique. La technique que nous avons utilisée est la lithographie électronique. Cette technique permet de déposer de manière précise les géométries diverses de NPs à la surface de substrat. L'EBL consiste à utiliser le faisceau d'électrons d'un MEB pour insoler localement la surface d'un substrat sur lequel a été déposée préalablement une résine photosensible. Elle se décline en plusieurs étapes. La Figure 2.1 présente le processus général de cette méthode.

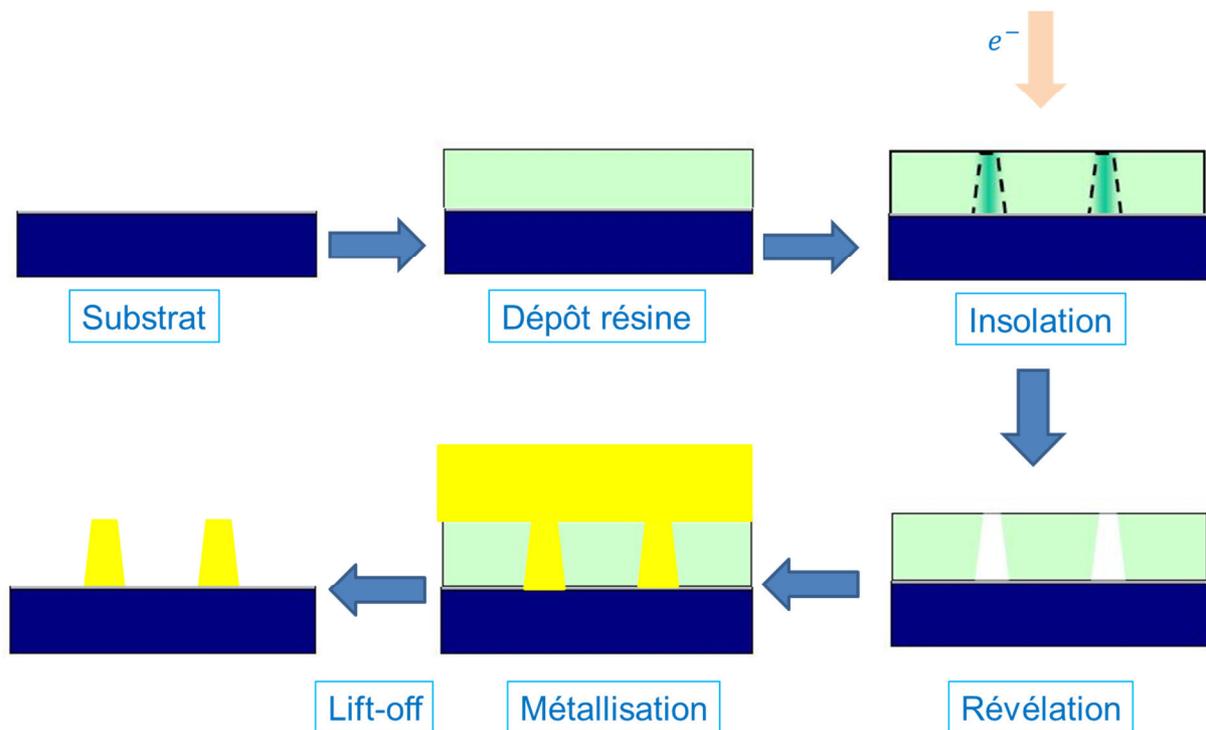


Figure 2.1 : processus générale de lithographie. La résine déposée à la surface du substrat est le PMMA (Polyméthacrylate de méthyle). Le faisceau d'électrons du MEB est utilisé pour insoler localement les formes souhaitées. Cette insolation consiste en un affaiblissement des chaînes polymériques de la résine. Ainsi la révélation consiste à plonger le substrat dans une solution de méthylisobutylcétone (MIBK) pour enlever la résine qui a été éclairée. Les trous formés sont ensuite remplis par le métal (or) : métallisation. Le reste de la résine est enlevée en utilisant une solution d'acétone pour ne garder que les NPs à la surface du substrat : lift-off.

Il est possible aujourd'hui de déposer des réseaux de NPs dont le pas est de quelques dizaines de nanomètres par EBL. Cependant, la difficulté augmente avec la réduction du pas du réseau et

dépend aussi de l'état de surface des éprouvettes (Rai-Choudhury 1997). Il faudrait alors trouver le meilleur ratio entre temps de dose (intensité des électrons au niveau de la résine) et d'insolation de la résine. La dose et le temps d'insolation sont liés aux paramètres du réseau et à la nature du substrat. La Figure 2.2a montre le film métallique qu'on obtient lorsque les paramètres de lithographie ne sont pas optimaux. Par contre lorsqu'ils sont optimisés, on obtient un réseau régulier qui est reproductible dans les mêmes conditions.

On peut souligner une autre difficulté concernant les alliages magnétiques. Pour des alliages présentant des propriétés magnétiques, le faisceau incident d'électrons du MEB interagit avec l'échantillon. Les interactions ne permettent pas un réglage optimal du faisceau d'électron (taille et circularité), afin d'insoler avec précision les géométries choisies sur la résine déposée à la surface de l'échantillon. Ce qui est crucial lorsque l'on veut déposer des particules de très petites dimensions et faiblement espacées (rapport taille sur pas inférieur à 2).

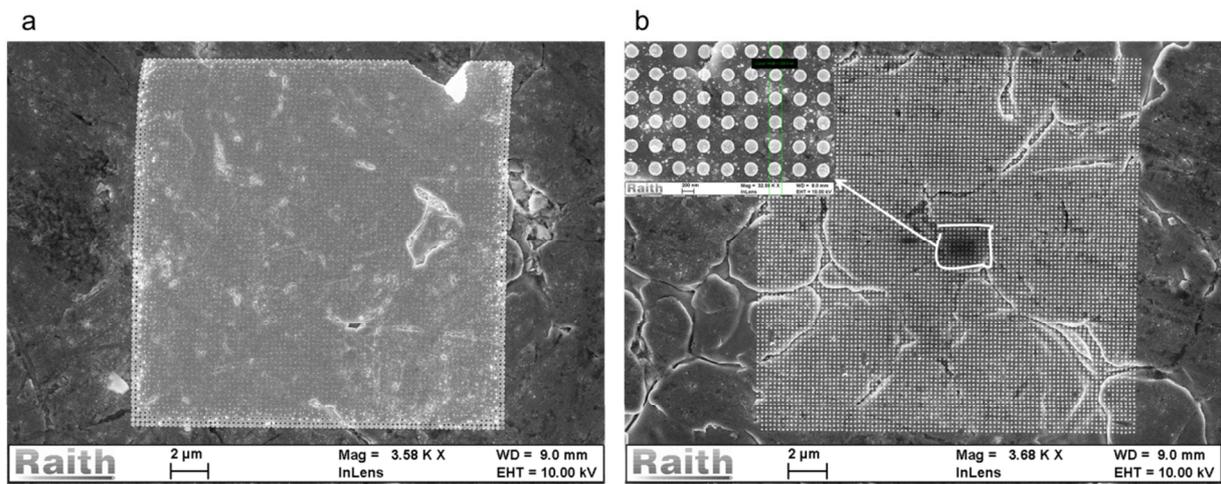


Figure 2.2 : a) film continue obtenu à la surface d'un alliage 316L lorsque la valeur de la dose n'est pas la bonne, b) lithographie à la surface du même alliage.

L'EBL présente plusieurs avantages qui sont entre autres la grande précision dans les géométries des NPs, la bonne répétabilité. Cependant, elle reste limitée par le coût important et la difficulté dans le dépôt de réseaux dont les dimensions sont supérieures à 500 μm . Le laboratoire de Nanotechnologie et d'Instrumentation Optique possède d'importantes ressources en lithographie.

2.2.2. Traction in situ sous MEB

Le matériau sur lequel nous allons nous appuyer pour présenter l'approche est l'acier inoxydable austénite 316L oxydé à l'air. C'est l'oxydation de l'échantillon qui a probablement conduit à des différences de topographies entre les grains et les régions entre les grains (REG) comme le montre la Figure 2.3. Nous appelons région entre grains, l'interface entre deux grains contenant le joint de grain. Nous l'appelons ainsi pour éviter des abus de langage car leurs dimensions sont supérieures à celles des joints de grains. Ces REG peuvent être considérées comme des zones de fragilité et bénéficieront d'une attention particulière au cours de l'étude. Un réseau de NPs d'or de 200 nm de diamètre a été déposé à la surface de l'échantillon sur une zone de dimensions 15.4 μm x 13.4 μm . Leur hauteur est de 50 nm tandis que la distance inter-particulaire est constante dans les deux directions et est égale à 400 nm centre à centre. L'éprouvette sur lequel a été déposé le réseau est une barre de 40 mm de long, 5 mm de large et 0.5 mm d'épaisseur. Le réseau est déposé

approximativement au centre de la barre. Des précautions ont été prises pour garantir que les axes principaux du réseau soient parallèles aux axes principaux de l'échantillon. L'éprouvette n'a pas été polie avant le dépôt des réseaux de NPs afin de montrer que l'approche peut être appliquée sur des surfaces n'ayant subi aucune préparation.

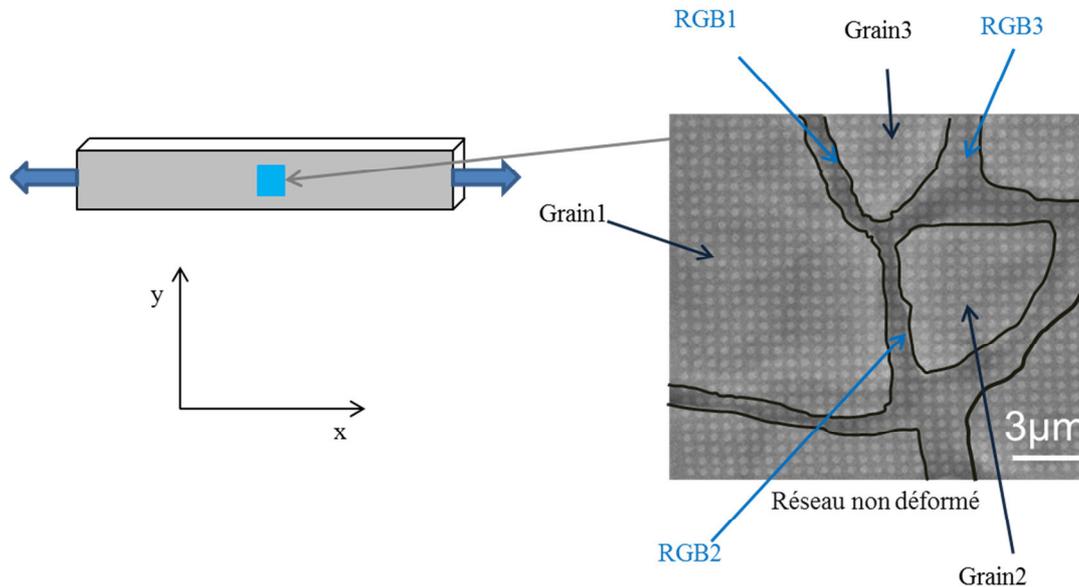


Figure 2.3 : représentation schématique de l'échantillon et du réseau de NPs. L'éprouvette est l'acier inoxydable austénitique 316L avec une oxydation prononcée aux interfaces entre les grains. L'épaisseur de l'échantillon est de 0,5 mm. La direction de traction est x et la direction transversale est y. L'image MEB montre le réseau de NPs déposé à la surface de l'échantillon.

Une fois le réseau déposé, l'essai de traction in-situ a été réalisé dans le MEB (Hitachi S3500) afin de suivre les déplacements des NPs. la Figure 2.4 présente une image du dispositif expérimental constitué de la micromachine de traction (Kammrath&Weiss Tensile/Compression Module 5kN) sur laquelle est montée l'éprouvette. La micromachine est mise dans la chambre du MEB. L'échantillon a été sollicité jusqu'à la rupture et les images MEB du réseau ont été enregistrées pour différents niveaux de chargements. La vitesse de déplacement au cours de l'essai est de 5 µm / s.

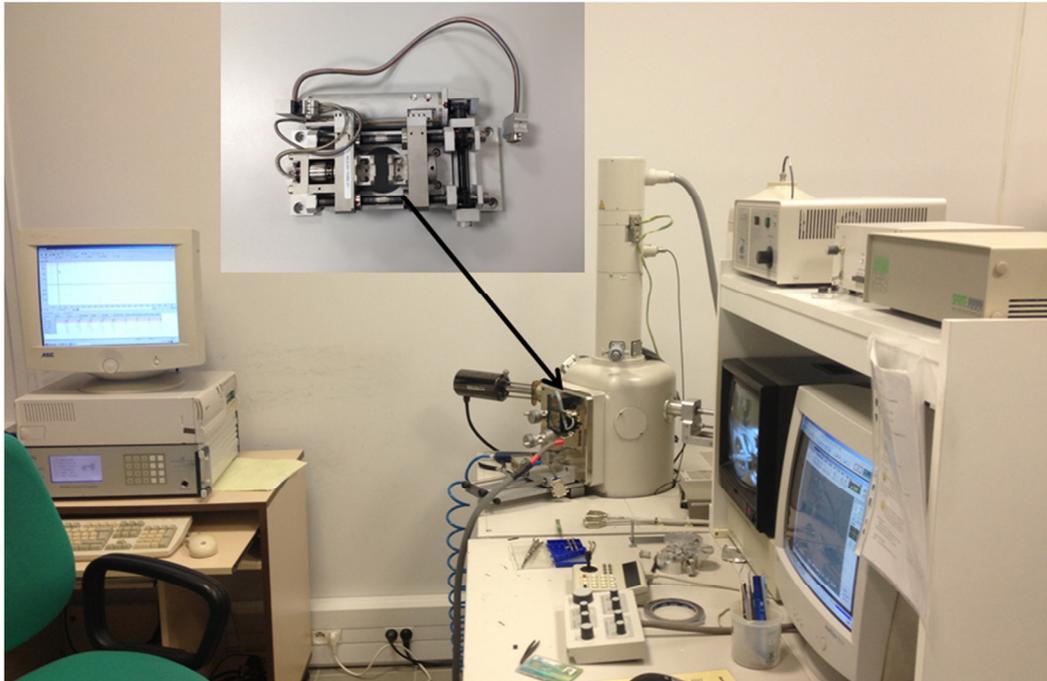


Figure 2.4 : dispositif expérimental constitué de la micromachine (et son contrôleur) et d'un MEB, la micromachine sur laquelle est montée l'éprouvette est introduite dans la chambre du MEB.

2.2.3. Extraction des positions des nanoparticules

Les champs cinématiques sont obtenus par un traitement des images MEB. La première étape de ce traitement consiste à extraire les positions des NPs. Pour extraire les positions des NPs, nous avons développé un code Matlab basé sur la transformée de Hough (Hough 1962). La transformée de Hough est utilisée de manière générale en reconnaissance de formes (Ballard 1981). Elle permet de détecter des formes précises sur une image donnée. Les formes généralement recherchées sur les images sont les droites, les cercles, les ellipses ... Dans les algorithmes de reconnaissance de formes, nous avons l'étape de segmentation. La segmentation consiste à partitionner une image en un ensemble de régions connexes. Dans les images MEB que nous avons traitées, la forme à retrouver est un cercle (base du nanocylindre). Nous avons alors défini les valeurs minimale et maximale en pixel du rayon des cercles à localiser sur chaque image. L'écart entre ces valeurs influence le temps de calcul, plus il est grand, plus le temps de calcul sera long. Les autres paramètres à définir permettent d'optimiser les performances du code ou la qualité de l'extraction. Ce sont entre autres, le champ de gradient de l'image, la tolérance vis-à-vis de la forme recherchée et l'écart entre les dimensions des cercles. La gamme de valeurs des paramètres offrant des résultats satisfaisants est trouvée en faisant des tests. Il est difficile de les définir de manière rigoureuse. Un accumulateur dans lequel est classé un numéro pour chaque cercle localisé sur l'image, ainsi que les coordonnées de son centre est défini. L'extraction se fait correctement pour l'ensemble des images lorsque les déformations sont faibles. La Figure 2.5a montre les croix indiquant la position des centres des NPs retrouvés sur une image MEB.

Sur les images fortement déformées, certaines NPs ne sont plus de forme circulaire. A cause de la déformation de l'éprouvette, elles ont des formes qui se rapprochent plus ou moins des ellipses. Les mouvements hors plan induisent une topographie importante à la surface de l'éprouvette. Cette topographie conduit à des contrastes différents sur une l'image. Ainsi certaines NPs apparaissent avec une brillance très forte. Et d'autres NPs se sont divisées ou se sont accolées, induisant des erreurs dans la localisation du centre (voir Figure 2.5b). Pour remédier à ces différentes limitations, nous avons

introduit dans le code la possibilité d'effacer et de recalculer les positions manuellement. L'ajout des positions se fait facilement dans MATLAB par la fonction « ginput » pour « graphical input from mouse or cursor ».

L'ajout de la position se fait alors à l'aide d'un curseur et s'accompagne de l'actualisation de l'accumulateur. Le numéro et les coordonnées de la position sont ajoutés dans la matrice (accumulateur).

La suppression des NPs est implémentée par la fonction data brushing de MATLAB. Elle permet de sélectionner les coordonnées d'un ou plusieurs points dans la matrice (accumulateur), et de les supprimer. Une suppression de plots (ou de positions) est également actualisé au niveau de la matrice.

Une fois les positions convenablement extraites, il faut s'assurer que le classement dans la matrice est le même que celui réalisé au niveau du chargement initial. En fait, le coin gauche supérieur de l'image est l'origine. Ainsi initialement lorsque les NPs ne sont pas déplacées d'une grande quantité, elles sont convenablement classées. Les premières coordonnées dans la matrice sont celles de la première ligne du réseau et ainsi de suite. Cependant, pour les images fortement déformées, les grandes distorsions ne permettent plus d'avoir les NPs classées par rapport à la première image. Nous avons alors écrit un code permettant de réarranger les numéros de NPs dans la matrice. Ce code fonctionne jusqu'à un certain seuil de déformations (les NPs ne sont pas déplacées d'une distance plus grande que le pas du réseau). Lorsque les images sont très déformées, les matrices sont partiellement rangées. Le principe de l'algorithme de réarrangement est le suivant : on recherche dans la matrice la particule dont la position présente les plus petites valeurs de coordonnées x et y. Cette NP prend la première position dans la matrice. On met à la suite de cette NP les autres NPs ayant des valeurs de x proche de sa valeur. On les classe suivant les y croissants jusqu'à avoir le nombre de NPs correspondant au nombre dans chaque colonne. On cherche une nouvelle NP dont la valeur de x est proche de la première avec la plus petite valeur de y. On répète la boucle précédente pour avoir toutes les colonnes. Une fois le tri terminé, on fait afficher les colonnes telles qu'elles sont classées dans la matrice. L'affichage permet de vérifier si le réarrangement a permis de bien classer les NPs dans la matrice. Cet algorithme n'est pas assez robuste pour classer les NPs des images de niveaux de chargement élevés. Nous envisageons de remplacer cette partie de code par des algorithmes mieux élaborés permettant par exemple des comparaisons entre les positions de deux images proches.

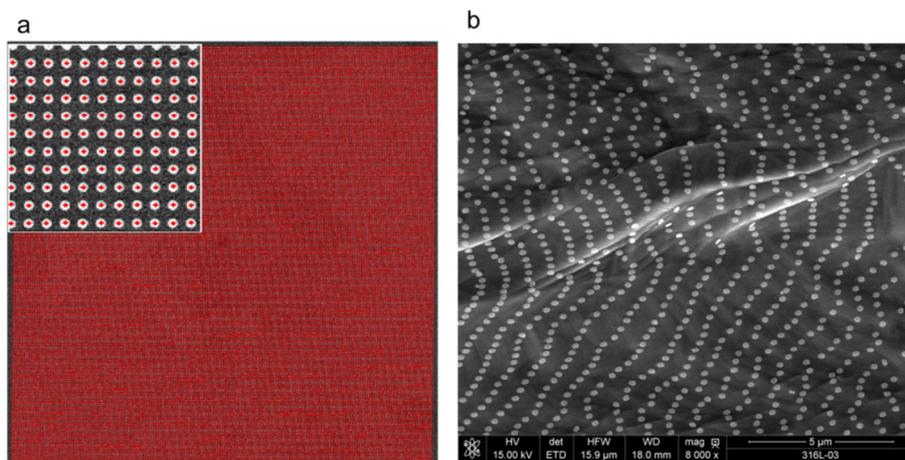


Figure 2.5 : a) extraction des coordonnées des centres de NPs, b) distorsions des lignes et déformations de certaines NPs aux niveaux de chargement important.

2.2.4. Calcul des champs cinématiques

Ce code a été utilisé pour traiter les images présentées dans ce chapitre et celles des chapitres suivants. Il faut noter que ce traitement exige aussi que les images soient de bonne qualité en termes de contraste et de résolution. A partir des positions extraites des NPs, les déplacements dans la direction de traction et dans la direction transversale peuvent être obtenus. Une NP à une extrémité du réseau est choisie comme origine. En effet, les déplacements dans les directions parallèles et transversales à la traction, respectivement, peuvent être calculés comme suit:

$$u_x^k(x, y) = x^k - x^0, \quad (2.2)$$

$$u_y^k(x, y) = y^k - y^0, \quad (2.3)$$

avec (x, y) qui détermine la position de la NP dans le réseau ; k est le niveau de chargement et x^k et y^k les coordonnées des NPs au niveau de chargement k .

Le calcul des déplacements et des déformations se fait par rapport à l'état initial ($k = 0$) non déformé pour tout niveau de chargement k . Les déplacements sont exprimés en nanomètre (nm) et les déformations en pourcentage (%). Une fois le champ de déplacement obtenu pour chaque NP, le formalisme de calcul de déformations finies permet d'obtenir les champs cinématiques. Les calculs sont effectués dans la configuration déformée (à chaque niveau de chargement), ce qui justifie le choix du formalisme de déformation finie.

Le tenseur gradient de déplacement bidimensionnel H peut alors être calculé en utilisant les équations suivantes (Nemat-Nasser 2004):

$$H_{xx}^k = \frac{\partial u_x^k(x, y)}{\partial x}, \quad (2.4)$$

$$H_{xy}^k = \frac{\partial u_x^k(x, y)}{\partial y}, \quad (2.5)$$

$$H_{yy}^k = \frac{\partial u_y^k(x, y)}{\partial y}, \quad (2.6)$$

Le calcul des composantes du tenseur de déformation a été effectué dans le formalisme eulérien. Ce formalisme a été arbitrairement choisi mais il faut noter que les expressions peuvent être très simplement retrouvées dans le formalisme Lagrangien. Les composantes du tenseur Euler-Almansi sont alors :

$$\varepsilon_{xx} = 0.5(\delta_{xx} - (\delta_{xx} - H_{xx}^k)^T (\delta_{xx} - H_{xx}^k) - (H_{yx}^k)^2) = 0.5(1 - (1 - H_{xx}^k)^2 - (H_{yx}^k)^2), \quad (2.7)$$

$$\varepsilon_{yy} = 0.5(\delta_{yy} - (\delta_{yy} - H_{yy}^k)^T (\delta_{yy} - H_{yy}^k) - (H_{xy}^k)^2) = 0.5(1 - (1 - H_{yy}^k)^2 - (H_{xy}^k)^2), \quad (2.8)$$

$$\varepsilon_{xy} = \varepsilon_{yx} = 0.5(-(-H_{xy}^k)^T (\delta_{yy} - H_{yy}^k) - (\delta_{xx} - H_{xx}^k)^T (-H_{xy}^k)) = 0.5(H_{xy}^k + H_{yx}^k - H_{yy}^k H_{yx}^k - H_{xx}^k H_{xy}^k), \quad (2.9)$$

avec $\delta(=1 \text{ pour } x = y \text{ sinon } = 0)$ le symbole de Kronecker. Les formules (2) - (9) ont été implémentées sous MATLAB afin d'obtenir les cartographies 2D de déplacements et de déformations. Une fonction gaussienne avec une pondération spatiale a été utilisée localement au niveau de chaque NP pour lisser les cartographies de déformations. Les cartographies de déformations sont obtenues à partir des composantes ε_{xx} , ε_{xy} et ε_{yy} du tenseur de déformations. Les images 2.6e – f présentent les cartographies de déformations obtenues en utilisant cette méthode. Les différentes étapes de la méthode d'utilisation des NPs comme nanojauge de déplacement sont résumées sur la Figure 2.6 : la traction sous MEB après le dépôt du réseau de NPs, l'extraction des positions des NPs sur les images MEB et le calcul des champs cinématiques.

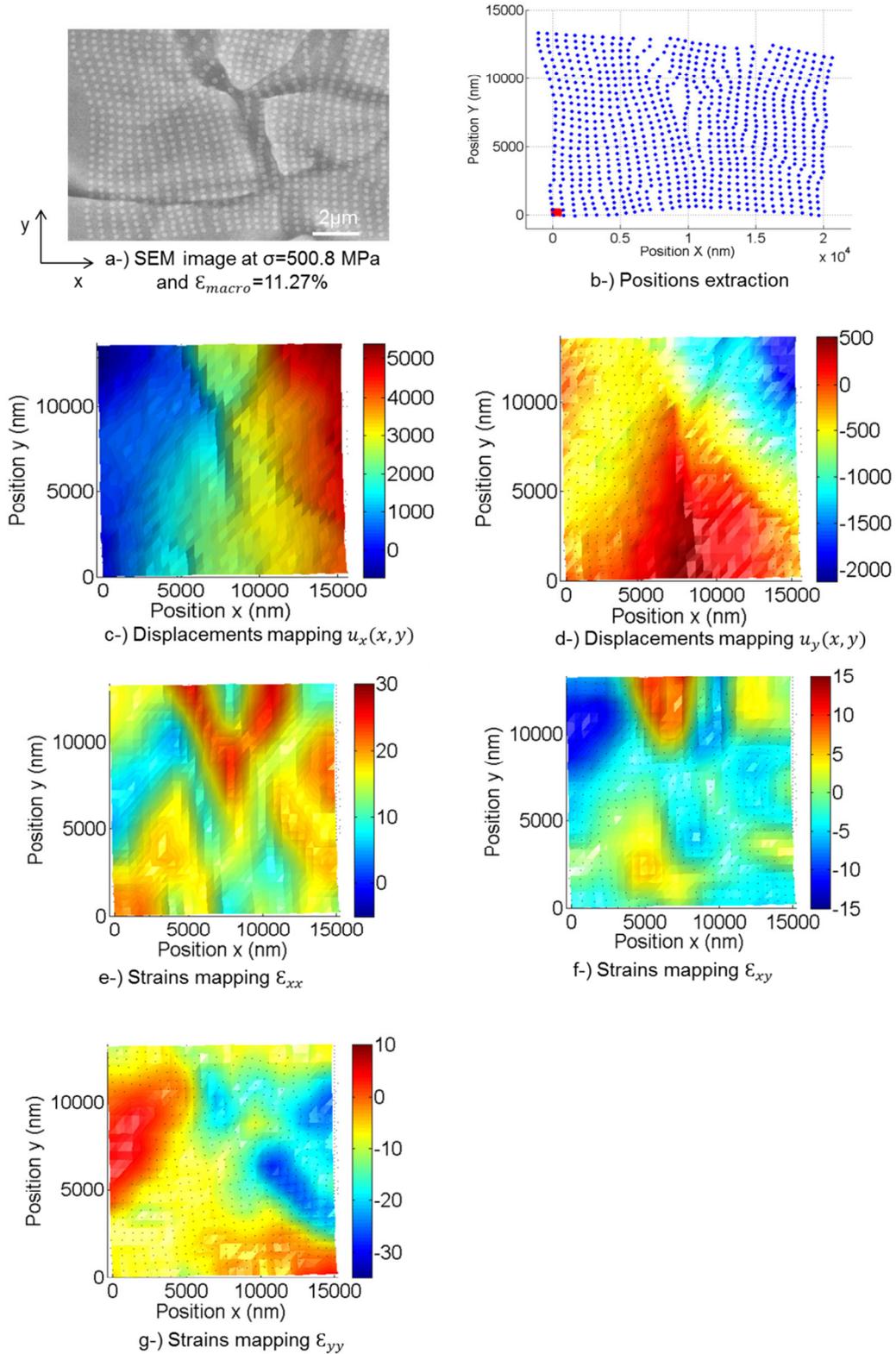


Figure 2.6 : Présentation des différentes étapes du procédé de traitement des données et des champs mécaniques qui peuvent être obtenues. Tout d'abord, l'image MEB du réseau est enregistrée lors de l'essai de traction in situ (a); ensuite les positions des nanojauges sont extraites (b); et les champs de déplacement $u_x(x,y)$ et $u_y(x,y)$ en (nm) sont calculés (c, d) et d'autres champs mécaniques comme les composantes du tenseurs de déformation ϵ_{xx} , ϵ_{xy} et ϵ_{yy} (e-d) peuvent être cartographiés.

Le processus décrit ci-dessus peut être appliqué à toutes les images MEB enregistrées au cours de l'essai de traction. Nous avons choisi de présenter quelques images appartenant aux différents domaines de la courbe de traction macroscopique (voir Figure 2.7). La discussion de ces cartographies fera l'objet du paragraphe suivant. Comme toute technique de métrologie, cette méthode a une limite de résolution que nous allons discuter ici. En effet, la limitation de la résolution a trois origines: i) la taille initiale des NPs et leur forme en particulier dans les régions entre les grains où la topographie est forte, ii) la déformation de certaines NPs au cours de l'essai de traction et iii) la résolution intrinsèque du MEB qui définit le rapport entre les pixels et la distance. Cependant, (Guery et al. 2014) ont discuté l'influence d'une distribution aléatoire de particules (utilisée comme speckle) et la distorsion due à l'imagerie par la technique de corrélation d'image numérique. Ils ont montré que l'erreur induite au cours de l'acquisition par les nouveaux systèmes d'imagerie peut être négligée à fort grossissement. L'incertitude sur le déplacement due aux bruits d'acquisition a été estimée comme la moyenne quadratique de 0,021 pixel (i.e. 5,0 nm). Pour se faire, deux images MEB acquises à deux instants distincts d'un même système n'ayant subi aucune contrainte mécanique (déplacement) ont été corrélées. La distorsion due au MEB a également été évaluée. Dans un premier temps, le port échantillon a été tourné de 0° à 90° par incrément de 10° , tout en conservant les conditions d'imageries strictement identiques afin d'évaluer l'effet de la rotation de l'objet. Une valeur moyenne d'angle d'incrément de $9,8^\circ$ a été obtenue avec une erreur dont la moyenne quadratique est de $0,3^\circ$. C'est la rotation du faisceau d'électron qui a été effectué dans un deuxième temps tout en conservant les mêmes conditions d'imagerie. Une valeur moyenne d'incrément de $10,0^\circ$ est alors obtenue avec une erreur de moyenne quadratique égale à $0,008^\circ$. Ce qui montre que la rotation du faisceau est plus précise que celle de l'échantillon. Au cours de l'essai, la rotation de l'échantillon est minimisée par une bonne fixation au niveau des mors de la micromachine. Ceci permet également d'éviter le déplacement de corps rigide. Les possibles rotations seraient très locales et correspondraient aux rotations des composantes de la microstructure, ce qui aurait une incidence quasi nulle sur la précision des résultats. On peut donc dire que les véritables erreurs sont dues à l'erreur commise sur l'extraction du centre de la NP lorsqu'elle devient elliptique. Celle-ci peut être négligée car dans l'algorithme de traitement d'image, les NPs concernées sont souvent replacées à la main. Nous avons aussi l'effet des déplacements hors plan qui entraînent une modification du grossissement et une dilatation de l'image.

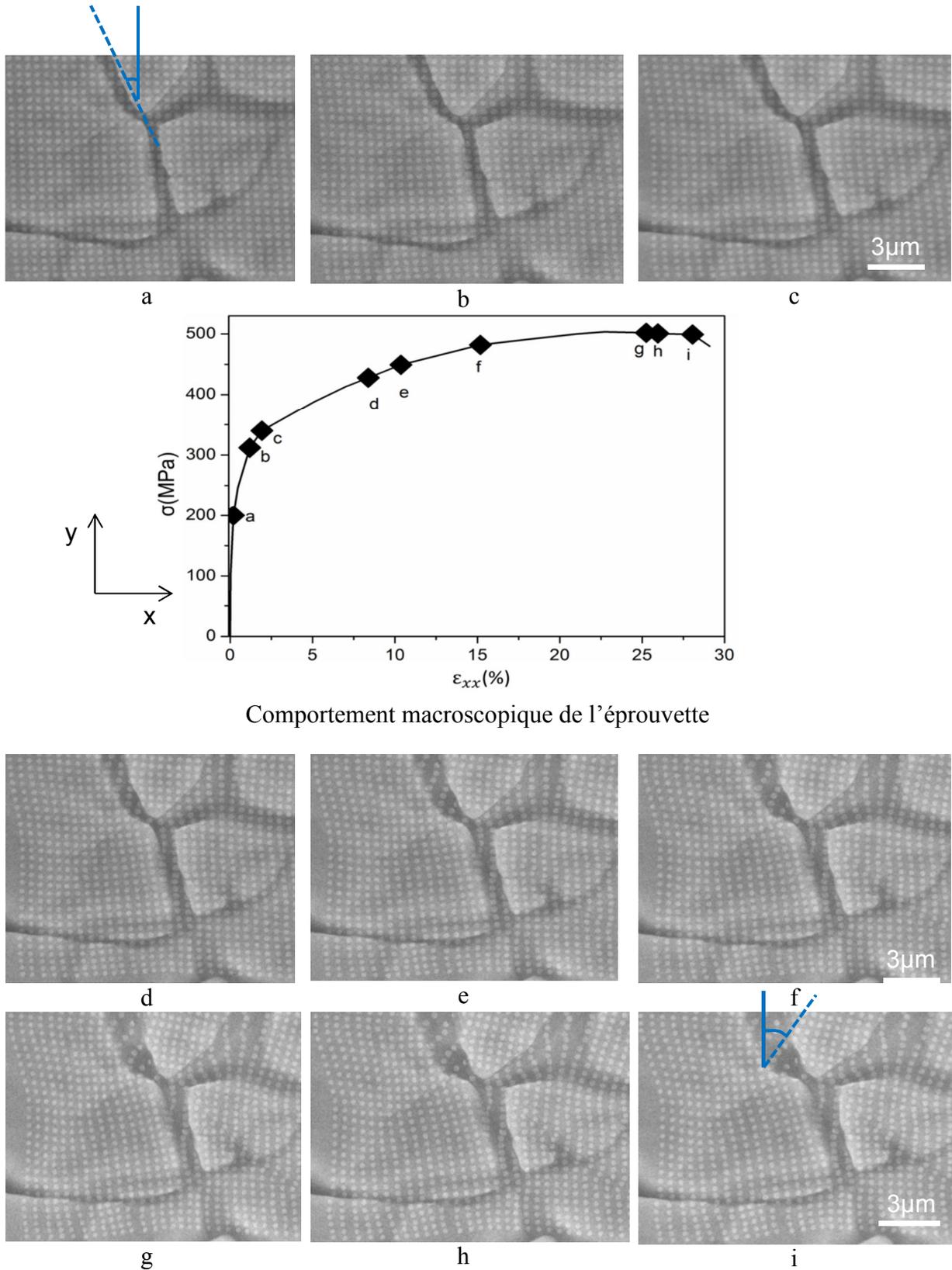


Figure 2.7 : courbe contrainte-déformation macroscopique et évolution des déformations sur les images MEB. Les images MEB sont présentées à différents domaines du comportement macroscopique, la première image (a) est dans le domaine élastique, la deuxième et la troisième (b, c) sont dans la transition élasto-plastique. Les images (d-f) sont dans le domaine plastique et les images (g-i) correspondent à la striction et à la rupture.

En outre, le processus proposé permet une analyse des propriétés du matériau à l'échelle de la microstructure et une comparaison avec les propriétés macroscopiques. L'information macroscopique est fournie par l'évolution de la courbe contrainte-déformation obtenue à partir du déplacement de la traverse de la micromachine et de la force appliquée. Les informations des champs cinématiques de la microstructure sont alors comparées à l'évolution macroscopique. La déformation macroscopique a été calculée comme suit:

$$\varepsilon_{xx_macro} = \ln\left(\frac{l}{l_0}\right), (2.10)$$

avec l_0 la longueur initiale de l'éprouvette et l la longueur à chaque instant de chargement. Nous avons calculé la contrainte comme suit :

$$\sigma = \frac{F}{S_0}, (2.11)$$

avec F la force appliquée et S_0 la section initiale de l'éprouvette. Le réseau de NPs est assez éloigné de la zone de rupture de l'éprouvette. La distance entre la zone de rupture et le réseau est approximativement égale 5 mm. La Figure 2.7 montre la courbe contrainte-déformation, elle a été rappelée chaque fois que l'on présente les champs cinématiques pour faciliter une comparaison entre les phénomènes locaux et l'évolution macroscopique. Les champs mécaniques correspondant aux images MEB de la Figure 2.7 seront présentés dans la suite de cette section. Les Figures 2.8, 2.9 et 2.10 présentent respectivement, l'évolution des composantes du tenseur des déformations ε au cours de l'essai. Ces figures permettent de suivre localement les évolutions des déformations au sein de la microstructure. Elles mettent ainsi en évidence les hétérogénéités de déformation plastique et les phénomènes sous-jacents. La discussion de ces différents phénomènes fait l'objet des paragraphes suivants.

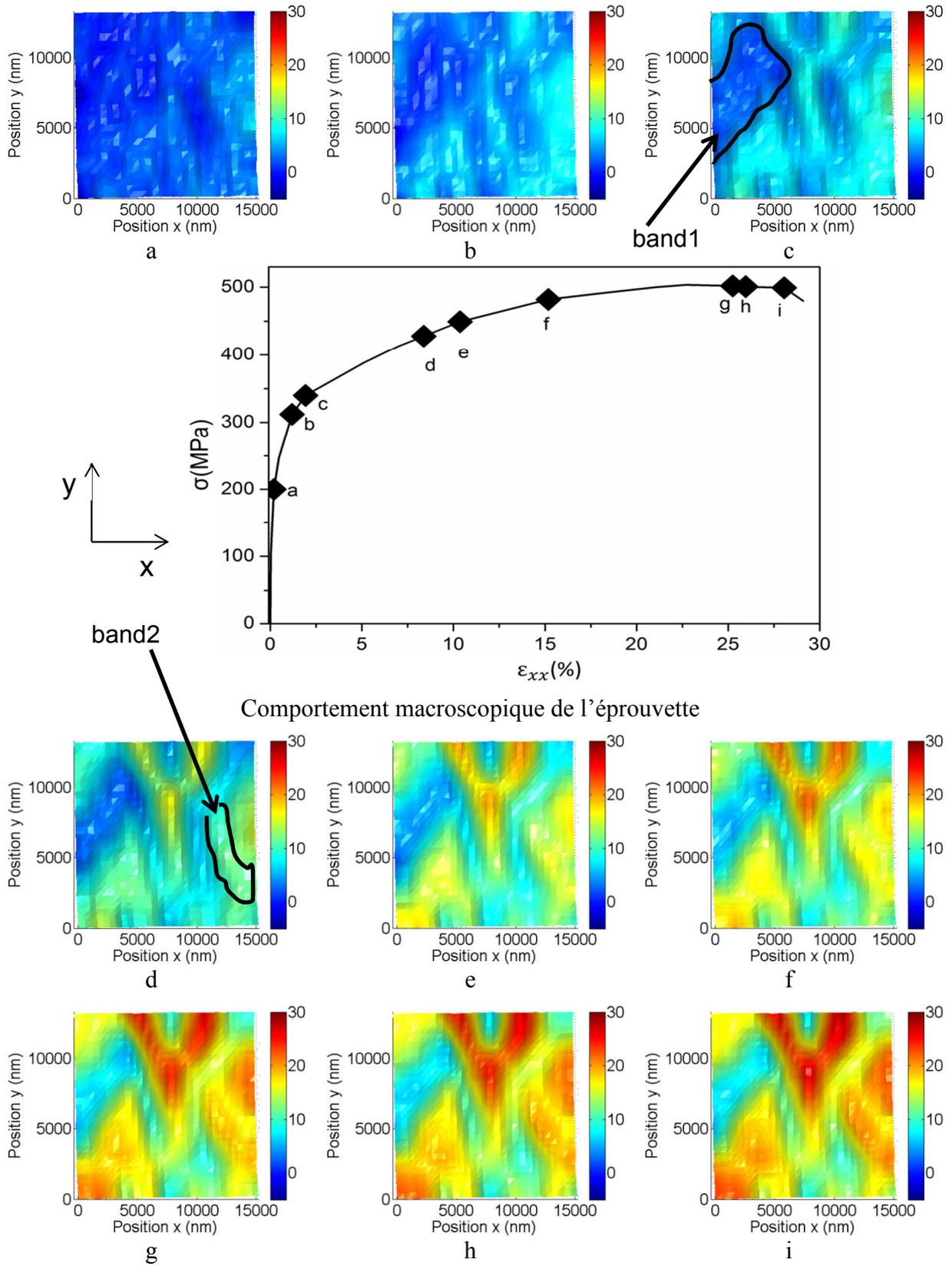


Figure 2.8 : cartographies des déformations dans la direction de traction. Ils correspondent à la composante ϵ_{xx} du tenseur de déformation donnée à l'équation 2.7 et sont exprimées en pourcent (%). Les bandes qui apparaissent sont indiquées : band1 et band2. Elles sont activées à des moments différents de la plasticité.

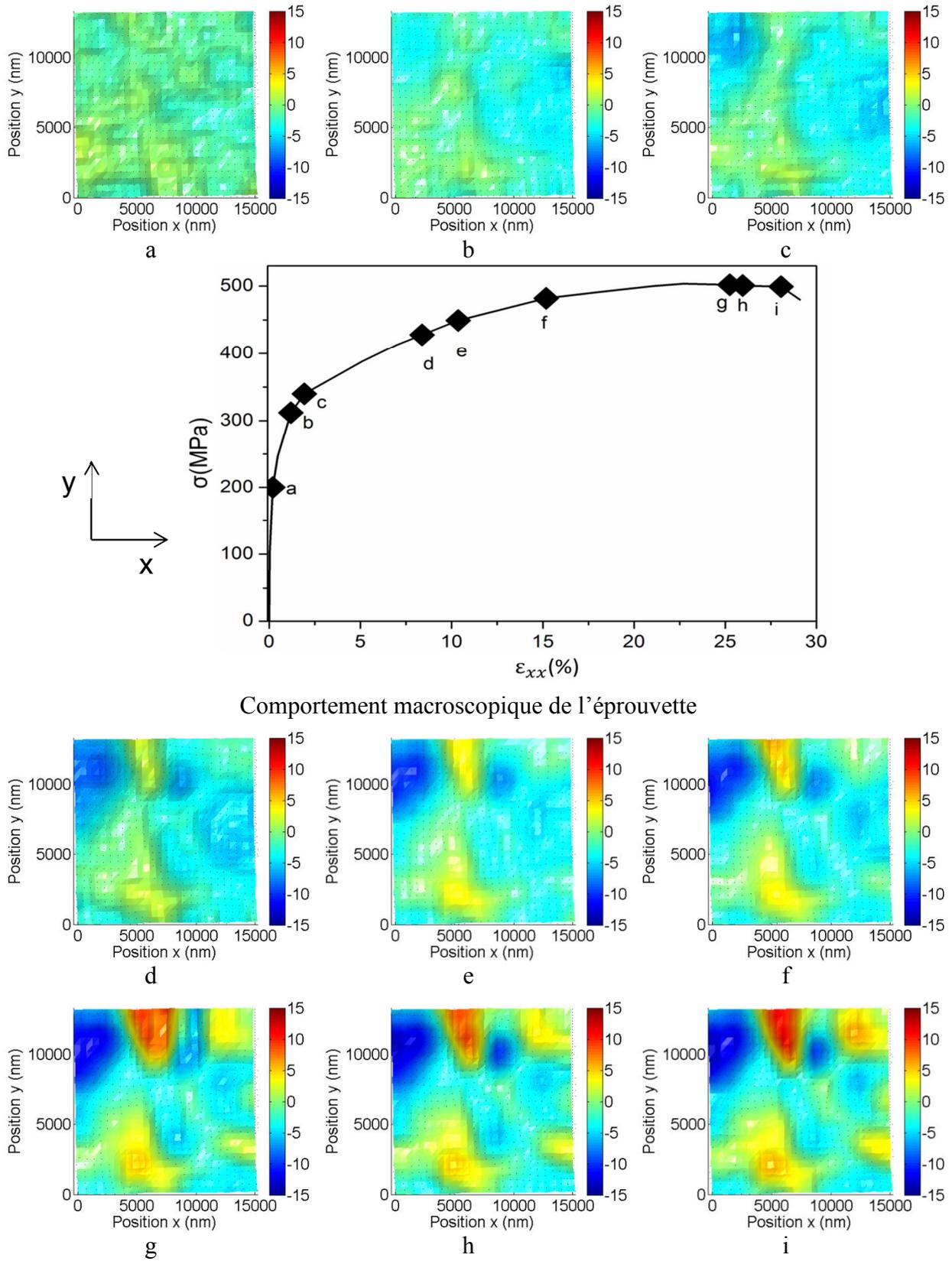
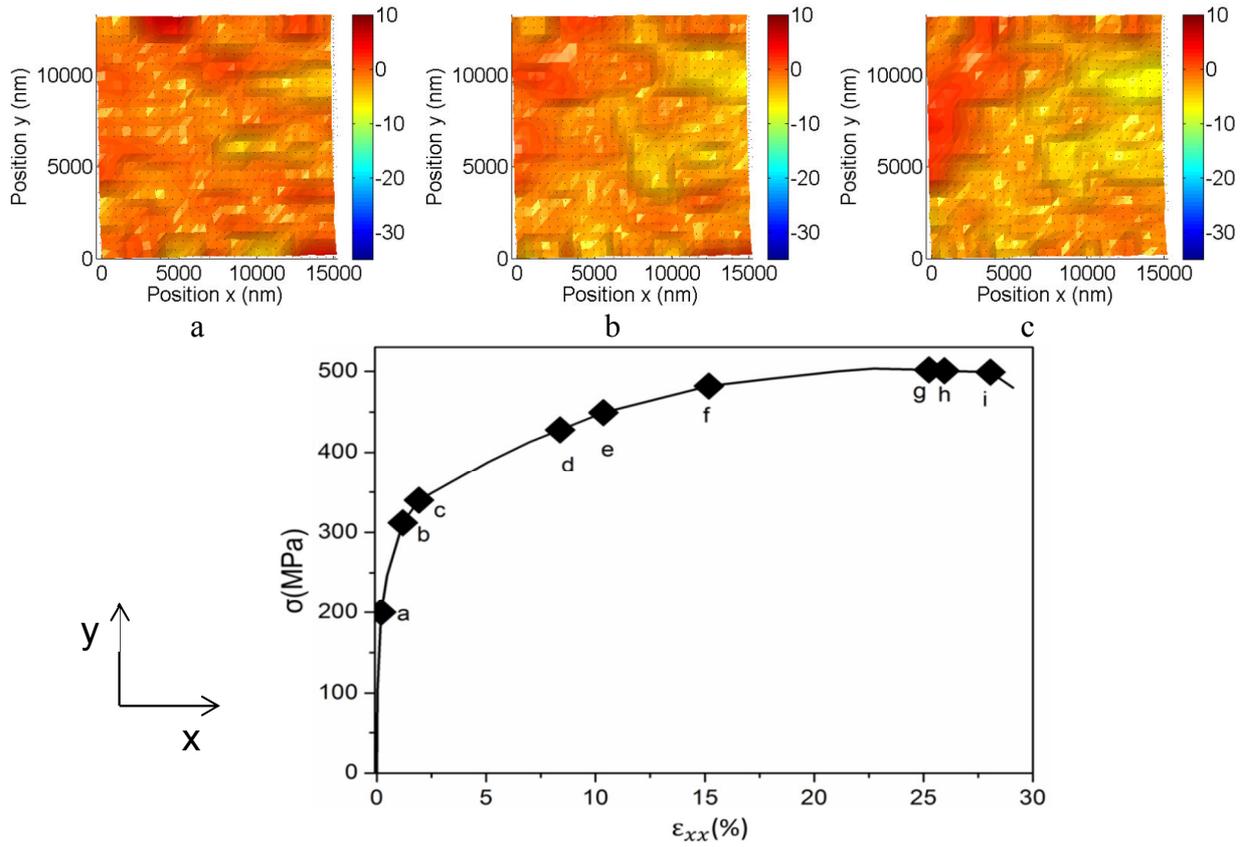


Figure 2.9 : cartographie du cisaillement ε_{xy} donnée par l'équation (2.8).



Comportement macroscopique de l'éprouvette

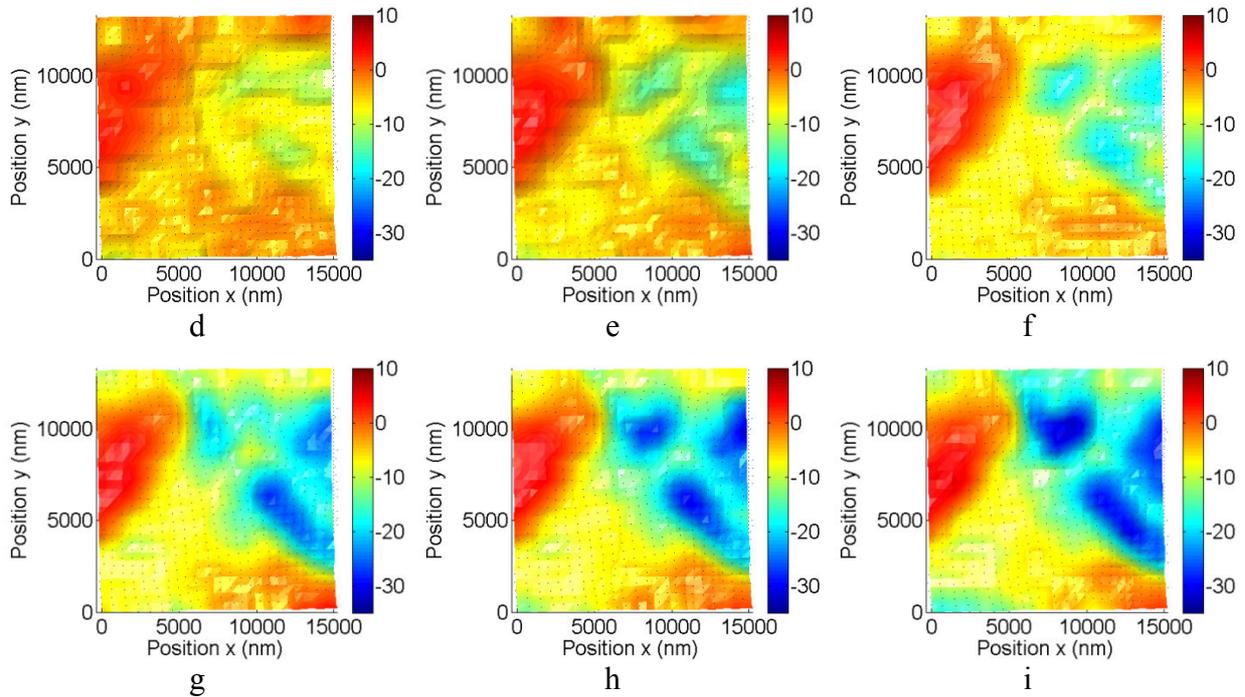


Figure 2.10 : cartographie des déformations dans la direction transverse. Elles sont analytiquement décrit par l'équation 2.9. Sur ces cartographies, on observe également l'évolution des bandes. Les valeurs des déformations sont opposées aux niveaux des deux bandes et mettent en évidence les différences dans les variations angulaires locales.

2.3. Analyse des résultats

2.3.1. Comparaison entre les évolutions microscopiques et macroscopiques

L'un des avantages de la méthode que nous présentons ici, est la comparaison directe entre l'évolution du comportement macroscopique et les données locales fournies par l'imagerie MEB. Nous avons suivi au cours de cet essai trois grains et trois REGs : REG1 entre les grains 1 et 3, REG2 entre les grains 1 et 2 et REG3 entre les grains 2 et 3. La Figure 2.7 montre les contours de ces différents grains et REGs. Au cours de l'essai de traction les images du réseau sont progressivement enregistrées jusqu'à la rupture. Sur la Figure 2.7, nous avons choisi les images MEB correspondantes à différents domaines du comportement macroscopique. L'image (a) appartient au domaine élastique tandis que les images (b, c) appartiennent à la transition élasto-plastique et (d-f) au domaine plastique. Les images (g-i) appartiennent à la striction et à la rupture de l'éprouvette. Ce sont les champs cinématiques correspondants à ces images qui seront présentés dans la suite. La valeur de la déformation macroscopique enregistrée pendant l'essai atteint un maximum de 29%. A partir des images MEB, il apparaît que les grains et les REGs présentent des comportements spécifiques qui pourraient conduire à des valeurs de champs cinématiques totalement différentes. La déformation dans la direction de traction au niveau de chaque NP est calculée par la formule (2.7). Ainsi les déformations à la surface d'un grain sont obtenues en faisant la moyenne des déformations des NPs à la surface de ce grain. Les moyennes de déformations aux REGs sont calculées similairement à celles aux niveaux des grains. Nous avons considéré trois colonnes de NPs couvrant chaque REG et leurs extrémités. En effet, l'évolution des déformations locales dans la direction de traction par rapport à la contrainte macroscopique (équation 2.11) aux niveaux des grains est présentée sur la Figure 2.11b. Les valeurs moyennes locales des déformations à la rupture sont comprises entre 30% et 40% à la surface des grains. Elles sont proches des valeurs de déformations macroscopiques. Cependant, les moyennes locales de déformations sont supérieures à la déformation macroscopique. La valeur moyenne de la déformation à la surface du grain 1 diffère de quelques pourcents de la valeur macroscopique au dernier niveau de chargement. Il faut noter que c'est sur ce grain qu'apparaît la bande 1 dont les déformations ε_{xx} demeurent très faibles au cours de l'essai. Les déformations locales sont autour de 20% quelques moments avant la rupture au niveau de cette bande. Ce sont les parties supérieure et inférieure de la bande qui présentent des déformations plus importantes. Les moyennes de déformations aux grains 2 et 3 ont des valeurs supérieures à plus de 10% (37 et 33% respectivement contre 29%) de la déformation macroscopique. Au niveau des REGs, les écarts avec la déformation macroscopique sont plus importants, on enregistre comme valeurs de déformation au niveau de REG1 : 100.4%, REG2 : 64.29% et REG3 : 94.84% respectivement (voir Figure 2.11c). Ce qui montre que les joints de grains accommodent une proportion plus importante de déformations que les grains au cours de la sollicitation (Carolan et al. 1992). Carolan et ses collaborateurs ont montré que certains joints de grains peuvent se déformer très fortement au cours d'un essai de traction. Les déformations à ces joints de grains peuvent atteindre des valeurs 7 fois plus grandes que les valeurs de déformations nominales. Dans cette étude, ils ont utilisé une grille de lignes croisées déposée par lithographie électronique avec un pas de 20 μ m. La valeur du pas de la grille ne permettait pas d'avoir une bonne résolution en déplacement. Pour tracer les courbes des Figures 2.7 pour les grains et les REGs, nous avons considérés en abscisses les valeurs moyennes déformations obtenues à partir des NPs les recouvrant et en ordonnées la contrainte macroscopique calculée à partir de l'équation 2.11. Les fortes valeurs de déformations sont enregistrées localement aux REGs. Les valeurs locales de déformations aux composantes de la microstructure sont grandes comparées aux valeurs de déformations macroscopiques.

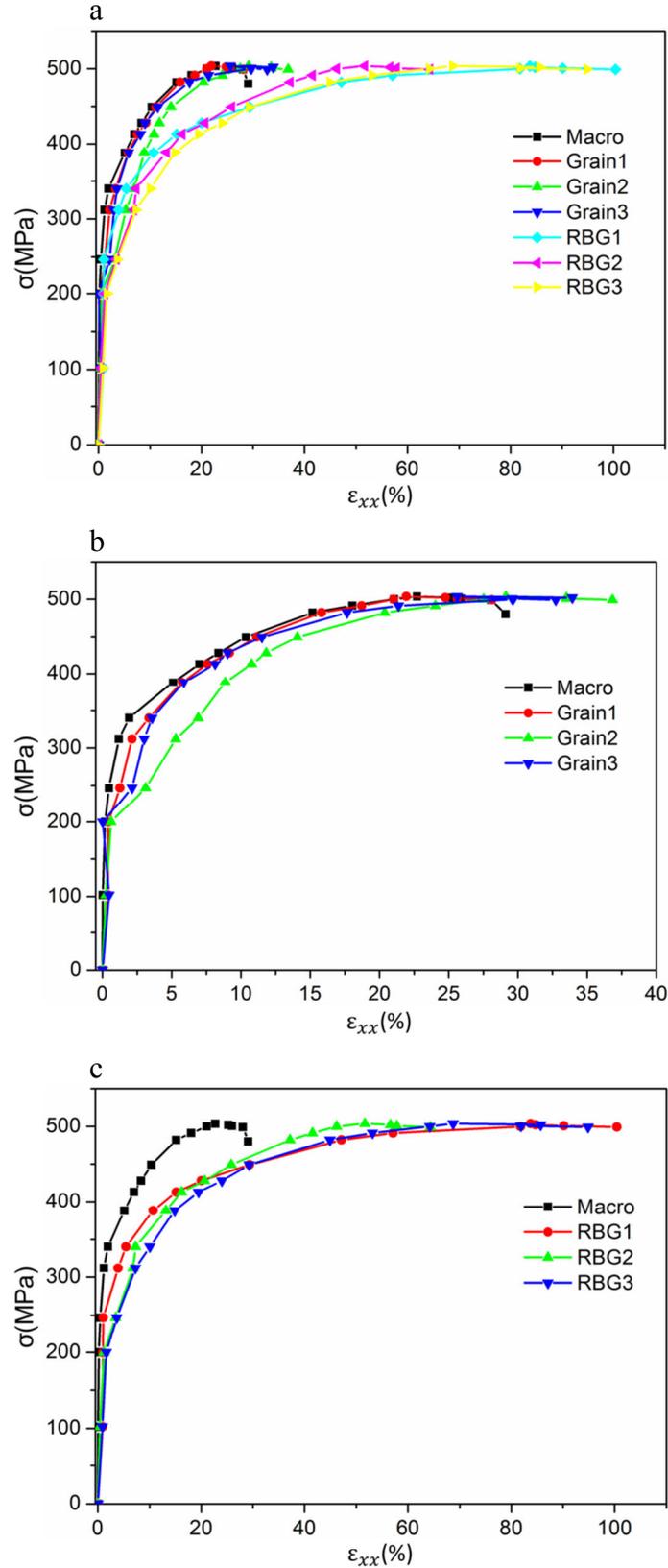


Figure 2.11 : évolution des comportements macroscopique et microscopique (grains et régions entre grains). La contrainte est celle calculée à partir de l'équation 11 pour toutes les courbes. Pour calculer la valeur moyenne de la déformation à chaque REG, trois colonnes de NPs qui les couvrent sont choisies comme le montre la Figure 2.3. La valeur de la déformation moyenne à chaque grain est calculée en utilisant les NPs couvrant leur surface. Nous avons vu que ces REGs atteignent des valeurs de déformation maximales locales différentes.

2.3.2. Hétérogénéités

2.3.2.1. Comportement aux régions entre grains

Le suivi des NPs au cours de l'essai de traction in-situ met clairement en évidence l'influence de l'orientation initiale des REGs par rapport à la direction de traction. En effet, on constate facilement à partir des Figures 2.8 à 2.10 qu'il n'y a presque pas de concentration de déformation au niveau des REGs qui sont quasi parallèles à la direction de traction au cours de l'essai. Ces REGs n'ont pas été nommées dans le paragraphe précédent. Sur la figure 2.3, ce sont les joints inférieurs des grains 1 et 2. On définit le point triple où se rencontre les REGs 1,2 et 3. Toutefois, si l'on prête attention à ce point triple, on constate que l'évolution de la concentration des déformations est drastique aux REGs 1, 2 et 3. Cette évolution est contraire à celle observée aux niveaux des REGs parallèles à la direction de traction. Les REGs 1, 2 et 3 présentent des orientations initiales différentes par rapport à la direction de traction. Initialement, RBG1 fait un angle de 25° avec la direction transversale (voir Figure 2.7a) et RBG2 et RBG3 sont presque perpendiculaires à cette direction.

Par conséquent, l'orientation initiale des REGs serait un facteur important de l'évolution de la concentration de déformation lors de l'essai de traction. L'utilisation d'un réseau de NPs est alors très appropriée pour mettre en évidence les rotations à l'intérieur des REGs.

Cette technique présente aussi l'avantage de permettre une analyse quantitative des champs cinématiques locaux. On observe que dans le domaine élastique, il n'y a pas de concentration de déformation, les valeurs de la déformation sont globalement proche de zéro. A la transition élasto-plastique, la concentration de la déformation commence principalement sur la partie droite du grain 2 (voir la Figure 2.8a-b et la Figure 2.9a-b). Une fois dans le domaine plastique, la concentration de déformation augmente lentement au niveau des REGs, spécifiquement à la REG2 et à la REG3. Il faut noter qu'ils ont une orientation presque perpendiculaire à la direction de traction (voir Figure 2.8c). Les distances entre les NPs dans les REG2 et REG3 augmentent dans la direction de traction, ce qui indique que l'orientation initiale des REGs est cruciale comme mentionné précédemment. Elle est déterminante dans l'initiation des déformations aux niveaux des différents REGs. Les REGs 2 et 3 s'allongent probablement parce que la contribution des rotations y est faible. La Figure 2.9c montre que les valeurs de cisaillement demeurent proches de zéro dans les régions correspondantes à ces REGs. Ces faibles valeurs de cisaillement justifient alors la faible contribution des rotations. En parallèle, la valeur de la déformation à la REG1 reste très faible. En augmentant progressivement le chargement, il apparaît que la concentration des déformations dans les REGs augmente considérablement dans le domaine plastique. Elle ne s'effectue pas de la même manière au niveau des différentes REGs. Les comportements de la REG2 et de la REG3 sont similaires et l'augmentation de leur déformation ε_{xx} est initiée avant celle de la REG1. La concentration de la déformation au niveau de la REG1 a lieu plus tard au cours de l'essai de traction. Ceci se justifierait probablement par l'angle avec la direction transversale qui induirait des rotations importantes. La REG1 est vraiment activée à l'étape (d) où la valeur des déformations locales dans la direction de la traction est autour de 15% et la valeur du cisaillement est autour de 2% (voir les Figures 2.8d et 2.9d). Après cette étape, les déformations dans la direction de traction et la valeur du cisaillement augmentent systématiquement justifiant la contribution significative des distorsions dans la déformation de REG1. La concentration des déformations devient effective aux différentes REGs dans le domaine plastique avec les valeurs enregistrées de plus de 20% (voir la Figure 2.8d - f). Puis, à la striction, la valeur de déformation ne cesse d'augmenter, on note des valeurs de ε_{xx} proches de 25% (voir Figure 2.8g et h) et quelques

moments avant la rupture, elles sont autour de 30% (voir Figure 2.8i). Les valeurs du cisaillement ε_{xy} augmentent spécifiquement sur la partie supérieure des grains 1 et à la REG1 (voir Figure 2.9e-h). Juste avant la rupture la valeur du cisaillement est supérieure à 10% au niveau de REG1. Sur la Figure 2.3i, on voit que les lignes de NPs (quelques moments avant la rupture) font un angle proche de 30° avec la direction transverse. Cet angle est opposé à l'orientation initiale de cette REG avec la direction transversale. Les lignes de NPs de REG 2 et 3 restent à peu près perpendiculaires à la direction de traction. En outre, lorsque les interfaces entre les grains sont parallèles à la direction de traction, les valeurs de déformation locale restent très faibles, à peu près égale à zéro. Cependant, lorsqu'ils sont transverses ou quasi transverses à la direction de traction (RBG2 et RBG3), les valeurs de déformation ε_{xx} augmentent considérablement, tandis que le cisaillement ε_{xy} reste proche de zéro. Enfin, ces résultats indiquent que l'évolution de la concentration de déformations dans les régions entre les grains dépend de leur orientation initiale par rapport à la direction de traction et que les mécanismes connexes de déformation sont différents, que ce soit l'allongement pur (avec éventuelle une faible contribution de rotation) ou une combinaison de l'allongement et des distorsions (rotations) lorsque le cisaillement est important. Ceci est un des avantages fort de l'utilisation des réseaux NPs: les déplacements des NPs permettent de comprendre l'effet d'orientation des interfaces entre grains sur la déformation.

2.3.2.2. Analyse des bandes

Cette technique permet également d'obtenir des informations sur l'évolution des déformations à l'intérieur des grains. La grande résolution provenant de la distance inter-particulaire submicronique permet la visualisation des hétérogénéités de déformation plastique notamment l'apparition des bandes et de leur évolution. Sur la Figure 2.8, on observe en début de plasticité une large bande de déformation qui apparaît à la surface du grain 1. Cette bande sera appelée « bande 1 » dans la suite de cette section. La valeur de la déformation au niveau de la bande 1 est autour de 2%. Les valeurs de la déformation sont plus importantes de part et d'autre du grain 1, proche de 6% (voir Figure 2.8c). En augmentant le chargement, la bande 1 devient de plus en plus mince et les valeurs de déformations de part et d'autre de son côté supérieur et inférieur ne cesse d'augmenter (voir Figure 2.8d). Les valeurs de déformations à l'intérieur de la bande restent faibles (autour de 4%). L'analyse de l'évolution des nanojaugeages fait ainsi apparaître deux zones de forts gradients de déformations à la surface du même grain. Ceci est quantifié par les déplacements NPs et peut être apprécié qualitativement sur les images MEB (voir les Figures 2.7c – 2.7i). Dans le domaine plastique, une autre bande, « bande 2 », apparaît dans le grain 2. Elle traverse le grain 2 et elle continue dans le grain qui est situé à sa partie inférieure (voir Figure 2.8d). Les deux bandes évoluent et deviennent progressivement plus minces avec l'augmentation du chargement (voir figure 2.8e - f). Dans le domaine de striction, les deux bandes ne cessent de devenir de plus en plus minces et les hétérogénéités dans les grains et dans les REGs (voir les figures 2.8f – 2.8i) commencent à être très marquées. On peut interpréter l'apparition des bandes comme une propagation des défauts présents dans le volume du matériau à travers la surface, lorsque le chargement appliqué augmente. En effet, plusieurs études qui ont porté sur l'acier inoxydable austénitique 316L pourraient apporter des éléments de compréhension de l'apparition de ces bandes. Il a été en particulier montré que les aciers austénitiques présentent une valeur faible de l'énergie de faute d'empilement (EFE). Les mécanismes de déformation sont liés à cette valeur d'EFE (Lecroisey and Pineau 1972). L'EFE pourrait influencer l'arrangement des dislocations, la sensibilité à la transformation martensitique et l'aptitude au maclage. D'autres travaux ont indiqué que la transformation martensitique ne modifie pas le mécanisme de déformation de l'acier de type 18/10 (18% de chrome et 10% de nickel) (Medvedev, E.M., Lavrentev, E.F., Kurmanova 1979; Skibina, L.

V., Il'ichev 1979). En outre, les travaux de Bannykh et ses collaborateurs (Bannykh, O. A., Koveneristyi 1969) et de Firks (Firks 1968) ont montré que de grandes déformations de l'alliage pourraient induire la transformation martensitique à la température ambiante. La composition de l'alliage utilisé dans cette étude est proche de celle d'un acier de type 18/10 (16.7% de chrome pour 10.02% de nickel). La composition chimique de notre matériau est donnée dans le tableau 1.4 du chapitre 1, son EFE est évaluée à 11,974 mJ / m² en utilisant la formule de Pickering (Pickering 1984), et l'équivalent de nickel est égal à 24,95% en poids. Lebedev et Kosarchuk (Lebedev and Kosarchuk 2000) ont observé une transformation de phase au cours d'un essai de traction sur l'acier inoxydable avec 22,95% en poids d'équivalent en nickel. Le matériau de leur étude est assez proche du notre. Par rapport à ces études, on peut supposer que la quantité de martensite est non uniforme sur la surface de l'échantillon. Dans ses travaux, Lebedev, n'a pas observé de transformation de phase sur un autre échantillon avec l'équivalent en nickel égal à 26,73% en poids. Il est connu que lors de la transformation de phase induite par la déformation plastique, la phase martensitique ε apparaît à de faible chargement, l'augmentation du chargement entraîne la transformation martensitique α' qui l'emporte sur la transformation martensitique ε . Dans la présente étude, l'expérience a été réalisée à température ambiante. La seule transformation martensitique possible est le durcissement étant donné que la région de l'échantillon étudié était distante d'environ 2 mm de la zone de rupture de l'éprouvette. En outre, Lecroisey et Pineau ont également montrés que pour de faibles valeurs d'EFE, les dislocations se dissocient facilement dislocations partielles de type Schockley au détriment du glissement dévié. Ces défauts d'empilement se manifestent à la surface comme des bandes à l'entrée du domaine plastique. Ces bandes sont constituées d'un mélange de martensite ε sous forme de plaquettes et d'austénite γ micro-maillée.

3. Conclusions

Les déformations 2D d'un alliage polycristallin (acier inoxydable austénitique 316L) ont été étudiées au cours d'un essai de traction in situ à l'intérieur d'un MEB. Un réseau de NPs avec des paramètres submicroniques a été déposé par lithographie électronique. Il a été utilisé pour analyser les hétérogénéités de déformation à la surface de grains et aux interfaces entre grains. Nous avons ainsi développés une méthode où les NPs jouent le rôle de nanojauge de déplacement. Au cours de l'essai de traction effectué dans le MEB, les positions de chaque NP ont été suivies à différents niveaux de chargement. Par conséquent, l'analyse des composants du tenseur de déformation devient réalisable et fournit des informations quantitatives à la surface et entre les grains. Ce procédé permet de mettre en lumière le rôle de l'orientation angulaire initiale de l'interface entre grains par rapport à la direction de traction sur le mécanisme de déformation. En effet, les déformations sont principalement concentrées dans les régions entre grains qui sont quasi perpendiculaire à la direction de sollicitation. Il faut souligner que le mouvement des grains est influencé par le mouvement des régions entre grains, la géométrie des grains voisins, les défauts dans le volume du matériau, ... En outre, l'analyse des bandes est rendue possible grâce aux paramètres nanométriques du réseau. Il est démontré dans ce travail que, les nanogauges permettent de suivre l'évolution des hétérogénéités de microstructure et, d'identifier les caractéristiques mécaniques / mécanismes à l'échelle locale avec une bonne résolution spatiale et une bonne précision. Ce processus fournit des données pour une bonne compréhension du comportement de la microstructure des alliages polycristallins qui est essentielle pour l'ingénierie et de l'utilisation des matériaux.

Références :

- Allais, L., M. Bornert, T. Bretheau, and D. Caldemaison. 1994. "Experimental Characterization of the Local Strain Field in a Heterogeneous Elastoplastic Material." *Acta Metallurgica et Materialia* 42 (11): 3865–80. doi:10.1016/0956-7151(94)90452-9.
- Ballard, D.H. 1981. "Generalizing the Hough Transform to Detect Arbitrary Shapes." *Pattern Recognition* 13 (2): 111–22. doi:10.1016/0031-3203(81)90009-1.
- Bannykh, O. A., Koveneristy, Y. K. 1969. "Steels for Operation at Low Temperatures." *Metallurgiya, Moscow*, 13.
- Carolan, R A, M Egashira, S Kishimoto, and N Shinya. 1992. "The Effect of Grain Boundary Defromation on the Creep Micro-Deformation of Copper." *Acta Materialia* 40 (7): 1629–36.
- Clair, Aurelie., M. Foucault, O. Calonne, Y. Lacroute, L. Markey, M. Salazar, V. Vignal, and E. Finot. 2011. "Strain Mapping near a Triple Junction in Strained Ni-Based Alloy Using EBSD and Biaxial Nanogauges." *Acta Materialia* 59 (8). Acta Materialia Inc.: 3116–23. doi:10.1016/j.actamat.2011.01.051.
- Firks, H.J. 1968. "Mechanische Eigenschaften Asustenitischer Cr±Ni-Stahle Nach! _ Und! " ! _ Umwandlung." *Neue Hutte*, no. 13: 668.
- Grédiac, Michel, and François Hild. 2011. *Mesures de Champs et Identification En Mécanique Des Solides. Mesures de Champs et Identification En Mécanique Des Solides*. Lavoisier.
- Guelorget, Bruno, Manuel François, Cristián Vial-Edwards, Guillaume Montay, Laurent Daniel, and Jian Lu. 2006. "Strain Rate Measurement by Electronic Speckle Pattern Interferometry: A New Look at the Strain Localization Onset." *Materials Science and Engineering: A* 415 (1-2): 234–41. doi:10.1016/j.msea.2005.09.090.
- Guery, Adrien, Félix Latourte, François Hild, and Stéphane Roux. 2014. "Characterization of SEM Speckle Pattern Marking and Imaging Distortion by Digital Image Correlation." *Measurement Science and Technology* 25 (1): 015401. doi:10.1088/0957-0233/25/1/015401.
- Guo, Z., H. Xie, B. Liu, F. Dai, P. Chen, Q. Zhang, and F. Huang. 2006. "Study on Deformation of Polycrystalline Aluminum Alloy Using Moir?? Interferometry." *Experimental Mechanics* 46 (6): 699–711. doi:10.1007/s11340-006-9823-9.
- Hough, Pvc V C. 1962. "Method and Means for Recognizing Complex Patterns." *US Patent 3,069,654* 21: 225–31. doi:10.1007/s10811-008-9353-1.
- Joo, Soo-Hyun, Jae Kon Lee, Jin-Mo Koo, Sunghak Lee, Dong-Woo Suh, and Hyoung Seop Kim. 2013. "Method for Measuring Nanoscale Local Strain in a Dual Phase Steel Using Digital Image Correlation with Nanodot Patterns." *Scripta Materialia* 68 (5). Acta Materialia Inc.: 245–48. doi:10.1016/j.scriptamat.2012.10.025.
- Le Millier, Morgane. 2014. "Fragilisation Des Aciers Inoxydables Austénitiques Sous Irradiation : évolution de La Microstructure et Amorçage de La Corrosion Sous Contrainte Assistée Par L'irradiation En Milieu REP." Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- Lebedev, A. A., and V . V. Kosarchuk. 2000. "Influence of Phase Transformations on the Mechanical Properties of Austenitic Stainless Steels." *International Journal of Plasticity* 16: 749–67.
- Lecroisey, F, and A Pineau. 1972. "Martensitic Transformations Induced by Plastic Deformation in the Fe-Ni-Cr-C System." *Metallurgical TRANSACTIONS* 3 (February).
- Liu, Z W, H M Xie, C Z Gu, and Y G Meng. 2008. "The Digital Geometric Phase Technique Applied to the Deformation Evaluation of MEMS Devices." *Journal of Micromechanics and Microengineering* 19 (1): 015012. doi:10.1088/0960-1317/19/1/015012.

- Mari, D., U. Marti, and P. C. Silva. 1992. "A New Photolithographic Technique to Detect the Local Deformation of Materials: Application to WC-Co Composites." *Materials Science and Engineering*.
- Medvedev, E.M., Lavrentev, E.F., Kurmanova, T.M. 1979. "Martensitic Transformations Occurring with Low- Temperature Thermal Cycling and Features of Their Effect on the Yield Point of Steels OKh18N10T and 03Kh18N8. In: Martensitic Transformations in Metals and Alloys (in Russian)." *Naukova Dumka, Kiev*, 119–22.
- Moulart, Raphaël. 2007. "Développement et Mise En Oeuvre D' Une Méthode de Mesure de Champs de Déformation à L'échelle Micrométrique." Ecole nationale Supérieure d' Arts et Métiers.
- Nemat-Nasser, Sia. 2004. *Plasticity – A Treatise on Finite Deformation of Heterogeneous Inelastic Materials*. Cambridge University Press. Vol. 68. doi:10.1159/000087113.
- Pickering. 1984. "Physical Metallurgical Development of Stainless Steel." In *Proceeding of the Conference Stainless Steel Prime Göteborg*.
- Rai-Choudhury, P. 1997. *Handbook of Microlithography, Micromachining, and Microfabrication*. *Handbook of Microlithography Micromachining and Microfabrication*. Vol. 1.
- Skibina, L. V., Il'ichev, V. Y. 1979. "Martensitic Transformation and Its Effect on the Mechanical Properties of Single Crystals of Stainless Alloys. Martensitic Transformations in Metals and Alloys [in Russian]." *Naukova Dumka, Kiev*, 84–88.

Chapitre 3: Analyse
approfondie de la
microstructure de
l'acier 316L couplée à
l'EBSD

Table des matières

Chapitre 3 :	73
1. Présentation de l'expérience.....	73
2. Observation de la microstructure au cours de l'essai	75
2.1. Partie I de l'essai	76
2.2. Partie II de l'essai	78
2.3. Partie III de l'essai.....	80
3. Analyse des déformations.....	83
3.1. Analyse des déformations dans la direction de traction	84
3.2. Analyse des déformations ε_{xy}	89
3.3. Analyse des déformations dans la direction transverse	93
4. Analyse statistique des déformations	96
5. Analyse des distorsions	101
6. Ecrouissage macroscopique.....	104
7. Analyse cristallographique et comparaison avec les champs cinématiques.....	105
7.1. Figures de pole inverse.....	105
7.2. Les désorientations	106
7.3. Figures de pole	108
8. La méthode NanoDefCristallo.....	109
9. Conclusion.....	111
References	113

Chapitre 3 :

Analyse approfondie de la microstructure couplée à l'EBSD de l'acier inoxydable austénitique 316L au cours d'un essai de traction uniaxiale

La méthode développée dans le chapitre précédent va être couplée à la technique de diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD). Cette dernière permet de suivre localement les variations d'orientations cristallographiques. Les acquisitions ont été effectuées avant la traction et à deux niveaux de chargement. Les déformations à la surface de l'éprouvette dues aux mouvements dans le volume du matériau ont été quantifiées localement jusqu'à la rupture. Cette évolution de la déformation a été corrélée avec l'écroutissage macroscopique du matériau. Les hétérogénéités de déformations plastiques à la surface des grains, aux macles et aux joints de grains ont été mises en évidence. Les orientations cristallographiques obtenues à partir des mesures EBSD ont été également analysées. Les évolutions de la microstructure à travers les cartes de champs cinématiques, les variations d'orientations cristallographiques et le comportement macroscopique ont été comparées. La forte complémentarité de ces deux techniques et la capacité de cette approche dans l'analyse des propriétés de matériaux seront proposées.

1. Présentation de l'expérience

Le matériau utilisé dans cette partie est l'acier inoxydable austénitique 316L. Cet alliage est utilisé dans les circuits primaires de refroidissement des centrales nucléaires pour sa résistance à la corrosion et ses propriétés mécaniques. Le tableau 1.2 du chapitre 1 donne la composition chimique de l'alliage. Il est caractérisé par une faible valeur d'énergie de défaut d'empilement (stacking fault energy, EFE). Les éprouvettes ont été découpées par électroérosion à fil afin d'éviter d'introduire des contraintes résiduelles. La Figure 3.1a présente les dimensions des éprouvettes, l'épaisseur après polissage est de 0,93 mm. Elles ont été polies successivement avec du papier de polissage, des suspensions diamantées de 3 μ m et 1 μ m et une suspension de silice colloïdale, de façon à ce que la surface diffracte les électrons pour permettre les mesures EBSD. La Figure 3.1b présente une éprouvette polie miroir. Une étape de recalage avant le dépôt du réseau de NPs métalliques a été effectuée dans le microscope de lithographie (eLINE de Raith) afin de mémoriser la position du centre de l'éprouvette. Les réseaux ont ainsi été déposés au centre de chaque éprouvette par lithographie électronique, de façon à ce que les bords du réseau soit parallèles aux axes x et y de l'éprouvette. Le réseau est constitué de nanoparticules NPs cylindriques d'Au de 200 nm de diamètre, 50 nm de hauteur et espacées centre à centre de 400 nm. Les dimensions du réseau sont de 70*70 μ m². La Figure 3.1c présente une image MEB du réseau de NPs. Les réseaux de NPs ont été déposés à l'Université de Technologie de Troyes.

Les essais de traction sous MEB couplés à la technique de diffraction des électrons rétrodiffusés ont été réalisés au Centre des Matériaux (CDM) de l'Ecole de Mines de Paris. Une fois le réseau déposé, une première acquisition EBSD de la zone contenant le réseau a été effectuée avant la traction in situ sous MEB. Les mesures cristallographiques par EBSD et la traction sous MEB ont été effectuées dans le FEG Nova NanoSEM 450 de FEI équipé d'un détecteur EBSD (OIM analysis) et préparé pour accueillir une micromachine de traction. Après la première acquisition EBSD (EBSD₀), l'échantillon a été monté sur la micromachine qui elle-même était déjà montée à l'intérieur du MEB. Une mesure du réseau à l'état initial c'est-à-dire, avant la sollicitation a été effectuée. Elle sera appelée T₀ et les autres niveaux de chargement successifs seront appelés T_i (i appartenant [1 26]). Pendant la traction, les mors de la micromachine ont été déplacés avec une vitesse de 6,6 μ m/s. Les

images du réseau ont été effectuées jusqu'à la rupture. Nous divisons l'essai en trois parties par soucis de simplicité et de clarté. La première partie que nous appellerons « Partie I » va de la première acquisition EBSD jusqu'à la première décharge (T_0 à T_5_bis). La deuxième partie, « Partie II », comporte la deuxième acquisition EBSD (EBSD_1), le chargement de l'éprouvette jusqu'à un niveau de contrainte proche de celui avant la décharge et la deuxième décharge (T_6 à T_15_bis). Après la deuxième décharge, la troisième acquisition EBSD (EBSD_2) est effectuée et l'éprouvette est alors sollicitée jusqu'à la rupture. La « Partie III » comprend le chargement après la deuxième décharge et la sollicitation jusqu'à la rupture. La Figure 3.2 montre le comportement macroscopique de l'éprouvette et les trois parties de l'essai. On y voit aussi clairement les niveaux de chargement auxquels ont été effectuées les images MEB. On observe une relaxation de contraintes à ces niveaux de chargement, ce qui traduit le comportement visqueux du matériau. En effet, pendant l'acquisition de l'image MEB du réseau, le déplacement est interrompu et la contrainte diminue. La rupture de l'éprouvette s'est effectuée proche de la zone où le réseau a été déposé. Ce qui implique que certains phénomènes de plasticité que nous allons analyser seraient également liés aux phénomènes de ruptures.

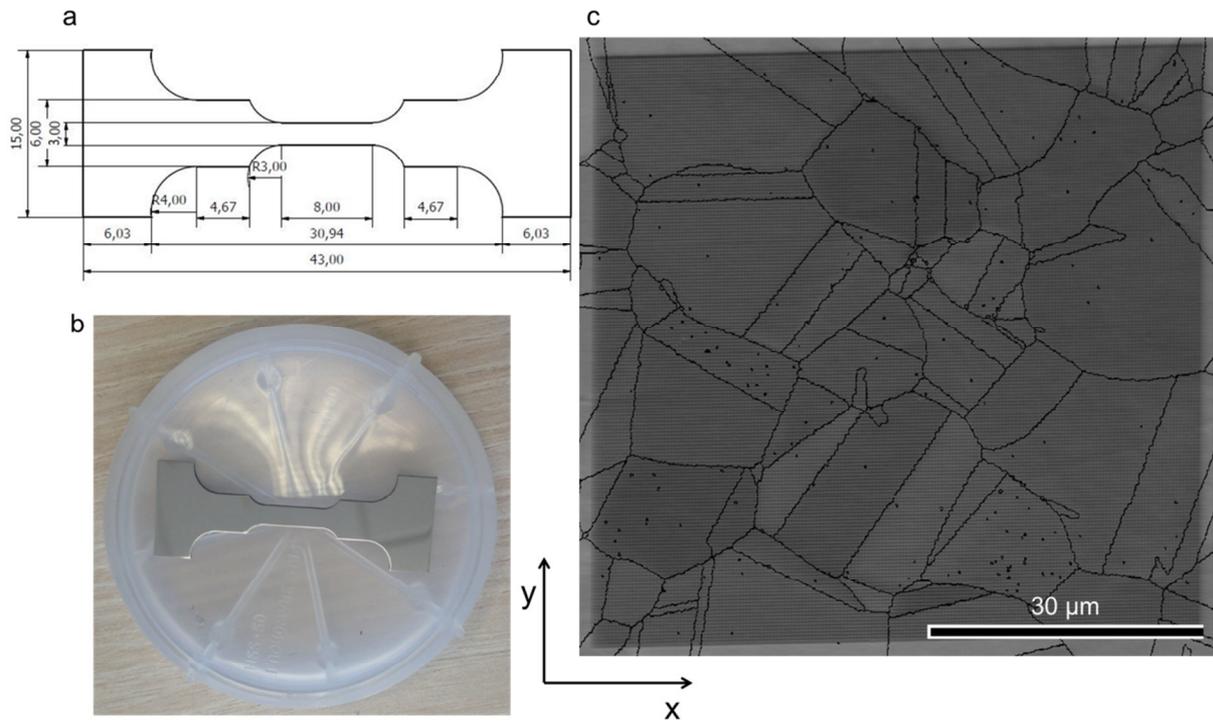


Figure 3.1 : a) dimensions des éprouvettes, b) éprouvette polie miroir et, c) image MEB du réseau de NPs

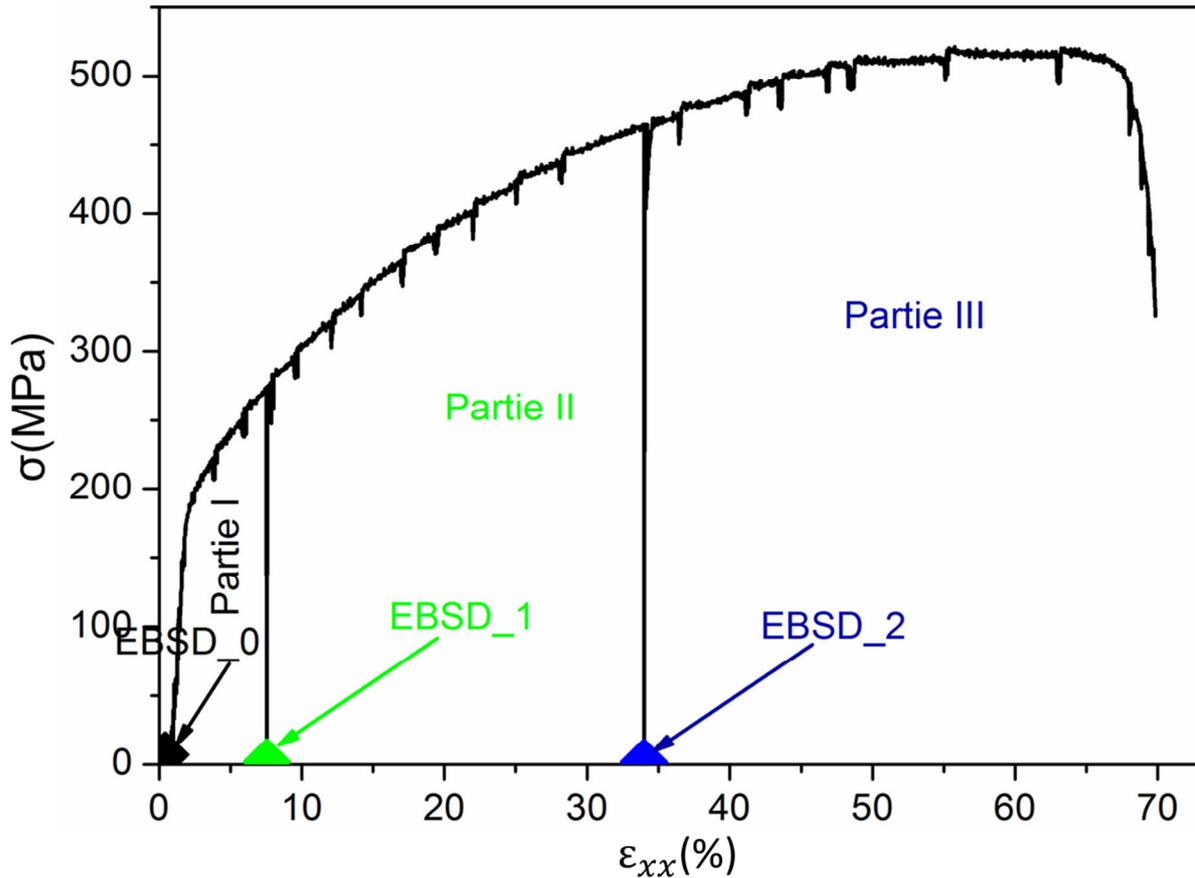


Figure 3.2 : comportement du matériau et découpage de l'essai.

2. Observation de la microstructure au cours de l'essai

Les images MEB permettent une analyse qualitative des déformations de la surface de l'éprouvette. Les images MEB d'un matériau poli sans NPs qui se déforment mettent en évidence les traces d'endommagement dû à la sollicitation. Cependant, l'utilisation d'un réseau de NPs donne accès à la nature du déplacement local. Les déplacements des NPs mettent en évidence les déformations au sein de la microstructure. Les elongations, les distorsions et les rotations des macles, des grains et des joints peuvent être approchées facilement par le suivi progressif des images MEB. En plus de fournir la nature des déformations locales, les NPs jouent le rôle de nanojauge de déplacement. Elles permettent donc également une analyse quantitative. Dans cette partie, nous allons présenter quelques images afin de discuter les évolutions des déformations. Nous allons nous appuyer sur quelques niveaux de chargement pour pouvoir présenter de grandes images. Elles permettent de visualiser clairement les phénomènes locaux de déformations. Pour décrire facilement les phénomènes observés, les grains de la région sur laquelle le réseau de NPs est déposé sont numérotés sur la Figure 3.3. Sur cette image, les contours des grains sont en rouge, on remarque également que la plupart des grains possède au moins une macle. Les macles sont matérialisées par des contours noirs très fins à l'intérieur des grains.

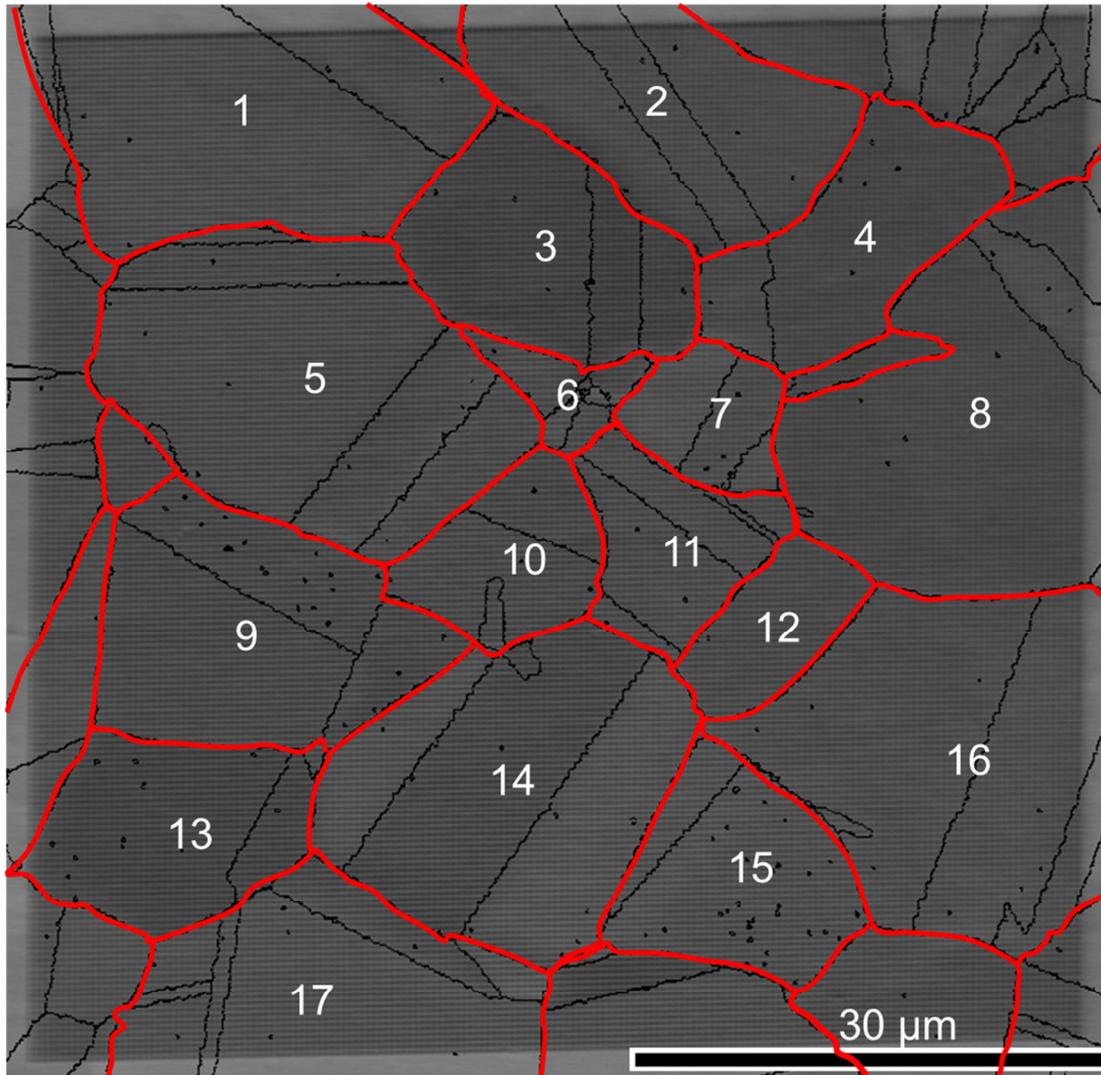


Figure 3.3 : répartition des grains et des macles sur la zone du réseau.

2.1. Partie I de l'essai

La partie I de l'essai comprend macroscopiquement le domaine élastique et le début de la plasticité. Pour cette partie, les images MEB T_1, T_3, T_4 et T_5 sont présentées sur la Figure 3.4. Le polissage laisse distinguer les contours de certains grains à la surface de l'éprouvette.

Lorsque le chargement est faible, on n'observe aucun changement à la surface du réseau. Sur l'image T_1, aucune manifestation de déformations n'est visible. Cependant, à partir du niveau de chargement T_3, les déplacements des NPs aux voisinages de certaines macles et de certains joints deviennent distinguables. On peut noter également une variation de contraste aux niveaux de certains grains, particulièrement les plus gros. Les flèches noires sur l'image T_3 de la Figure 3.4 indiquent les déplacements de NPs aux voisinages des macles des grains 5 et 16.

Les marques de glissements deviennent mieux distinguables à la surface des grains avec le chargement, T_4. Une marque de glissement au voisinage de la macle du grain 5 est grossie, on y observe le mouvement des NPs.

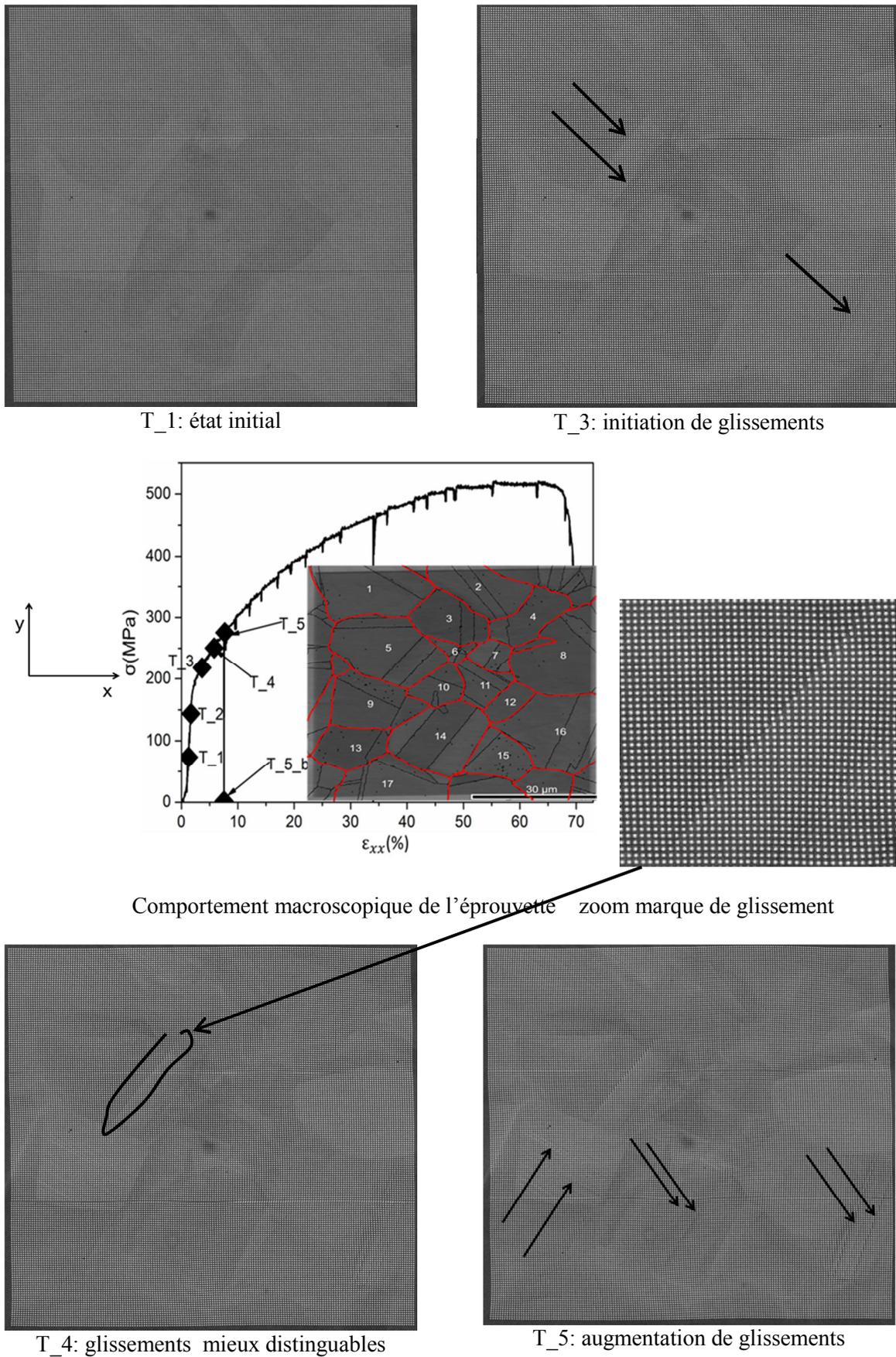


Figure 3.4 : observation des déformations au sein de la microstructure à l'aide des déplacements des NPs sur la partie I de l'essai.

Au niveau de chargement T_5, les glissements augmentent à la surface des grains et les déplacements de NPs aux niveaux des premières marques de glissement augmentent.

On peut ainsi dire que les déformations sont activées aux voisinages des macles et cette activation est suivie de l'initiation des glissements à l'intérieur des grains avec le chargement. L'intensité de déformations et la population des glissements augmentent conjointement avec le chargement.

2.2. Partie II de l'essai

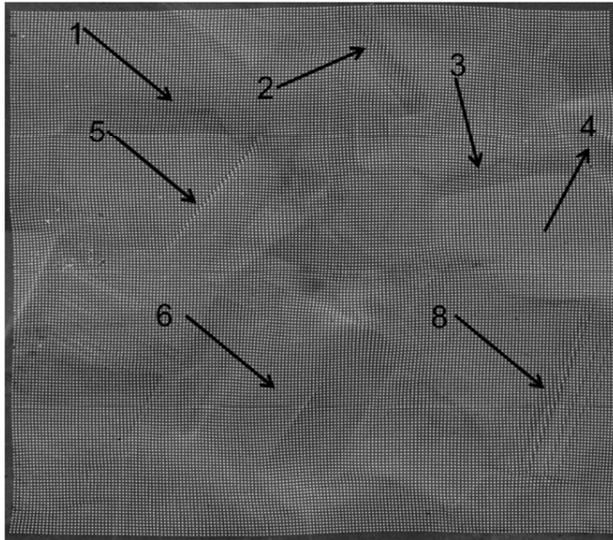
Nous avons représenté les images T_8, T_12 et T_14 pour cette partie de l'essai sur la Figure 3.5. La partie II est macroscopiquement dans le domaine plastique.

Au niveau T_8, on observe une augmentation de l'intensité des déformations au niveau des macles et des glissements. Les flèches numérotées sur l'image T_8 illustrent les déformations de quelques macles. Ces macles ont diverses orientations et sont les régions présentant les plus grands déplacements de NPs à la surface du réseau. Cependant, l'augmentation des glissements n'est pas significative, ce qui pourrait traduire le fait que la déformation serait accommodée principalement par les macles à ce niveau de chargement. On observe également des différences de hauteurs nettes entre les grains et les macles due aux déformations. La plupart des macles appartiennent à un grain parent excepté la macle 3 qui est coincée entre les grains 4 et 8 (voir Figure 3.3). Cette macle pourrait influencer fortement les déformations des grains qui lui sont adjacents.

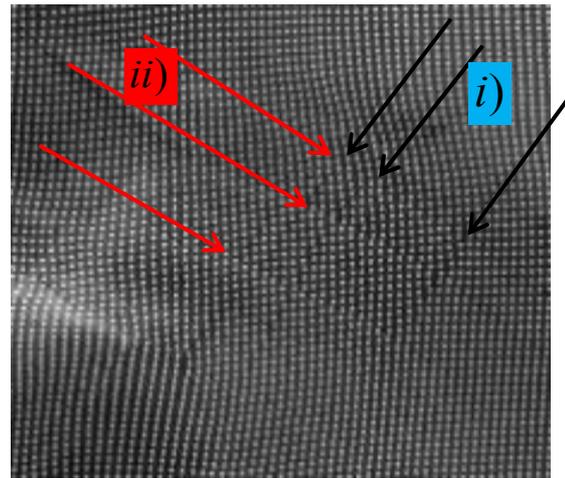
Au niveau T_12, l'intensité des déformations continue d'augmenter fortement aux macles. De nouvelles traces de glissements apparaissent sur la quasi-totalité des grains. On observe des glissements parallèles entre eux et parallèles au joint entre la macle et le grain parent. Ces glissements entourés sur l'image T_12 sont illustrés (voir Figure 3.5d). Certains grains s'allongent considérablement, c'est l'exemple des grains 3, 4 et 8. Ces évolutions microscopiques se traduisent par un écrouissage important qu'on peut observer par la pente de la courbe de comportement macroscopique.

Au niveau T_14, les hétérogénéités de déformations plastiques sont importantes à la surface de l'éprouvette. Les joints entre macles et grains parents s'ouvrent et sont clairement distinguables. Les déformations augmentent aux glissements et aux macles. On observe aussi les distorsions et les allongements de grains. On observe des glissements croisés à surface des grains 9 et 11, les flèches noires indiquent les premiers systèmes de glissements à apparaître *i)* et les flèches rouges les seconds *ii)*. Les glissements croisés du grain 9 sont illustrés sur la Figure 3.5b). On note une ouverture sur la partie inférieure gauche du réseau, mais il est difficile de dire si elle est à l'intérieur d'un grain ou à un joint de grain à cause de la forte hétérogénéité des déformations. Elle est entourée sur la partie inférieure gauche de l'image MEB T_14 et illustrée sur la figure 3.5e). Il est aussi tout de même délicat d'assimiler cette ouverture à une fissure.

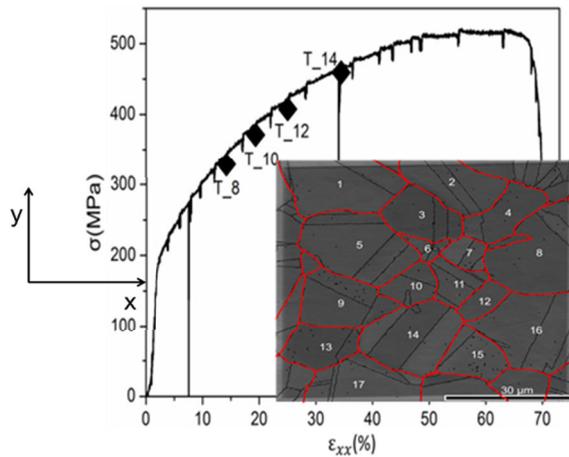
On peut dire qu'une compétition ou une évolution conjointe des déformations aux macles et aux glissements favorisent l'écrouissage macroscopique du matériau. Cet écrouissage se traduit par une forte pente sur la courbe de contrainte-déformation. Plusieurs systèmes de glissements « glissements croisés » peuvent être activés à la surface d'un même grain avec le chargement.



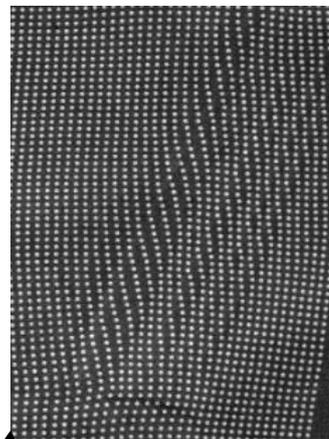
a) T_8: glissements aux voisinages macles



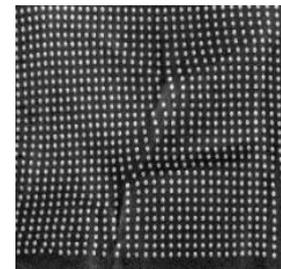
b) Glissements croisés à partir de T_14



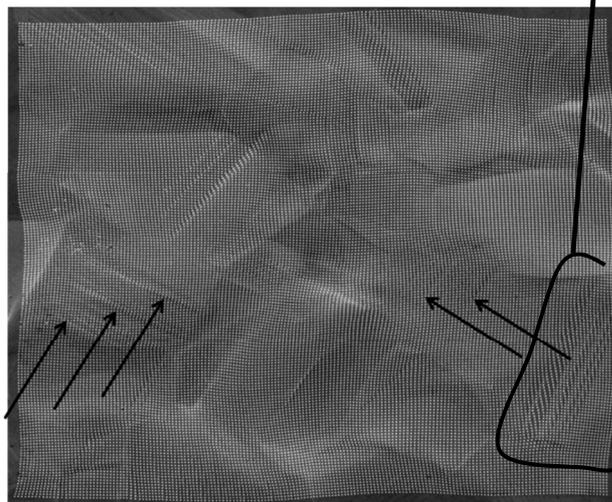
c) Comportement macroscopique matériau



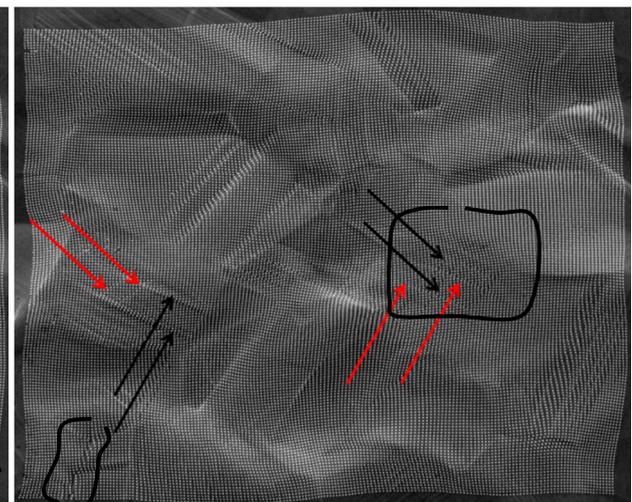
d) Glissements parallèles voisinage de la macle 8



e) Ouverture



f) T_12



g) T_14

Figure 3.5 : observation des déformations au sein de la microstructure à l'aide des déplacements des NPs sur la partie II de l'essai.

2.3. Partie III de l'essai

Dans cette partie, les déformations continuent à augmenter au niveau des macles et de l'intensité des lignes de glissements. Elles conduisent à la striction et à la rupture de l'éprouvette. Les images MEB des niveaux de chargements T_17 et T_22 sont présentées sur la Figure 3.6a.

Sur l'image T_17, on observe l'ouverture précédente qui augmente progressivement. Elle est illustrée sur la Figure 3.6b). Les grains sont fortement allongés dans la direction de sollicitation, les grains qui initialement n'avaient pas l'orientation du grand axe proche de celle de la direction de sollicitation, subissent des rotations. C'est le cas par exemple des grains 4, 14 et 15. Les macles et leurs voisinages présentent des distorsions de NPs importantes. On y note soit de grand rapprochement de NPs (macle supérieure du grain 5 qui est quasi parallèle à la direction de traction), soit d'important déplacement entre NPs (macle à la partie inférieure du grain 5, macles des grains 14 et 16). Les dimensions du réseau de NPs varient très rapidement à partir de ce niveau de chargement. Il s'allonge dans la direction de traction et se rétrécit dans la direction transverse. Ceci traduit macroscopiquement l'entrée en striction de l'éprouvette.

Avec le chargement, on observe un allongement continu des grains (T_22). Macroscopiquement, on observe la formation d'un plateau, il traduirait une diminution de l'écroutissage de l'éprouvette.

La Figure 3.6b présente les images MEB des niveaux de chargement T_23, T_24, T_25 et T_26. Ces images ont été recollées car l'élongation du réseau ne permettait plus d'acquérir entièrement le réseau avec le même grossissement. En effet, nous avons divisé le réseau en deux parties qui ont été acquises avec le même grossissement que l'ensemble des images précédentes. Et les deux images ont été ensuite recollées.

A partir de T_23, on note une forte hétérogénéité des déformations à la surface du réseau. Il devient difficile de distinguer les contours des grains. Les grains semblent alignés dans la direction de sollicitation. On observe aussi des ouvertures inter granulaires dans le sens de la sollicitation (voir Figure 3.6b). Ils s'étendent sur plusieurs grains vue qu'ils ont des longueurs comparables à plusieurs dizaines de micromètres (50 μ m et plus). On note également une topographie très prononcée de la surface qui au départ était polie.

La Figure 3.7 montre des images globales de la surface de l'éprouvette contenant son centre. Sur la première image (T_23), on observe que la section de l'éprouvette est plus faible qu'au début de l'essai. Ce qui indique qu'à ce niveau de chargement, nous sommes dans la striction de l'éprouvette. De petits incréments de déformations entraînent une variation importante de cette section (T_24 et T_25) de l'éprouvette. La dernière image MEB de cette figure montre que la rupture de l'éprouvette est globalement perpendiculaire à la direction de sollicitation.

Lorsque les chargements deviennent très importants, les hétérogénéités de déformations deviennent très marquées : allongements et rotations des grains, augmentation de l'intensité des glissements et des ouvertures. La diminution locale de la largeur du réseau traduit la striction qui se manifeste macroscopiquement par une diminution de la section de l'éprouvette. La rupture est précédée localement par l'apparition d'ouvertures inter granulaires dans le sens de la sollicitation.

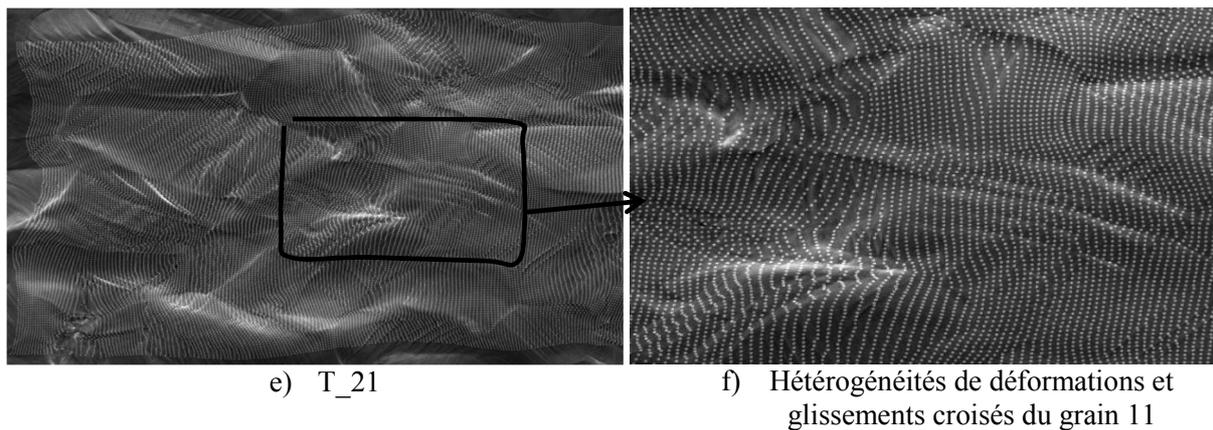
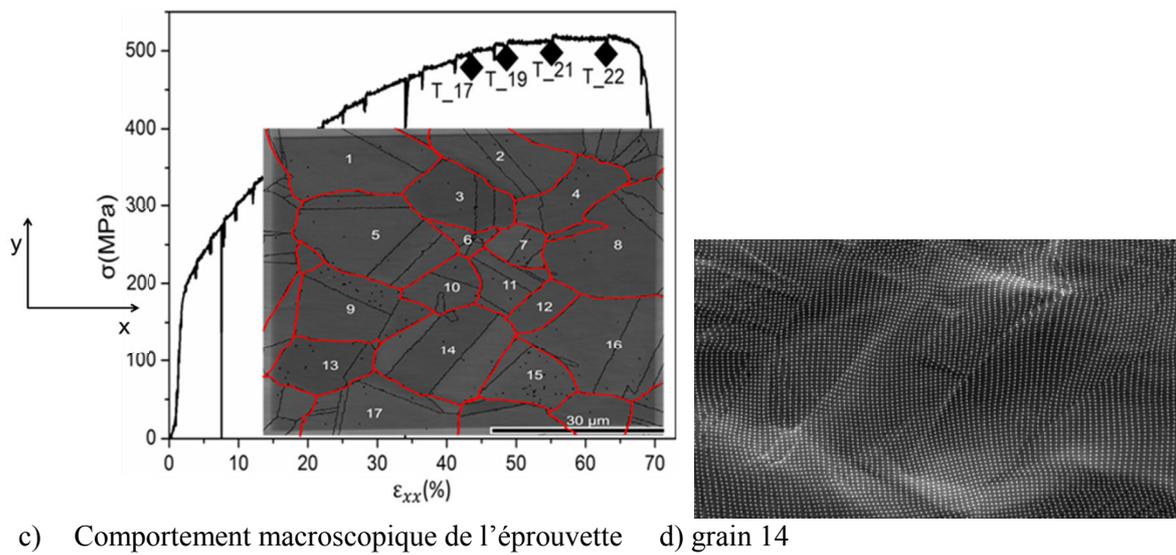
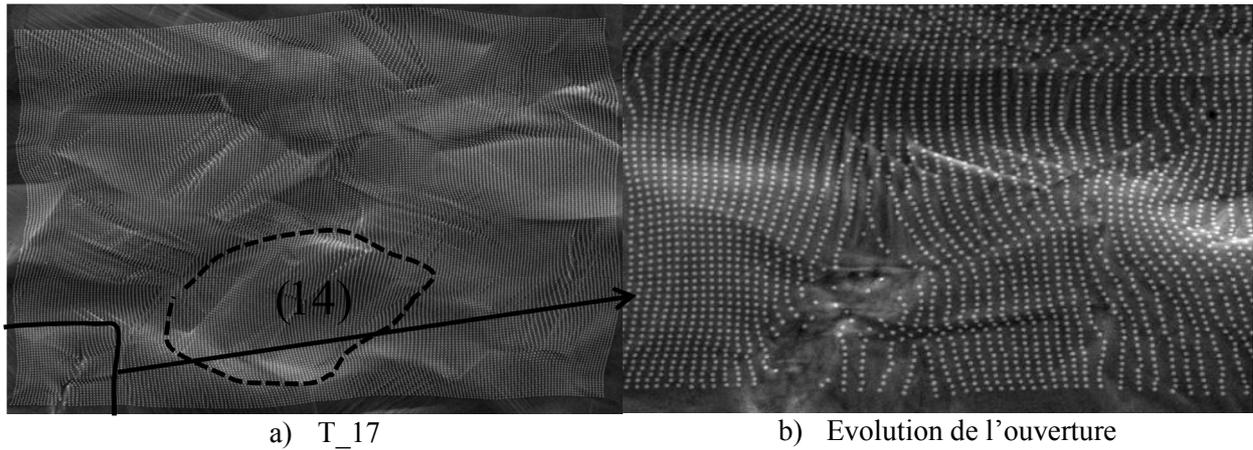
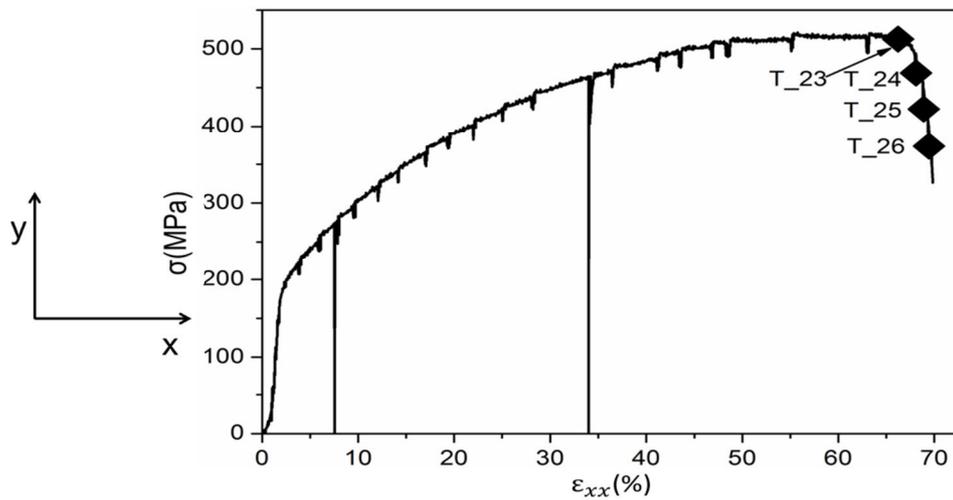
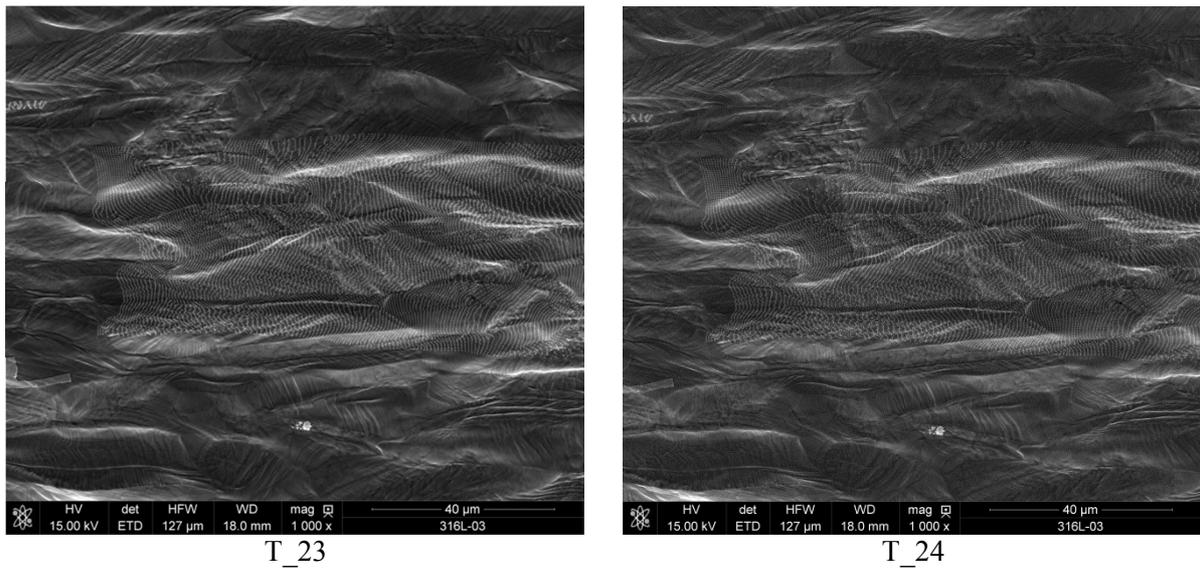


Figure 3.6a : observation des déformations au sein de la microstructure à l'aide des déplacements des NPs sur la partie III de l'essai



Comportement macroscopique de l'éprouvette

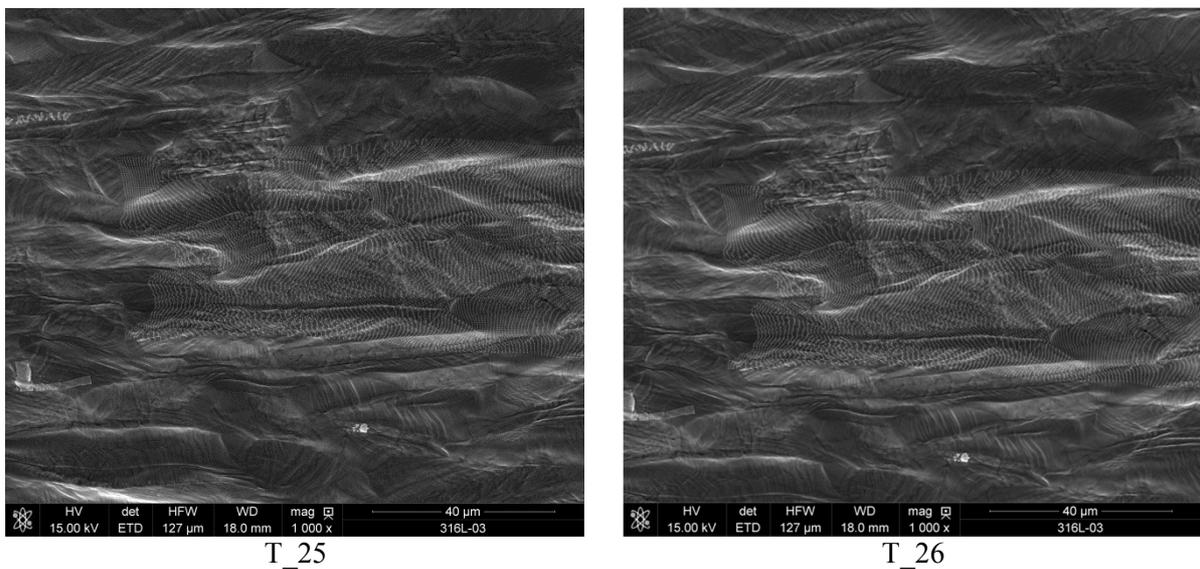


Figure 3.6b : observation des déformations au sein de la microstructure au cours de la striction.

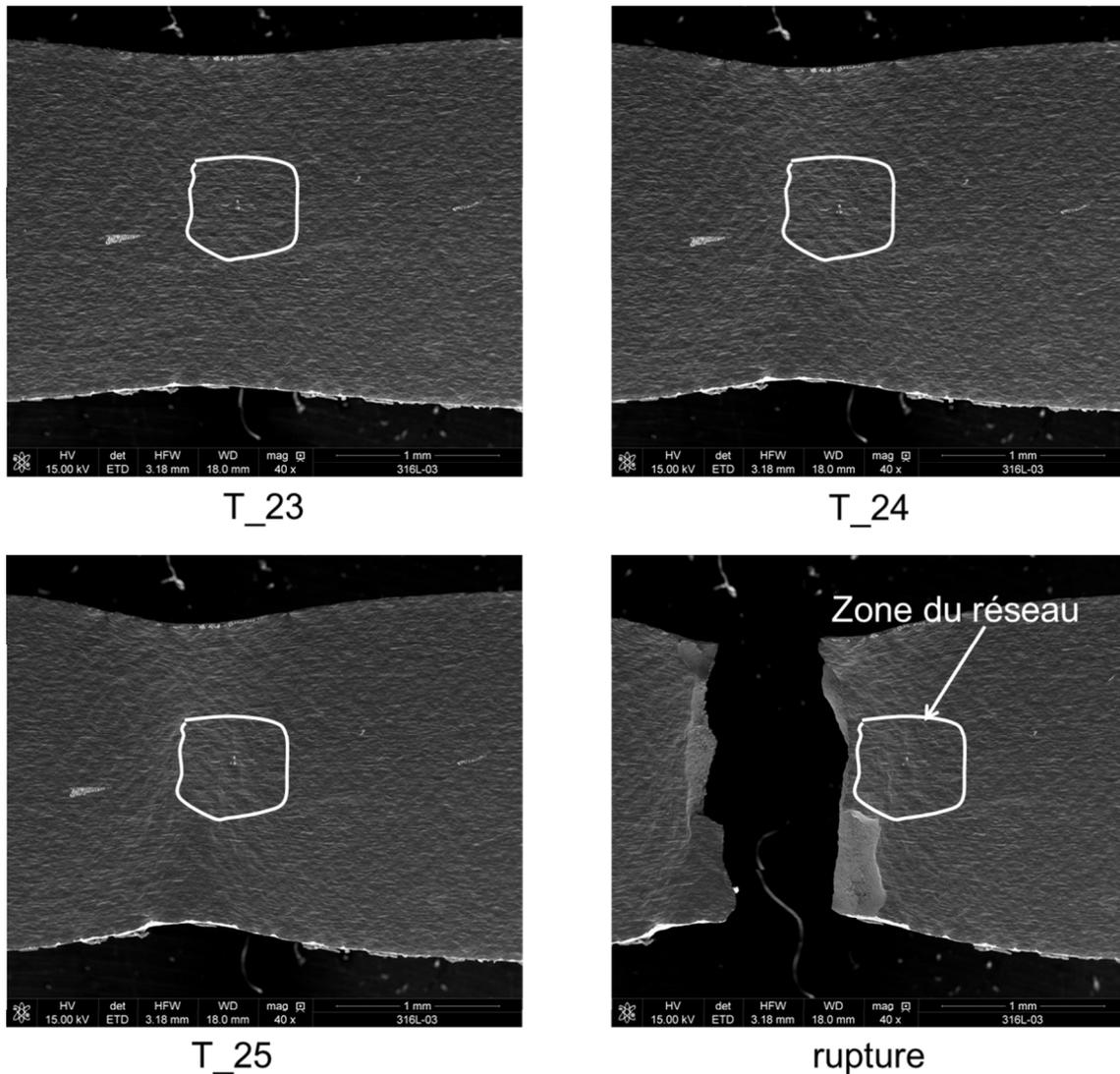


Figure 3.7 : striction de l'éprouvette T_23, T_24 et T_25. Profil de rupture et position du réseau par rapport à la zone de rupture.

3. Analyse des déformations

Les cartographies de déformations permettent de suivre localement et de quantifier l'évolution de l'endommagement aux niveaux des constituants de la microstructure. Les traces de déformations observées sur les cartographies MEB apparaissent lorsque la sollicitation est supérieure au seuil d'élasticité. Ce sont entre autre les déplacements des NPs aux voisinages des macles et les traces de glissements. Dans les matériaux polycristallins, la plasticité a pour origine l'initiation, la propagation et l'interaction des dislocations des plans cristallins (Hull 1968). On distingue deux types de dislocations : les dislocations coins et les dislocations vis. Une trace de glissement est le bord d'une marche qui se répercute à la surface par l'apparition d'une dislocation glissante. Les glissements peuvent être vus comme un déplacement relatif de deux parties d'un cristal suivant un plan et une direction cristallographiques donnés. L'acier 316L a une structure cubique face centrée (CFC) et possède 12 systèmes de glissements activables au cours de sa déformation. Dans le cristal, ce sont les

plans et les directions cristallographiques les plus denses qui sont sujets au glissement. Le couple constitué d'un plan et d'une direction cristallographiques forment un système de glissement. Dans un CFC, on compte 4 plans de glissements possibles qui sont des plans de la famille $\{111\}$. A chacun de ces plans, on associe 3 directions de glissement possibles $\langle 110 \rangle$. Les 12 systèmes de glissements sont donc de types : $\{111\}\langle 110 \rangle$.

En appliquant la méthode développée au chapitre précédent, on va analyser les déformations au sein de la microstructure. Les NPs sont alors utilisées comme nanojauge de déplacement. Les cartographies de déformations sont obtenues à partir des composantes du tenseur de déformations. Comme nous l'avons souligné au chapitre 2, la formulation utilisée est celle d'Euler-Almansi (Nemat-Nasser 2004). Les cartographies de déformations présentées correspondent aux niveaux de chargement des images MEB utilisées dans la section précédente, ceci lorsqu'aucune autre précision n'est apportée.

3.1. Analyse des déformations dans la direction de traction

La Figure 3.8 présente les cartographies de déformations ϵ_{xx} de **la première partie de l'essai**. Pour permettre de mieux observer l'activation de la plasticité qui se traduit par les marques de glissements, l'échelle de couleurs des cartographies de déformations a été réduite entre 0 et 25% dans cette Partie. Les paramètres nanométriques du réseau de NPs permettent de mesurer les déformations de très faibles intensités.

Pour de faibles valeurs de chargement, on n'observe aucune déformation au sein de la microstructure. La cartographie de déformations correspondant à T_1 est totalement bleue, traduisant ainsi des valeurs de déformations quasi nulles. Nous y reviendront plus en détail dans l'analyse statistique. Les premières traces de déformations sont initiées aux voisinages des macles (voir Figure 3.8b). Elles sont quasi parallèles à la direction des macles. Les flèches blanches sur la cartographie de déformations correspondante à T_3 indiquent ces traces de déformations. Les valeurs de déformations aux niveaux de ces traces sont comprises entre 2 et 5%. Macroscopiquement, on est à la sortie de l'élasticité. On se rend compte que l'initiation de la plasticité macroscopique est différente de celle locale aux niveaux des composantes de la microstructure.

Lorsque le chargement augmente (voir Figure 3.8e), les déformations augmentent au niveau des traces précédentes, elles sont proche de 10%. On observe également les déformations à la surface de certains grains : les grains 5, 8 et 16 notamment. Ces grains sont les plus gros dans la région du réseau. L'intensité des déformations à leur surface est autour de 5%.

On note aussi de nouvelles traces qui apparaissent à la surface des grains, elles correspondent aux traces de glissements. Elles sont moins larges que les traces de déformations aux voisinages des macles et leurs sont parallèles (voir Figure 3.8d). Au niveau de chargement T_5, les valeurs de déformations augmentent aux voisinages des macles, des zones de glissement et à la surface des grains mentionnés plus haut. Elles sont autour de 15% aux voisinages des macles, de 10% aux zones de glissements et aux grains 5, 8 et 16. Cette activité de maillage et de glissements des aciers austénitiques au cours de l'essai de traction a été observée dans d'autres études (Shiekhelsouk et al. 2009; Song, Xiang, and Hou 2011; Chakrabarty, Mishra, and Pant 2014; Yan et al. 2014; Sinha et al. 2015) et favorise l'écroutissage à la température ambiante.

Les cartes de déformations permettent ainsi de mettre en évidence l'initiation des déformations au sein de la microstructure. Les déformations sont initiées aux voisinages des macles et

suivies de l'apparition des marques de glissements aux voisinages des macles et à la surface des grains.

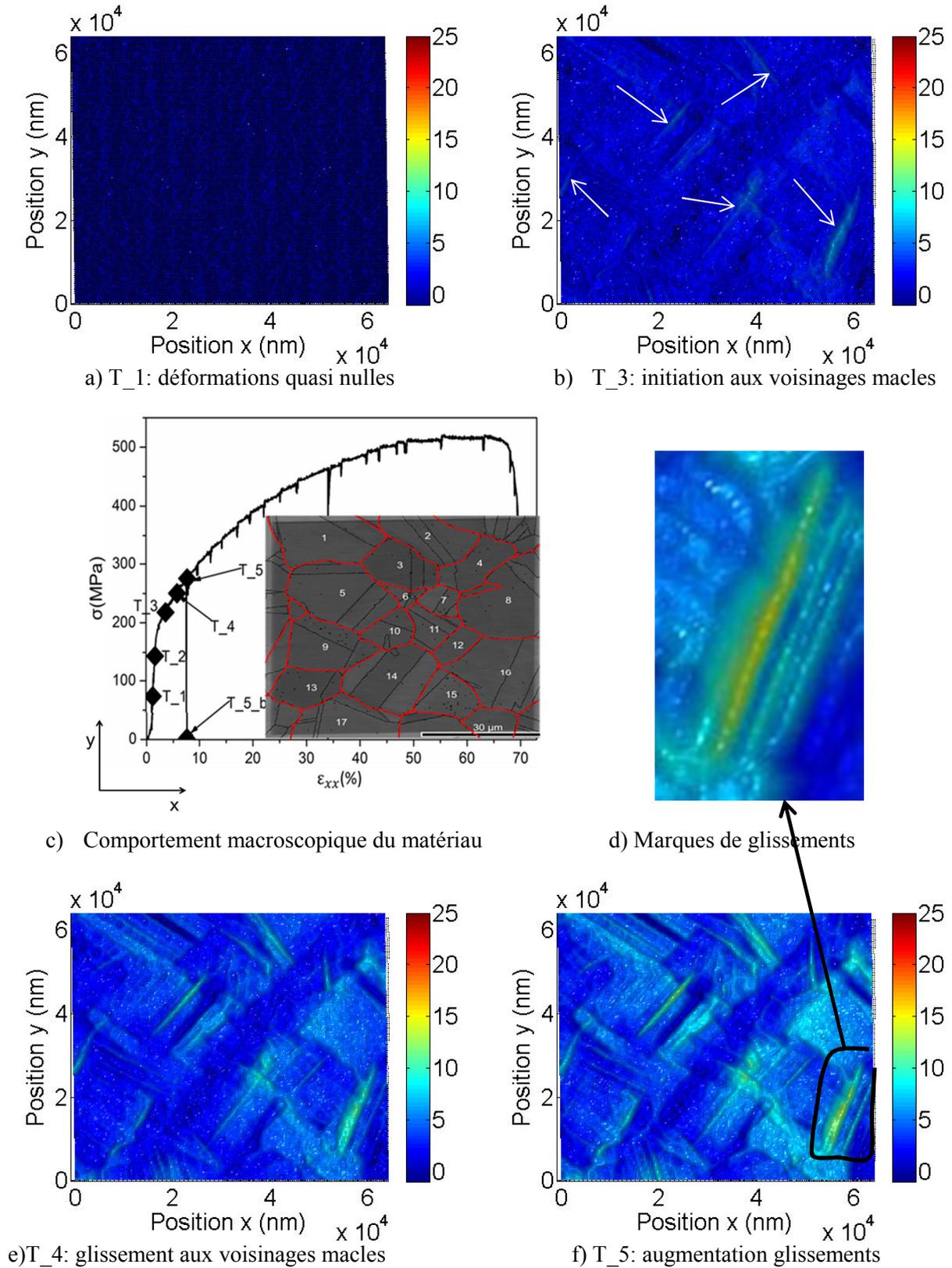


Figure 3.8 : évolution des déformations ϵ_{xx} correspondantes à la Partie I

Les cartes de déformations de **la partie II de l'essai** sont résumées sur la Figure 3.9, l'échelle de couleurs est comprise entre 0 et 55%. Sur la carte de déformation correspondante à T₈, on observe principalement une augmentation de l'intensité des déformations aux voisinages des macles (proche de 20%) et aux glissements (15%). Elles augmentent également à la surface des grains (entre 10 et 15%). Les glissements qui apparaissent à la surface des grains parents de certaines macles sont parallèles à la direction des marques de déformations aux voisinages de ces macles. Leurs populations augmentent avec le chargement (T₁₀). Les flèches sur la cartographie de déformations du niveau de chargement T₁₀ (voir Figure 3.9b), indiquent ces glissements aux voisinages de quelques macles. Il faut noter que les grandes valeurs de déformation demeurent aux voisinages des macles où elles sont proches de 30%. La valeur des déformations aux niveaux des glissements est proche de 20%. La longueur des glissements est caractéristique du diamètre du grain sur lequel ils apparaissent. Ils se propagent ainsi d'un joint de grains à un autre et sont bloqués à l'intérieur du grain par les joints de grain.

En augmentant davantage le chargement (T₁₂), on observe l'initiation de glissements croisés à la surface de deux grains (grain 9 et grain 11). On parle de glissements doubles lorsque deux familles de glissements apparaissent à la surface d'un même grain en formant un angle entre eux.

Sur la cartographie du niveau T₁₄, les traces de ces glissements doubles ainsi que leur intensité de déformations augmentent. Les flèches rouges sur la cartographie de déformation indiquent les premiers glissements activés à la surface de ces grains. Et les flèches noires indiquent les seconds glissements activés (voir Figure 3.9f). Ces systèmes de glissements croisés sont illustrés sur la Figure 3.9d). Les grains à la surface desquelles on observe les glissements croisés présentent ainsi plus d'un système de glissement activé. Un système de glissement primaire qui correspond au premier système à être activé et un second système correspondant aux deuxièmes marques de glissements. Les marques du système secondaire observées augmentent avec la sollicitation. En d'autres termes, plus d'un plan cristallographique dense activent les glissements dans des directions denses qui sont généralement différentes. Les glissements croisés ont été observés sur la phase austénitique d'un acier biphasé (austéno-ferritique) par El Bartali et al. (El Bartali et al. 2008) au cours d'un essai de fatigue. Les systèmes croisés sont initiés dans notre étude à une valeur macroscopique de déformations proche de 30%. La valeur des déformations locales aux voisinages des macles est proche de 50%, certains grains montrent des déformations proches de 40%. Il est aussi important de noter les hétérogénéités de déformations à la surface des différents grains.

Sur la courbe contrainte-déformation, la Partie II de l'essai présente une pente qui traduit un écrouissage macroscopique important. Au vue des valeurs de déformations enregistrées aux voisinages des macles et de l'activité des glissements, on peut dire que le maclage et l'activité de glissements sont les phénomènes principaux de plasticité du 316L. Leur évolution conjointe avec la sollicitation favorise l'écrouissage. Des évolutions similaires d'activités de maclage et d'écrouissage ont été observées par Sinha et ses collaborateurs (Sinha et al. 2015) lors de l'étude d'un alliage de 316L au cours d'un essai de traction uniaxiale par la technique EBSD. Il faut cependant noter que dans cette étude les déformations locales ne sont pas quantifiées au vue de la technique utilisée.

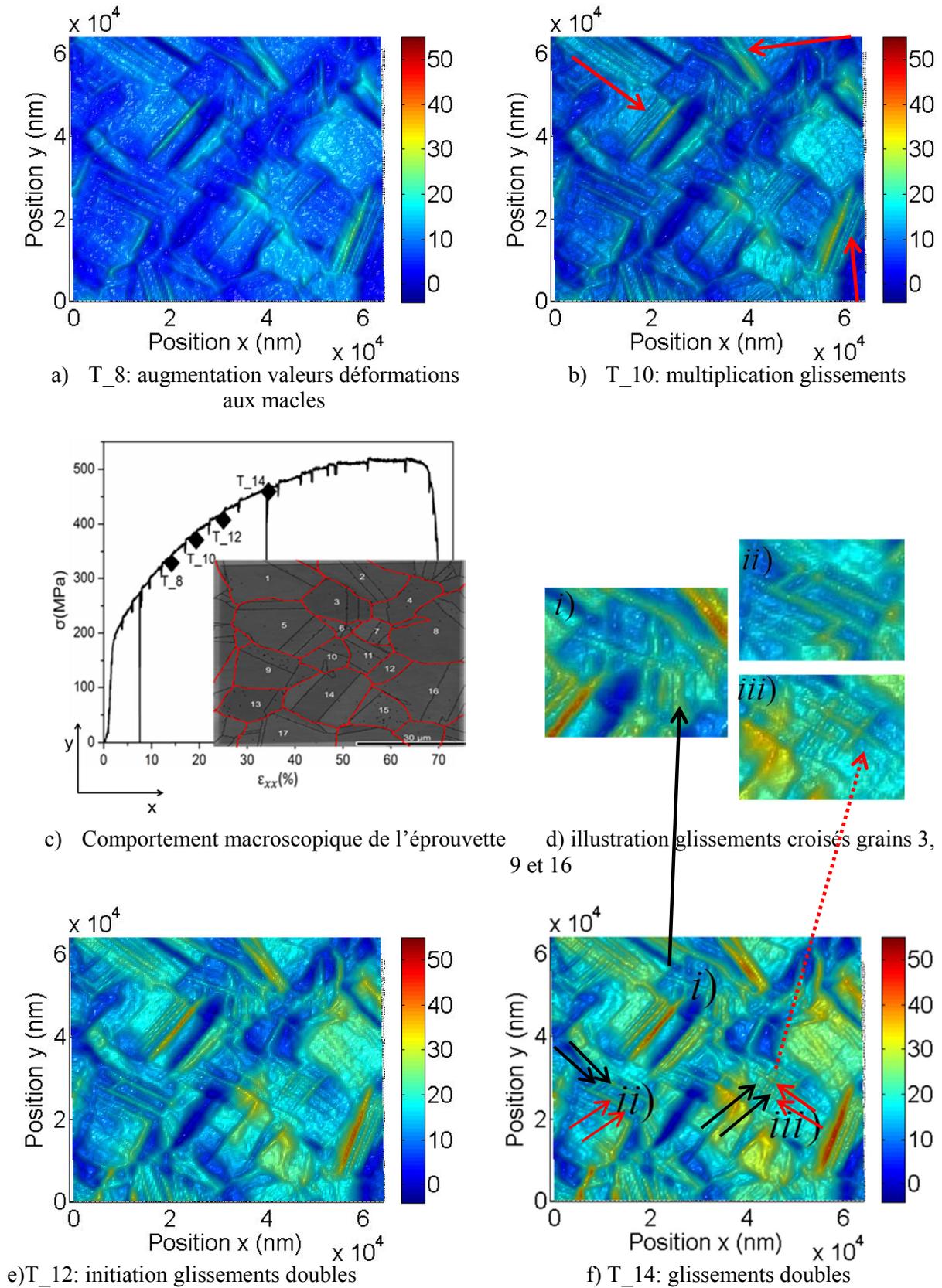


Figure 3.9 : évolution des déformations ϵ_{xx} correspondantes à la Partie II.

La dernière partie de l'essai traite de la localisation au sens macroscopique. Ceci se traduit localement par une très forte hétérogénéité de déformations. La Figure 3.10 présente la cartographie de déformations du niveau T_18 appartenant à cette partie. Nous ne présentons pas assez de cartographies à cause de la difficulté dans le traitement des images MEB correspondantes à cette partie. Cette difficulté est liée principalement au classement des coordonnées des NPs de façon à ce qu'elles soient rangées de la même manière qu'à la cartographie initiale non déformée (voir section 2.2.3 du chapitre 2). Sur cette cartographie, les hétérogénéités de déformations continuent d'augmenter, on observe une continuité de déformations entre plusieurs grains via les joints de grains et les glissements. Nous l'avons illustré sur la Figure 3.10c. On peut également noter l'activité continue des macles qui se traduit par des valeurs de déformations supérieures à 60% à leurs voisinages, la déformation macroscopique étant proche de 47% à ce niveau de chargement. On observe également à la surface des grains plusieurs gradients de déformations, et l'augmentation du nombre et de la valeur de déformations aux glissements secondaires observés précédemment (voir Figure 3.10d).

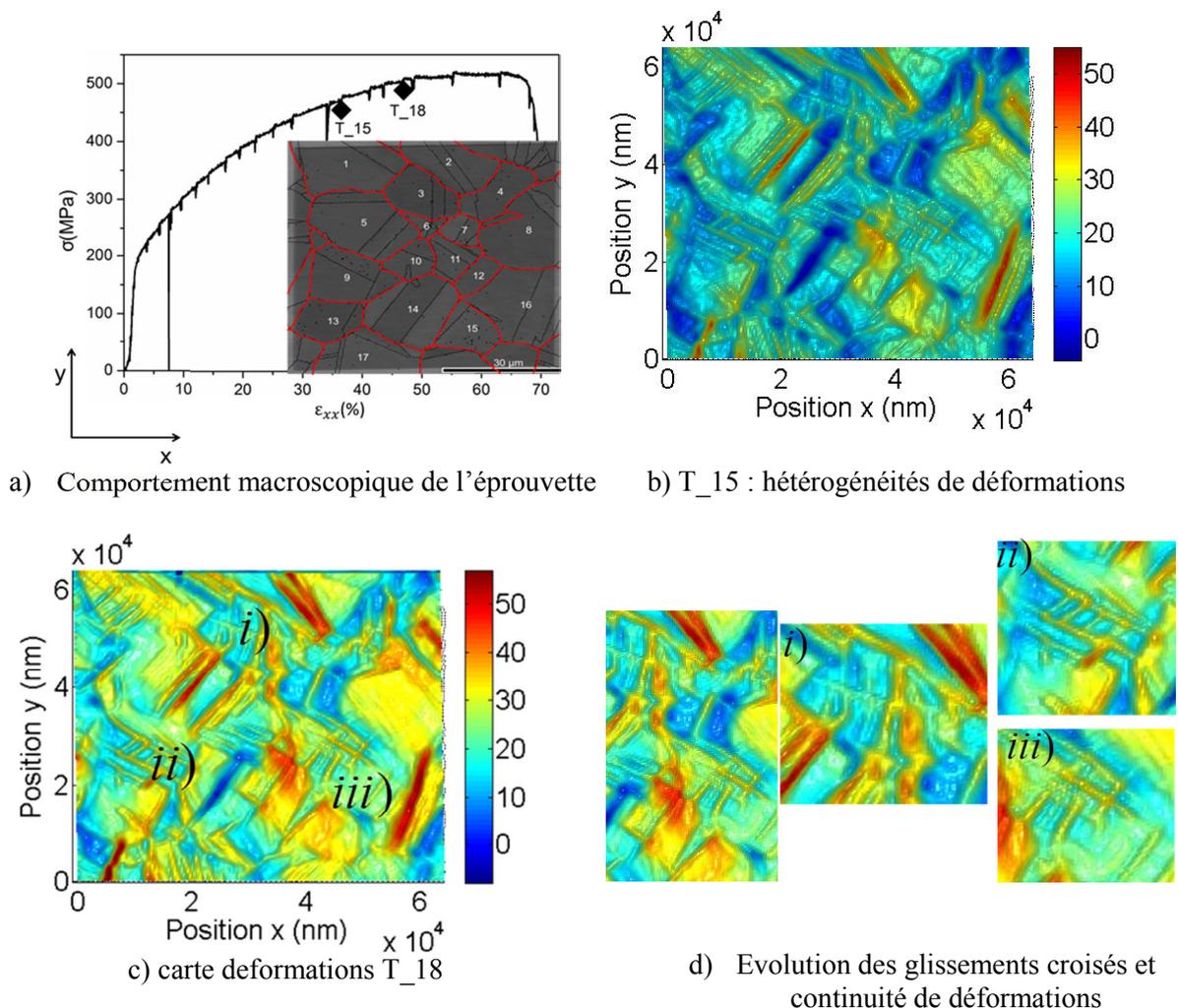


Figure 3.10 : évolution des déformations ϵ_{xx} correspondantes à la Partie III.

3.2. Analyse des déformations ε_{xy}

Les déformations ε_{xy} représentent le cisaillement, elles permettent de quantifier localement les distorsions aux niveaux des composantes de la microstructure. La Figure 3.11 présente les déformations de la **Partie I de l'essai**. L'échelle de couleur a été réduite entre -3 et 5% pour permettre une bonne visualisation des déformations. Similairement à la carte de déformations ε_{xx} du niveau T_1, les déformations sont homogènes et proches de zéro (voir Figure 3.11a). Cependant, aucune initiation de déformations n'est observée sur la carte du niveau T_3, seul une faible concentration de déformations à la surface de certains grains est visible (les grains 1, 9, 14 et 16) (voir Figure 3.11b). Ce n'est qu'à partir du niveau de chargement T_4 qu'on observe les marques de déformations localisées également aux voisinages des macles. Sur la Figure 3.11d, huit macles numérotées présentent un cisaillement à leur surface ou à leur voisinage. La macle 2 (bande bleue) présente par exemple des déformations proches de -2% concentrées de part et d'autre des joints avec le grain parent (grain 5). Au niveau des autres macles, la déformation semble plus localisée à leur surface ou à leur voisinage immédiat. Les valeurs positives et négatives des déformations montrent que les distorsions s'effectuent localement de part et d'autre de la direction transverse. Les valeurs du cisaillement restent faibles dans cette partie entre -3 et 5%.

Dans la partie I de l'essai, les valeurs du cisaillement sont concentrées aux joints, aux niveaux de quelques glissements et particulièrement aux voisinages des macles.

Dans la deuxième partie de l'essai, les valeurs de cisaillement augmentent fortement aux voisinages des macles et dans les zones de glissements. Sur la Figure 3.12, on peut observer l'évolution des déformations correspondantes à cette partie. Sur la cartographie du niveau T_8, on observe trois macles numérotées 5a et 9 qui deviennent distinguables. Elles ont pour grain parent, les grains 5 et 11 respectivement. On met ainsi en évidence les deux macles du grain 5, la macle 5a est quasi parallèle à la direction de sollicitation.

On voit apparaître progressivement les glissements sur le grain parent de part et d'autre de la macle 2 (voir Figure 3.12e). Ces glissements qui sont quasi parallèles sont illustrés sur la Figure 3.12d. Cependant, la valeur des déformations à la surface de cette macle est positive alors que celle des glissements du grain parent est négative. Ceci illustre clairement l'hétérogénéité des déformations à la surface de ce grain (grain 5). Cette hétérogénéité des déformations des grains se traduit par le fait que les parties d'un même grain se déforment différemment en orientation et en intensité. Il faut souligner que la déformation des grains est triaxiale et dépend aussi fortement des grains adjacents.

De manière globale, les valeurs de cisaillement sont négatives et/ou positives à la surface de grains et des macles montrant ainsi les hétérogénéités de déformations au sein de la microstructure. La valeur des déformations au niveau des joints de macle est supérieure à -20% et celle au niveau du glissement localisé à 30% au niveau de chargement T_14 (voir Figure 3.12f). Ceci montre que les grandes distorsions locales de NPs sont enregistrées aux voisinages des macles et des glissements.

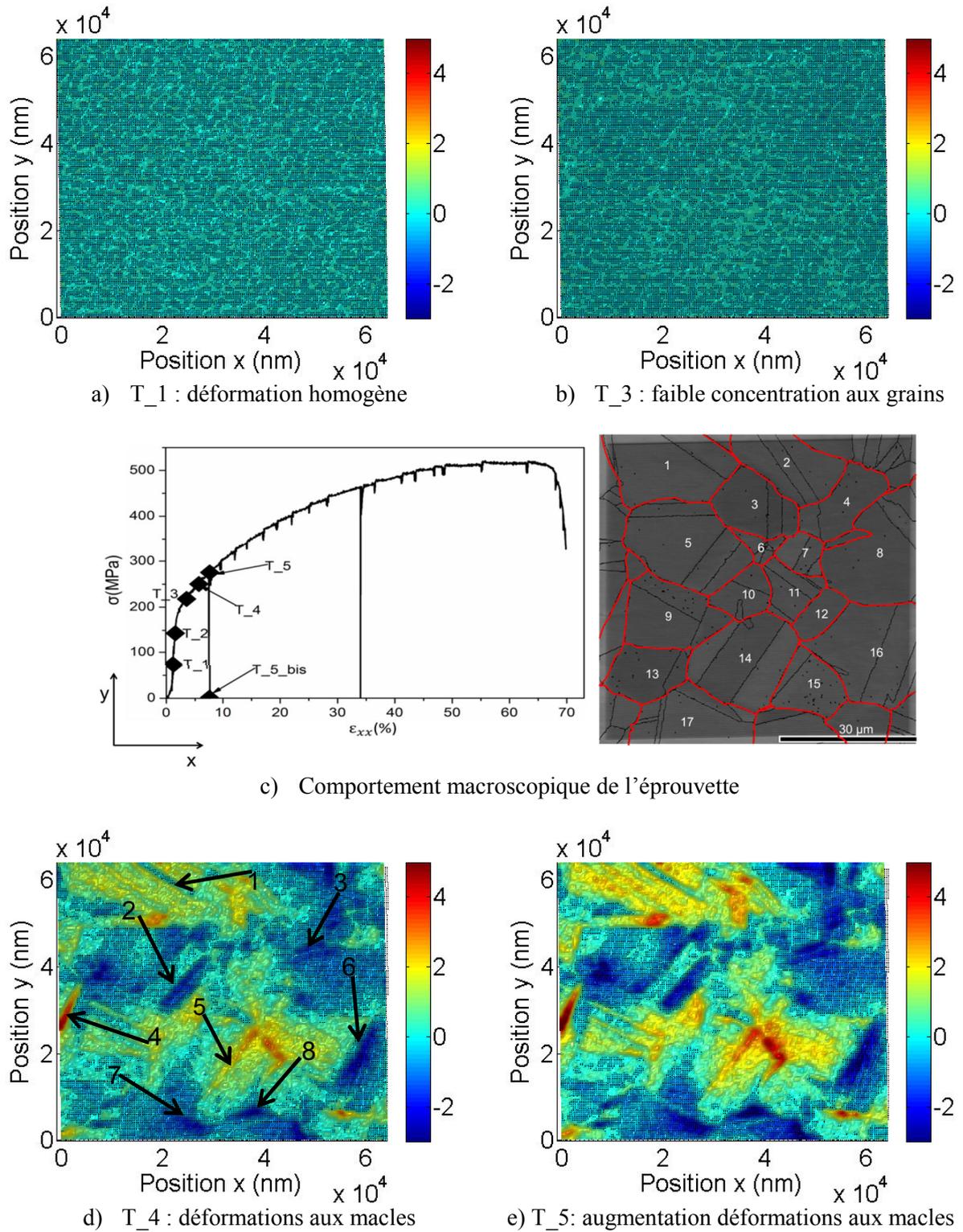


Figure 3.11 : évolution des déformations ε_{xy} de la Partie I de l'essai.

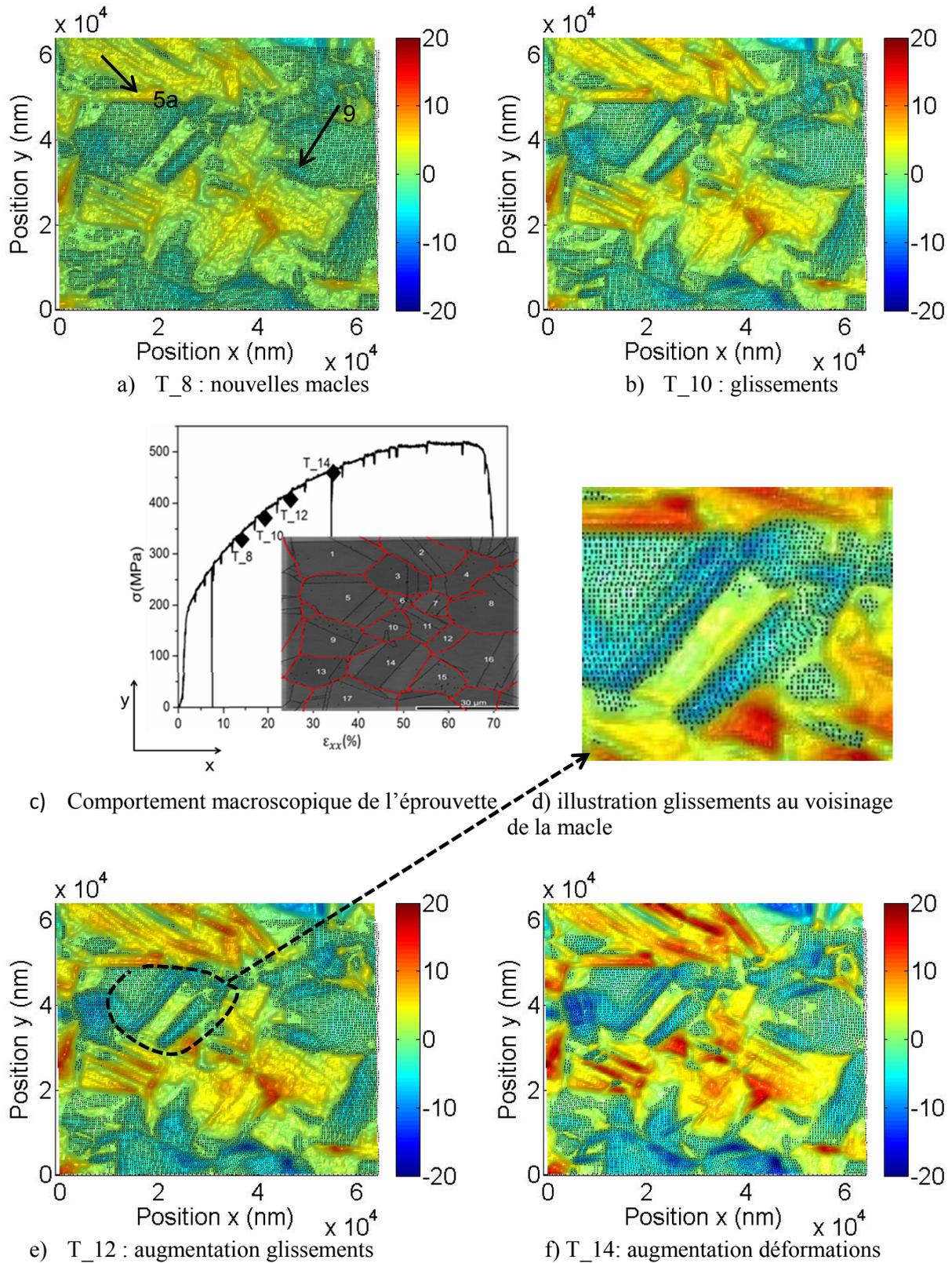


Figure 3.12 : évolution des déformations ϵ_{xy} de la Partie II de l'essai.

Dans la troisième partie de l'essai, les valeurs de déformation ϵ_{xy} continue à augmenter localement au voisinage des zones de glissements et des macles. La Figure 3.12 présente les cartographies de déformations des niveaux T_15 et T_18. Les valeurs de cisaillement sont importantes aux niveaux des zones de glissements et aux voisinages des macles.

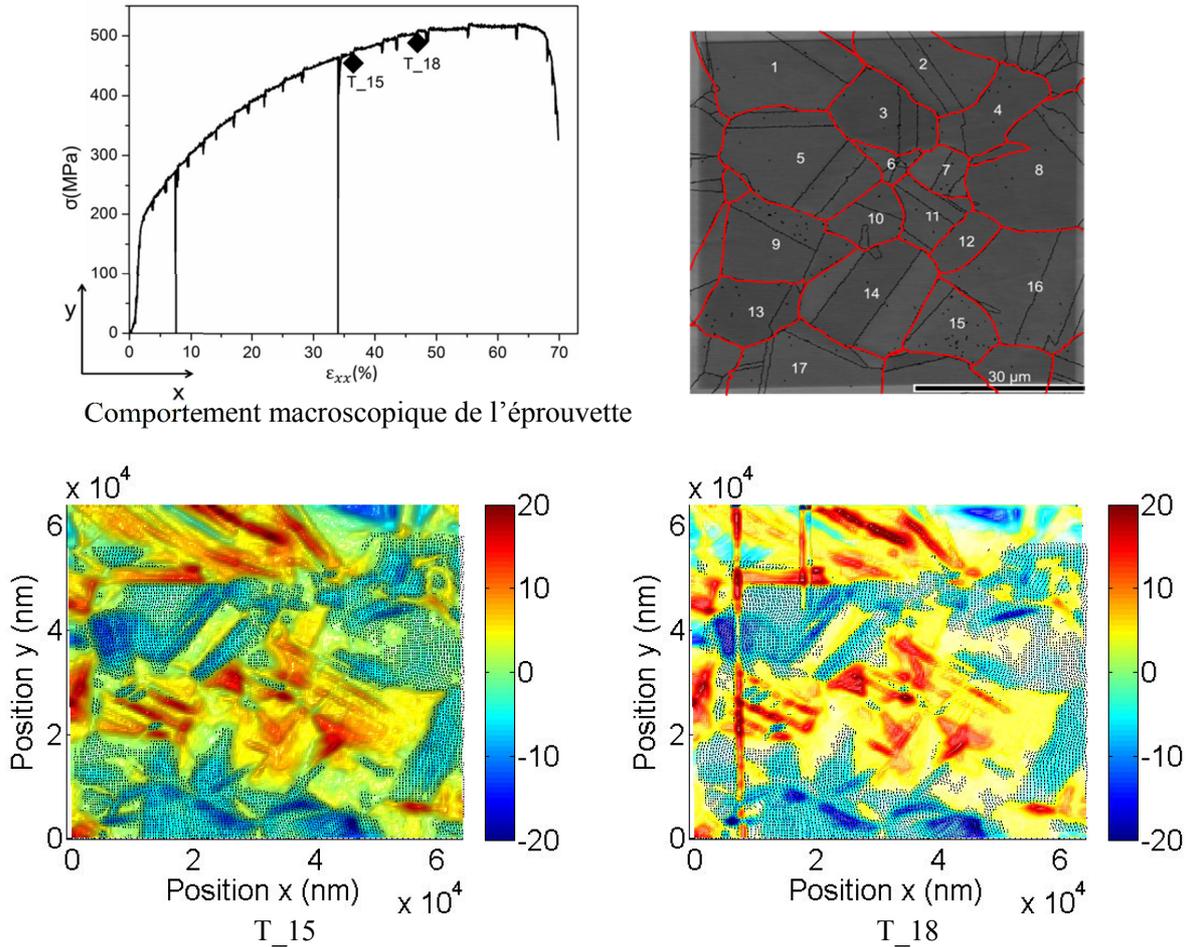


Figure 3.12 : évolution des déformations ϵ_{xy} de la Partie III de l'essai.

3.3. Analyse des déformations dans la direction transverse

Les déformations ε_{yy} permettent de quantifier le rapprochement ou l'éloignement des NPs au sein de la microstructure dans la direction transverse au cours de l'essai. Les cartes de déformations correspondantes à la **première partie de l'essai** sont regroupées sur la Figure 3.13. L'échelle de couleurs est limitée entre -6 et 2% pour permettre de mieux visualiser les faibles déformations. Les cartes de déformations apportent également des informations sur l'initiation de l'endommagement à la surface de l'éprouvette. En effet, comme sur les cartes de déformations ε_{xx} de la première partie de l'essai, elles montrent que l'initiation des déformations s'effectue aux voisinages des macles (voir Figure 3.13b). On peut ainsi dire que les dislocations aux voisinages des macles où s'initie la plasticité entraînent localement des déplacements dans les trois directions dans le matériau, bien que, notre approche ne permet de quantifier les déformations que dans le plan. La valeur des déformations est supérieure à 8% (en valeur absolue) aux voisinages des macles au niveau de chargement T_5. Les cartographies montrent également que le grain 8 à l'extrémité droite du réseau se déforme de manière notable. Les déformations à la surface des autres grains restent très faibles.

Dans la deuxième partie de l'essai, les déformations ε_{yy} prennent des valeurs importantes aux voisinages des macles précédentes (voir Figure 3.14), l'échelle de couleur est fixée entre -30 et 10%. La population des grains à la surface desquels la valeur des déformations devient importante croît progressivement avec le chargement. Les cartes de déformations mettent également en évidence les traces de glissements à la surface des grains, elles augmentent avec le chargement. La présence des traces dont la valeur des déformations est négative et des bandes de valeur de déformations positives à la surface d'un grain, met une fois de plus en évidence les hétérogénéités de déformations au sein de la microstructure. Ces hétérogénéités deviennent plus marquées avec l'augmentation de la sollicitation (voir cartes de déformation du niveau T_14). Les déformations dépassent localement à certains glissements et certains joints des valeurs supérieures à 20% (en absolue). Le grain 8 présente des déformations importantes, proche de -20%.

Les cartes de déformations T_15 et T_18 de la **troisième partie de l'essai** sont présentées sur la Figure 3.15. Les hétérogénéités et la valeur des déformations continuent d'augmenter. Cependant, les NPs se rapprochent de plus en plus dans la direction transverse, ce niveau correspondrait à l'entrée dans la striction de l'éprouvette. La striction qui se traduit par une réduction de la section de l'éprouvette.

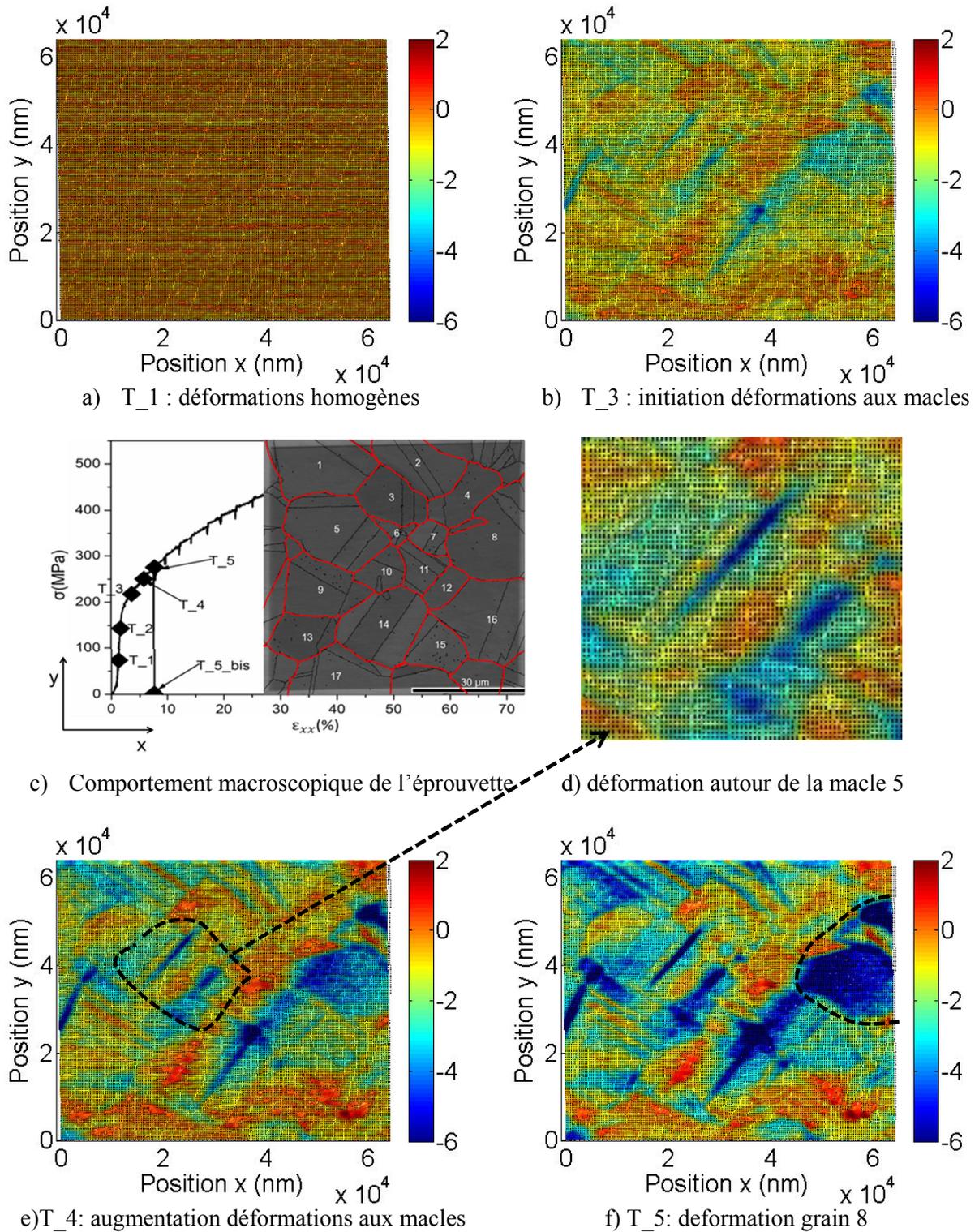


Figure 3.13 : évolution des déformations dans la direction transverse de la partie I de l'essai.

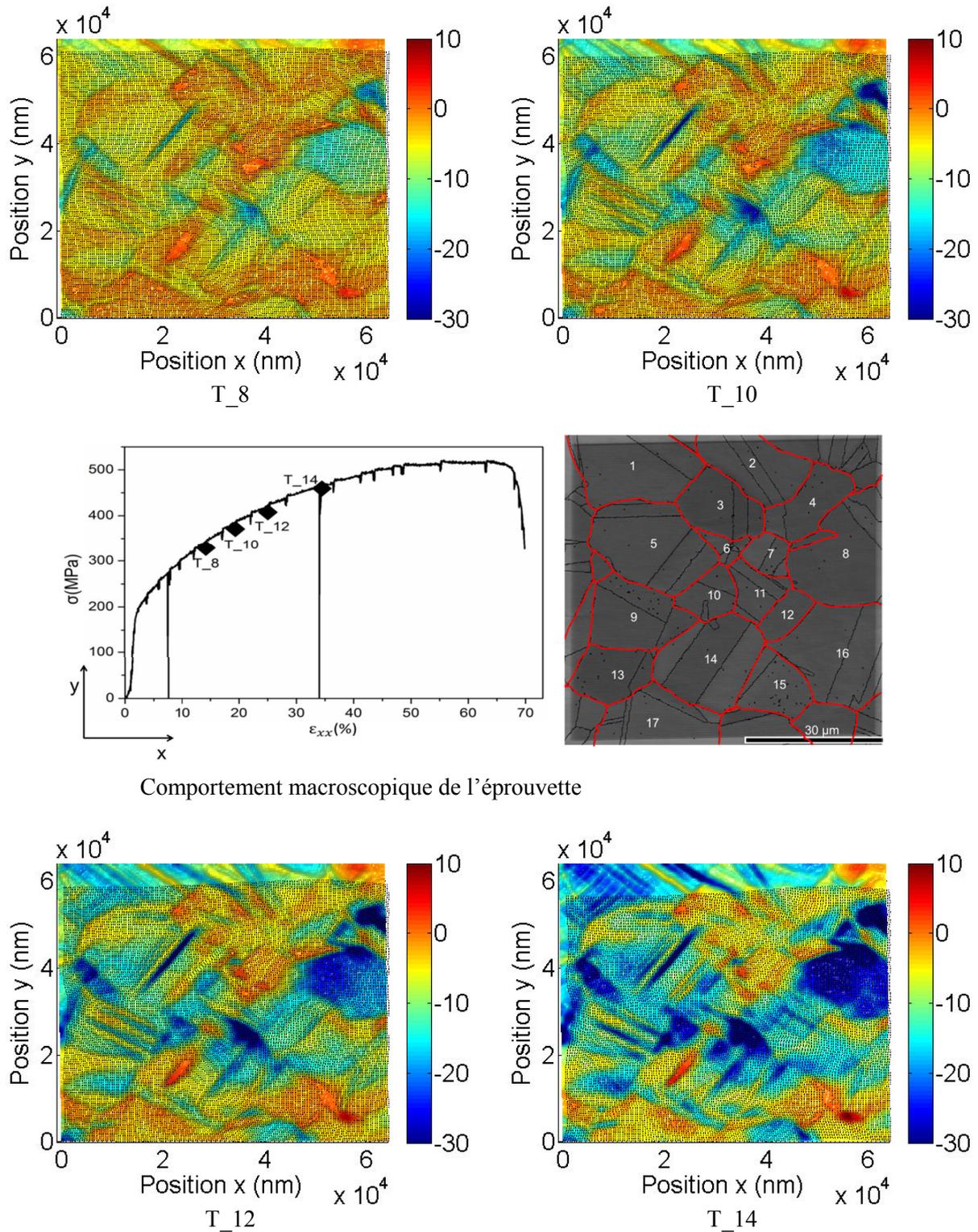
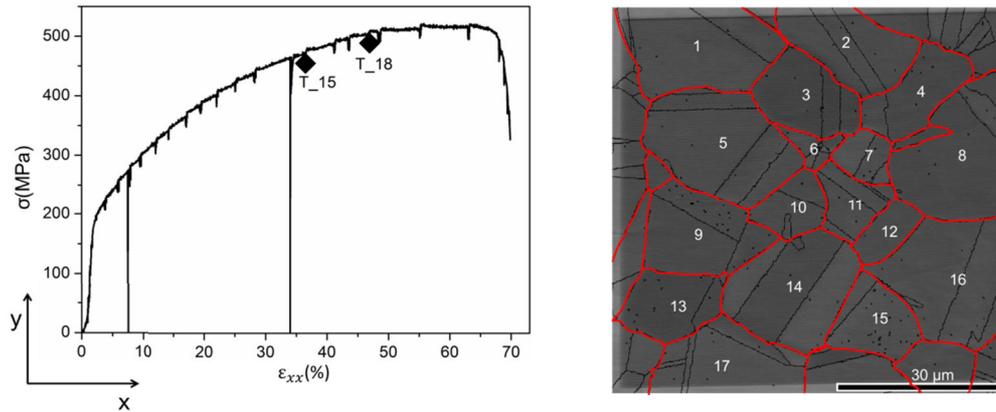


Figure 3.14 : évolution des déformations dans la direction transverse de la partie II de l'essai.



Comportement macroscopique de l'éprouvette

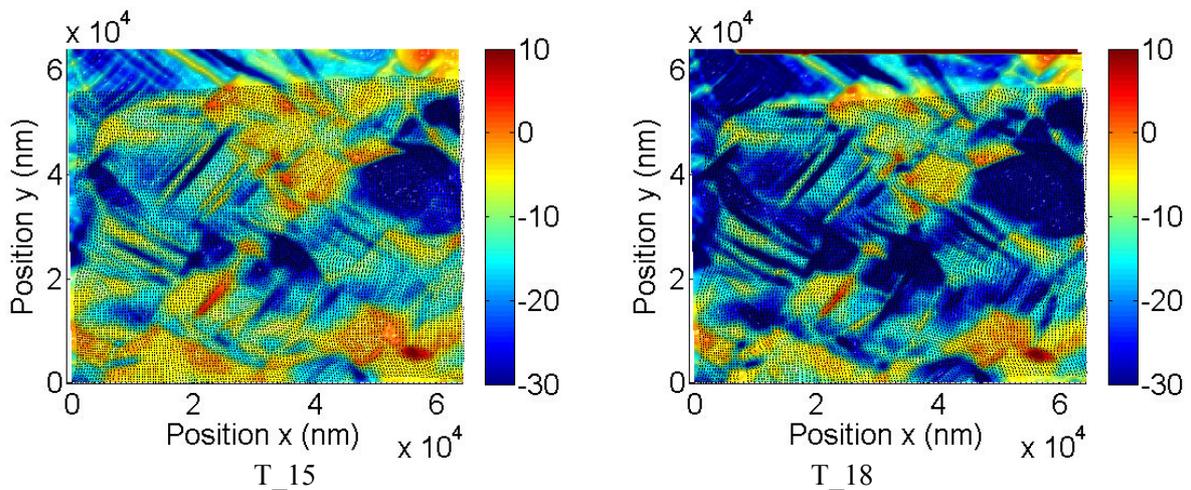


Figure 3.15 : évolution des déformations dans la direction transverse de la partie III de l'essai.

4. Analyse statistique des déformations

Dans cette partie, nous allons effectuer un traitement statistique des déformations présentées sur les cartes 2D afin d'approcher l'erreur commise sur les déformations par notre approche. Ce traitement statistique permet également de comparer les valeurs de déformations obtenues par l'approche proposée avec d'autres approches de mesures de déformation : logiciel de corrélation d'image (VIC 2D/3D) et méthode de décalage de phase spatiale. Nous allons nous limiter à quelques cartes de déformations dans la direction de traction ε_{xx} , l'analyse étant valide pour les cartes d'autres composantes du tenseur de déformations. La corrélation d'image numérique (CIN) permet de traiter les images issues de diverses techniques d'acquisition. Elle est basée sur deux approches principales : une approche globale et une approche locale. Les deux approches diffèrent par la définition de la zone d'intérêt dans laquelle sont effectuées les analyses; dans l'approche locale, le déplacement est calculé localement en chaque ROI entraînant ainsi une discontinuité du champ de déplacement tandis que dans l'approche globale l'ensemble des pixels de l'image sont suivis simultanément conduisant ainsi à une continuité des champs (voir section 3.1.2. du chapitre 1). Les logiciels de CIN commerciaux sont alors basés sur l'une ou l'autre des deux approches. Lorsque nous avons commencé cette étude, nous avons traité les images MEB avec un logiciel de CIN basé sur l'approche globale (Correli STM). Les

cartes de déformations obtenues ne permettaient pas de décrire convenablement les déformations observées sur les images MEB ceci à cause :

- ❖ De la grande hétérogénéité locale des déformations qui se traduit par de grandes distorsions de ligne de NPs et surtout à cause de la périodicité du marquage,
- ❖ Des déformations locales souvent très importantes reflétées par les déplacements de NPs supérieures au pas du réseau.

Pour traiter les images MEB, nous avons modifiés et adaptés un code qui avait été développé au laboratoire car nous n'avions pas la possibilité de faire évoluer le code source du logiciel de CIN commercial disponible.

A la fin de la thèse, nous nous sommes rendus compte que les logiciels basés sur l'approche locale permettent une description acceptable des images MEB. Nous avons comparé les résultats obtenus par notre approche avec ceux fournis par le logiciel VIC 2D/3D et par un autre code basé sur la méthode de décalage de phase spatiale développée à l'ENSAM de Châlons-en-Champagne. La licence de VIC que nous avons utilisée est celle de l'Ecole de Mines de Paris disponible pendant un temps restreint. Ces résultats sont présentés à l'annexe A de cette thèse. Nous allons appeler « NanoDefCristallo » l'approche d'analyse de déformations développée dans ce mémoire lorsqu'elle est couplée avec les mesures cristallographiques ou tout simplement « NanoDef » lorsqu'on utilise uniquement la partie suivi de marqueurs.

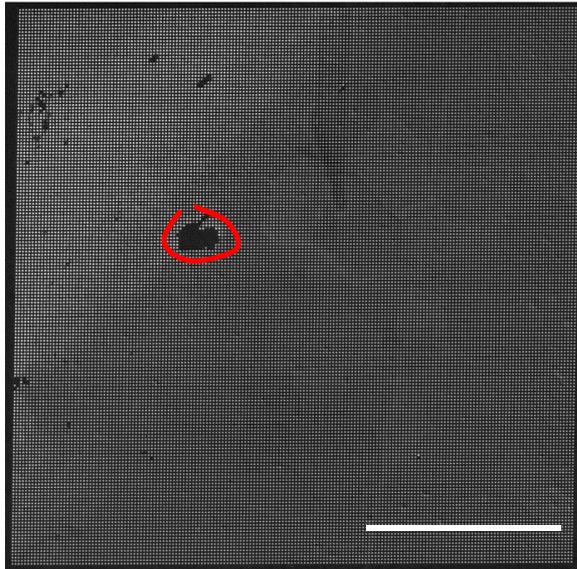
Le tableau 3.1 représentent les statistiques des déformations ε_{xx} obtenues à partir de la méthode NanoDef pour quelques niveaux de chargement. On retrouve pour un niveau de chargement donné, les valeurs minimale et maximale de déformations obtenues ainsi que la moyenne et l'écart type.

Niveau (%)	0	1	2	3	4	5	6	10	14
Min	-4,32	-1,31	-1,98	-0,55	-0,29	-0,10	-0,48	-0,01	-0,48
Max	2,47	1,53	1,96	6,46	10,46	13,55	16,12	29,08	35,48
Moy	0,006	-0,01	0,12	1,60	3,14	4,25	5,25	11,24	17,34
Ecart type	0,2	0,21	0,22	0,81	1,37	1,78	2,13	3,88	5,24

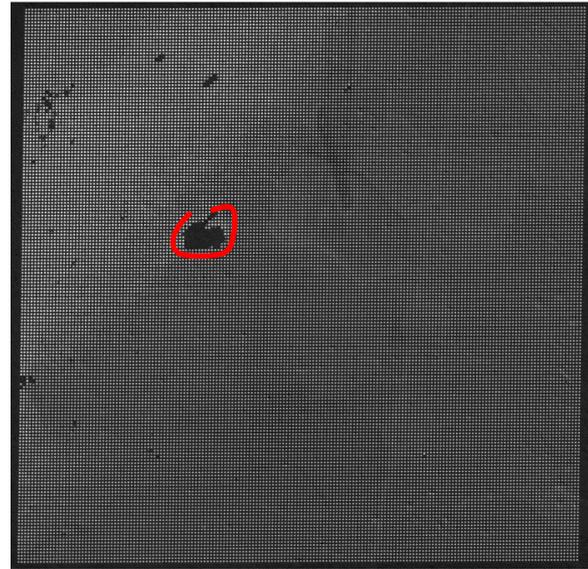
Tableau 3.1 : statistiques de quelques déformations ε_{xx} en pourcent.

Le processus de traitement des déformations développé dans ce mémoire présente des sources d'erreur qui sont liées au processus d'imagerie (MEB), à l'extraction des positions de NPs (incertitude dans la détermination du centre de la NP, changement de forme de certaines NPs avec le chargement), au formalisme employé pour le calcul des déformations et à la déformation de la surface du matériau (topographie). Les trois premières sources d'erreurs affectent les cartographies de tous les niveaux de déformation tandis que la dernière source n'influence que les cartographies de niveaux de déformations plastiques où la rugosité est importante.

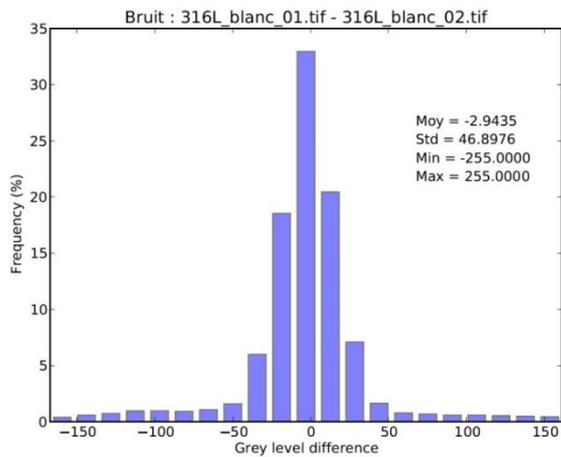
L'influence du balayage est évaluée à partir de deux images MEB du niveau initial prise dans les mêmes conditions (Figure 3.16 a) et b)): tension : 5 kV, électrons secondaires, distance de travail : 18,1 mm et grandissement : x1000. Le bruit en niveau de gris entre les deux images est important et est au autour de 18%. Le bon contraste des images permet cependant une bonne extraction des



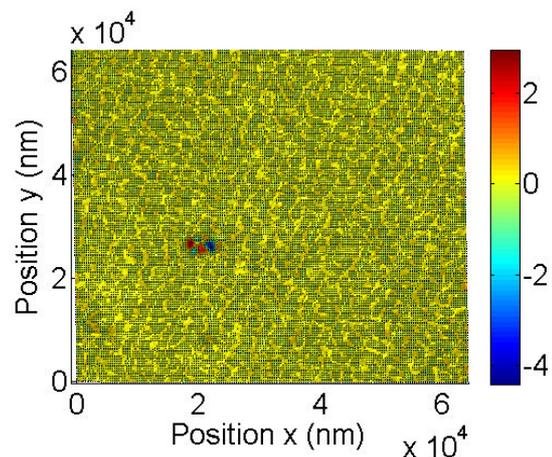
a) Image_initiale_01



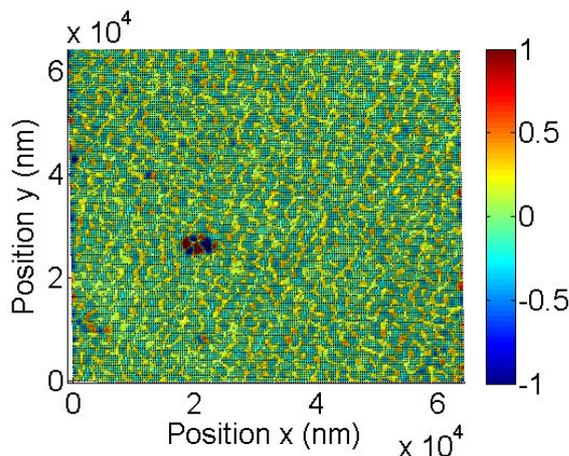
b) Image_initiale_02



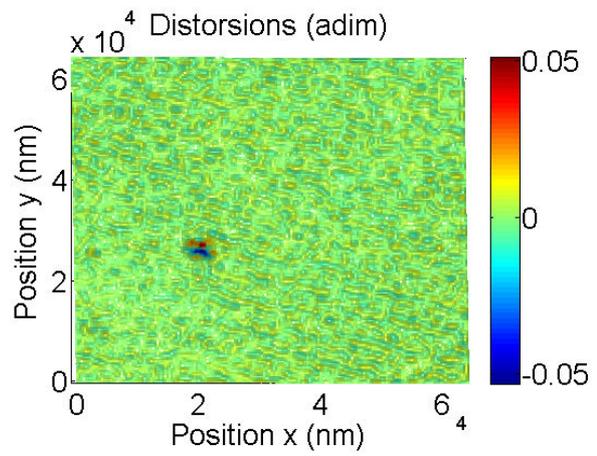
c) Soustraction du bruit entre les deux images du niveau initiale



d) ϵ_{xx} non normée



e) ϵ_{xx} normée entre [-1 1]



d) Distorsions

Figure 3.16 : évaluation du bruit de balayage et de l'erreur sur les déformations par traitement de deux cartographies MEB du niveau initial. Malgré un bruit en niveau de gris important (18%), l'erreur sur les déformations après analyse reste inférieure au pourcent (moyenne autour de 0,2%). La barre d'échelle sur l'image MEB est 20 μ m.

positions des NPs. En effectuant un traitement de ces images, on obtient les cartographies de champs cinématiques (déformations ε_{xx} et distorsions présentées dans la section suivante) de l'état initial. Pour ces deux images malgré qu'il y'a pas de déformation macroscopique appliquée, on obtient une moyenne de déformation autour de 0,006%, un minimum à -4,32 et un maximum à 2,47 (Figure 3.16d). Ces extremums de déformation sont des points de singularité appartenant à la zone du réseau ne présentant pas de NPs (défaut de lithographie) (voir Figure 3.16a) et b)). Ces défauts sont néfastes dans le cadre de la méthode NanoDef, cependant ils peuvent aider dans le recalage lorsque l'on utilise un logiciel de CIN. En limitant l'échelle de couleur de déformations entre [-1 1], on observe qu'en excluant les points de singularité les déformations restent dans l'intervalle [-0,5 0,5]. Les distorsions restent également proches de zéro. L'écart type des valeurs de déformations est cependant élevé comparé à la valeur moyenne.

Les niveaux de chargement T_1 et T_2 qui sont dans le domaine élastique présentent également des moyennes de déformation faible. Ce qui est logique car à ce niveau ce que l'on observe serait lié au bruit plus qu'à une déformation. Les valeurs d'écart type sont aussi très importantes comparées à celle des moyennes de déformation. Ceci traduit les écarts de l'imagerie, de l'extraction des positions des centres de NPs et du calcul de déformations. La valeur de l'écart type est presque la même lorsque l'on traite deux images du niveau initial et pour les niveaux de faibles déformations T_1 et T_2, et peut être prise égale à 0,2. Cette valeur peut ainsi être reliée à l'erreur sur les déformations puisqu'à ces niveaux de chargement, la déformation à la surface de l'éprouvette est quasi nulle et les fluctuations (écart type) constituent l'erreur sur la mesure de déformation. Cette dernière est principalement due à l'erreur sur l'extraction des centres de NPs et éventuellement à celle sur le calcul des déformations. L'erreur sur le calcul des déformations provenant des dérivations et de la procédure de lissage modifie principalement les intensités de déformation. Les systèmes d'imagerie actuel induisent une très faible erreur sur les déformations (Guery et al. 2014).

Au vu de la valeur moyenne de déformation au niveau T_2, on ne peut pas dire que les déformations soient quasi nulles, l'éprouvette a commencé à se déformer réellement. La moyenne de déformation est plus petite que le bruit, il sera donc difficile d'observer sur les cartes les marques de déformations dont la valeur est inférieure au bruit. On observe cependant sur la carte de déformations correspondant à ce niveau de chargement, des concentrations faibles de déformations qui ne sont pas noyées dans le bruit (voir Figure 3.17, Niveau 02_NanoDef).

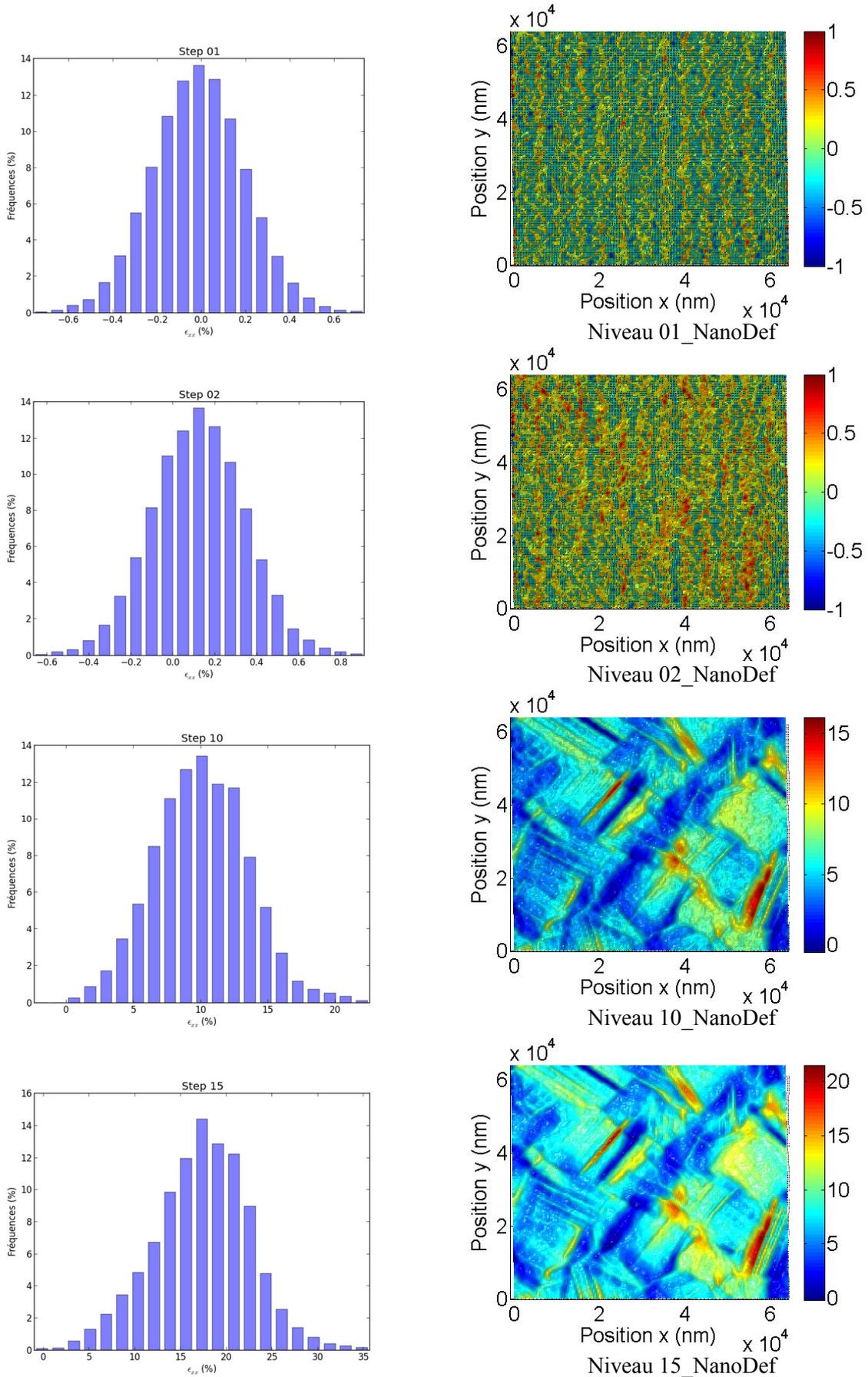


Figure 3.17 : comparaison entre répartitions de déformations et cartes 2D de déformations.

Au-delà du niveau de chargement T_2, les valeurs de déformations deviennent importantes, l'influence du bruit devient nettement faible sur les cartes bien qu'elle demeure. Ceci est visible sur les cartes de déformations des niveaux T_10 et T_15 sur lesquelles les concentrations de déformations sont clairement distinguables au sein de la microstructure (voir Figure 3.17). Les valeurs de moyennes de déformation augmentent aussi bien que les écarts types qui prennent des valeurs importantes traduisant ainsi les hétérogénéités de déformations.

5. Analyse des distorsions

Les distorsions traduisent les variations locales d'angle en une NP donnée en considérant les quatre NPs l'entourant par rapport à l'état initial. L'angle est formé par l'intersection des vecteurs passant par les centres des NPs voisines à la NP considérée dans la direction de traction, \vec{N} et dans la direction transverse, \vec{M} . A l'état initial, l'angle formé par les vecteurs \vec{N}_0 et \vec{M}_0 devrait être égal à $\frac{\pi}{2}$ si l'on ne tient pas compte d'éventuelles erreurs de lithographie et d'extraction des positions de centre de NPs. Pour éviter cette approximation, nous avons calculé l'angle initial φ_0 à partir des vecteurs \vec{N}_0 et \vec{M}_0 (voir Figure 3.18a). La déformation de l'éprouvette entraîne des variations de positions de NPs ainsi d'angle, l'angle en une NP est calculé comme précédemment avec les vecteurs \vec{N}_t et \vec{M}_t de la configuration déformée (voir Figure 3.18b).

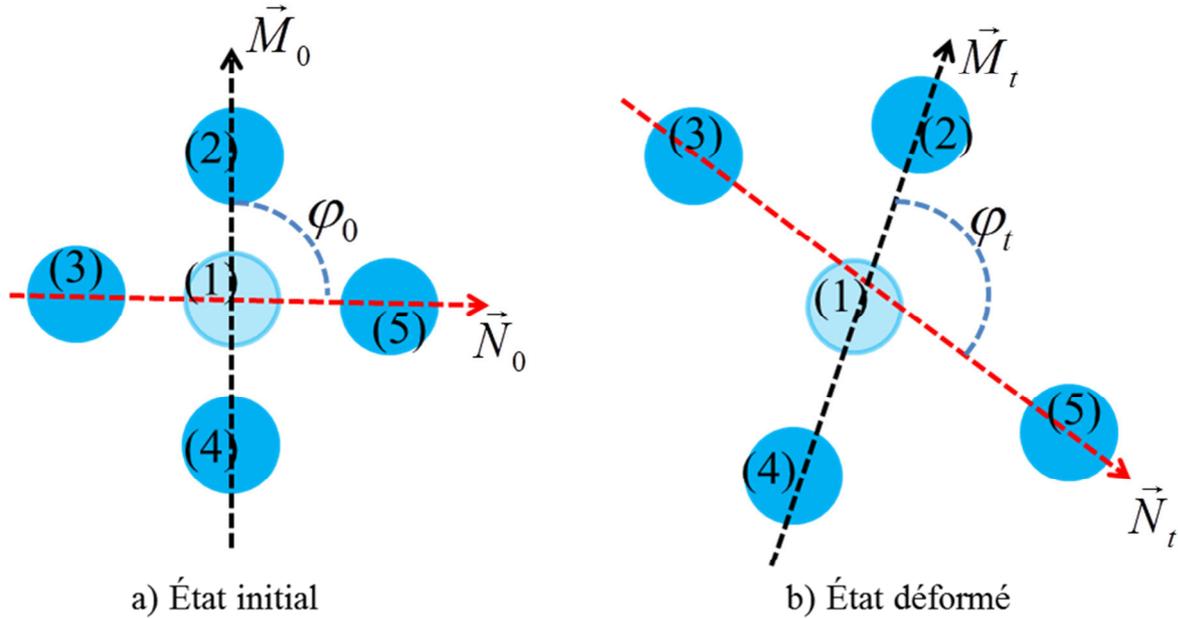


Figure 3.18 : illustration du calcul de l'angle en une NP donné à partir de ses voisins à l'état initial a) et un état déformé b).

La distorsion $\Delta\varphi$ est définie comme la variation d'angle entre la configuration déformée et la configuration initiale en une NP donnée du réseau. En effet, en considérant l'hypothèse de faible transformation, on peut écrire :

$$d\vec{N}_t \cong \bar{\Sigma} \cdot \vec{N}_0 - \varepsilon_N \vec{N}_0, \quad (3.1)$$

$$d\vec{N}_t \cong \overline{\overline{\Sigma}} \cdot \vec{M}_0 - \varepsilon_M \vec{M}_0, \quad (3.2)$$

avec ε_N et ε_M les déformations dans les directions N et M respectivement et $\overline{\overline{\Sigma}}$ le tenseur de petites déformations epsilon.

$$\Delta\varphi = \varphi_t - \varphi_0, \quad (3.3)$$

$$\Delta\varphi \approx \frac{2(\overline{\overline{\Sigma}} \cdot \vec{M}_0) \cdot \vec{N}_0 - (\varepsilon_N + \varepsilon_M) \vec{M}_0 \cdot \vec{N}_0}{-\sin \varphi_0}, \quad (3.4)$$

Cette dernière expression peut être généralisée dans le cas des transformations finies que décrivent les NPs à la surface de l'éprouvette :

$$\Delta\varphi = ar \cos \left(\frac{2(\vec{N}_0 \cdot \overline{\overline{E}}) \vec{M}_0 + \cos \varphi_0}{\sqrt{\vec{N}_0 \cdot \overline{\overline{C}} \cdot \vec{N}_0} \sqrt{\vec{M}_0 \cdot \overline{\overline{C}} \cdot \vec{M}_0}} \right) - \varphi_0, \quad (3.5)$$

avec $\overline{\overline{C}}$ et $\overline{\overline{E}}$ sont les tenseurs de Cauchy-Green droite et d'Euler-Almansi respectivement.

Les cartes de distorsions présentent ainsi les évolutions angulaires locales autour des NPs et permettent de rendre compte des hétérogénéités de déformation. La figure 3.19 résume leurs évolutions au cours de l'essai, l'échelle de couleur est réduite aux niveaux de chargements T_1, T_5 et T_10 entre -0,2 et 0,2. Ces cartes résument les informations obtenues sur les principales informations obtenues sur les cartes des composantes du tenseur de déformations discutées précédemment. Au niveau de déformation T_1, comme sur l'ensemble des cartes de déformation, les distorsions sont homogènes et proches de zéro.

Au niveau de chargement T_5, les marques de déformations aux niveaux des macles et des joints de grains sont observables. Les valeurs de distorsions restent faibles.

En augmentant le chargement, les glissements parallèles aux voisinages des macles, au niveau des grains (1, 9, 11) sont visibles et présentent des valeurs de distorsions importantes, supérieure à + ou -0,2 (T_10). Les glissements croisés observables sur les cartes de déformations sont également mis en évidence sur les cartographies à partir du niveau T_14. Les hétérogénéités sont également traduites par des valeurs de distorsions très différentes sur des distances de l'ordre du micron.

Les cartes de distorsions résument les informations sur les glissements, les déformations aux voisinages des macles et les hétérogénéités de déformations qui sont visibles sur les cartes des composantes du tenseur de déformations. La dernière carte de la Figure 3.18 correspond aux cisaillements ε_{xy} du niveau T_15, on n'y voit pas les glissements croisés qui sont clairement distinguables sur la carte de distorsions correspondante.

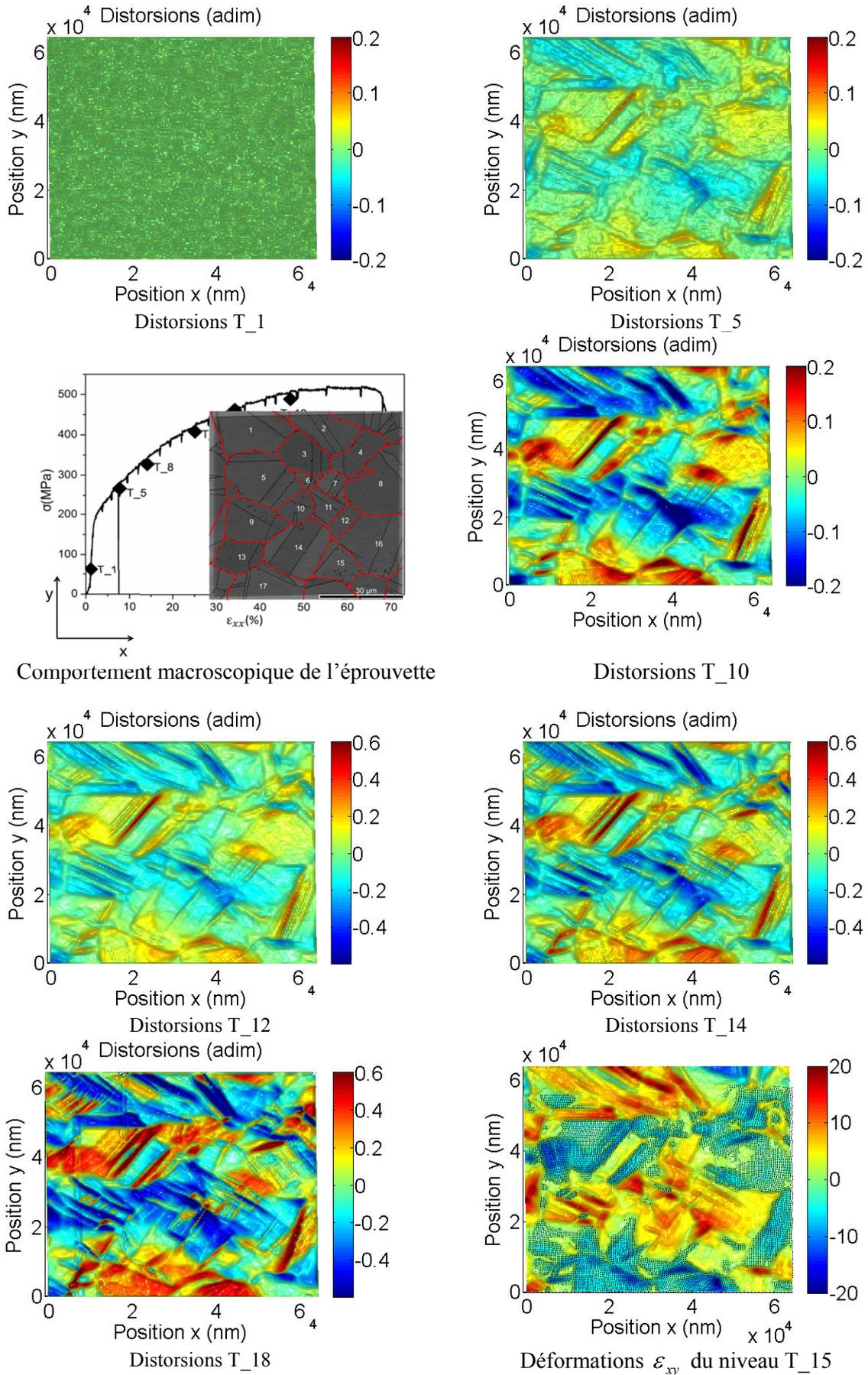


Figure 3.19 : évolutions des distorsions au sein de la microstructure avec le chargement.

6. Ecrouissage macroscopique

Sur la Figure 3.20, nous avons superposé le comportement macroscopique de l'éprouvette (en noir) et la courbe d'évolution du taux d'écrouissage (en bleu). Pour obtenir ces courbes, les parties dues à la relaxation ont été extraites de la courbe expérimentale contrainte-déformation. Ces relaxations proviennent de la diminution de la contrainte lorsque le déplacement des mors est arrêté pour effectuer les images du réseau. Nous avons ensuite pris des points à intervalles réguliers de 0.05% de déformation. Et une dérivation de la contrainte en fonction de la déformation macroscopique a été effectuée. Des courbes similaires ont été obtenues par (Sinha et al. 2015). Lorsque la déformation est inférieure à 5%, on observe une forte décroissance du taux d'écrouissage. Cette décroissance est expliquée dans la littérature par l'activité des glissements (Estrin et al. 1998; Estrin and Mecking 1984; Billig and Hopkins 1994). Une fois le maillage activé, l'écrouissage du matériau se traduit par une pente plus douce. Ce comportement est observé au-delà des 5% de déformations. Nous avons un point d'instabilité qui apparaît autour de 50% de déformation. Cette instabilité se situe entre 40 et 50% de déformations et se traduit par une augmentation de taux d'écrouissage. Cette augmentation de l'écrouissage est attribuée à une augmentation du maillage qui favorise l'écrouissage, ainsi la ductilité du matériau. Les niveaux de déformations T_15 et T_18 correspondent respectivement à 38 et 48% de déformations. Et on peut y voir une activité de glissements importante qui se traduit par la multitude de traces de glissements à la surface de la quasi-totalité des grains et, l'apparition des glissements croisés (T_14) à la surface de certains. On note également que les valeurs de déformations les plus importantes (proche de 50% dans la direction de traction) sont concentrées aux voisinages des macles.

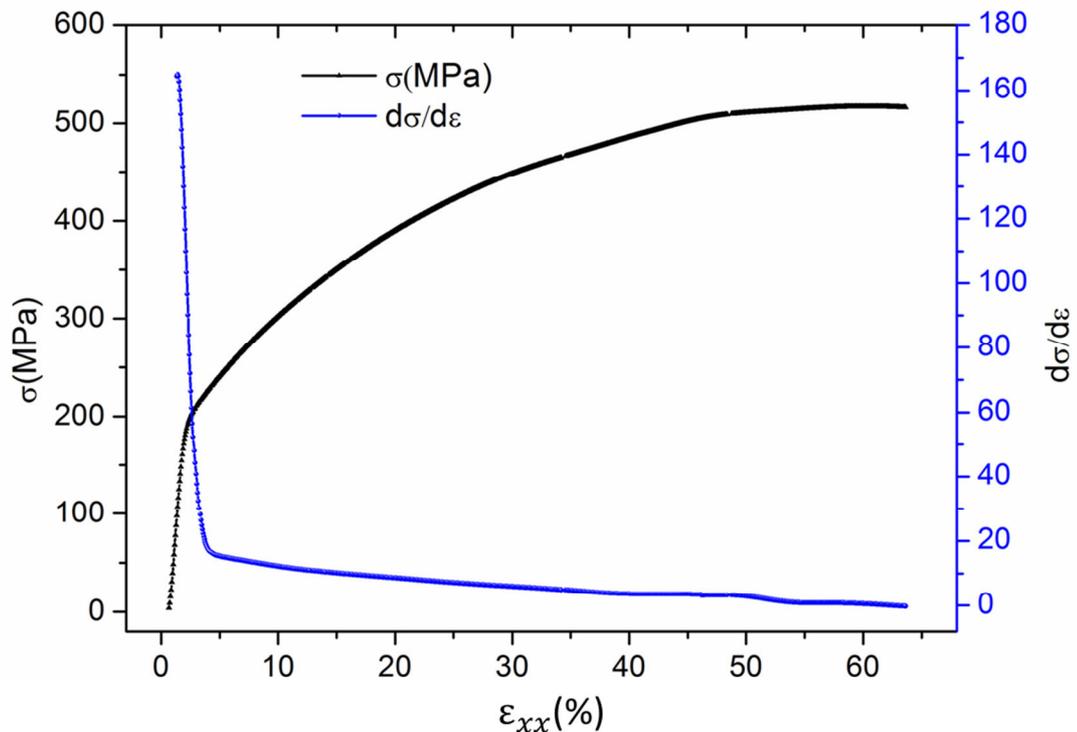


Figure 3.20 : comportement de l'éprouvette (en noir) et évolution de l'écrouissage (en bleu).

7. Analyse cristallographique et comparaison avec les champs cinématiques

Plusieurs approches ont été développées en vue de comprendre les propriétés des matériaux métalliques. Ces méthodes ont été progressivement introduites dans l'analyse des interactions entre les constituants de la microstructure au cours d'une sollicitation mécanique. Dans la partie précédente, nous avons analysé l'évolution de la microstructure à partir des images MEB et du comportement macroscopique. Nous allons maintenant traiter l'évolution des orientations cristallographiques dans la région du réseau sur les trois acquisitions EBSD effectuées au cours de l'essai. La première acquisition EBSD (EBSD_0) a été prise avant l'application de toute sollicitation. La deuxième acquisition EBSD (EBSD_1) a été prise après la transition élasto-plastique : $\varepsilon_{xxmacro} = 8\%$. Et la dernière acquisition (EBSD_2) a été réalisée dans le domaine plastique à un niveau de chargement macroscopique proche de $\varepsilon_{xxmacro} = 32\%$ de déformation. Les niveaux de chargement correspondant à EBSD_1 et EBSD_2 sont T_5 et T_14 respectivement. Plusieurs paramètres cristallographiques nous ont permis d'analyser l'évolution de la microstructure en fonction de la sollicitation. Nous pouvons citer entre autres les figures de pôles inverses, le facteur de Schmid, la désorientation, les figures de pôles, Kermel Average Misorientation (KAM), etc. Il faut également souligner le caractère local de cette technique qui permet de suivre les grains, les macles et les joints de grains. Nous allons analyser les orientations cristallographiques et la texture en fonction de la déformation macroscopique et des champs cinématiques obtenus dans le paragraphe précédent. Le principe physique de la technique EBSD a été rappelé au chapitre 1 (paragraphe 5). Le logiciel OIM Analysis a été utilisé pour traiter les informations cristallographiques.

7.1. Figures de pole inverse

Les figures de pole inverse (Inverse Pole Figure, IPF) présente sous forme de code de couleurs, les orientations cristallographiques à la surface des grains et des macles. La Figure 3.21 présente les cartographies des figures de pole inverse des trois acquisitions EBSD. Le pas au cours de l'acquisition est 100 nm, pour obtenir ces IPF, des opérations de nettoyage ont été appliquée sur les images afin d'enlever le bruit lié à la mauvaise indexation. Les défauts sur la Figure 3.21c sont liés à la rugosité de la surface qui ne permet plus d'obtenir de diffraction du faisceau à ces endroits. Le matériau que nous avons étudié est un alliage inoxydable constitué uniquement de la phase austénitique.

Initialement, la globalité des grains observés sont orientés entre $\langle 001 \rangle$ et $\langle 101 \rangle$. On peut également observer une population importante de macles qui sont numérotées sur la Figure 3.21a. Ces derniers appartiennent à des grains que nous appellerons « grains parents », certains se trouvent entre deux grains : c'est le cas des macles 4 et 13. Il faut noter que chaque macle présente une orientation différente de celle de son grain parent. Sur la cartographie EBSD_1, on observe des changements de couleurs qui traduisent une variation d'orientation dues à la sollicitation mécanique. Elles sont visibles plus particulièrement à la surface des grains de plus grande surface. Ceci montre qu'à ce niveau de chargement, on enregistre déjà des mouvements de dislocations irréversibles aux niveaux des cristaux des plus gros grains. A. Clair (Clair et al. 2011) et S. Shaki (Sinha et al. 2015) ont enregistré des variations d'orientations cristallographiques similaires à la surface d'alliages à base de nickel et de 316L respectivement due à la sollicitation mécanique. Sur la Figure 3.21c, on observe la cartographie

acquise à 32% de déformation, elle met en évidence une forte hétérogénéité d'orientations cristallographiques aussi bien à l'intérieur des grains qu'à leur joint. On remarque aussi que certains joints (de grains et de macles) et certains petits grains n'ont pas pu être indexés à cause de leur forte déformation qui a entraîné une rugosité importante de leur surface.

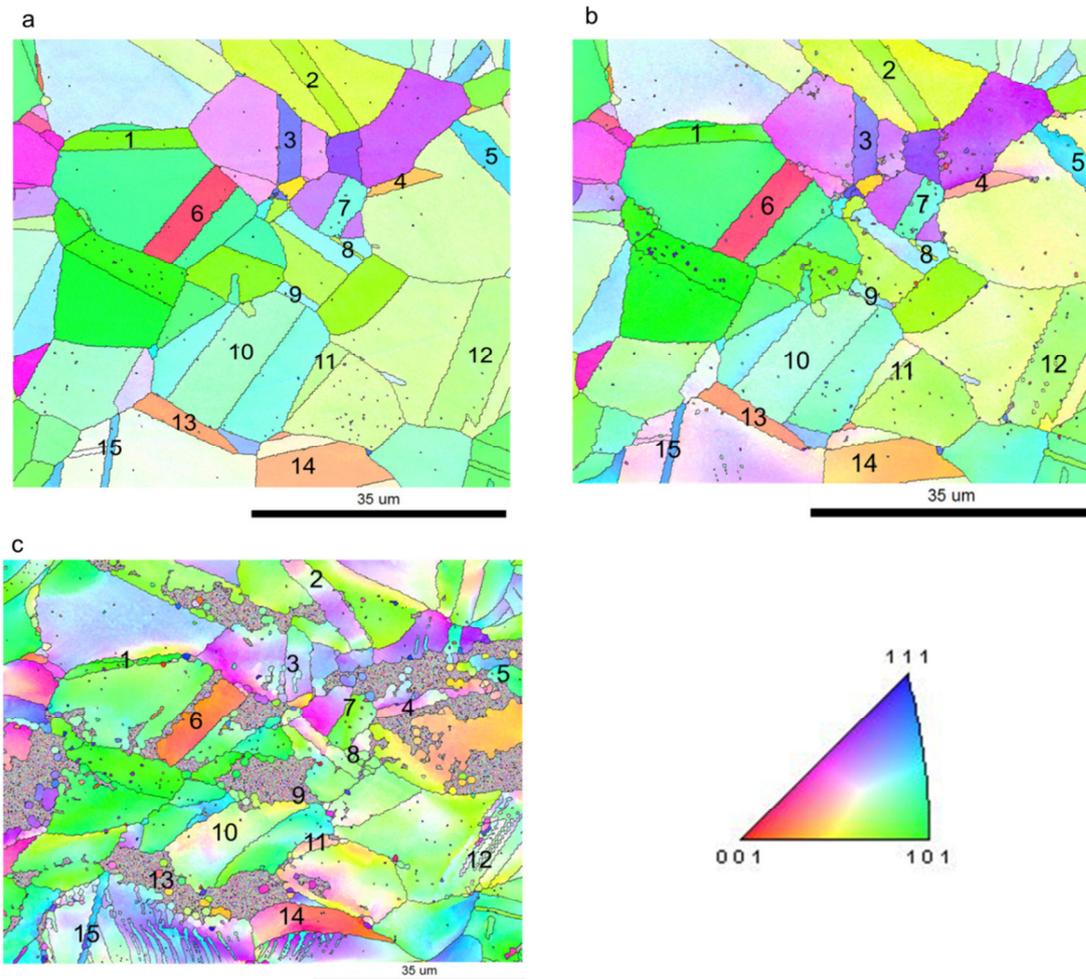


Figure 3.21 : figures de pole inverse des différentes acquisitions EBSD, a) EBSD_0, b) EBSD_1 et c) EBSD_2.

Il faut noter que les grains non indexés partagent un joint avec une macle. On distingue deux familles de grains ; la première ayant une orientation entre $\langle 001 \rangle$ et $\langle 101 \rangle$ et la deuxième dont l'orientation est entre $\langle 001 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$. En comparant la cartographie EBSD_2 et la cartographie de déformation ϵ_{yy_T14} (Figure 15), on constate que les deux groupes de grains présentant des déformations inférieures à 10% ont une orientation cristallographique voisine de $\langle 001 \rangle$. Les grains ayant une déformation supérieure à 20% ont une orientation proche de $\langle 101 \rangle$.

7.2. Les désorientations

La désorientation est une orientation définie par rapport à un autre cristallite (ou un point de mesure) dans le grain indépendamment de la référence prise pour le matériau. Une désorientation peut alors être comprise comme une différence d'orientation cristallographique entre deux cristallites d'un matériau polycristallin. La déformation dans les matériaux polycristallins est initiée par la création, la propagation et l'interaction des dislocations. Les dislocations provoquent des distorsions de la maille

crystalline par des déplacements d'un ou plusieurs atomes de leur position d'équilibre. La désorientation est donc un paramètre pertinent dans la compréhension des déformations dans un matériau.

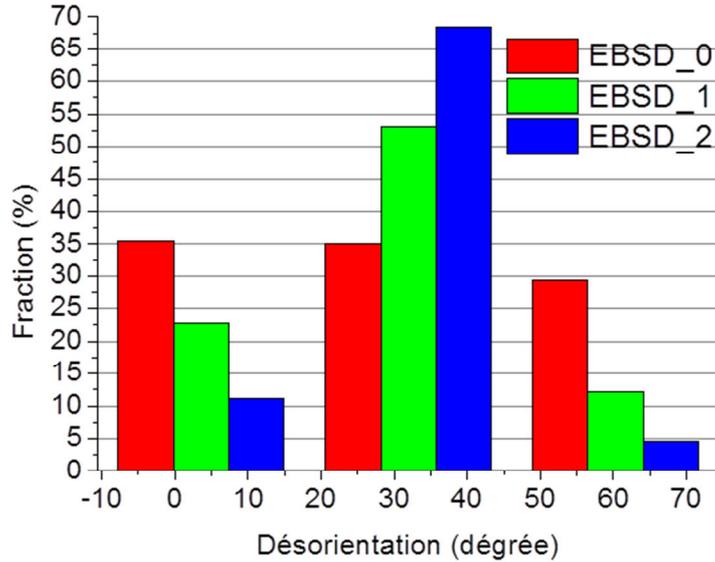


Figure 3.22: évolution des désorientations avec la sollicitation.

Désorientation (degrés)	Fraction (%)		
	EBSD_0	EBSD_1	EBSD_2
0 - 3	35,55	22,80	11,16
32 - 60	35,06	53,02	68,51
60 et plus	29,38	12,14	4,61

Tableau 3.2 : récapitulatif des désorientations

La Figure 3.22 présente l'évolution des désorientations cristallographiques des trois acquisitions EBSD. Ils peuvent être regroupées en trois catégories: les désorientations comprise entre $[0\ 3^\circ]$, entre $[30^\circ\ 60^\circ]$ et celles supérieures à 60° . Le tableau 3.2 résume les fractions de ces trois groupes de désorientations sur les différentes acquisitions. Sur la cartographie initiale les grains sont répartis à peu près en proportion égale. Il faut noter que ces valeurs de désorientations sont entachées d'une erreur de 0.2 lorsqu'on suppose que le substrat est parfaitement plat. Les distorsions issues des déformations créent des différences angulaires entre plan de grains et augmentent cette erreur.

Avec le chargement, au niveau EBSD_1, la proportion des grains désorientés entre $[0^\circ\ 3^\circ]$ et de 60° et plus, diminue tandis que celle des grains désorientés entre 30° et 60° augmente et dépasse la moitié de la population des grains. Ceci traduit le fait qu'à ce niveau de déformation, une grande proportion des cristallites dans le matériau ont initiés leur mouvement pour accommoder la déformation. Il faut noter que tous les mouvements de cristallites ne se reflètent pas forcément par une plasticité irréversible. Une fraction de cristallites proche de 70% est désorientée entre 30° et 60° à la dernière acquisition. On remarque que les deux autres types de désorientations ont diminué de quantités très proches. La désorientation traduit aussi une augmentation de l'activité de dislocation avec la déformation (Chakrabarty, Mishra, and Pant 2014). Les variations de fraction de grains de désorientations spécifiques en fonction de la déformation ont été montrées dans plusieurs études (Chakrabarty, Mishra, and Pant 2014; Sinha et al. 2015). L'activité de dislocations n'étant pas

homogène dans les trois directions. Les cartographies de déformation des niveaux de chargements T_5 et T_14 présentent une nette différence sur la quantité de glissements et l'activité de maillage (voir Figure 3.8 et 3.9). A T_14, il s'initie des glissements croisés qui évoluent avec le chargement, on pourrait alors dire que la fraction des grains désorientés entre 30° et 60° devrait continuer à croître. Macroscopiquement, à ce niveau de déformations, la pente de la courbe d'écroutissage continue d'évoluer ce qui montre que le matériau continue de s'écrouter (voir Figure 3.20). Les figures regroupant les images MEB de la fin de la partie II et de la partie III montrent les rotations et les allongements continus des grains avec le chargement. Quelques moments avant la rupture, il devient difficile de distinguer les contours des grains, on observe des lattes orientées dans la direction de sollicitation (voir Figure 3.6b). A la fin de l'essai on peut dire sans risque de se tromper que la quasi-totalité des cristallites des grains de la zone voisine de la rupture sont désorientés.

7.3. Figures de pole

Les désorientations des cristallites permettent de rendre compte des déformations dans le volume du matériau. Ces cristallites peuvent présenter dans le matériau une orientation préférentielle qui est définie comme la texture. Cette dernière évolue avec le mode de sollicitation appliquée au matériau. Le mode de déformations du matériau est fonction de l'énergie de faute d'empilement (Stacking Fault Energy SFE) qui dépend de la nuance d'acier inoxydable (Chowdhury, Das, and De 2005; Donadille et al. 1989; Raabe 1997). Par exemple l'acier 304L a une SFE proche de 18mJ /m², cette énergie est utilisée principalement pour la transformation de phase martensitique induite par la déformation après un certain seuil de contraintes (Xie et al. 2011). La texture développée dans ce matériau est la composante de Brass de type cuivre. Les aciers austénitiques 316L quant à eux présentent une composante de Brass le long de la direction (Chowdhury, Das, and De 2005). La population de grains que nous avons suivie sur la zone du réseau ne nous permet pas de parler de texture au sens stricte du terme. En outre, les figures de pole des niveaux EBSD_1 (voir Figure 3.23b) et EBSD_2 (voir Figure 3.23c) rendent compte des rotations de grains avec les cercles concentriques. Sur EBSD_1, on observe un cercle. Les traces de ce cercle sont plus épaisses sur EBSD_1, on distingue de nouveaux cercles qui se sont formé matérialisant de nouvelles rotations.

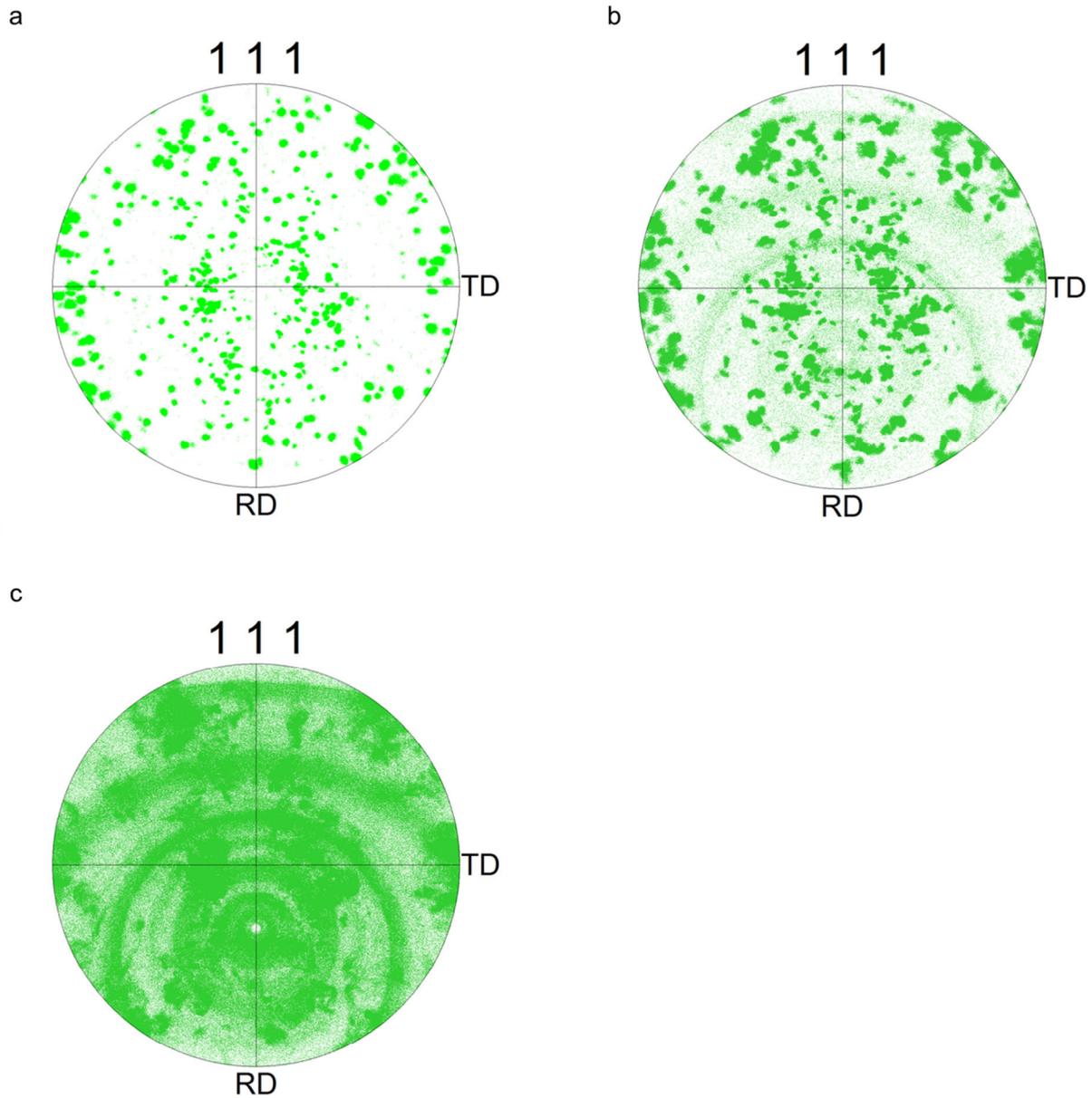


Figure 3.23 : figures de pole: a) EBSD_0, b) EBSD_1 et c) EBSD_2.

8. La méthode NanoDefCristallo

La méthode ainsi développée consiste à coupler la traction in situ sous MEB avec les acquisitions EBSD de la surface d'une éprouvette sur laquelle un réseau de NPs a été préalablement déposé. Nous appelons cette méthode « NanoDefCristallo ». L'utilisation des NPs comme nanomarqueurs de déplacement permet de rendre compte qualitativement des mouvements des différents constituants de la microstructure au cours de l'essai. Et les cartes de déformations obtenues permettent d'évaluer de manière quantitative les déformations sub-micrométriques au sein de la microstructure. Les données cristallographiques permettent de rendre compte de la texture morphologique et des orientations des constituants. En les couplant avec les mesures cinématiques, on peut décrire les mécanismes de déformation à l'échelle sub-micrométrique voir nanométrique. La mise en œuvre de cette méthode peut être résumée par trois grandes étapes :

- ❖ La **préparation de la surface** de l'éprouvette qui consiste à polir la surface et à déposer par lithographie électronique le réseau de NPs.
- ❖ **Traction in situ couplée aux acquisitions EBSD**, la traction peut être effectuée dans un MEB ou dans un AFM. Dans le cas où la traction est réalisée sous AFM, les déplacements seront obtenus dans les trois dimensions. Cependant, il faudra tout de même disposer d'un MEB permettant d'effectuer les acquisitions EBSD (équipé d'un détecteur EBSD).
- ❖ L'analyse des données : elle consiste à tracer les cartes cinématiques à partir des images MEB et à traiter les acquisitions EBSD pour obtenir les informations cristallographiques de la surface. A partir de ces informations, expliquer les phénomènes locaux de déformation du matériau.

Le tableau 3.3 résume les différentes étapes de la méthode NanoDefCristallo.

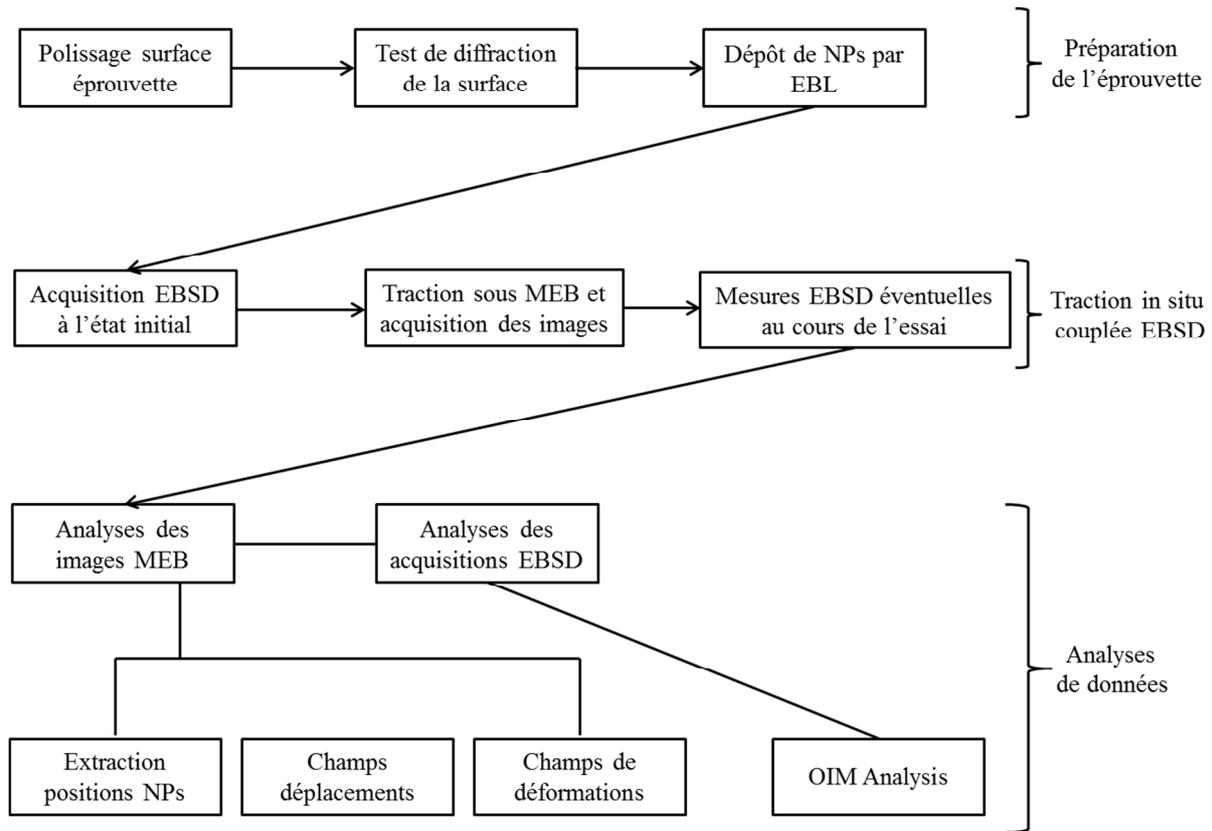


Tableau 3.3 : méthode NanoDefCristallo.

Nous avons appliqué cette méthode à un acier inoxydable austénitique, elle peut être utilisée pour l'étude de divers matériaux métalliques ou composites. Elle présente un intérêt particulier pour l'étude de matériaux à microstructure complexe. La complexité pouvant être reliée au gradient de grains et/ou à la présence de plusieurs phases dans le matériau.

Bien que cette méthode présente la capacité d'apporter de précieuses informations utiles à la compréhension des propriétés des matériaux, elle est confrontée au fait qu'elle ne permet pas facilement de suivre une surface qui ne représente pas le comportement macroscopique du matériau (volume élémentaire représentatif). Pour y parvenir, il faudrait acquérir plusieurs images qui seront ensuite recollées, ce qui peut être fastidieux et inclure des erreurs au niveau des résultats, due aux erreurs de recollage. On peut aussi noter la difficulté dans la procédure d'extraction de positions de

NPs pour les niveaux de déformations élevées. Il serait alors bénéfique de rendre le code d'extraction plus robuste, de manière à traiter facilement les images MEB sur lesquels les déplacements et les distorsions sont importants.

9. Conclusion

Dans ce chapitre nous avons mis en œuvre une approche nouvelle d'analyse de déformations à la surface des matériaux, la méthode NanoDefCristallo. Elle consiste à coupler la traction in situ dans le MEB avec les acquisitions EBSD. Nous l'avons appliqué à l'alliage inoxydable austénitique 316L. Les images MEB permettent une première analyse qualitative des mouvements des constituants de la microstructure. Les mouvements des NPs permettent de rendre compte des déformations aux voisinages des macles, des allongements et/ou des distorsions des grains. Les cartes de déformations permettent de quantifier localement les valeurs de déformations. Les acquisitions EBSD réalisées à trois niveaux de chargement donnent la texture morphologique de la surface de l'éprouvette. Elles permettent également de rendre compte des évolutions cristallographiques. Les cartes des figures de pôle inverse permettent par exemple de montrer la distribution des joints de grains, des macles et grains de zone du réseau. Elles permettent alors de suivre les déformations de chaque constituant de la microstructure. En couplant ces données morphologiques de la zone du réseau et les cartes de déformations, on ressort les principaux phénomènes de la déformation de l'éprouvette :

- ❖ L'initiation des déformations aux voisinages des macles, elle apparaît à la transition élasto-plastique. Elle est suivie de l'apparition des glissements à la surface des grains.

- ❖ Augmentation des déformations aux voisinages des macles et la multiplication des glissements ; les macles présentent les plus grandes valeurs de déformations. La quasi-totalité des grains présente des glissements à leur surface, certains d'entre eux présentent des glissements croisés qui traduisent l'activation de deux systèmes de glissements distincts sur le même grain. Ces activités de maclage et de glissement résultent en un écrouissage important du matériau, elle se traduit par la pente de la courbe contrainte-déformation.

- ❖ Lorsque le chargement macroscopique devient très important, les hétérogénéités de déformations au sein de la microstructure sont très marquées. Elles se traduisent par des gradients de déformations différents à la surface d'un même grain. On observe une continuité des déformations entre grains qui s'effectue via les joints de grains et les glissements. Il devient alors difficile de distinguer les contours de grains. On observe également des fissures à la surface de l'éprouvette.

Les analyses cristallographiques confirment celles effectuées à partir des champs cinématiques. Ceci se traduit par l'évolution des désorientations lors des trois acquisitions EBSD effectuées. La désorientation étant liée à l'activité de la plasticité, elle montre qu'à la deuxième acquisition EBSD qui est faite à la transition élasto-plastique, une proportion des cristallites dans le matériau a commencé à se déformer. Ce qui va dans le même sens que les déformations au niveau des macles et les glissements à la surface de quelques grains observés sur les cartes de déformations. La proportion des grains ayant changés de désorientation est plus grande à la troisième acquisition EBSD. Les figures de pôle mettent en évidence l'évolution des rotations des grains bien qu'elles ne permettent pas d'analyser la texture au vue de la faible quantité de grains. La méthode ainsi développée permet d'apporter des informations sur le comportement local des matériaux, et de les relier au comportement macroscopique. Elle est basée sur trois grandes étapes : la préparation de la surface de l'éprouvette, la traction in situ couplée à la technique EBSD et l'analyse des données. La préparation de la surface consiste au polissage miroir de manière à ce que le matériau diffracte les

électrons et le dépôt des NPs. La traction in situ quant à elle, peut être réalisée soit dans un MEB (cas de notre étude) ou sous un microscope à force atomique (AFM). Dans ce dernier cas, en plus des déplacements plans, les déplacements hors plans sont suivis. Il va tout de même falloir disposer d'un MEB équipé d'un détecteur EBSD pour effectuer les acquisitions cristallographiques. Les images MEB obtenues et les acquisitions doivent être analysées afin d'effectuer des interprétations du comportement du matériau. Cette méthode peut être appliquée aussi bien aux matériaux métalliques qu'aux composites. Bien qu'elle présente un fort potentiel, elle souffre de quelques limitations liées aux dimensions de la surface analysée et aux traitements des cartes correspondantes aux grands niveaux de chargement. Elle présente un intérêt particulier pour l'étude des matériaux possédants une microstructure complexe.

References

- Billig, F S, and Johns Hopkins. 1994. "Of Flow" 10 (5).
- Chakrabarty, Shanta, Sushil K. Mishra, and Prita Pant. 2014. "Crystallographic Orientation and Boundary Effects on Misorientation Development in Austenitic Stainless Steel." *Materials Science and Engineering: A* 617. Elsevier: 228–34. doi:10.1016/j.msea.2014.08.058.
- Chowdhury, Sandip Ghosh, Samar Das, and P.K. De. 2005. "Cold Rolling Behaviour and Textural Evolution in AISI 316L Austenitic Stainless Steel." *Acta Materialia* 53 (14): 3951–59. doi:10.1016/j.actamat.2005.05.006.
- Clair, Aurelie., M. Foucault, O. Calonne, Y. Lacroute, L. Markey, M. Salazar, V. Vignal, and E. Finot. 2011. "Strain Mapping near a Triple Junction in Strained Ni-Based Alloy Using EBSD and Biaxial Nanogauges." *Acta Materialia* 59 (8). Acta Materialia Inc.: 3116–23. doi:10.1016/j.actamat.2011.01.051.
- Donadille, C, R Valle, P Dervin, and R Penelle. 1989. "Overview Development of Texture and Microstructure During Cold-Rolling and Annealing of Stainless Steel" 37 (6): 1547–71.
- El Bartali, A., V. Aubin, L. Sabatier, P. Villechaise, and S. Degallaix-Moreuil. 2008. "Identification and Analysis of Slip Systems Activated during Low-Cycle Fatigue in a Duplex Stainless Steel." *Scripta Materialia* 59 (12). Acta Materialia Inc.: 1231–34. doi:10.1016/j.scriptamat.2008.07.044.
- Estrin, Y., and H. Mecking. 1984. "A Unified Phenomenological Description of Work Hardening and Creep Based on One-Parameter Models." *Acta Metallurgica* 32 (1): 57–70. doi:10.1016/0001-6160(84)90202-5.
- Estrin, Y., L.S. Tóth, A. Molinari, and Y. Bréchet. 1998. "A Dislocation-Based Model for All Hardening Stages in Large Strain Deformation." *Acta Materialia* 46 (15): 5509–22. doi:10.1016/S1359-6454(98)00196-7.
- Guery, Adrien, Félix Latourte, François Hild, and Stéphane Roux. 2014. "Characterization of SEM Speckle Pattern Marking and Imaging Distortion by Digital Image Correlation." *Measurement Science and Technology* 25 (1): 015401. doi:10.1088/0957-0233/25/1/015401.
- Hull, Derek. 1968. "Introduction to Dislocations." *American Journal of Physics*. doi:10.1119/1.1974472.
- Nemat-Nasser, Sia. 2004. *Plasticity – A Treatise on Finite Deformation of Heterogeneous Inelastic Materials*. Cambridge University Press. Vol. 68. doi:10.1159/000087113.
- Raabe, D. 1997. "Texture and Microstructure Evolution during Cold Rolling of a Strip Cast and of a Hot Rolled Austenitic Stainless Steel." *Acta Materialia* 45 (3): 1137–51. doi:10.1016/S1359-6454(96)00222-4.
- Shiekhelsouk, M. N., V. Favier, K. Inal, and M. Cherkaoui. 2009. "Modelling the Behaviour of Polycrystalline Austenitic Steel with Twinning-Induced Plasticity Effect." *International Journal of Plasticity* 25 (1): 105–33. doi:10.1016/j.ijplas.2007.11.004.
- Sinha, Subhasis, Jerzy a. Szipunar, N.a.P. Kiran Kumar, and N.P. Gurao. 2015. "Tensile Deformation of 316L Austenitic Stainless Steel Using in-Situ Electron Backscatter Diffraction and Crystal Plasticity Simulations." *Materials Science and Engineering: A* 637. Elsevier: 48–55. doi:10.1016/j.msea.2015.04.005.
- Song, Ren-bo, Jian-ying Xiang, and Dong-po Hou. 2011. "Characteristics of Mechanical Properties and Microstructure for 316L Austenitic Stainless Steel." *Journal of Iron and Steel Research, International* 18 (11). Central Iron and Steel Research Institute: 53–59. doi:10.1016/S1006-706X(11)60117-9.
- Xie, Guoqiang, Minghui Song, Kazutaka Mitsuishi, and Kazuo Furuya. 2011. "Transmission Electron

Microscopy of Martensitic Transformation in Xe-Implanted Austenitic 304 Stainless Steel.” *Journal of Materials Research* 20 (07): 1751–57. doi:10.1557/jmr.2005.0218.

Yan, F.K., N.R. Tao, F. Archie, I. Gutierrez-Urrutia, D. Raabe, and K. Lu. 2014. “Deformation Mechanisms in an Austenitic Single-Phase Duplex Microstructured Steel with Nanotwinned Grains.” *Acta Materialia* 81: 487–500. doi:10.1016/j.actamat.2014.08.054.

Chapitre 4 :
Application de la
méthode «
NanoDefCristallo » à
la caractérisation de
l'UR45N

Table des matières

Chapitre 4	118
1. Introduction	118
2. Bref rappel sur l'essai	118
3. Observation de la microstructure à partir des cartographies MEB	120
3.1. Microstructure de la zone du réseau	120
3.2. Partie I de l'essai	121
3.3. Partie II de l'essai	123
3.4. Partie III de l'essai	125
4. Analyse des cartes 2D des déformations	127
4.1. Evolution des déformations ε_{xx}	127
4.1.1. Partie I de l'essai	127
4.1.2. Partie II de l'essai	131
4.1.3. Partie III de l'essai	134
4.2. Evolution du cisaillement	135
4.2.1. Partie I de l'essai	135
4.2.2. Partie II de l'essai	139
4.2.3. Partie III de l'essai	142
4.3. Suivi des déformations dans la direction transverse	142
4.3.1. Partie I de l'essai	143
4.3.2. Partie II de l'essai	146
4.3.3. Partie III de l'essai de traction	149
5. Analyse des distorsions	149
6. Discussion	151
7. Analyse EBSD et comparaison avec les champs cinématiques	153
7.1. Figures de pole inverse	154
7.1.1. Phase austénitique	154
7.1.2. Phase ferritique	156
7.2. Désorientation	156
7.2.1. Phase austénitique	157
7.2.2. Phase ferritique	158
7.3. Facteur de qualité de l'image	159
7.3.1. Phase austénitique	159
7.3.2. Phase ferritique	160
Conclusions :	160

References : 162

Chapitre 4

Application de la méthode « NanoDefCristallo » à la caractérisation microstructurale locale d'un acier UR45N laminé vieilli

1. Introduction

Ce chapitre décrit la mise en œuvre de la méthode développée aux chapitres précédents (2 et 3) dans le cas d'un alliage en acier inoxydable austéno-ferritique afin de montrer sa capacité à apporter des informations nouvelles dans les cas complexes. La complexité ici est relative à la nature du matériau ayant deux phases en présence qui imposent des mécanismes spécifiques de déformation. La microstructure des alliages duplex a été étudiée en fatigue (Bugat 2000; Aubin 2006; El Bartali 2008) et au cours des essais de traction uniaxiale (Joly 1992; Bugat 2000; Le Joncour 2011). Ces études ont permis de mettre en évidence les hétérogénéités de la plasticité aux niveaux des phases (Joly 1992; Bugat 2000). L'initiation et l'évolution de l'endommagement, ainsi que la propagation des microfissures, ont été étudiées en fatigue plastique (El Bartali 2008). Bartali et ses collaborateurs ont mis en évidence les systèmes de glissements activés au niveau de chaque phase. Pour mener à bien leurs travaux, ils ont couplé les analyses de la corrélation d'images in situ au cours d'un essai de fatigue et celles des cartographies de diffraction des électrons rétrodiffusés de la surface de l'éprouvette à l'état initial. Plus récemment, Le Joncour a mis en œuvre la diffraction des neutrons et des rayons X pour suivre l'évolution de la déformation des plans cristallins dans chaque phase (Le Joncour 2011). Une approche micromécanique y a été présentée. Les propriétés de forgeabilité des aciers duplex ont été étudiées par (Martin 2012). Cependant, très peu d'études permettent de quantifier localement les déformations des joints, des traces de glissement, des macles et des grains au cours d'un essai mécanique. Dans cette étude, les nanoparticules (NPs) métalliques sont utilisées comme nanomarqueurs et permettent de suivre localement l'évolution des déplacements au sein de la microstructure. L'évolution de la microstructure et des orientations cristallographiques sont analysées en relation avec le comportement macroscopique au cours d'un essai de traction uniaxiale. Les deux phases en présence ayant des duretés différentes, les premières traces de glissements sont observées dans la phase austénitique (Frécharde et al. 2006). Les déformations au niveau de la phase ferritique, plus dure, vont être observées plus tard en plasticité pour des chargements beaucoup plus importants. Les déplacements de NPs sur les images de microscopie électronique à balayage (MEB) fournissent des informations qualitatives sur les évolutions progressives des déformations aux niveaux des constituants de la microstructure, et permettent une première analyse du comportement local. Les champs cinématiques obtenues à partir des images MEB permettent alors de quantifier les déformations. L'évolution des déformations au niveau de chacune des phases et de la jonction entre phases a été analysée. La technique des électrons rétrodiffusés (Electron Backscattered Diffraction, EBSD) permet d'obtenir des informations sur la texture morphologique et cristallographique de la zone du réseau. Les acquisitions sont effectuées à l'état initial (avant la traction), à la transition élasto-plastique et à quelques instants avant la striction. Les champs cinématiques couplés aux mesures cristallographiques vont ainsi permettre d'approcher les mécanismes locaux de déformations. Les évolutions des champs cinématiques, de la texture et du comportement du matériau seront confrontées.

2. Bref rappel sur l'essai

Rappelons tout d'abord que les propriétés de l'acier inoxydable duplex ont été exposées à la section 1.1.2 du chapitre 1. La géométrie des éprouvettes est la même que celle des éprouvettes

utilisées au chapitre 3 (voir Figure 3.1a). Les éprouvettes ont été polies «miroir » mécaniquement de manière à obtenir des mesures EBSD correctes. Après avoir utilisé le papier de polissage (carbure de silicium) (de 600 μm à 1200 μm), des suspensions diamantées de 3 μm et 1 μm ont été utilisées, pour finir avec une suspension de silice colloïdale. Après le traitement de surface, un recalage a été effectué dans le microscope de lithographie (Raith 750) avant le dépôt de la résine, pour pouvoir déposer le réseau de NPs au centre de la surface de l'éprouvette. Un réseau de 70*70 μm^2 de NPs d'or de 200 nm de diamètre, espacées centre à centre de 400 nm avec une hauteur de 50 nm, a alors été lithographié à la surface de l'éprouvette. L'étape de lithographie a été réalisée à l'Université de Technologie de Troyes au sein de la plateforme NANOMAT de l'équipe ICD-LNIO. Une fois la lithographie effectuée, la traction in-situ et les mesures par la technique des électrons rétrodiffusée de la surface du réseau ont été effectuées au Centre des Matériaux de l'École de Mines de Paris. Dans ce protocole expérimental, nous avons commencé par une mesure cristallographique de la région de l'éprouvette contenant le réseau de NPs. Nous avons ensuite procédé à la traction in situ au cours de laquelle des images MEB du réseau sont enregistrées pendant des chargements successifs. Une décharge de la force appliquée à l'éprouvette est effectuée à la transition élasto-plastique pour réaliser une deuxième mesure EBSD. Après la mesure EBSD, un chargement est appliqué à l'éprouvette de façon à atteindre approximativement celui avant la décharge. Il faut noter qu'au cours de l'essai, les mors de la micromachine se déplacent à la vitesse de 3.3 $\mu\text{m/s}$. Les images MEB sont à nouveau enregistrées jusqu'à ce qu'on s'approche de la striction ; une autre décharge et une troisième mesure EBSD sont ensuite effectuées. A l'issue de cette mesure, l'éprouvette est sollicitée jusqu'à la rupture.

La Figure 4.1 montre le chargement appliqué à l'éprouvette. Une relaxation de la contrainte appliquée est observée pendant la réalisation des images MEB, elle prend des valeurs comprise entre 20 et 50 MPa. Des observations similaires ont été reporté par V. Aubin (Aubin 2006) en utilisant un essai de traction à saut de vitesse de déformations, elle a mis en évidence le caractère visqueux de cet alliage responsable de la relaxation dans les matériaux métalliques à la température ambiante. Le phénomène de relaxation observé au cours des essais de traction avec arrêt de la sollicitation influence le comportement des alliages et dépend de l'écrouissage et des transformations induites (Hariharan et al. 2013).

Pour faciliter l'analyse des données, nous allons diviser en trois parties l'essai de traction : nous appellerons « Partie I », la partie constituée de la première acquisition EBSD (EBSD_0), des images MEB jusqu'à la première décharge ; « Partie II » constituée de la deuxième acquisition EBSD (EBSD_1), du chargement et des images MEB jusqu'à la deuxième décharge ; et « Partie III » constituée de la troisième acquisition EBSD (EBSD_2), du chargement et des images MEB jusqu'à la rupture de l'éprouvette (voir Figure 4.1).

Toutes les images de la zone du réseau ont été enregistrées aux grossissements de x1000 et x2500. Au dernier grossissement, on ne pouvait pas acquérir une image entière de la zone du réseau, on a alors divisé le réseau en quatre parties qui ont été enregistrées sur quatre images différentes. Les images à ce grossissement permettent de mieux apprécier les évolutions locales de déformations de la microstructure. De ce fait, elles sont alors très utiles pour les analyses qualitatives. Elles n'ont pas été utilisées pour le calcul des champs cinématiques, car elles requièrent une opération de recollage pour reconstituer le réseau. Les imperfections de recollage pourraient induire des erreurs dans le calcul des champs cinématiques. C'est donc les images au faible grossissement incluant le réseau entier qui ont été utilisées pour le calcul de ces derniers. Les images du réseau représentent une surface de 130*120 μm^2 , qui correspond à 4096*3775 pixels, en d'autres termes un micromètre est représenté par 31,5

pixels. Dans la suite ce sont ces images qui seront présentées et les champs cinématiques seront calculés à partir de celles-ci.

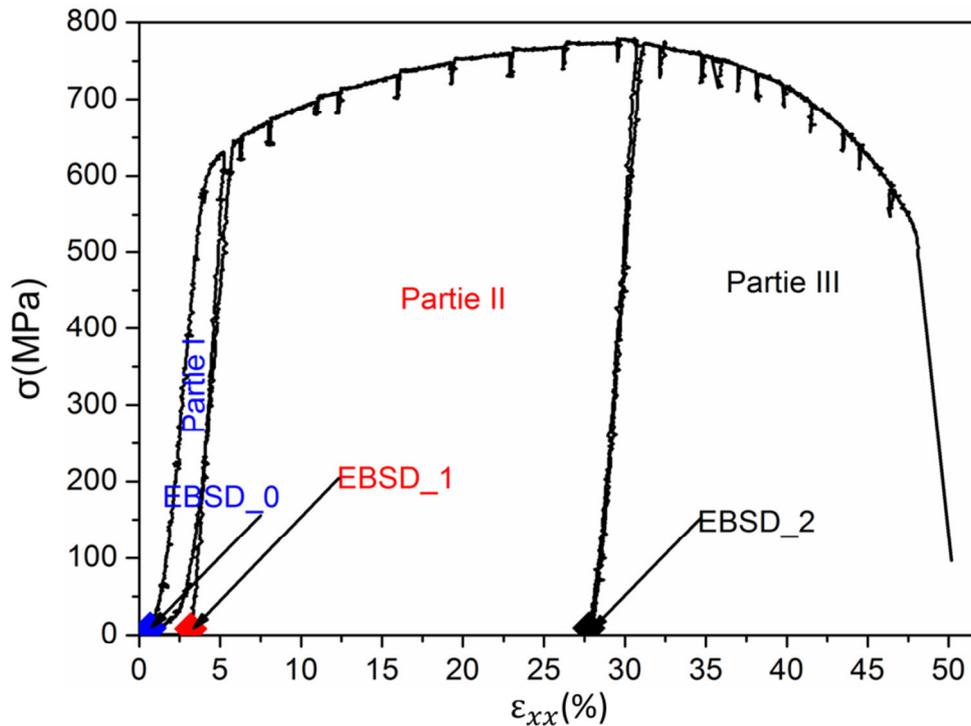


Figure 4.1 : courbe contrainte-déformation macroscopique de l'éprouvette

3. Observation de la microstructure à partir des cartographies MEB

La taille des NPs et le pas nanométrique du réseau permettent de suivre localement les déformations au sein de la microstructure. Les images MEB présentent les variations de positions des NPs qui suivent les déformations du substrat avec le chargement. En considérant des NPs voisines qui initialement sont alignées suivant la direction de sollicitation, elles peuvent avec le chargement former une courbure. Cette courbure est due aux distorsions aux niveaux des constituants de la microstructure qui peuvent tourner les uns par aux autres. Le suivi des déplacements et des distorsions des lignes de NPs avec le chargement permet ainsi une première compréhension des évolutions des déformations locales. Ces dernières se traduisent par l'apparition de lignes de glissement et s'accompagnent d'un allongement, de rotation des grains et d'ouvertures aux joints ou à la surface des grains. Comme nous l'avons dit plus haut, pour faciliter l'analyse des images nous divisons l'essai en trois parties. Nous allons présenter quelques images MEB enregistrées dans la première partie. Nous avons fait le choix de présenter quelques images sur chaque partie de l'essai, pour permettre de mieux mettre en évidence les phénomènes locaux qui apparaissent avec le chargement. L'ensemble des images MEB et des champs cinématiques relatifs à cette étude, sont présentés en annexe B de ce rapport. Nous commençons par montrer les cartes obtenues à partir des données cristallographiques afin d'identifier localement les déformations en fonction de la répartition des phases, des grains et des macles.

3.1. Microstructure de la zone du réseau

Afin de suivre localement les déformations en fonction des phases, nous allons présenter rapidement la répartition des phases de la région du réseau à l'état initial. La Figure 4.2a présente les

phases sur la zone du réseau : en rouge nous avons la phase d'austénite ou gamma et en vert la ferrite ou phase alpha. Les macles dues au traitement thermique dans la phase austénite sont numérotées sur la carte de distribution des phases (voir Figure 4.2a). Les grains de cette phase sont également numérotés sur la figure de pôles inverses (Figure 4.2b). Les macles 1 et 5 possèdent des grains parents (qui sont les grains 7 et 11 respectivement). Les grains 1 et 4 sont volumineux et ont une surface moyenne de $760 \mu\text{m}^2$ et le reste des grains a une surface moyenne de $130 \mu\text{m}^2$. La bande de ferrite présente des grains très volumineux. Des observations similaires de tailles de grains ont été obtenues pour des matériaux de même types par d'autres auteurs (Le Joncour 2011; Wroński et al. 2012a).

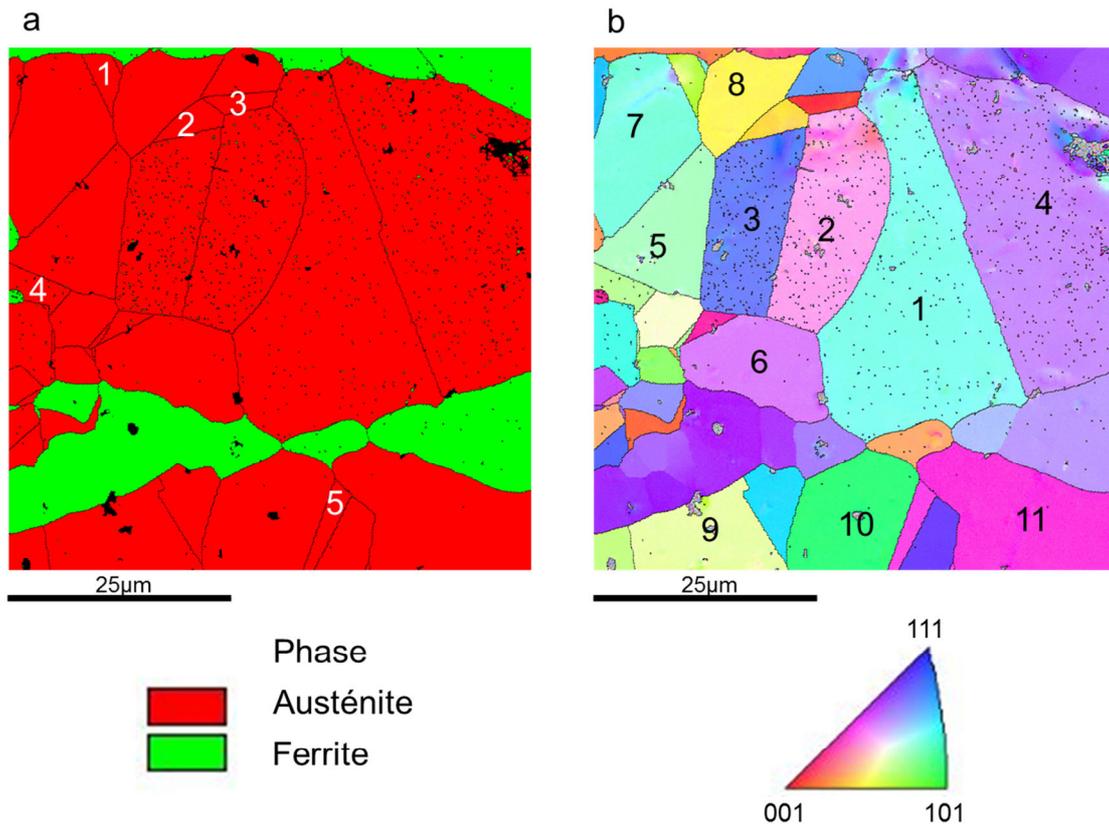


Figure 4.2 : distribution des phases et des orientations cristallographiques sur la zone du réseau

3.2. Partie I de l'essai

La Figure 4.3 montre quelques images MEB de la Partie I de l'essai, nous désignons par « T_i », l'image correspondant au niveau de chargement « i », l'image prise à l'état initiale avant le chargement est appelée ; T_0 . La flèche sur cette image indique un défaut de lithographie, due à la présence de fines bulles de gaz non évaporées dans la résine. La partie I de l'essai correspond macroscopiquement au domaine élastique jusqu'à la transition élasto-plastique. On y observe principalement l'initiation du mouvement au niveau de certains grains et l'apparition du glissement.

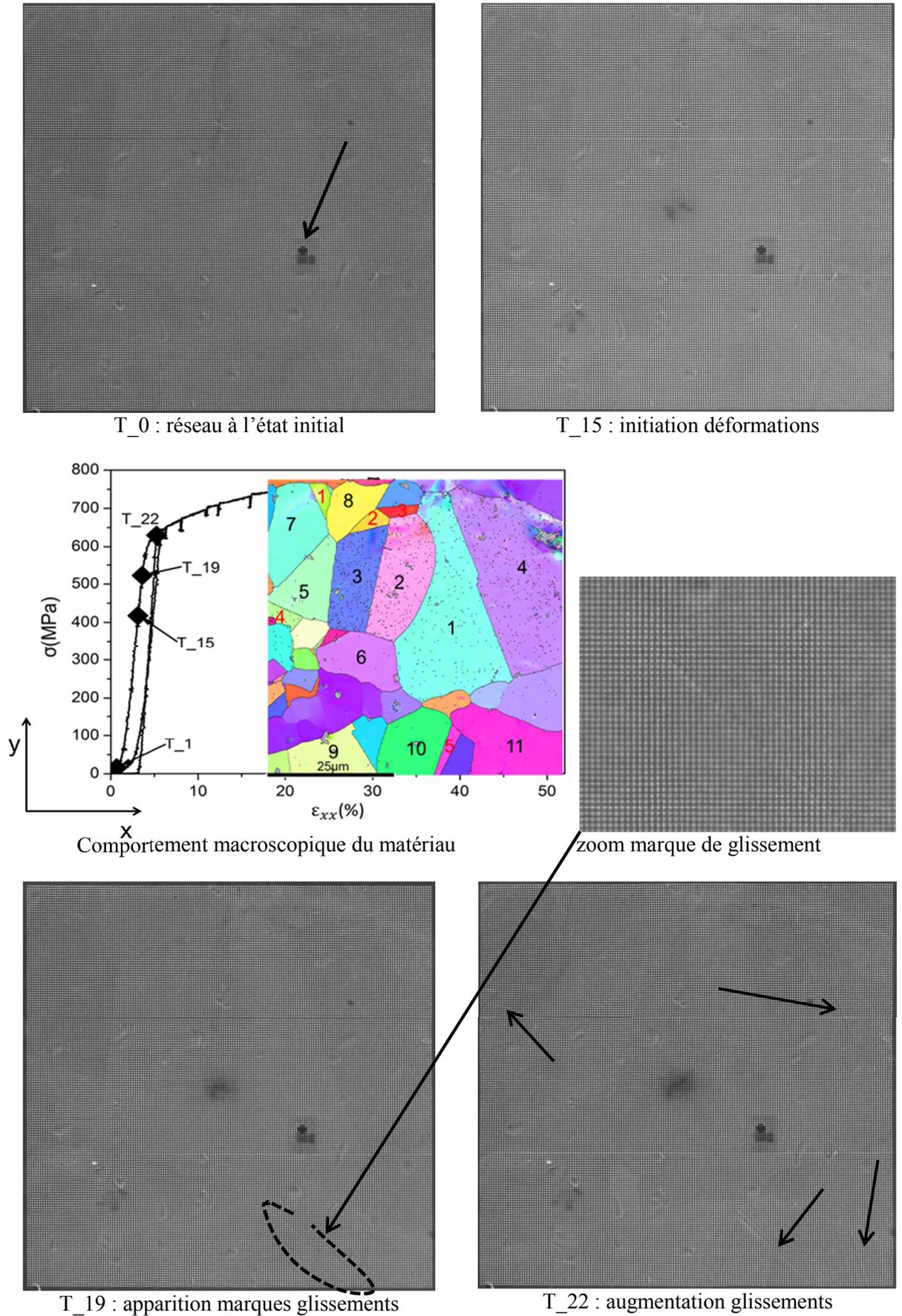


Figure 4.3 : observation des déformations au sein de la microstructure à l'aide des déplacements des NPs sur la partie I de l'essai.

Les mouvements des NPs se traduisent par une différence de niveaux de gris et de faibles variations de positions. Ils sont visibles à partir du niveau de chargement T₁₅ (voir Figure 4.3).

Les premières marques de glissements sont visibles un peu plus tard au niveau de chargement T₁₉ sur la partie inférieure du réseau. Lorsque le chargement augmente, ces marques deviennent plus visibles et de nouveaux glissements apparaissent progressivement sur d'autres grains. Ces glissements résultent du mouvement des dislocations dans le volume du matériau. Ces glissements appartiennent à la phase austénitique qui est également celle qui présente la limite d'élasticité la plus faible. La contrainte macroscopique correspondante à ce niveau de chargement est : 560 MPa. Ces marques de glissements sont visibles alors que macroscopiquement, le matériau présente encore un comportement élastique.

Entre les niveaux de chargement T₁₉ et T₂₂, les déplacements entre les NPs aux niveaux des premiers glissements augmentent et de nouveaux glissements apparaissent.

3.3. Partie II de l'essai

Dans la partie II de l'essai, nous sommes macroscopiquement dans le domaine plastique. La Figure 4.4 présente quelques images MEB de cette partie. A T₂₅, la population des glissements a augmenté très rapidement à la surface des grains austénitiques. On observe une initiation d'ouverture sur un joint (voir Figure 4.4). On ne peut pas clairement assimiler cette ouverture à une microfissure parce qu'elle n'est pas assez profonde. En outre pour éviter tout abus de langage et toute confusion, nous allons l'appeler « ouverture ».

Lorsque le chargement augmente de T₂₅ à T₂₈, l'ouverture se propage au point triple ; elle continue le long du joint initial et s'oriente vers les joints des grains voisins dans l'austénite. Les flèches numérotées sur l'image T₂₈ de la Figure 4.3 indiquent le joint de phase initial en (1) et les joints des grains voisins en (2) et (3). L'intensité de l'ouverture et celle des glissements à la surface des grains adjacents augmente. On se rend compte très rapidement que certaines régions de la surface de l'éprouvette présentent un grand nombre de glissements ayant une intensité importante alors que certaines demeurent quasi vierges de glissements. Ces dernières régions correspondent à la phase ferritique qui plastifie très tardivement. Les glissements s'accumulent suivant certaines lignes qui définissent les joints de phases. Ces lignes séparent les régions de fort glissement et les régions de déformations faibles.

Les glissements dans la phase ferritique sont observables à partir du niveau de chargement T₂₈. Elles s'accompagnent d'une visualisation nette des contours des grains et des points triples et d'une différence de topographie marquée à la surface de l'échantillon. Les glissements dans la ferrite augmentent aussi avec le chargement, mais leur nombre reste faible comparé à celui des glissements dans l'austénite. Ils présentent une intensité (et une largeur) beaucoup plus importante et ne sont pas rectilignes ; ils sont courbes, on les qualifie alors de « sinueux ».

Entre les niveaux T₂₈ et T₃₃, on observe l'apparition d'ouvertures au joint de phase (voir Figure 4.4). C'est l'ouverture précédente qui se propage cette fois dans la phase ferritique et est bloquée le long du joint de phase. Les images MEB mettent en évidence le fait que les déformations se concentrent à certains joints de grains et points triples. Certains glissements dans l'austénite sont très larges et peuvent dépasser trois lignes de NPs. On note aussi l'initiation des ouvertures à la surface des grains d'austénites. Les glissements de la ferrite étaient jusqu'ici limités à l'intérieur de cette phase.

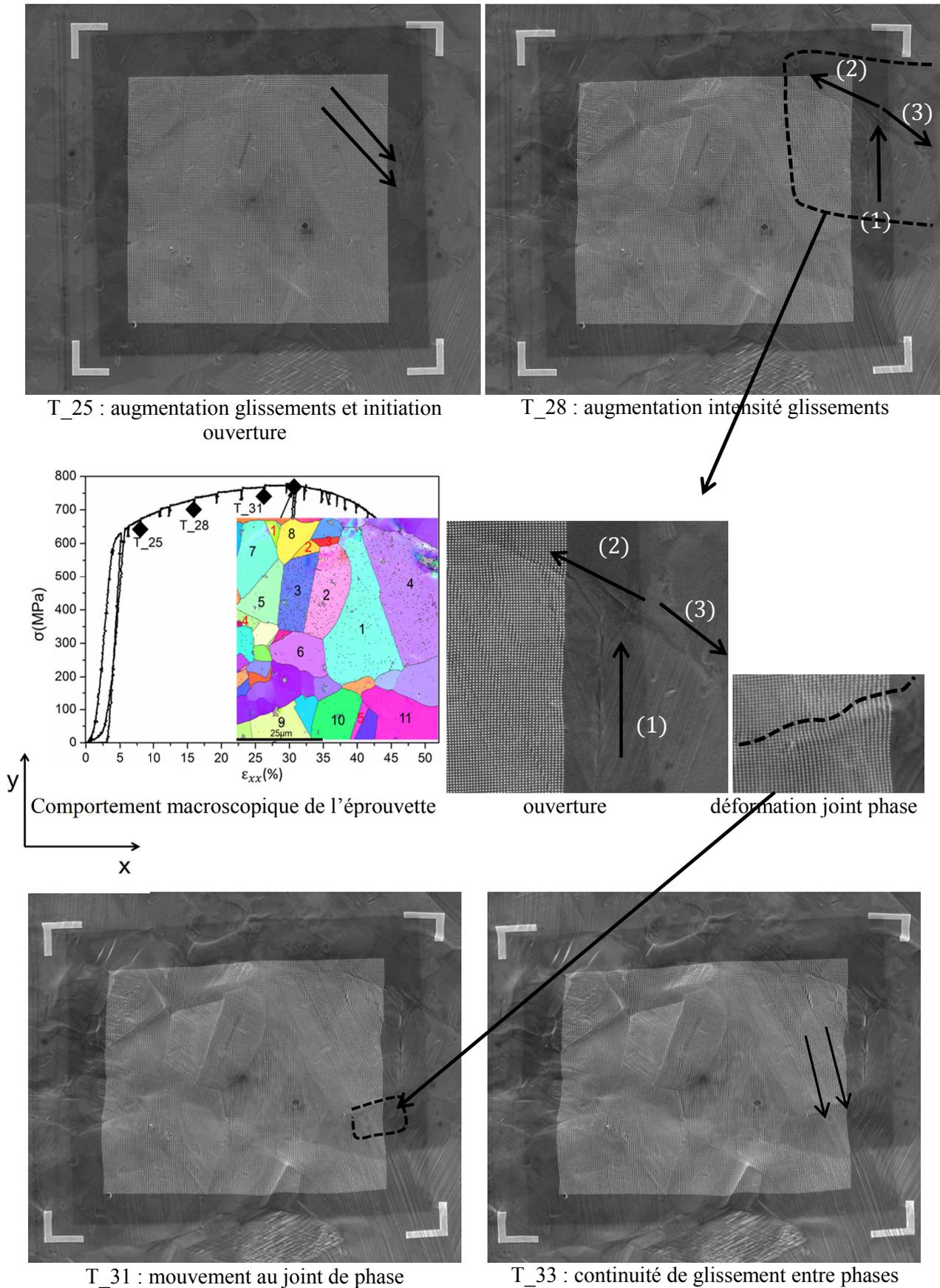


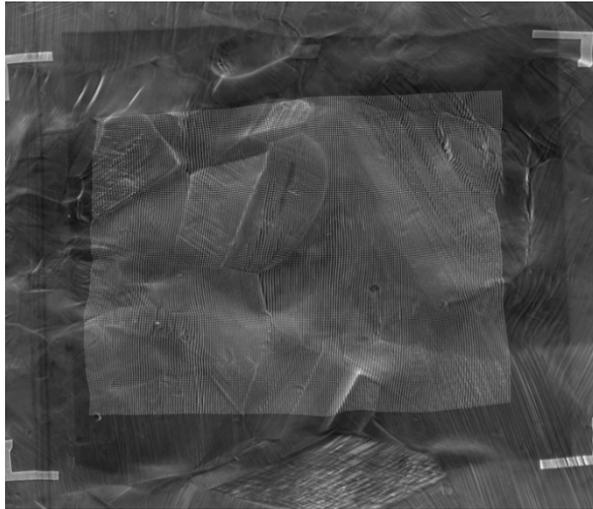
Figure 4.4 : observation des déformations au sein de la microstructure à l'aide des déplacements des NPs sur la partie II de l'essai.

Il s'établit une continuité entre les glissements austénitiques et ferritiques à partir du niveau de chargement T₃₃. On peut interpréter cela en disant que les joints de phases agissent comme une barrière qui arrête les déformations dans chaque phase, les glissements austénitiques qui se multiplient avec le chargement viennent s'y accumuler.

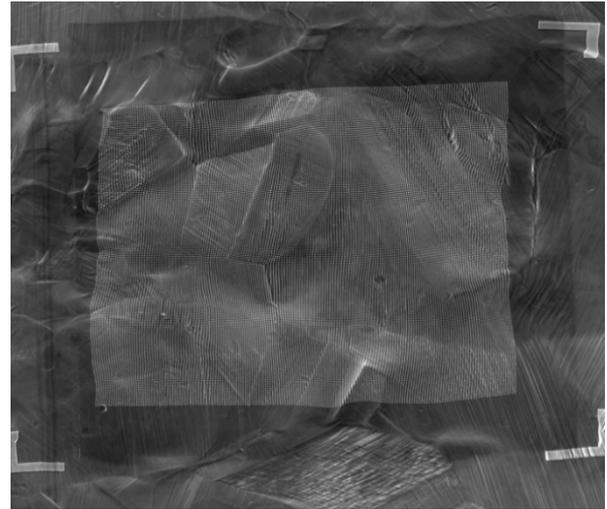
L'accumulation de ces glissements dans la phase austénitique et des glissements dans la phase ferritique qui sont activés plus tard parvient à briser cette barrière.

3.4. Partie III de l'essai

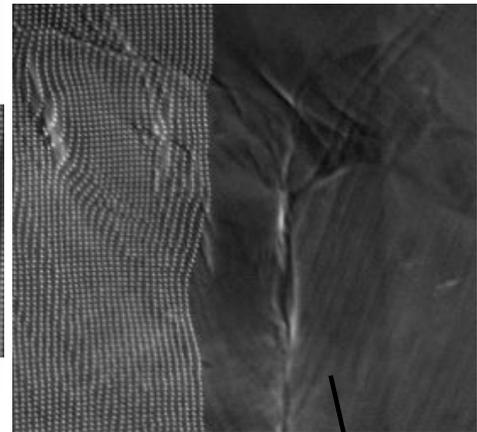
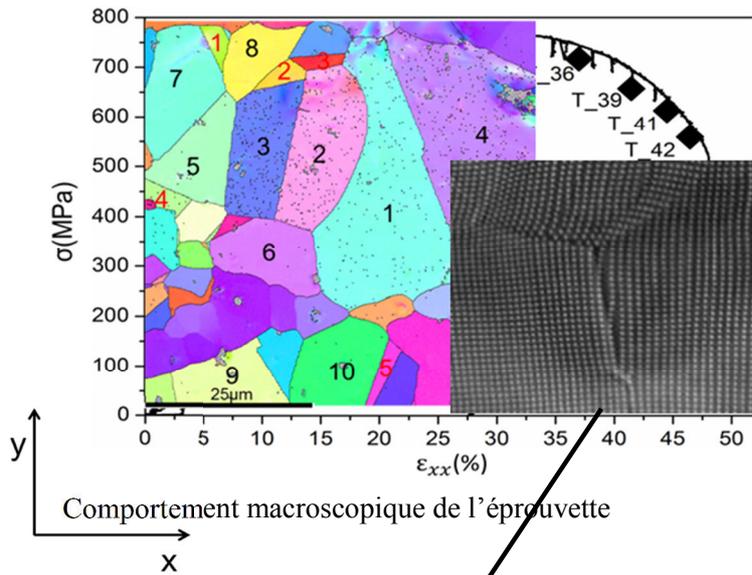
La partie III de l'essai de traction coïncide macroscopiquement avec la striction de l'éprouvette. On observe principalement les hétérogénéités de déformations qui deviennent de plus en plus marquées à la surface de l'éprouvette. Ce sont entre autre la concentration des déplacements des NPs aux points triples, l'évolution des intensités des ouvertures aux joints de phases et des ouvertures inter et intragranulaires. La Figure 4.5 présente ces évolutions sur quelques images MEB correspondantes à cette partie. On peut voir que certains grains d'austénite ont une apparence rugueuse du fait des glissements croisés à leur surface. Tandis que d'autres grains ont changé d'orientation et se sont allongés fortement dans la direction de traction. A partir de T₃₄, l'ouverture au point triple qui se propageait dans l'austénite débouche en deux ouvertures importantes dans la ferrite. Les grains ferritiques qui sont aux voisinages des ouvertures sont très déformés. La décohésion aux joints de phases continue et s'intensifie avec le chargement.



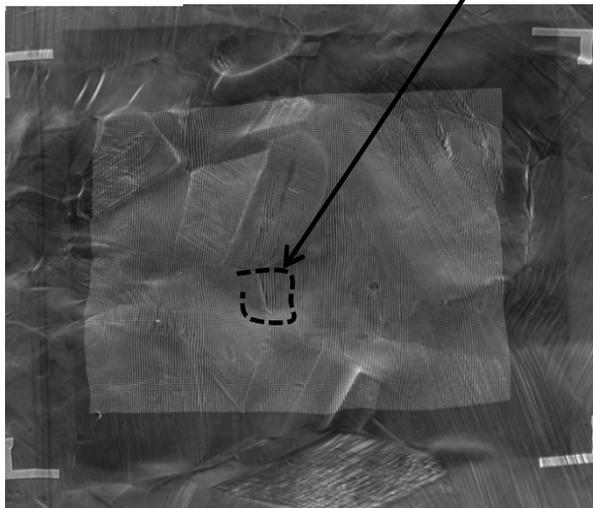
T_36 : évolution des hétérogénéités de déformations



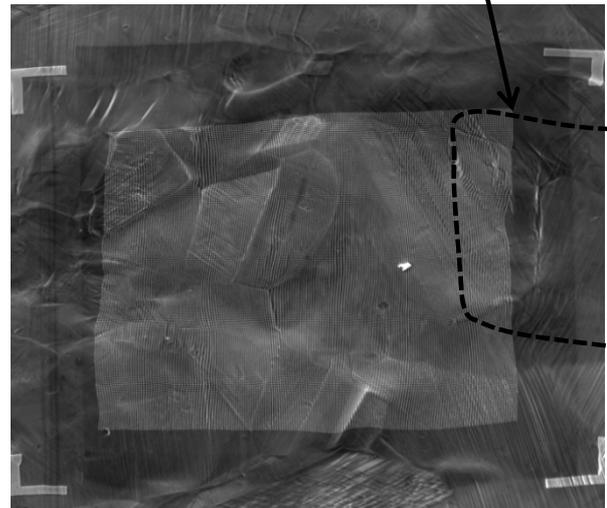
T_39 :



évolution de l'ouverture



T_41



T_42 : quelques moments avant rupture

Figure 4.5 : observation des déformations au sein de la microstructure à l'aide des déplacements des NPs sur la partie III de l'essai.

L'éprouvette a été sollicitée jusqu'à la rupture. Le faciès de rupture présentés sur la Figure 4.5 montre que la rupture de l'éprouvette était droite et située environ à 3,5 mm de la zone du réseau.

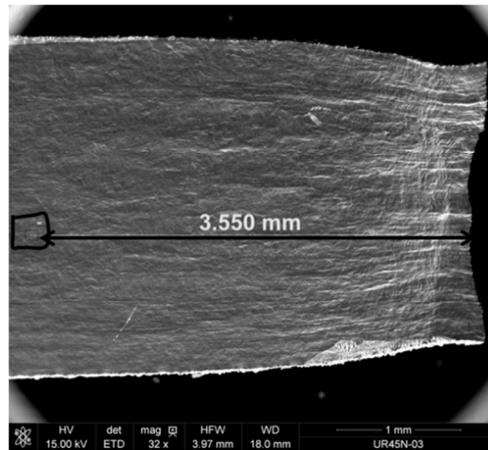


Figure 4.6 : surface de l'éprouvette et position du réseau par rapport à la zone de rupture.

Les images MEB à elles seules ne suffisent pas pour faire une interprétation des évolutions observées et avoir une compréhension précise des mécanismes de déformation du matériau. Nous allons ainsi extraire les positions des NPs et accéder aux différentes composantes planes du tenseur de déformations. La démarche est la même que celle présentée au chapitre 2 (paragraphe 2.2.4). Les cartes 2D des déformations ε_{xx} , ε_{xy} et ε_{yy} vont être analysées dans le paragraphe suivant.

4. Analyse des cartes 2D des déformations

Dans cette section, nous présentons l'évolution des déformations ε_{xx} , ε_{xy} et ε_{yy} . Ces déformations sont calculées à partir des positions des NPs qui jouent le rôle de nanojauge de déplacement. Nous avons choisi de faire le calcul en considérant une formulation eulérienne sachant que le passage à la formulation Lagrangienne ne pose pas de difficultés particulières. Les déformations sont projetées sur la configuration initiale autrement dit les axes x et y sont les mêmes pour tous les niveaux de chargement. L'échelle de couleurs nous renseigne sur les variations locales de déformations. Dans le souci de permettre une bonne lecture et une appréciation des phénomènes locaux, les cartes de déformation de la Partie I de l'essai seront présentées avec une échelle de couleurs réduite c'est-à-dire limitée à de petites valeurs.

4.1. Evolution des déformations ε_{xx}

4.1.1. Partie I de l'essai

Les déformations ε_{xx} sont celles mesurées dans la direction de traction calculées localement à partir de la relation 2.7 du chapitre 2. Les NPs suivent les déformations de la surface de l'éprouvette, elles s'éloignent ou se rapprochent progressivement les unes des autres avec le chargement. La Figure 4.7 et 4.8 présentent les cartes de déformations correspondantes aux images MEB présentées à la Partie I de l'essai dans les phases austénitiques et ferritiques. Dans cette partie, on peut distinguer deux évolutions des déformations. Une première où les déformations sont réparties aléatoirement à la surface du réseau avec des valeurs très faibles, ces déformations peuvent être assimilées au bruit de

mesure. Et une deuxième, où l'on observe une concentration graduelle des déformations à la surface des grains, l'initiation des premiers glissements, leurs évolutions et leurs multiplications.

Au niveau de chargement T₁ ($\sigma = 8,7$ MPa), on enregistre localement des déformations quasi homogènes. Comme discutés dans la section 4 du chapitre 3, aux très faibles niveaux de chargement les déformations sont quasi nulles, et lorsqu'elles sont initiées, elles sont noyées dans le bruit de mesure. Les principales erreurs sur la mesure des déformations provenant du système d'acquisition (MEB), de l'extraction des centres de NPs et du calcul des déformations (dérivations et lissage) ont été évaluées proche de 0,22%.

4.1.1.1. Déformations de la phase austénitique

L'échelle de couleurs des cartes des niveaux T₁ et T₁₅ est comprise entre 0 et 3% de déformations pour mieux illustrer les faibles déformations tandis que celle des niveaux T₁₈ et T₂₂ est comprise entre 0 et 5% (voir Figure 4.7). Les déformations sont réparties de manière homogène à la surface de l'éprouvette et ont des valeurs très faibles (inférieure à 1%) jusqu'au niveau de chargement T₁₄ ($\sigma = 390$ MPa).

A partir du niveau de chargement T₁₅, les déformations deviennent visibles à la surface de l'éprouvette. On note une moyenne de déformation comprise entre 0% et 1% répartie toujours de manière homogène. En augmentant le chargement, on observe un début de concentration aux niveaux de certains grains principalement les plus gros (grain 1) (voir figure 4.7), la moyenne de déformations est autour de 2%.

Les premières marques de déformations sont visibles au niveau de chargement T₁₈ ($\sigma = 510$ MPa), elles sont rectilignes et la valeur des déformations y est comprise entre 2% et 3%. Elles sont activées au voisinage des macles (macles 5). Ces traces apparaissent dans la phase austénitique qui est la moins dure, lorsque la valeur macroscopique de la contrainte σ est comprise entre 490 MPa et 510 MPa. Ces résultats sont en concordance avec les résultats présentés dans la thèse de Le Joncour (Le Joncour 2011) obtenus par diffraction des neutrons. Elle montre que les domaines d'élasticité et de plasticité des phases alpha et gamma sont délimités en fonction de la valeur de la contrainte. Pour σ compris entre [200, 600] MPa, elle montre que la phase alpha demeure élastique tandis que la phase gamma a déjà plastifié.

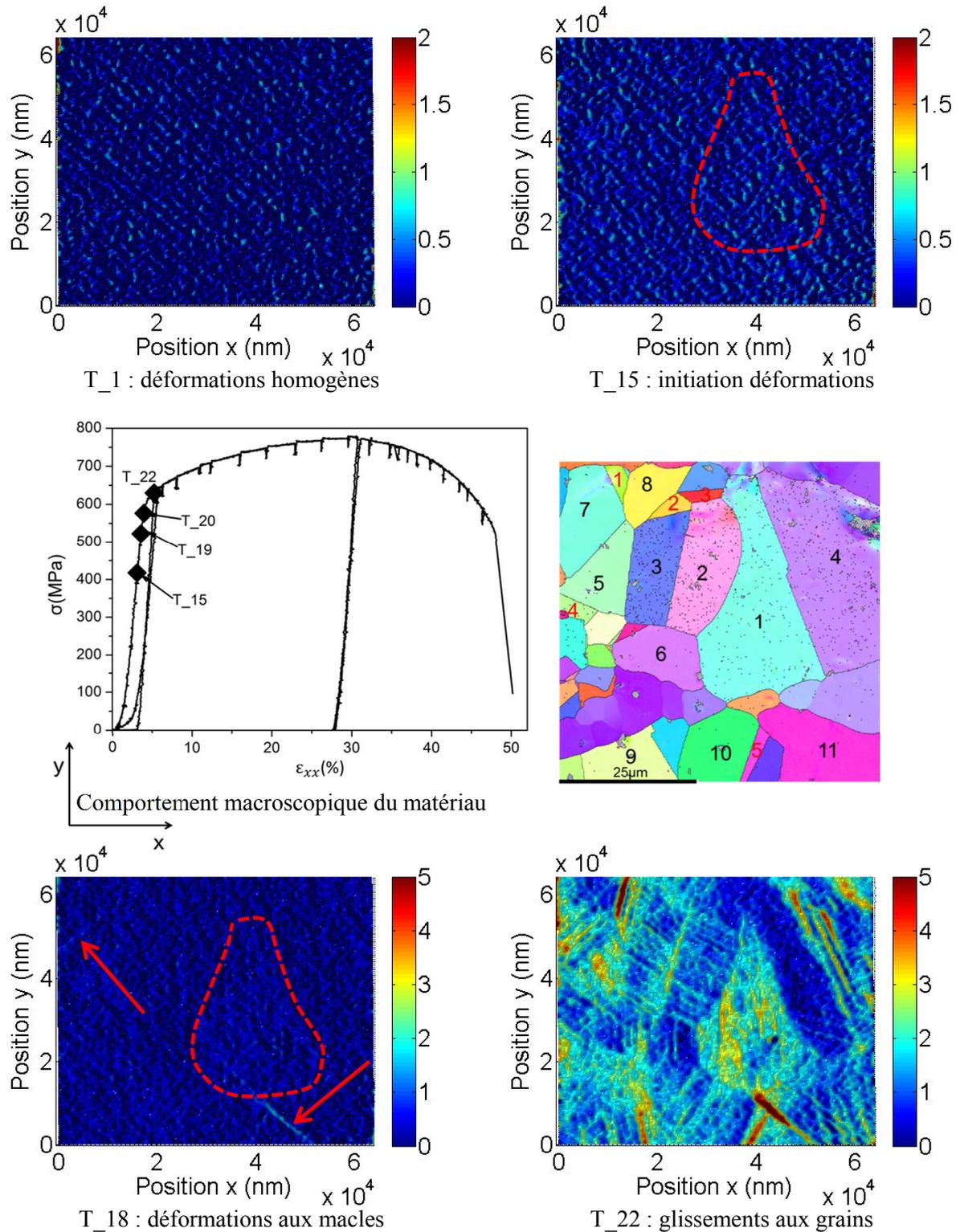


Figure 4.7 : cartes 2D de déformations ϵ_{xx} de la partie I de l'essai.

4.1.1.2. Déformations de la phase ferritique

La ferrite est la phase la plus dure ; les déformations y sont très faibles dans la première partie de l'essai. Pour pouvoir les apprécier, nous avons réduit davantage l'échelle de couleur et masqué la

phase austénitique. La Figure 4.8 présente les déformations de cette phase correspondante à la partie I de l'essai. Ce n'est qu'à partir de T_21 que l'on observe de très faibles déformations inférieures à 2% sur la partie gauche de la bande ferritique. Avant, ce niveau de chargement la déformation y est homogène et quasi nulle. C'est à partir de T_22 ($\sigma = 640$ MPa) que l'on observe des déformations entre 2 et 3% réparties aléatoirement sur cette phase.

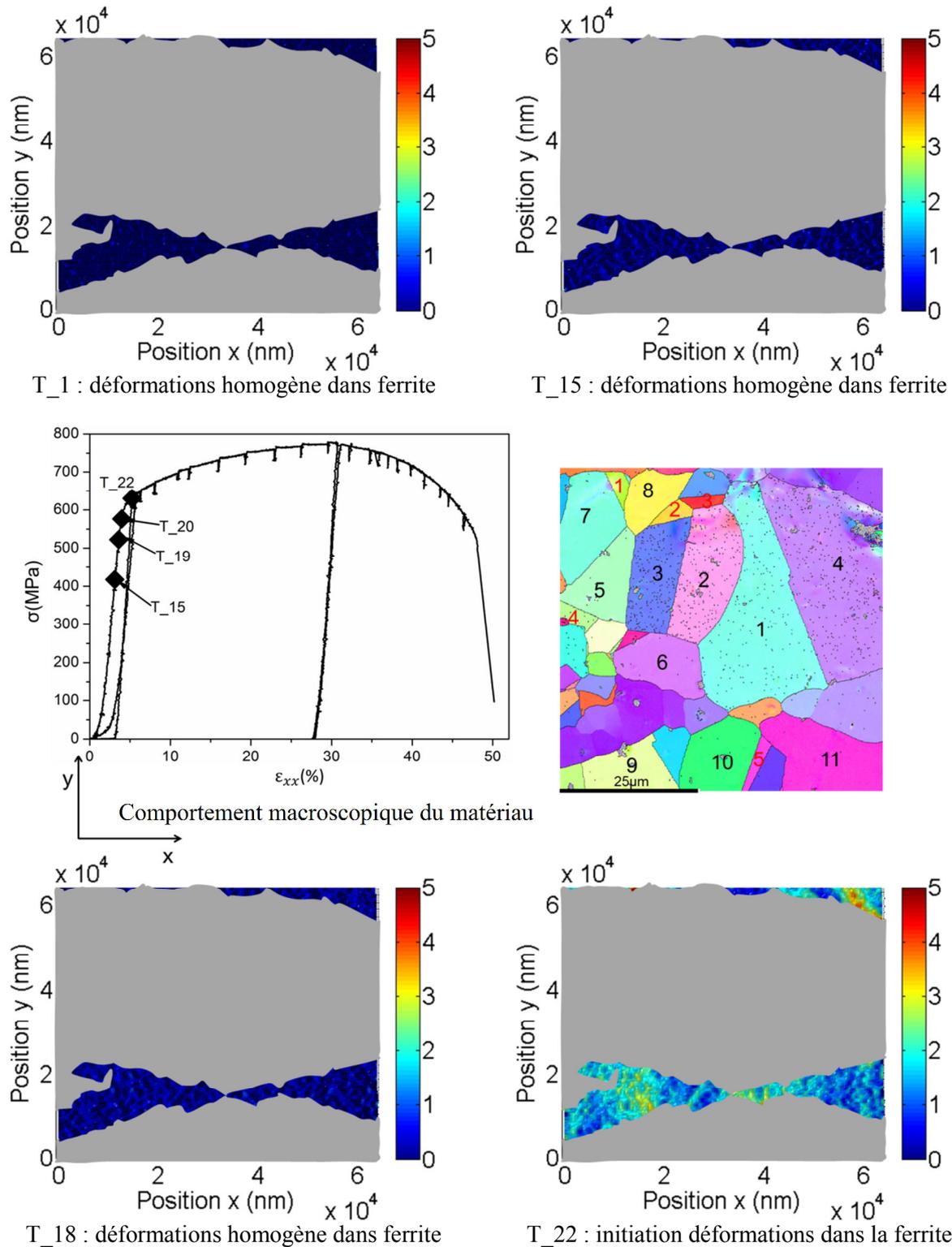


Figure 4.8 : zoom des déformations ε_{xx} de la phase ferritique partie I

4.1.2. Partie II de l'essai

Une fois la deuxième mesure cristallographique de la région du réseau effectuée, l'éprouvette a été contrainte jusqu'à un niveau de chargement proche de celui de T₂₂. Dans cette partie, on observe principalement la multiplication du glissement, l'augmentation de la portée des bandes et de la valeur des déformations et l'apparition d'hétérogénéités de déformations.

4.1.2.1. Déformations de la phase austénitique

Les cartographies de déformations de cette partie de l'essai sont regroupées sur la Figure 4.9. De T₂₃ à T₂₅, de nouvelles lignes de glissements apparaissent et s'ajoutent à celles existantes à l'intérieur de certains grains. Macroscopiquement, on enregistre un écrouissage qui est relativement similaire à celui d'un alliage austénite pur (Sinha et al. 2015). On pourrait dire que l'écrouissage observé est principalement issu de l'austénite. La valeur des déformations est proche de 10% au niveau des glissements pour le chargement T₂₅. Elle est presque deux fois plus importante que celle observée avant décharge. La moyenne des déformations en dehors des glissements est d'environ 5%. Le grain 4 présente des glissements de « grande portée » qui s'étendent le long de son diamètre. La large bande bleue à l'extrémité de ce grain, du côté du joint avec le grain 1, semble indiquer que l'apparition et l'élargissement des glissements créent une compression à ses extrémités. Ceci justifierait aussi l'autre bande fine bleue proche de la ligne courbe (joint de phase) (voir Figure 4.9).

En augmentant le chargement (T₂₆ et T₂₇), la population des glissements augmente localement au niveau de certains grains conjointement avec la déformation.

Au niveau de chargement T₂₈, l'intensité de la déformation locale augmente et les hétérogénéités de déformations apparaissent. Les déformations sont comprises entre 15% et 20% au niveau des glissements. Une ligne courbe apparaît à l'extrémité supérieure droite du grain 4 (voir Figure 4.9); elle possède une frontière avec le joint de phase. Au vue de sa géométrie, elle serait l'initiation de l'ouverture observée sur les cartographies MEB (voir Figure 4.4). Elle ne peut être assimilée à un glissement ou au prolongement du joint de phase, puisque sur les cartographies précédentes on définissait distinctement les limites du joint. Dans le grain 1 les glissements deviennent très épais, ils ont une largeur voisine du micromètre. Le joint entre les grains 2 et 3 montre des déformations proches de 12% concentrées dans sa partie centrale.

Des glissements doubles apparaissent à la surface du grain 2 à partir du niveau de chargement T₂₉, ils sont quasi parallèles au joint avec le grain 3 et traduisent l'activation d'un deuxième système de glissement à la surface de ce grain. Les flèches noires sur la cartographie T₃₁ de la Figure 4.9 indiquent les premiers glissements activés et les rouges, le second système activé. La valeur des déformations au niveau de ce dernier est autour de 15%, valeur proche de la déformation au joint avec le grain 3 et celle des glissements activés en premier est un peu plus faible. L'activation de ce deuxième système de glissement serait due aux contraintes exercées par le grain 1 qui possède plusieurs système de glissements à sa surface et le joint avec le grain 3 qui est très sollicité. Nous montrons ici à partir des cartographies de déformations, les traces des systèmes de glissements (primaires et/ou secondaires) qui sont activés localement au niveau de chaque grain. L'étude de ces systèmes est généralement basée sur les cartographies MEB et les données EBSD (El Bartali 2008). El Bartali a montré que plusieurs systèmes pouvaient être activés dans chacune des phases au cours d'un essai de fatigue d'un duplex forgé. Pour cela, il a corrélé les données EBSD de la surface avant la sollicitation aux traces de glissement observée sur les images MEB en fin d'essai. Nous montrons à

partir des cartographies 2D de déformations que plus d'un système de glissement est activé (cas de glissement doubles) au cours de l'essai.

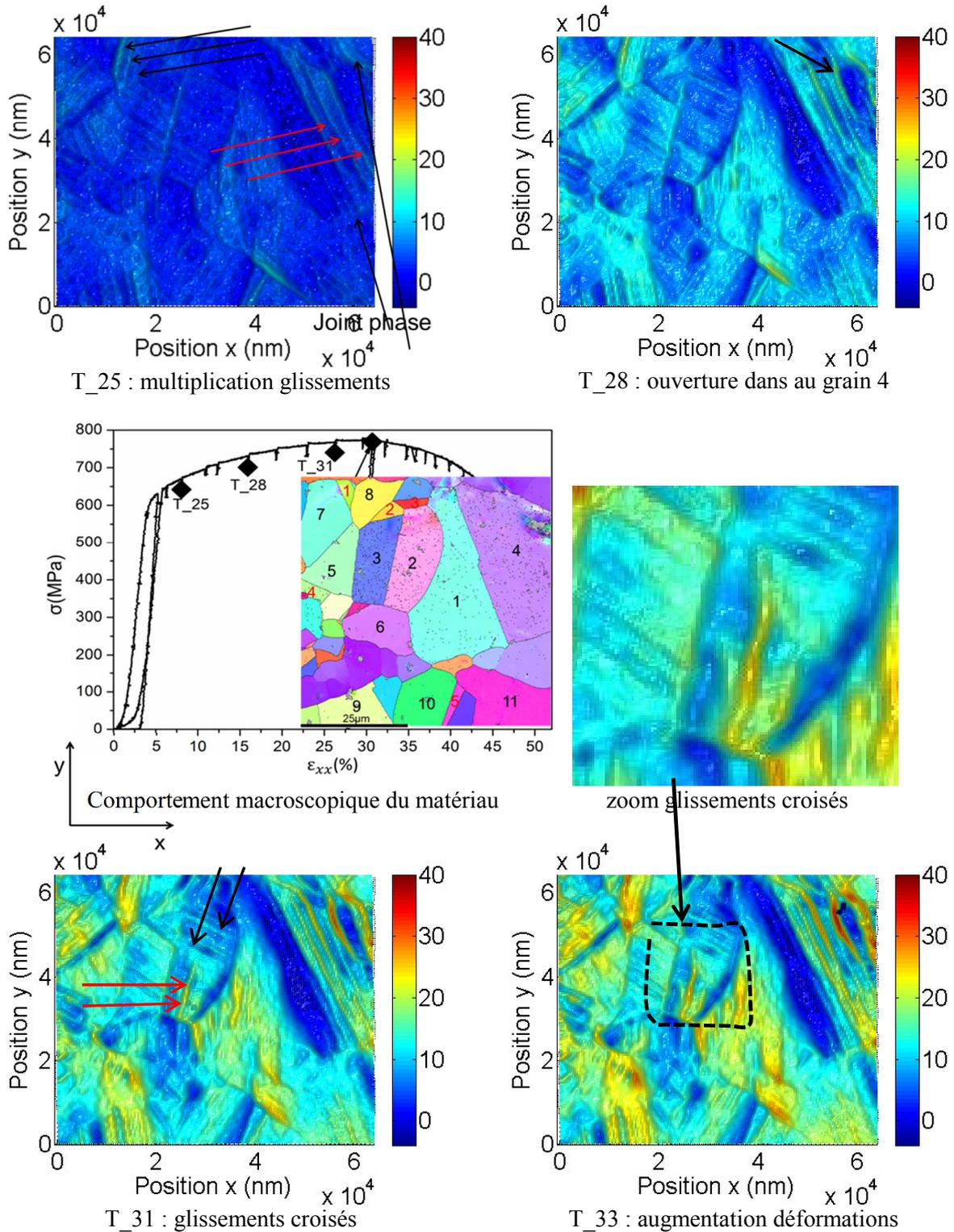


Figure 4.9 : cartographies 2D de déformations ϵ_{xx} de la partie II de l'essai.

La déformation augmente localement avec le chargement (T₃₀ à T₃₃), et on enregistre des déformations supérieures à 35% (T₃₃). Une autre ouverture apparaît (T₃₁) au grain 4. Elle se

manifeste par la ligne courbe adjacente de la première, dont l'intensité augmente progressivement. Les glissements doubles au grain 2 se propagent et gagnent en intensité.

4.1.2.2. Déformations de la ferrite

La déformation de la ferrite a été amorcée juste à la fin de la partie I de l'essai (T_21) avec des déformations réparties de manière aléatoires. La Figure 4.10 montre les évolutions des déformations de cette phase. L'intensité des déformations atteint des valeurs proches de 8% au niveau T_25. A partir de T_27, on peut distinguer les traces de glissements. Elles ne sont pas rectilignes comme l'on a observé dans la phase austénitique : elles ondulent. La nature de ces glissements ferritiques a été mentionnée dans la littérature (El Bartali 2008). Elles sont difficiles à analyser à cause de leur géométrie qui est due au glissement dévié. Dans la ferrite, de structure cristallographique cubique centrée, les dislocations peuvent glisser suivant trois plans : $\{110\}$, $\{112\}$ et $\{123\}$. Les directions de glissement appartiennent à la famille $\langle 111 \rangle$ pour l'ensemble des trois plans. On distingue alors 48 systèmes de glissement possible. De plus, il faut noter que les déformations de la ferrite restent faibles. Au vue de la multitude des systèmes susceptibles d'être activés et de leur géométrie, il est particulièrement difficile de les analyser.

Sur la cartographie T_28 (Figure 4.10), on peut voir sur la partie gauche de l'image plusieurs traces qui s'apparentent à des glissements. Il est tout de même difficile de trancher à cause de leur portée et de leur géométrie. Si ce sont véritablement des glissements, on peut alors dire qu'au moins deux systèmes sont activés.

L'intensité des déformations est proche de 15% sur les grains fortement déformés et 10% sur le reste de la surface. En augmentant le chargement (T_29), on observe clairement les glissements sur le grain de la partie droite. Les déformations sur la partie gauche et au joint de phase sur la partie supérieure droite atteignent les 20%. A T_33, les déformations augmentent davantage, elles dépassent les 20% sur la partie gauche, sur le petit grain au centre de la bande ferritique et sur la partie supérieure droite du réseau. La déformation est de 15% au grain de la partie droite de la bande ferritique.

Au-delà du niveau de chargement de T_29, la ferrite plastifie fortement, les valeurs de la déformation augmentent rapidement : de 15% à T_28 à plus de 20% à T_33. L'apparition du système de glissement croisé à la surface du grain 2 est visible au niveau T_29. C'est également autour de ce niveau de chargement qu'on enregistre une forte plastification de la ferrite. Dans la première partie de l'essai, on a noté également une multiplication rapide des glissements à la surface des grains d'austénites, ainsi que l'apparition des premières déformations de la ferrite. On peut alors dire que l'augmentation de la déformation dans la ferrite s'accompagne d'une forte déformation imposée dans l'austénite. Ceci pourrait se justifier par la différence de dureté des deux phases qui implique une déformation plus grande dans l'austénite, pour un même niveau de contrainte imposée.

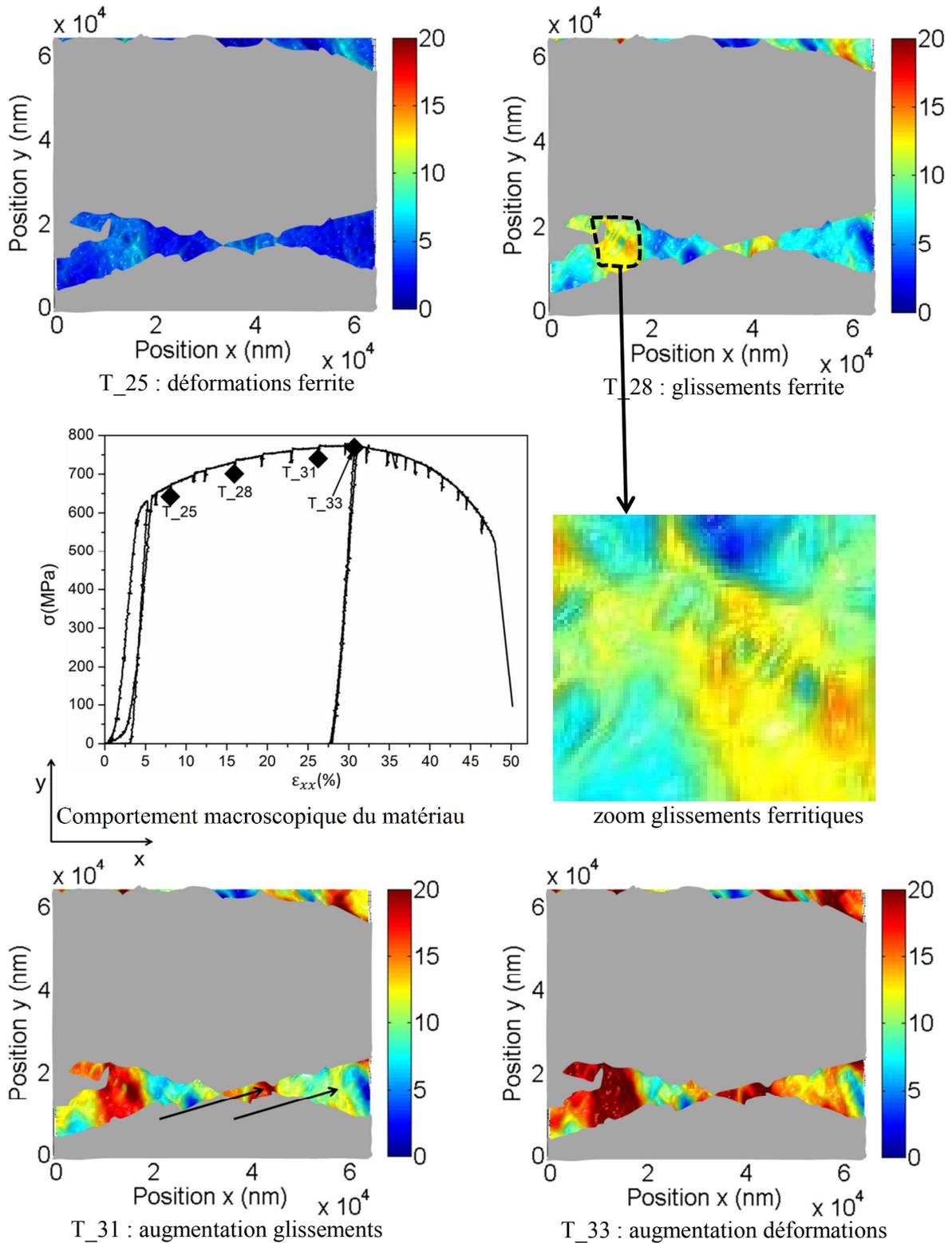


Figure 4.10 : zoom sur les déformations ϵ_{xx} de la phase ferritique de la partie II de l'essai.

4.1.3. Partie III de l'essai

Dans la partie III de l'essai, les déformations passent d'un grain à un autre à travers les joints via les glissements. La Figure 4.11 présente la cartographie de déformations du niveau T₃₆ appartenant à cette partie. Les déformations ne sont plus limitées à l'intérieur d'une phase, les grains sont fortement

allongés de manière à ce qu'on ne distingue plus leurs contours. Les déformations à certains glissements et macles de l'austénite sont supérieures à 40% de déformation au niveau de chargement T₃₆. La surface de certains grains présente des déformations proches de 30%, tout en sachant que les glissements à leur surface présentent des valeurs de déformations plus importantes.

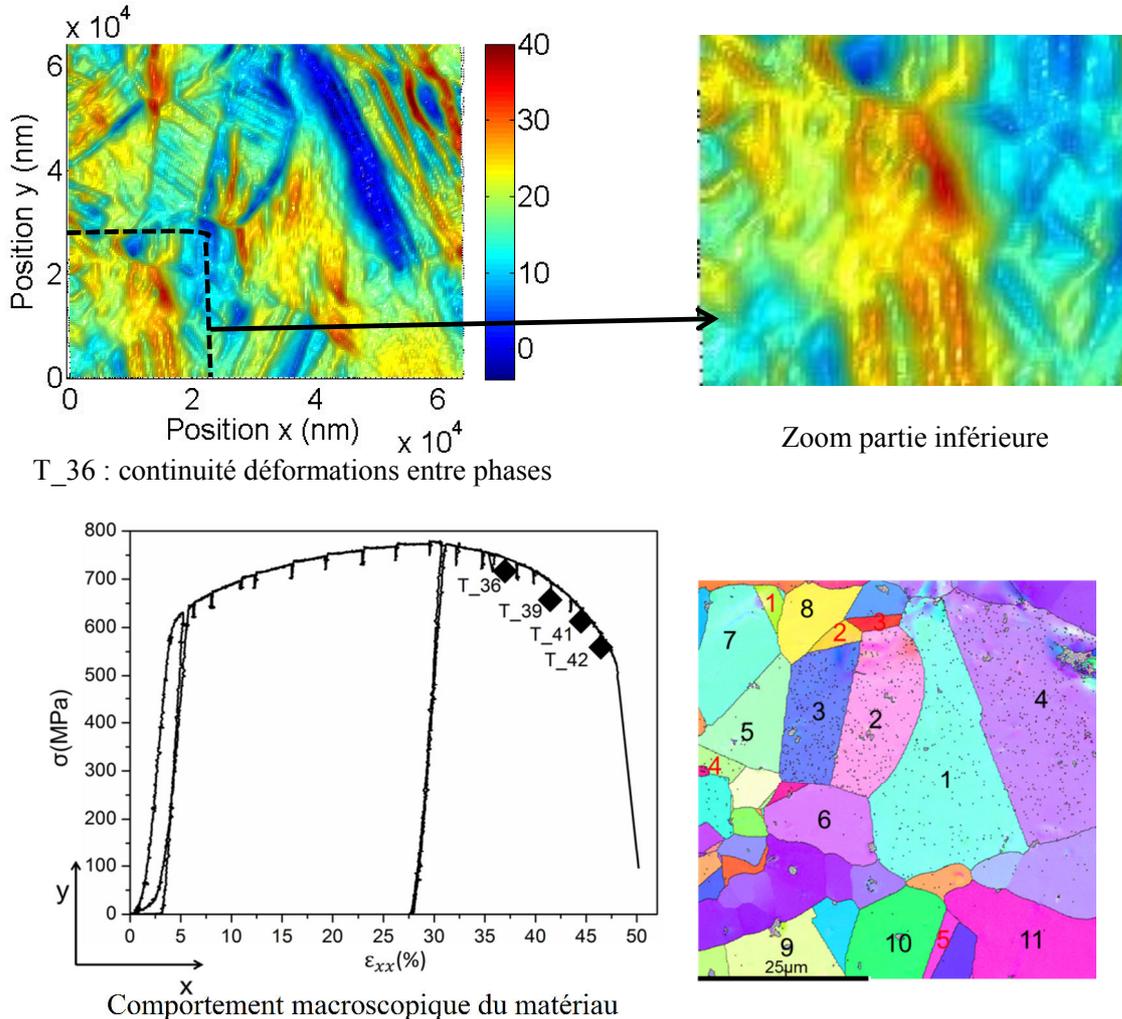


Figure 4.11 : cartes 2D de déformations ϵ_{xx} de la partie III.

4.2. Evolution du cisaillement

4.2.1. Partie I de l'essai

Les déformations ϵ_{xy} représentent le cisaillement calculé par la relation 2.8 du chapitre 2. Elles permettent de quantifier le cisaillement et donnent accès à la distorsion qui définit la variation locale de direction de la microstructure induite par les déformations. Elle est traduite qualitativement par les courbures de lignes sur les images MEB de la section 2 de ce chapitre. Les distorsions expriment les variations d'angles soit par rapport à la direction de sollicitation soit, par rapport à la direction transverse. Similairement à ϵ_{xx} , on note deux évolutions dans les déformations ϵ_{xy} de la partie I de l'essai.

4.2.1.1. Déformations de la phase austénitique

Les cartographies correspondantes à la Partie I de l'essai sont regroupées sur la Figure 4.12. Dans la première phase (T_1 à T_17), les déformations sont très faibles entre -0,5% et 0,5 %.

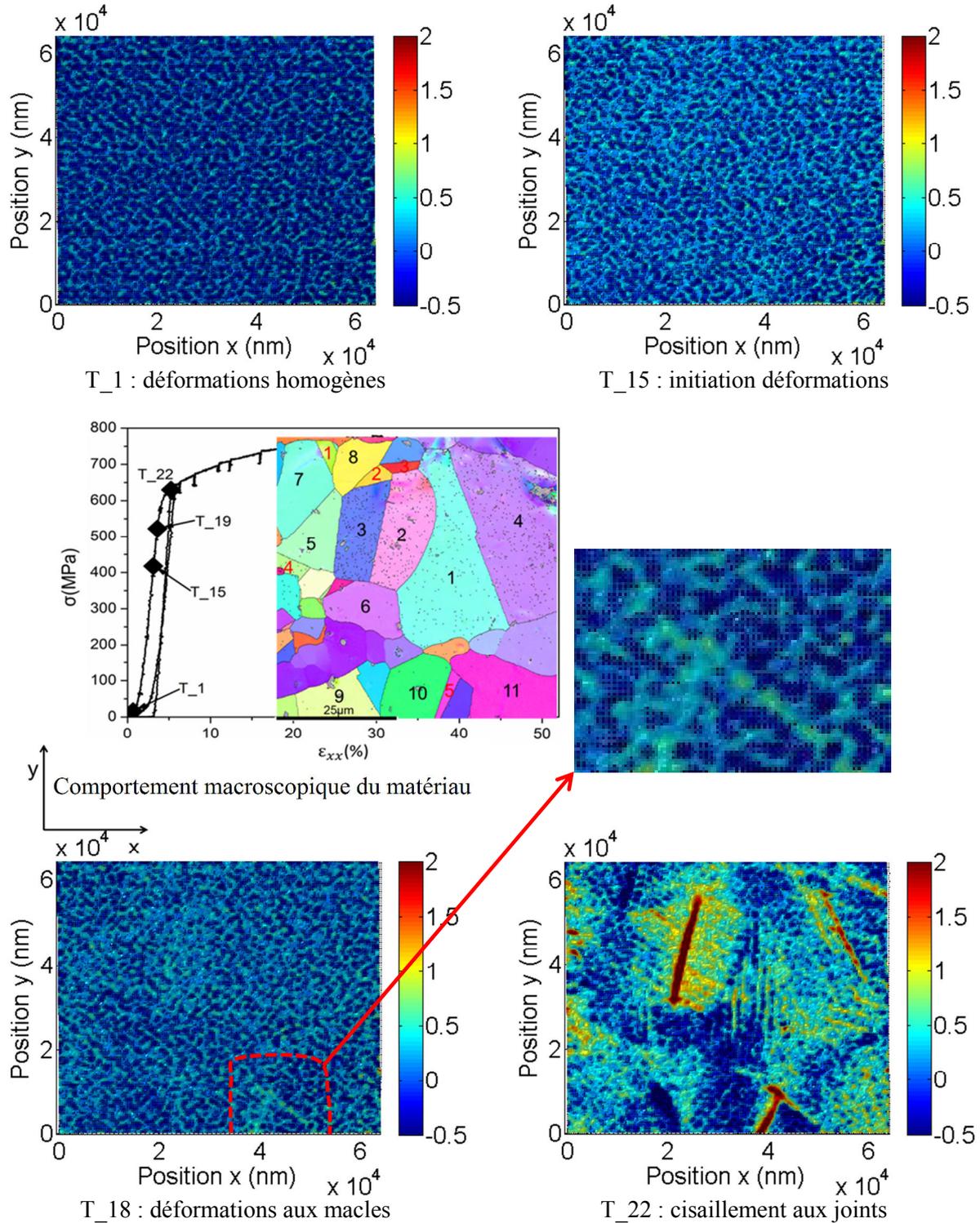


Figure 4.12 : cartes 2D de déformations ϵ_{xy} de la partie I de l'essai.

Dans la deuxième phase, on note un début de concentration des déformations qui est visible à partir du niveau T_18. On observe également l'initiation des glissements à ce niveau. Les traces

visibles de glissement sont initiées aux voisinages de la macle 5. Par contre, la concentration ne s'effectue pas à la surface du « gros grain » (grain 1) mais c'est à la surface des deux grains qui lui sont adjacents (grain 2 et grain 3) qu'on l'observe. Ceci montre que le cisaillement à la surface du grain 1 est faible, tandis que les grains 2 et 3 commencent à tourner localement. Avec le chargement (T_19 et T_20), on n'observe pas d'apparition de nouveaux glissements, juste une faible augmentation des déformations sur l'ensemble du réseau.

L'intensité des déformations augmentent notamment aux grains 2 et 3 et aux glissements. En augmentant le chargement (T_22), les glissements au grain 1 deviennent visibles et leur portée est grande (30 – 40 μ m). On observe quelques nouveaux glissements et la courbe matérialisant le joint de phase sur la partie supérieure droite de l'image (voir Figure 4.12). L'intensité des déformations au joint des grains 2 et 3 augmente de 2% à 4%.

De manière globale, les glissements sont très peu nombreux comparé à ceux observés sur les cartes de déformation ε_{xx} et les déformations sont très localisées à quelques grains (grains 2 et 3) et joints de grains. On peut alors dire que très peu de grains subissent le cisaillement et qu'il est localisé à quelques macles ayant une orientation spécifique et à quelques joints de grains dans cette première partie de l'essai.

4.2.1.2. Déformation de la phase ferritique

La Figure 4.13 regroupe les cartographies de déformation ε_{xy} permettant de montrer l'évolution des déformations au niveau de la bande ferritique. On n'observe presque pas de cisaillement dans la ferrite. Ce n'est qu'à partir du niveau de chargement T_22 qu'on observe de faibles déformations autour de 1% sur la partie gauche du réseau, sur le petit grain du centre du réseau et à l'extrémité droite du réseau. Il faut noter que ces déformations sont réparties de manière presque homogène. On peut donc dire que sur la première partie de l'essai que la phase ferritique est quasi exempte de cisaillement. Les valeurs de déformations enregistrées à la fin de cette partie sont très faibles et ne dépassent pas localement les 2%. Ce qui traduit le fait que la ferrite amorce juste sa déformation à ce niveau de chargement.

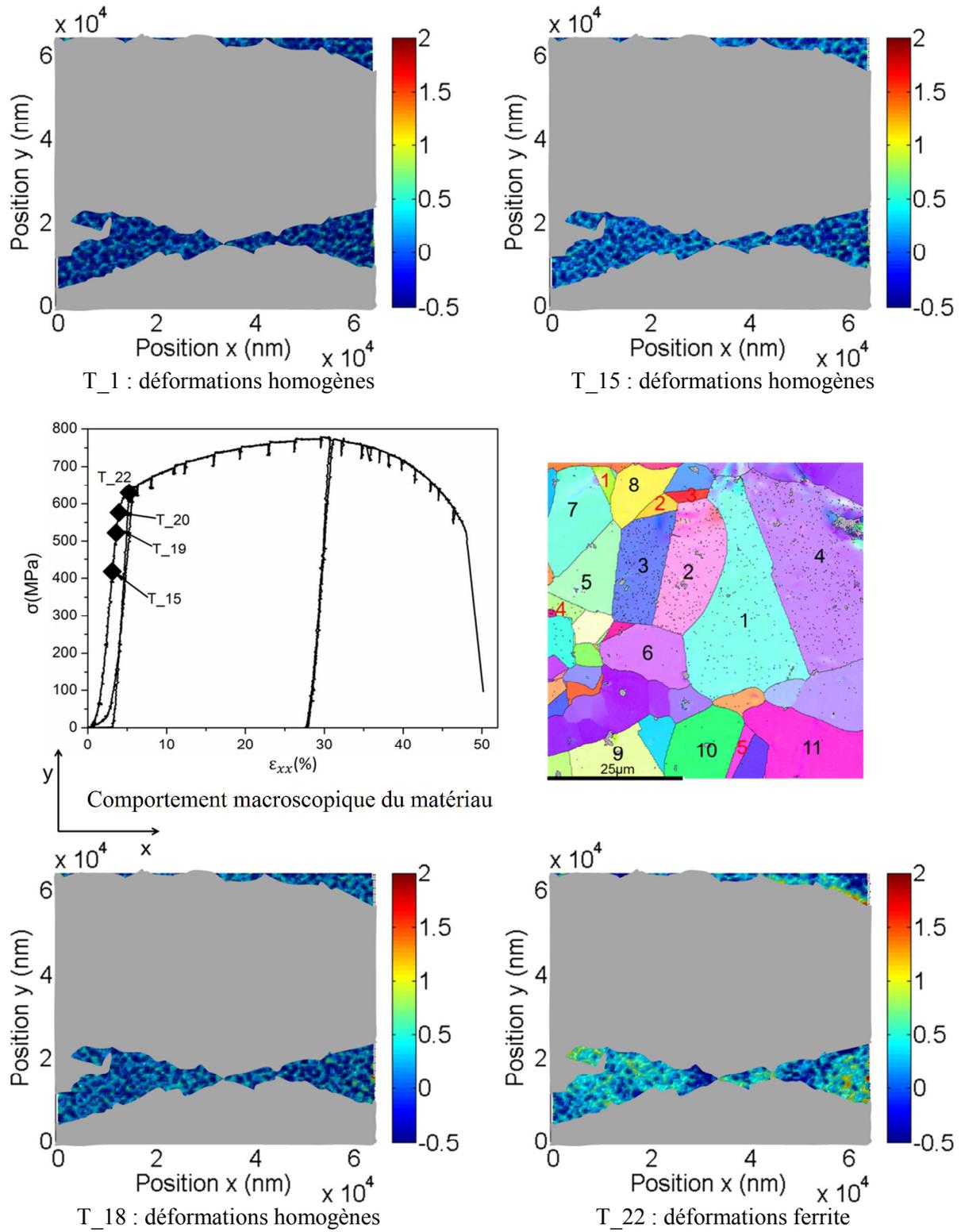
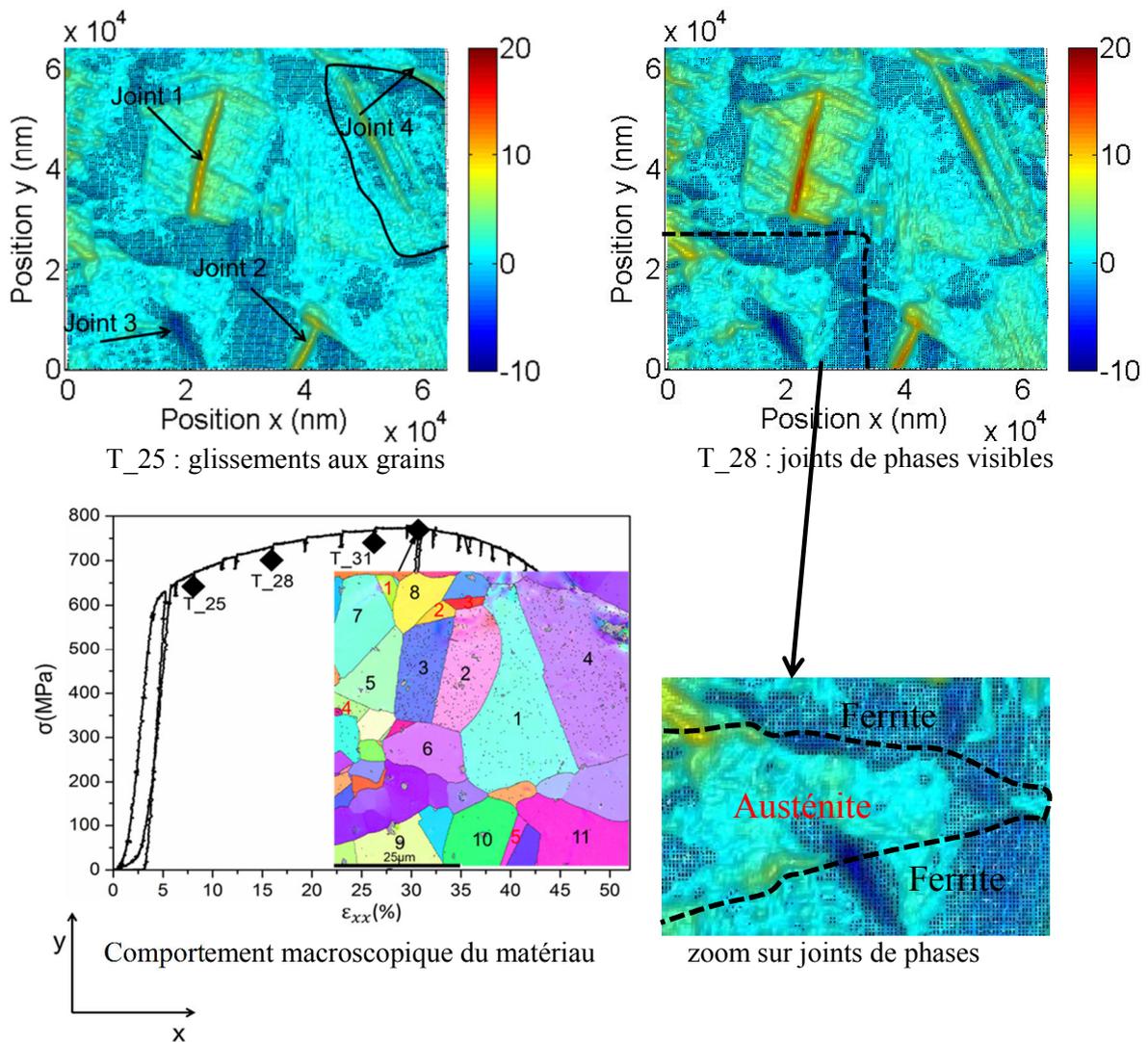


Figure 4.13 : cartes 2D de déformations ϵ_{xy} de la partie I, zoom sur la ferrite.

4.2.2. Partie II de l'essai

4.2.2.1. Déformation dans l'austénite

La deuxième partie de l'essai correspond macroscopiquement au domaine plastique. Les cartographies 2D de déformations sont regroupées dans la Figure 4.14. Avec le chargement (T_23 à T_26), les déformations augmentent localement aux grains 2 et 3, à leur joint commun (joint 1) et aux joints croisés de la partie inférieure du réseau (joint 2). Les contours du grain 4 sont nettement distinguables ainsi que quelques glissements à sa surface. La valeur des déformations au niveau T_25 est autour de 5% aux grains 2 et 3 et au joint du grain 4 (qu'on appellera joint 4) et autour de 10% aux joints 1 et 2. Au niveau du joint 3, la valeur de la déformation est négative et proche de -4%.



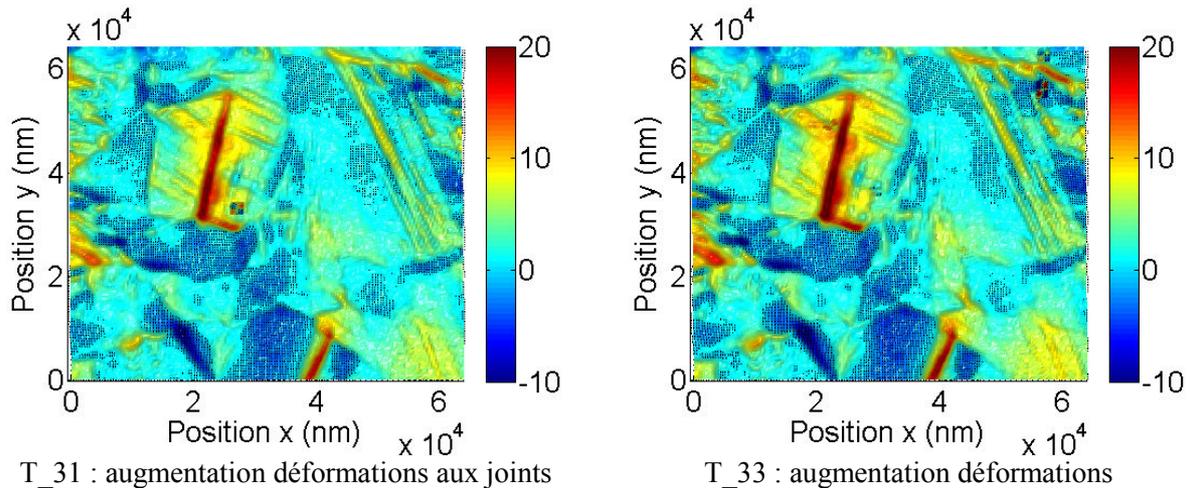


Figure 4.14 : cartes 2D de déformations ε_{xy} de la partie II de l'essai.

Le reste de la surface, y compris le grain 1, présente des déformations faibles comprises entre -3% et 3%. On peut dire que la rotation des grains 2 et 3 augmente et que celle du grain 4 s'amorce mais reste faible. Cependant, les mouvements aux joints 1 et 2 deviennent plus importants.

Au niveau du chargement T_28, les joints de phases deviennent distinguables sur la cartographie de déformations (voir Figure 4.14) : le cisaillement y est quasi nul. Lorsque le chargement augmente (de T_28 à T_30), la déformation augmente à la base du grain 1. Les contours du grain 6, qui se trouve entre les grains 2 et 3 et la phase ferritique sont nettement visibles avec des déformations négatives proches de -5%. Par contre, les déformations du grain austénite du coin inférieure droit du réseau (grain 11) augmentent ainsi que les glissements à sa surface. La sollicitation augmente au joint 1 (supérieure à 15%) et le joint inférieur du grain 2 présente aussi une valeur de déformation élevée (autour de 12%). Ceci traduit une forte activité au point triple qu'ils constituent et qui pourrait être expliquée par le cisaillement important aux grains 1 et 2 et au joint 1. La valeur des déformations est supérieure à 15% au joint 2 et inférieure à -5% au joint 3. Dans les grains 2 et 3, elle est autour de 10%. Le mouvement du grain 6 serait fortement influencé par son voisinage (les grains 1, 2 et 3 et la phase ferritique), il subit alors : une elongation et une compression. Lorsque la sollicitation macroscopique augmente, localement les déformations s'accroissent aux joints 1, 2 et 3 et aux joints du grain 4, aux grains 1 et 2 et au point triple entre les grains 1, 2 et 5.

Au niveau de chargement T_33, on enregistre une valeur des déformations supérieure à 35% aux joints 1 et 2 et inférieure à -20% au joint 3 et proche de 20% aux grains 2 et 3.

4.2.2.2. Déformations dans la phase ferritique

Dans la ferrite, les déformations augmentent très faiblement en intensité (voir Figure 4.15). Une trace de glissement est visible à partir du niveau de déformations T_28. Elle est très épaisse et la valeur des déformations y est autour de 3%. On distingue très peu de zones déformées, les déformations y sont inférieures à 2% et ailleurs elles sont nulles.

Avec le chargement (T_33), la déformation augmente au niveau de la bande de glissement, elle atteint les 6%. Ailleurs, elle est proche de 4% ou nulle. Cependant, on constate que les joints de phases sont fortement sollicités et présentent une forte accumulation de déformation.

De manière globale, on peut dire que le cisaillement est très localisé à quelques grains et que ceux qui y contribuent ont leurs joints fortement sollicités et éventuellement leur point triple. Ces grains appartiennent à la phase austénitique. Et, les déformations ferritiques sont localisées à quelques grains.

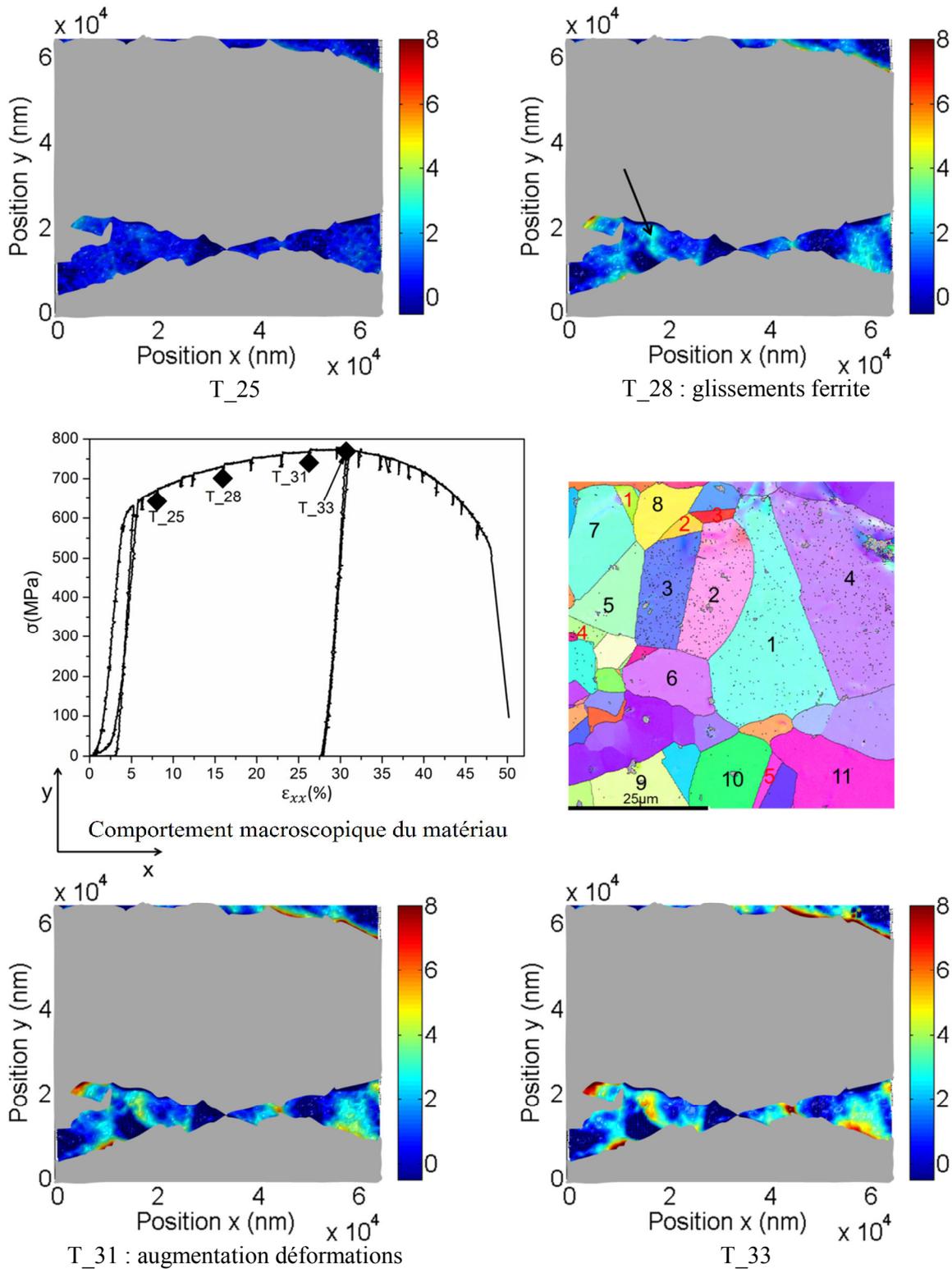


Figure 4.15 : cartes 2D de déformations ϵ_{xy} de la partie II, zoom sur la ferrite.

4.2.3. Partie III de l'essai

Dans cette partie de l'essai le cisaillement augmente spécifiquement aux joints 1, 2, 3 et 4 et aux grains 2 et 3. Il dépasse les 20% aux joints 1, 2 et 4, tandis qu'au joint 3 il dépasse -10%. Hors mis les grains 2 et 3 qui présentent des déformations proches de 10% et le grain 6 des déformations autour de -5%, le reste des grains présente des déformations très faibles. Il en est de même de la phase ferritique.

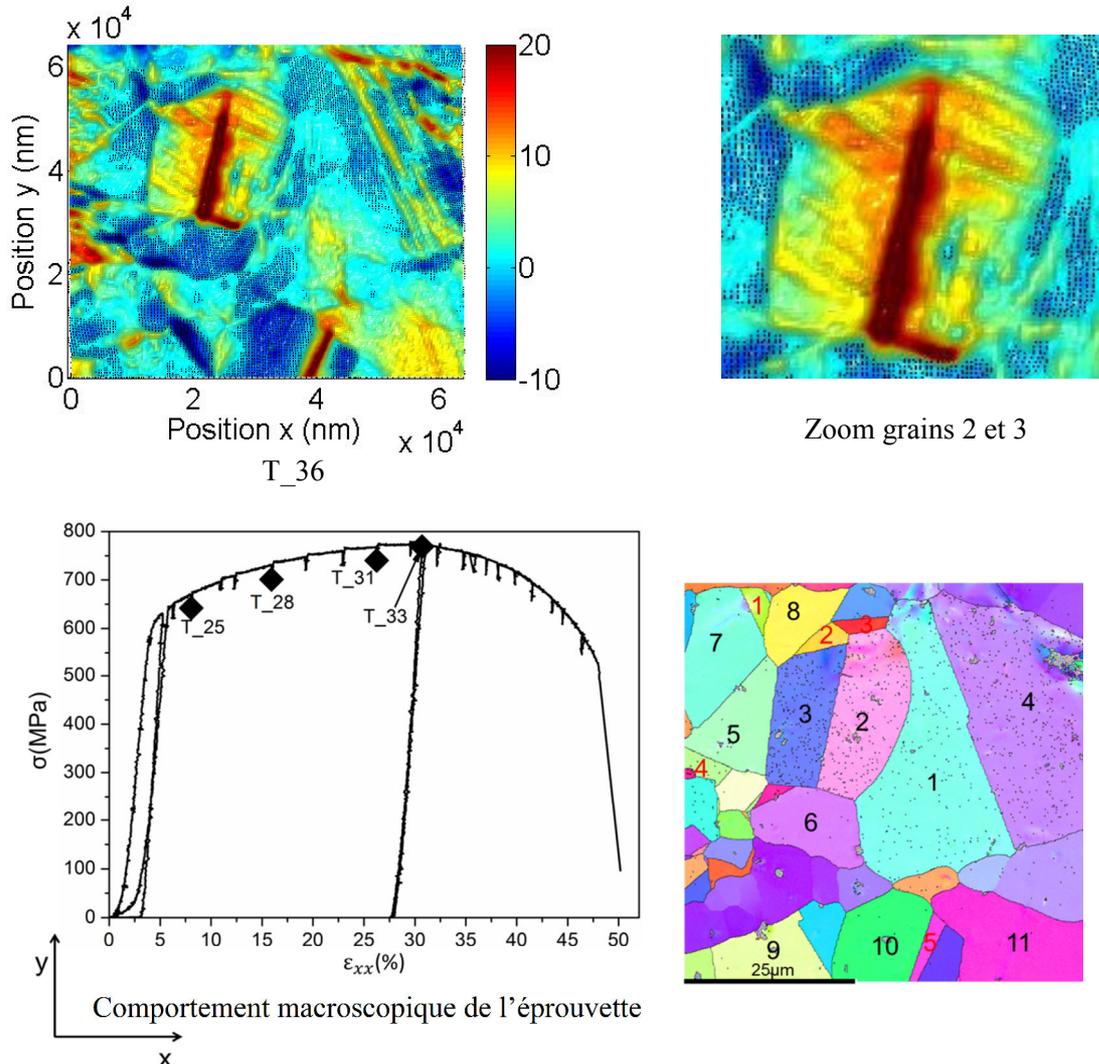


Figure 4.16 : cartes 2D de déformations ε_{xy} de la partie III.

4.3. Suivi des déformations dans la direction transverse

Les déformations ε_{yy} permettent de quantifier les déplacements des NPs dans la direction perpendiculaire à la direction de traction. Au cours d'un essai de traction uniaxiale, la force appliquée est reliée à la contrainte via la section initiale du matériau (voir relation 2.11 du chapitre 2). Pendant la déformation, le matériau s'allonge dans la direction de sollicitation et se rétrécit dans la direction transverse. Le coefficient de Poisson exprime la variation macroscopique de section au cours d'un chargement mécanique dans le domaine élastique. Dans cette section, nous allons quantifier les déformations locales dans la direction transverse via la composante ε_{yy} du tenseur de déformation.

4.3.1. Partie I de l'essai

4.3.1.1. Déformation dans la phase austénitique

Les cartographies de déformation de la première partie de l'essai sont regroupées sur la Figure 4.17. Comme pour les autres composantes du tenseur de déformations, de T_1 à T_17, la valeur des déformations est quasi nulle, on n'observe aucun début de concentration de déformations.

Au niveau de chargement T_18, on observe les premiers glissements sur la partie inférieure du réseau (au voisinage de la macle 5). Les déformations sont négatives aux niveaux des traces de déformations. Leur valeur est autour de -1% et reste inférieure à 1% sur le reste du réseau. Lorsque le chargement augmente (T_19 à T_21), de nouvelles traces de déformations sont visibles.

A T_22, on distingue plusieurs traces de déformations. Il faut noter que ces traces coïncident avec les joints de grains ou de macles. Certaines traces présentent des déformations dont la valeur est négative tandis que d'autres ont des déformations positives (flèches sur T_22 de la Figure 4.17). Les glissements ne sont pas visibles à la surface des grains sur les cartographies de déformations de cette partie. Les contours de la plupart des grains sont distinguables à ce niveau de chargement du fait des mouvements aux joints. Sur la surface des grains, les déformations sont autour de 1%. Comme les traces de déformations correspondent aux joints de grains ou macles et qu'aucun glissement n'est visible à la surface des grains, on peut dire que les déformations ε_{yy} sont concentrées principalement aux joints.

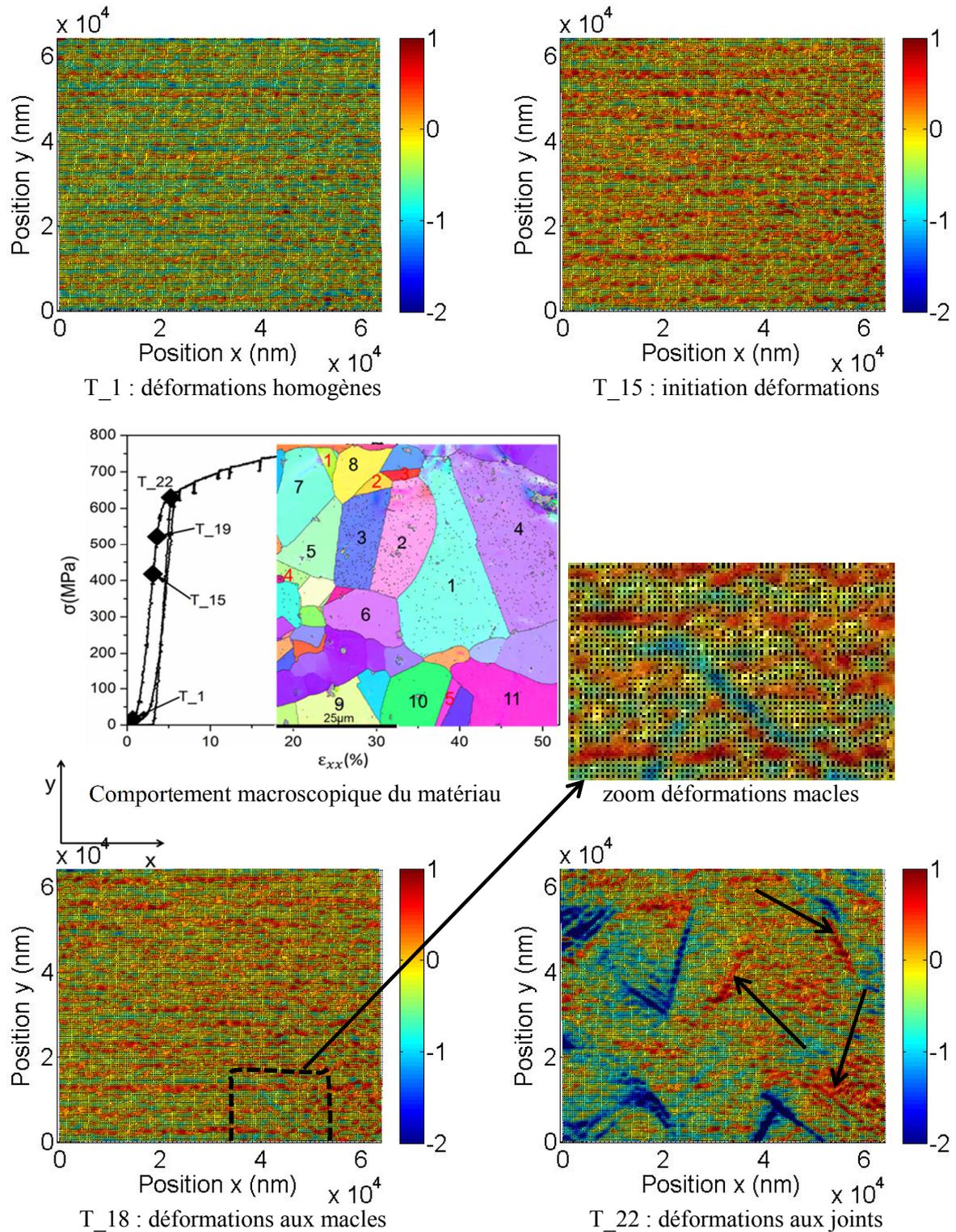


Figure 4.17 : cartes 2D de déformations ϵ_{yy} de la partie I de l'essai

4.3.1.2. Déformation dans la phase ferritique

La déformation ε_{yy} augmente très faiblement dans la bande ferritique entre les niveaux T_1 et T_22 (voir Figure 4.18). C'est à partir de T_22, qu'un joint d'un sous grain de la partie droite de la bande ferritique présente des déformations autour de -2%. Les déformations autour de 1% sont réparties toujours de manière aléatoire sur la partie droite du réseau.

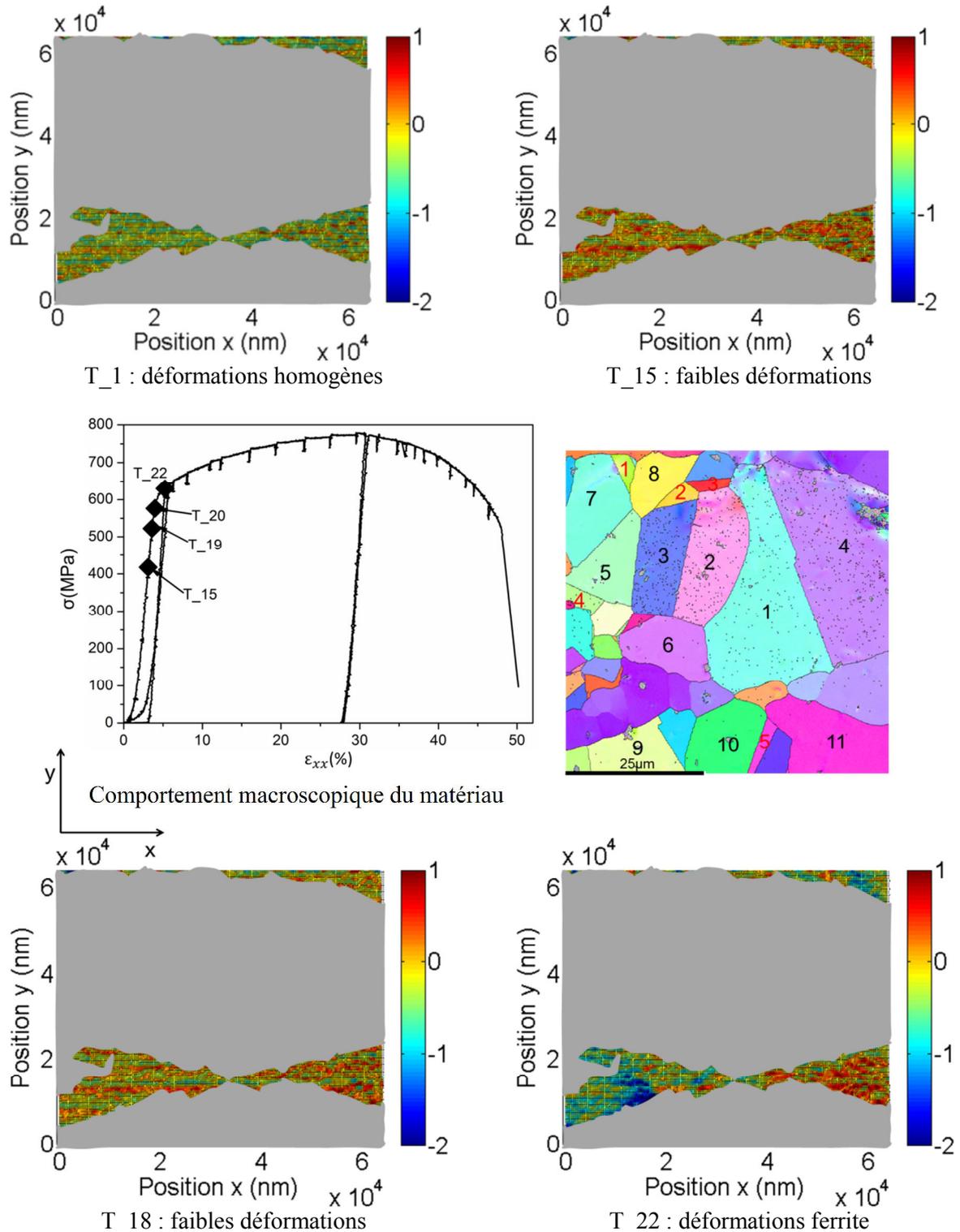


Figure 4.18 : cartes 2D de déformations ε_{yy} de la partie I de l'essai, zoom sur la ferrite

De manière globale, la bande ferritique subit des déformations faibles dans la première partie de l'essai. La déformation est accommodée par la phase austénitique qui a commencé à plastifier entre T₁₇ et T₁₈. On note juste l'entrée en plasticité de la ferrite à la fin de la partie I de l'essai entre T₂₁ et T₂₂.

4.3.2. Partie II de l'essai

4.3.2.1. Déformation de la phase austénitique

Les cartes de déformations relatives à cette partie sont regroupées sur la Figure 4.19. Les déformations restent globalement faibles à la surface des grains entre -2% et 1% (T₂₃ à T₂₅). Elles sont plus grandes aux joints de grains et leur intensité augmente avec le chargement. On note des valeurs négatives entre -8% et -6% et positives autour de 2% (T₂₅). De ce fait les contours des différents grains deviennent de mieux en mieux distinguables, bien que la déformation soit accommodée par les systèmes de glissements faciles dans les grains austénite (multiplication des glissements dans l'austénite observée en début de partie II sur les déformations ε_{xx}), les joints de grains eux aussi se déforment considérablement. Ce sont les joints présentant un angle par rapport à la direction de traction qui se déforment le plus. Nous avons montré le rôle de l'orientation des joints de grains dans leur mécanisme de déformation (voir chapitre 2). Les joints inclinés par rapport à la direction de sollicitation présentent une contribution importante de cisaillement dans leur déformation (Maurer et al. 2015). Ils sont davantage visibles sur les cartes de déformations ε_{xy} et ε_{yy} , comparés aux joints quasi perpendiculaires à la direction de sollicitation qui présentent très peu de cisaillement. Certains glissements du grain 4 sont visibles mais leur portée est encore faible. Le grain 7 présente des déformations autour de -6%, il tourne et est allongé dans la direction de sollicitation, ce qui explique sa compression importante. Sur la partie supérieure du grain 3, on observe un amas dont la valeur des déformations est autour de 3%. Cet amas correspond à la déformation de la macule 1.

Lorsque le chargement augmente, la valeur des déformations augmente aux joints de grains, elle s'accompagne de la visibilité des traces des joints de phases. La valeur des déformations aux joints de phases est faible comparée à celle des joints de grains dans la phase austénitique. On peut ainsi dire que le mouvement aux joints de phases est initié après les phénomènes de plasticité tels que l'accumulation des glissements dans les grains et les déformations aux joints de grains d'austénite.

La déformation augmente aux différents joints (phases et grains), les valeurs négatives atteignent les -20% et les positives sont proches des 5% (T₂₈). Les glissements aux grains 4 présentent une grande portée. Le reste de la surface du grain 4 présente une déformation quasi nulle tandis qu'aux grains 3 et 4, les déformations sont autour de 5% et au grain 7, elles sont plus grandes que -15% (en absolue). Avec le chargement (T₂₉ à T₃₃), l'intensité des déformations continue d'augmenter aux joints de grains et aux joints de phases. À T₃₃ par exemple, on enregistre des déformations négatives supérieures à -35%, et positives proches de 10%. Les déformations à la surface des grains ont la même tendance que précédemment: grain 1 autour de 0, grain 2 et 3 autour de 10% et grain 7 autour de -25%.

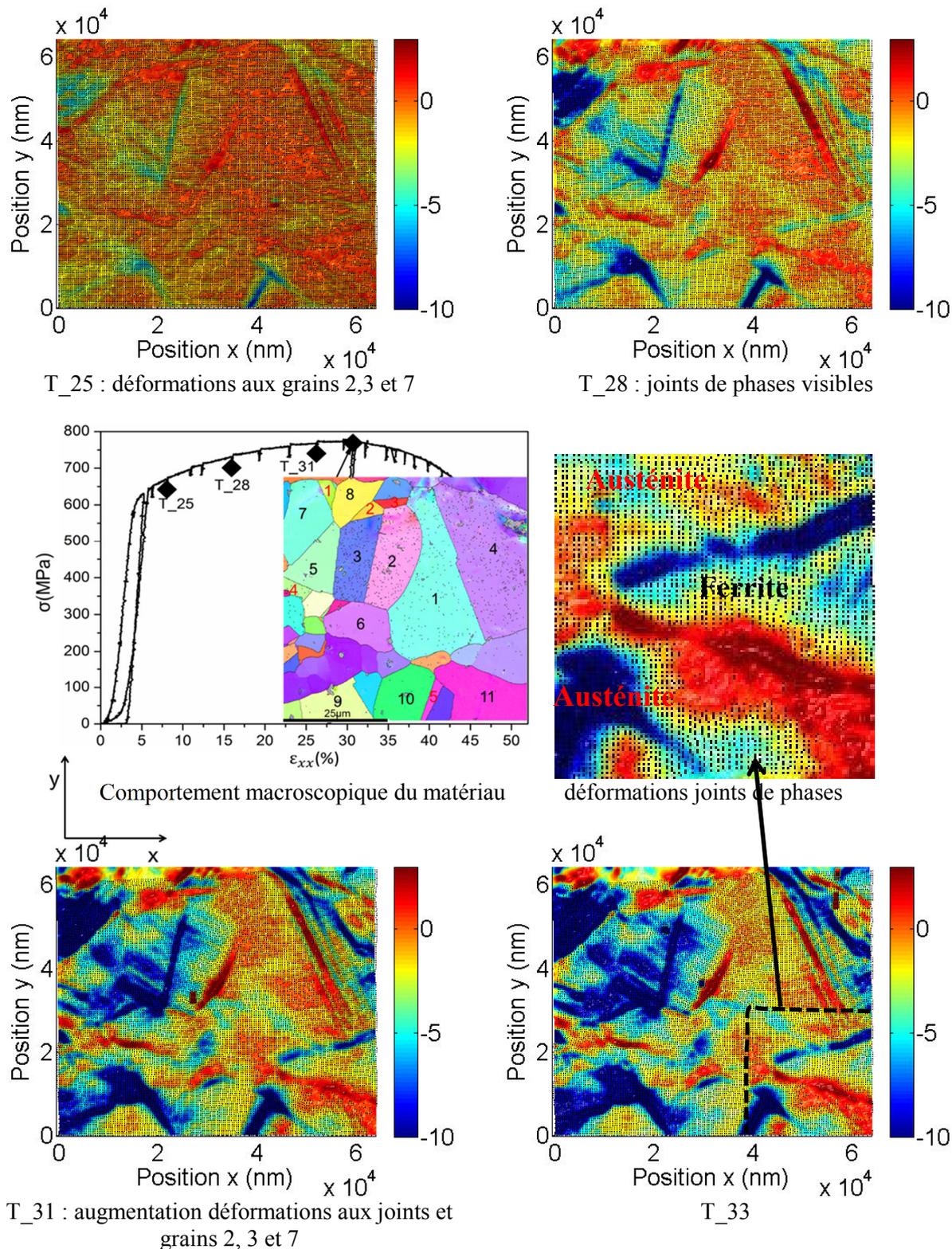


Figure 4.19 : cartes 2D de déformations ϵ_{yy} de la partie II de l'essai.

4.3.2.2. Déformation de la phase ferritique

Dans cette partie, on enregistre principalement la déformation du grain de la partie gauche de la bande ferritique appelé « grain 1α ». Les déformations restent faibles sur la partie droite. On peut également observer une forte concentration de la sollicitation au niveau des joints de phases. Les

cartographies illustrant la déformation de la ferrite pour cette partie de l'essai sont réunies sur la Figure 4.20. Hors mis le grain 1α , dont la déformation augmente progressivement avec la sollicitation, la déformation du reste de la bande demeure entre -2 et 2%. A T₃₃, la déformation du grain 1α est largement supérieure à 10% en valeur absolue. Ceci pourrait exprimer le fait que la ferrite est encore peu sensible aux réorientations locales des cristallites.

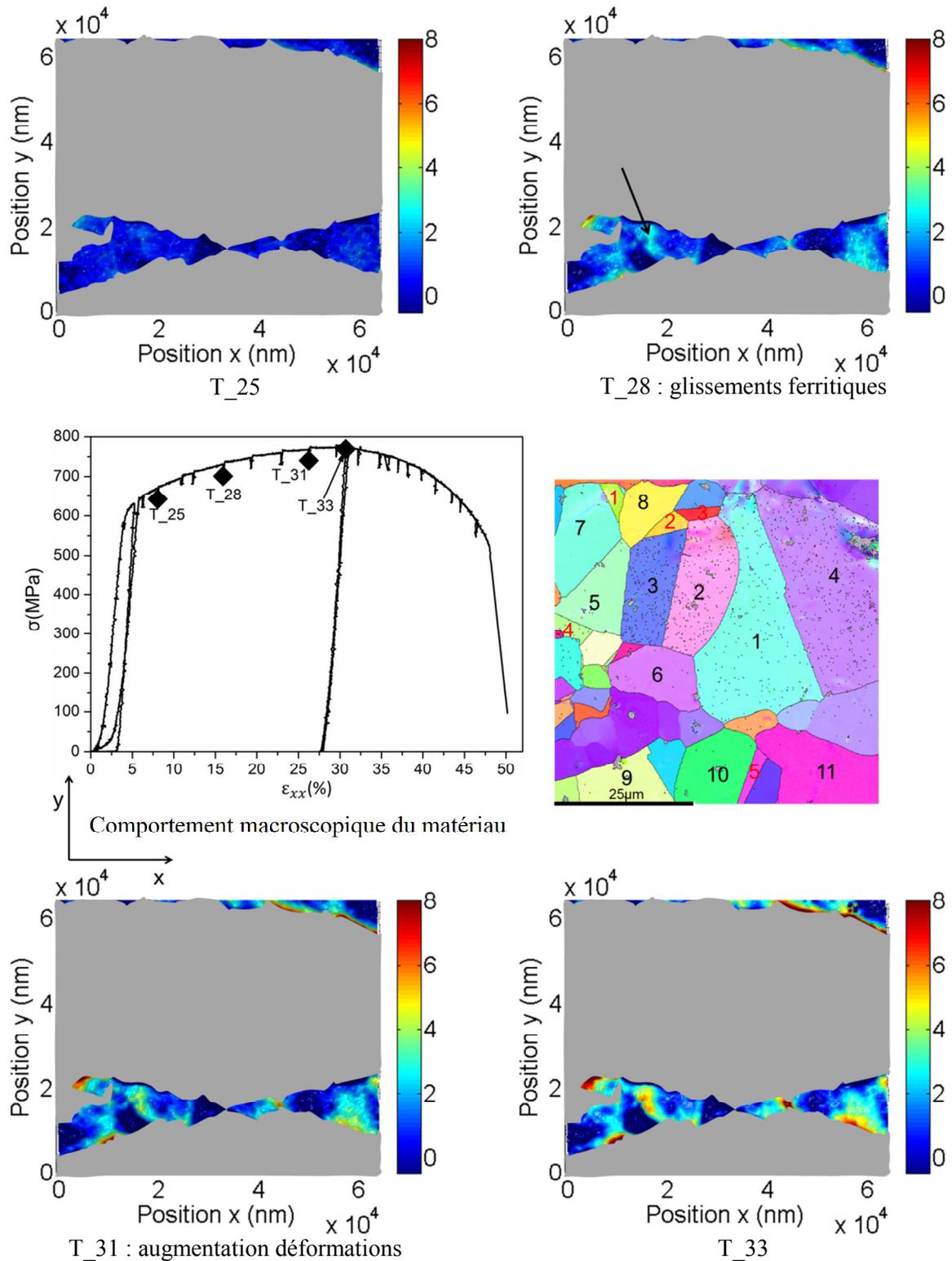


Figure 4.20 : cartes 2D de déformations ϵ_{yy} de la partie II de l'essai, zoom sur la ferrite

4.3.3. Partie III de l'essai de traction

La partie III commence après la dernière mesure EBSD et se termine à la rupture de l'éprouvette. Elle comporte la striction. Bien que la rupture se fasse à environ 3 mm du réseau, localement on enregistre des hétérogénéités de déformations plastiques importantes. Les déformations transverses augmentent localement aux grains 7, 3 et 2 et au joint de phase proche du grain 9, les grains austénitiques partageant ce joint ont leur extrémité fortement déformée.

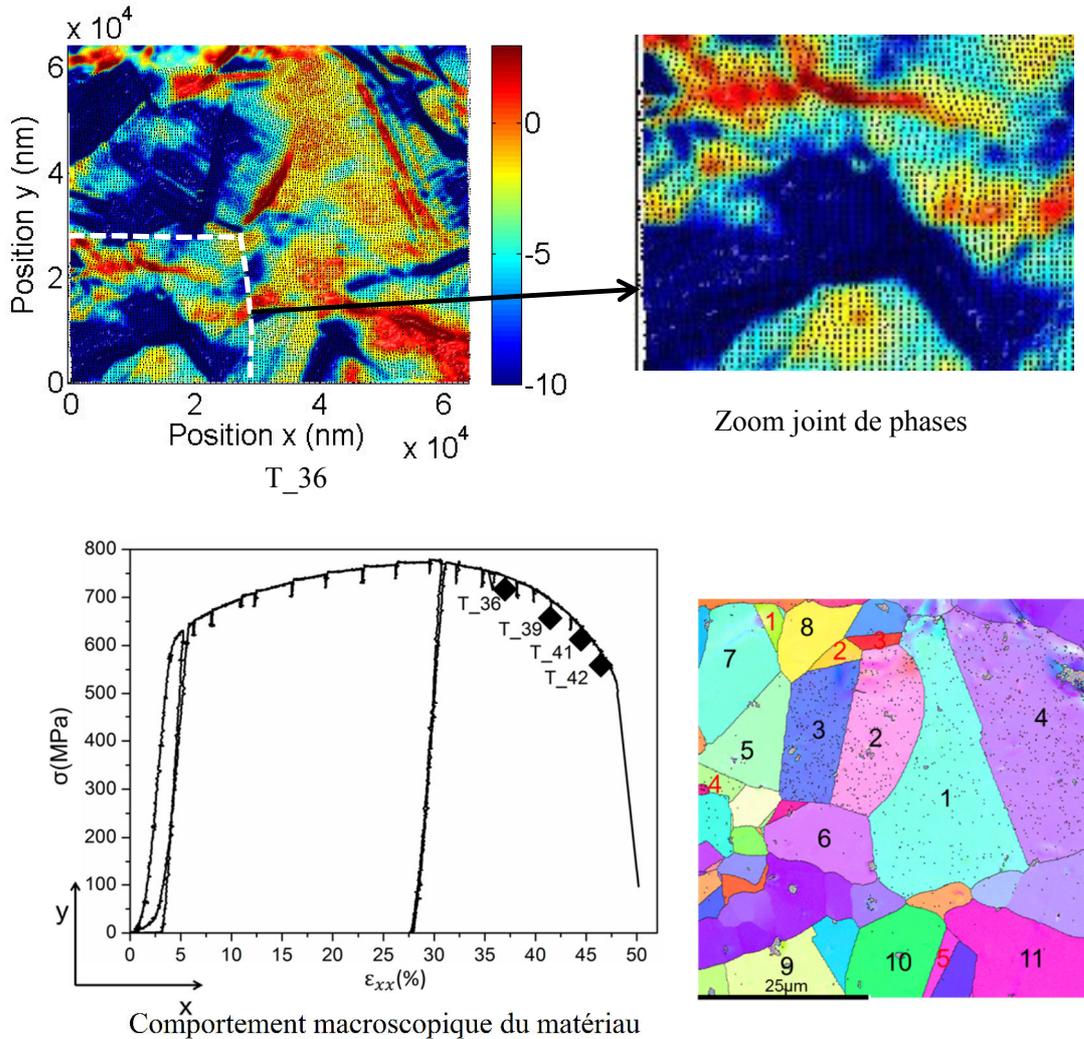


Figure 4.21 : cartes 2D de déformations ε_{yy} de la partie III de l'essai.

5. Analyse des distorsions

L'utilisation des NPs comme nanojauges de déplacement a permis de suivre la répartition des déformations au sein de la microstructure en relation avec l'évolution macroscopique de l'éprouvette. En plus des déformations ε_{xx} , ε_{xy} et ε_{yy} , nous pouvons suivre d'autres champs cinématiques qui permettent de comprendre davantage les déformations de la microstructure. Pour mettre en lumière les désorientations locales sur une partie d'un grain ou au joint de grains en les quantifiant, nous allons analyser les cartes de distorsions. La distorsion est définie comme une variation locale d'angle entre 4

NPs (voir la relation 3.5 du chapitre 3). La Figure 4.22 regroupe les cartographies de distorsion de quelques niveaux de chargement des trois parties de l'essai.

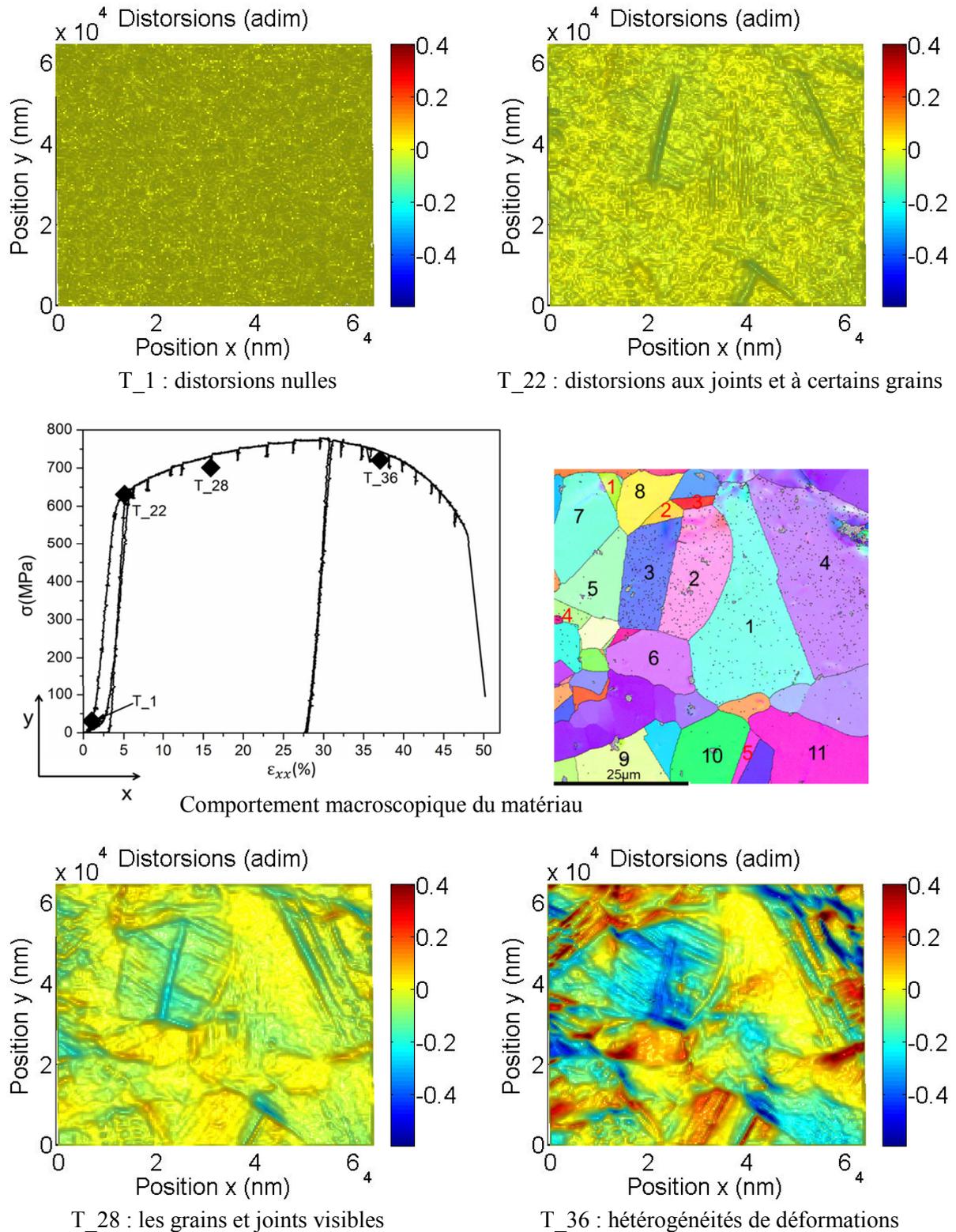


Figure 4.22 : cartes 2D de distorsions, les cartes T_2 et T_{22} appartiennent à la première partie de l'essai, T_{28} à la partie II et T_{36} à la partie III.

Initialement, les distorsions sont quasi nulles sur l'ensemble du réseau (T_2). Ce qui est tout à fait cohérent puisque les réorientations des cristallites ne sont pas amorcées au sein de la

microstructure. Lorsqu'on applique le chargement, on distingue clairement le joint des grains 2 et 3 (joint 1), les joints croisés au voisinage de la macles 5, un glissement à la surface du grain 4 aussi bien que les glissements du grain 1 à la fin de la partie I de l'essai. Les valeurs des distorsions demeurent cependant très faibles sur le réseau. De manière similaire aux composantes du tenseur de déformations, les distorsions permettent de retrouver les traces qui étaient visibles aux voisinages de quelques macles et joints de grains ayant une orientation spécifique, et à la surface de certains grains lorsque le chargement est faible.

Dans la deuxième partie de l'essai (T_28), on distingue clairement les contours de grains et les joints de phases. Les valeurs importantes de distorsions sont localisées aux grains 2 et 3, au voisinage de la macle 5, au joint 1, aux joints de phases et aux glissements à la surface du grain 4. On remarque que les distorsions ne sont pas uniformes à la surface du grain 1 : sa partie inférieure présente des distorsions négatives tandis que sur le reste du grain, elles demeurent quasi nulles. Ceci reflète le fait que les déformations sont hétérogènes à la surface de ce grain. Sur la bande ferritique, les valeurs de distorsions sont également proches de zéro à ce niveau de chargement.

Dans la partie III de l'essai (T_36), les distorsions reflètent les hétérogénéités locales de déformations qui sont marquées et les mouvements importants de certaines parties de la microstructure. Les grains 2, 3, 5 et 11 présentent des valeurs importantes de distorsions. Ces grains se sont allongés considérablement et ont tourné avec le chargement. Le grain 1 affiche clairement deux évolutions de distorsions, les cristallites de sa partie inférieure ont subi des réorientations alors que sa partie supérieure affiche des distorsions faibles. Les glissements et les ouvertures à la surface du grain 4 présentent des distorsions importantes. Il faut également noter la présence de distorsions sur la partie gauche de la bande ferritique, ce qui implique que lorsque les chargements deviennent importants, la microstructure de la ferrite subit aussi des réorientations pour accommoder à la sollicitation.

Les positions des NPs extraites des images MEB ont permis de représenter les cartographies 2D de déformations et suivre localement les distorsions. D'autres cartographies peuvent être représentées telles les cartographies mettant en évidence l'évolution du coefficient de Poisson. Puisque l'évolution du coefficient de poisson est connue en fonction du niveau de chargement pour la plupart des alliages métalliques, les valeurs moyennes obtenues sur les cartographies permettent ; i-) d'une part d'évaluer la précision des résultats, ii-) et d'autre part de montrer son hétérogénéité locale. Il a été calculé localement pour 4 NPs par la relation :

$$\nu = - \frac{\varepsilon_{yy}}{\varepsilon_{xx}}, \quad (4.1)$$

ε_{yy} et ε_{xx} sont respectivement les déformations dans la direction transverse et dans la direction de sollicitation pour l'ensemble des 4 NPs.

6. Discussion

Après l'analyse des déformations locales, on se rend compte que les phénomènes de plasticité au sein de la microstructure surviennent à des moments spécifiques vis-à-vis du comportement macroscopique. On peut tenter d'établir une hiérarchie des phénomènes observés au niveau des composantes de la microstructure au cours de l'essai de traction. Nous gardons tout de même en mémoire que cette classification souffre de la non représentativité du comportement du matériau au vu des dimensions de la surface analysée. Elle ne se veut donc pas exhaustive mais il est important de

noter le caractère quantitatif précis de celle-ci aux niveaux sub-microscopique et macroscopique. La non représentativité influencerait alors la pondération à apporter à chaque phénomène et non la précision.

Lorsque la sollicitation appliquée est faible (domaine élastique), les cartes de déformations ne présentent pas de concentration de déformations au sein de la microstructure. En augmentant le chargement, il apparaît des traces de déformations aux voisinages de certaines macles (T_18). Ces traces sont visibles lorsque le chargement macroscopique est proche de $\sigma = 510\text{MPa}$, ce qui correspond à la transition élasto-plastique. Il ressort alors que les déformations sont initiées au voisinage des macles de la phase d'austénite. La forte activité de déformations des joints de macles au cours d'un essai de traction uniaxiale a été mise en évidence par (Sinha et al. 2015). Un incrément de la sollicitation macroscopique permet d'observer cette fois-ci les traces de glissement à la surface de certains grains. Ces premiers glissements ont été clairement observés sur les cartographies de déformations ε_{xx} et ε_{xy} (voir Figure 4.7 et Figure 4.12). La population des glissements augmente faiblement dans un premier temps entre T_19 et T_21. Les glissements couvrent brusquement la surface de la plupart des grains d'austénite au niveau de chargement T_22. Cette prolifération rapide des glissements sur la surface des grains d'austénite traduirait l'entrée en plasticité de la ferrite ($\sigma = 630\text{MPa}$). Cette dernière présentait des déformations homogènes et quasi nulle avant ce niveau de chargement. Ces observations sont en bonne concordance avec les résultats de (Le Joncour 2011). Le suivi des déformations au sein de la microstructure permet de mettre en évidence l'entrée en plasticité des différentes phases d'un alliage comportant plusieurs phases. Les cartes de déformations ε_{yy} (voir Figure 4.17) mettent également en évidence les mouvements au niveau de quelques joints de grains à la transition élasto-plastique.

Lorsqu'on augmente la sollicitation, la population des glissements à surfaces des grains d'austénites augmente également. La portée de ces derniers est proche du grand diamètre des grains, environ $30\mu\text{m}$ ou $40\mu\text{m}$ pour les gros grains (grain 1 et 4 par exemple). Les déformations dans la phase ferritique augmentent également mais elles restent faibles comparées à celle de l'austénite. Par exemple au niveau de chargement T_25, on enregistre des déformations proches de 15% dans l'austénite contre 8% dans la ferrite. Les glissements sont également visibles dans la ferrite, il est tout de même difficile de les suivre à cause de leur géométrie sinueuse. Ce caractère sinueux de glissements de la phase ferritique a été observé au cours d'un essai de fatigue sur un alliage duplex (A. El Bartali et al. 2008). Les glissements dans chaque phase s'accumulent aux joints de phases, lorsque le chargement devient important, ces joints de phases qui agissent comme des barrières aux glissements cèdent. Il s'établit alors une continuité de certains glissements entre les deux phases. Les déformations des joints de phases s'accompagnent des déformations importantes dans la phase ferritique. Elles s'accompagnent de l'apparition de systèmes de glissements déviés au niveau de certains grains d'austénite. L'apparition des systèmes de glissements croisés traduit le fait que plus d'un plan cristallin du même grain accommode les déformations.

Au même moment, certains grains de la phase austénites se sont allongés et tournés pour accommoder la sollicitation (Clair et al. 2011). Les cartographies de distorsions permettent de mieux apprécier les réorientations des constituants de la microstructure. Ce sont les grains 2,3 et 4, la macle 5 et les joints de phases. Des ouvertures au niveau des joints d'austénites sont également observées lorsque l'on est dans le domaine plastique. Ces ouvertures se propagent le long des joints austénitiques dans un premier temps. Dans un deuxième temps, avec l'augmentation de la sollicitation, elles se sont propagées le long du joint de phase. Elles favorisent ainsi la décohésion.

Les hétérogénéités de déformations plastiques deviennent très marquées lorsqu'on se rapproche de la striction. Ils se manifestent entre autre par les ouvertures à l'intérieur des grains d'austénite et la propagation des déformations le long des glissements via les joints de grains. Les déformations des grains communiquent et il devient difficile de distinguer les contours des grains. Ceci en raison aussi de leur allongement de plus en plus marqué. Les déformations de la ferrite sont également importantes et dépassent les 20% aux niveaux des glissements ferritiques. Les cartographies de distorsions (T_{36}) montrent une forte hétérogénéité de désorientation au sein des grains. La valeur des déformations aux glissements et aux macles augmentent de manières continues avec le chargement jusqu'à la rupture. Dans l'organigramme suivant nous avons établi une hiérarchisation de ces phénomènes vis-à-vis de leur apparition et de leur évolution dans les phases.

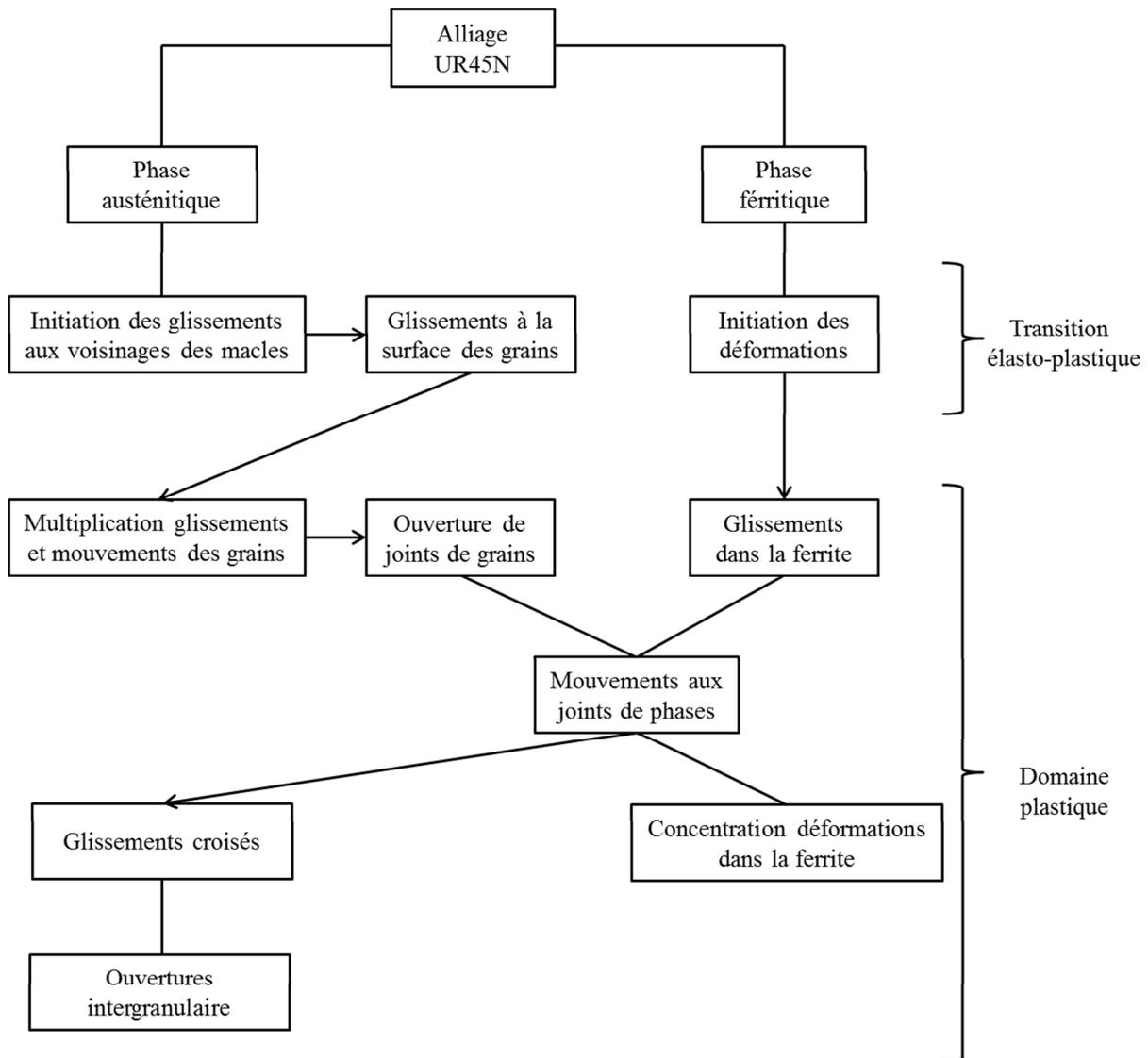


Figure 4.23 : évolution des phénomènes de déformations à la surface de l'alliage austéno-ferritique vieilli au cours d'un essai de traction uniaxiale.

7. Analyse EBSD et comparaison avec les champs cinématiques

L'analyse des champs de déformations obtenus à partir des positions de NPs permet de corréler les champs cinématiques locaux au comportement macroscopique. Pour aller plus loin, de

façon à pouvoir identifier par exemple les systèmes de glissement activés localement et les mécanismes de déformation, il est important de confronter les résultats cinématiques aux données cristallographiques de la zone analysée. Pour ce faire, nous avons utilisé la technique EBSD (Dingley and Randle 1992; Field 1997) pour effectuer trois mesures cristallographiques de la zone du réseau avant la traction, au niveau de chargement T_22 (transition élasto-plastique) et au niveau de chargement T_33 (plasticité). Les mesures cristallographiques à T_22 et à T_33 ont été effectuées après la décharge de l'éprouvette, ce qui signifie que les changements d'orientations mesurés correspondent aux déformations plastiques irréversibles. Le pas entre deux points d'acquisition est de 100 nm pour chacune des acquisitions EBSD.

7.1. Figures de pole inverse

Les figures de pole inverse (Inverse Pole Figure, IPF) permettent d'évaluer localement les orientations cristallographiques à l'aide d'un code de couleur. Elles montrent l'orientation d'un axe de l'échantillon dans le repère du cristal. Nous allons étudier les orientations cristallographiques dans chaque phase de la zone du réseau pour les trois acquisitions EBSD.

7.1.1. Phase austénitique

La Figure 4.24 regroupe les IPF de la région du réseau pour les trois niveaux de chargement. Les bandes noires sont les régions de la phase alpha qui a été masquée. Les points noirs dans la phase austénitique correspondent aux points non indexés, et leur population croît avec la sollicitation à cause de l'augmentation de la rugosité de la surface de l'éprouvette. Les grains et les macles sont numérotés comme à la section 3.2.1 de ce chapitre. Les grains présentent chacun des orientations cristallographiques qui sont différentes de celles des grains voisins (voir Figure 4.24a). Cette diversité d'orientations peut se justifier par la bonne recristallisation au cours du traitement thermique qui a été appliqué au matériau (Badji, Bacroix, and Bouabdallah 2011; Wroński et al. 2012a). Des observations similaires ont été notées dans des travaux précédents sur le même type de matériau duplex (Le Joncour 2011; Wroński et al. 2012a). Les grains sont également très hétérogènes en taille, le diamètre varie entre la dizaine et la centaine de microns.

Entre la première acquisition (état initial) et la deuxième acquisition EBSD (Figure 4.24b), les orientations cristallographiques ont localement variées au niveau de certains grains. Ces variations se traduisent par les variations de couleurs. Les grains sur lesquelles les variations sont facilement appréciables sont les grains 1, 4, 8 et 5. Les grains 1 et 4 sont les deux grains les plus larges de la zone du réseau. Ces variations de couleurs traduisent l'activité des dislocations dans le volume du matériau. Ces observations sont cohérentes avec les cartes de déformations observées dans la première partie de l'essai. En effet, après l'initiation des déformations aux voisinages des macles, des traces de glissements ont été observées à la surface de certains grains. Parmi ces grains, on distingue les grains 1 et 4. Cependant, les traces de glissements ont été observées à la surface d'autres grains, par exemple les grains 2 et 3. Les variations de couleurs à la surface de ces derniers sur la cartographie d'IPF (Figure 4.24b), ne sont pas facilement discernables. Cela dépend également des systèmes activés par rapport à la cinématique. Ainsi, pour de faibles déformations, les cartographies d'IPF n'offrent pas une grande précision dans les analyses, ce qui montre une bonne complémentarité entre les techniques couplées dans cette étude. Ces deux techniques montrent des déformations plastiques au sein de la microstructure à la transition élasto-plastique.

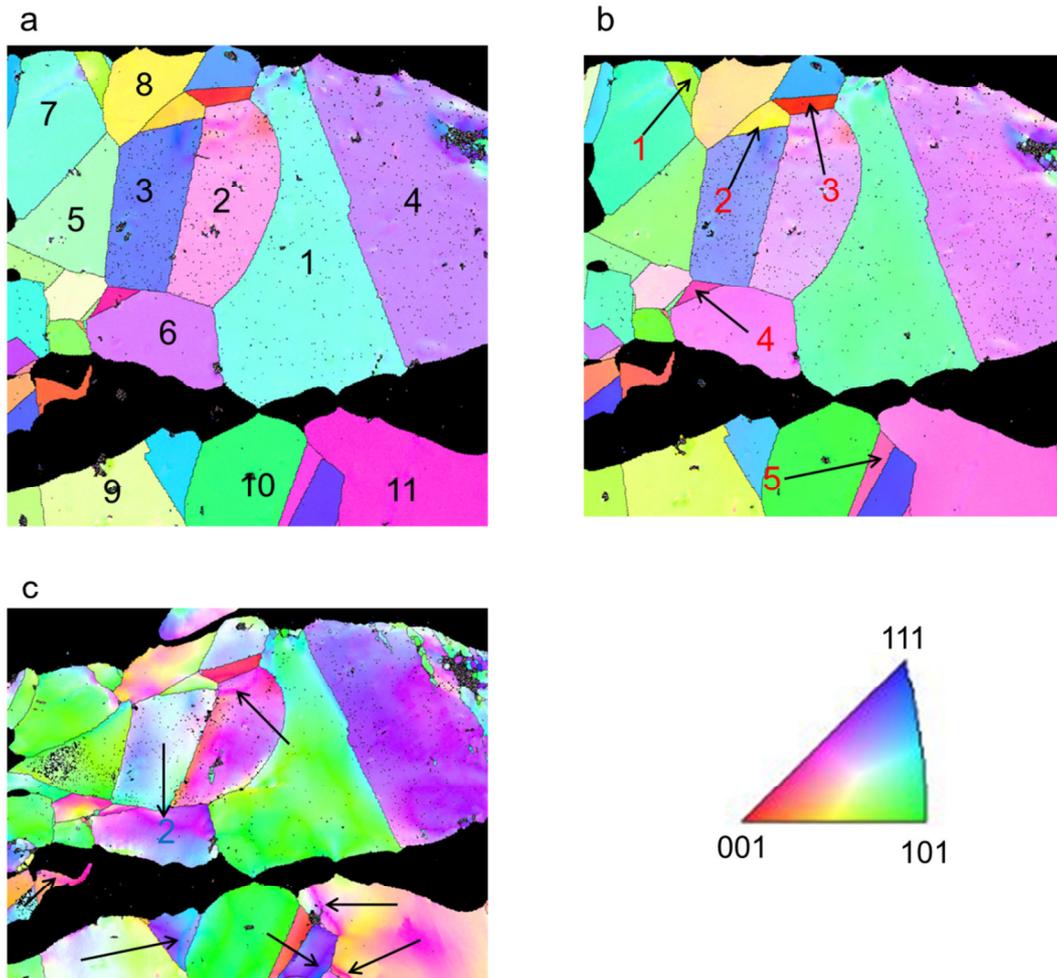


Figure 4.24 : cartographies de figure de pole inverse à l'état initial a), à la transition élasto-plastique b) et en plasticité c) de l'austénite.

Dans le domaine plastique (Figure 4.24c), on note de fortes hétérogénéités d'orientations à l'intérieur des grains. Les hétérogénéités d'orientations sont liées aux hétérogénéités de déformations observées à ce niveau de chargement, elles ont été quantifiées sur les cartographies de déformations. Bien que certains grains présentent des orientations proches après la déformation, il reste difficile de donner une orientation préférentielle pour l'ensemble des grains. Il est aussi difficile de parler de texture étant donné que la population de grains que nous analysons n'est pas représentative. On peut tout de même voir que certains grains sont fortement allongés dans la direction de sollicitation, c'est le cas par exemple des grains 5, 6, 7 et 8. Les traces de glissements à la surface de certains grains sont clairement visibles, elles sont indiquées par les flèches sur la Figure 4.23c. Elles présentent une orientation différente de celle du grain. Ces traces apparaissent à la surface des grains ayant à leur voisinage immédiat une macule. Elles ont été observées sur les cartes de déformations. Macroscopiquement, l'écroutissage du matériau est proche de celle d'un matériau austénitique pur (Sinha et al. 2015), ce qui est justifié par les glissements importants (simples et multiple) et l'activité de maclage. Cette activité de glissements est mise en évidence à la fois sur les cartographies de déformations et celles d'IPF.

7.1.2. Phase ferritique

Dans la phase alpha, contrairement à la phase gamma, les grains sont plus volumineux et présentent des orientations très proches (voir Figure 4.25). Ceci se justifie par la recristallisation partielle des cristallites dans cette phase (Wroński et al. 2012a). Au niveau de chargement T₂₂, les changements de couleurs sont très faibles et traduisent une activité très faible des dislocations. Les cartographies de déformations ont montré que T₂₂ marquait l'entrée en plasticité de la ferrite par la prolifération brusque des glissements entre T₂₁ et T₂₂ au niveau de l'austénite. La phase ferritique plus dure que la phase austénitique entre en plasticité bien après que la phase austénitique ait plastifié. La cartographie d'IPF de la Figure 4.25c présente les glissements sur les grains ferritiques et conforte ainsi l'analyse menée sur les cartographies de déformations. Comme souligné plus haut, les marques de ces glissements sont plus épaisses et ne sont pas rectilignes.

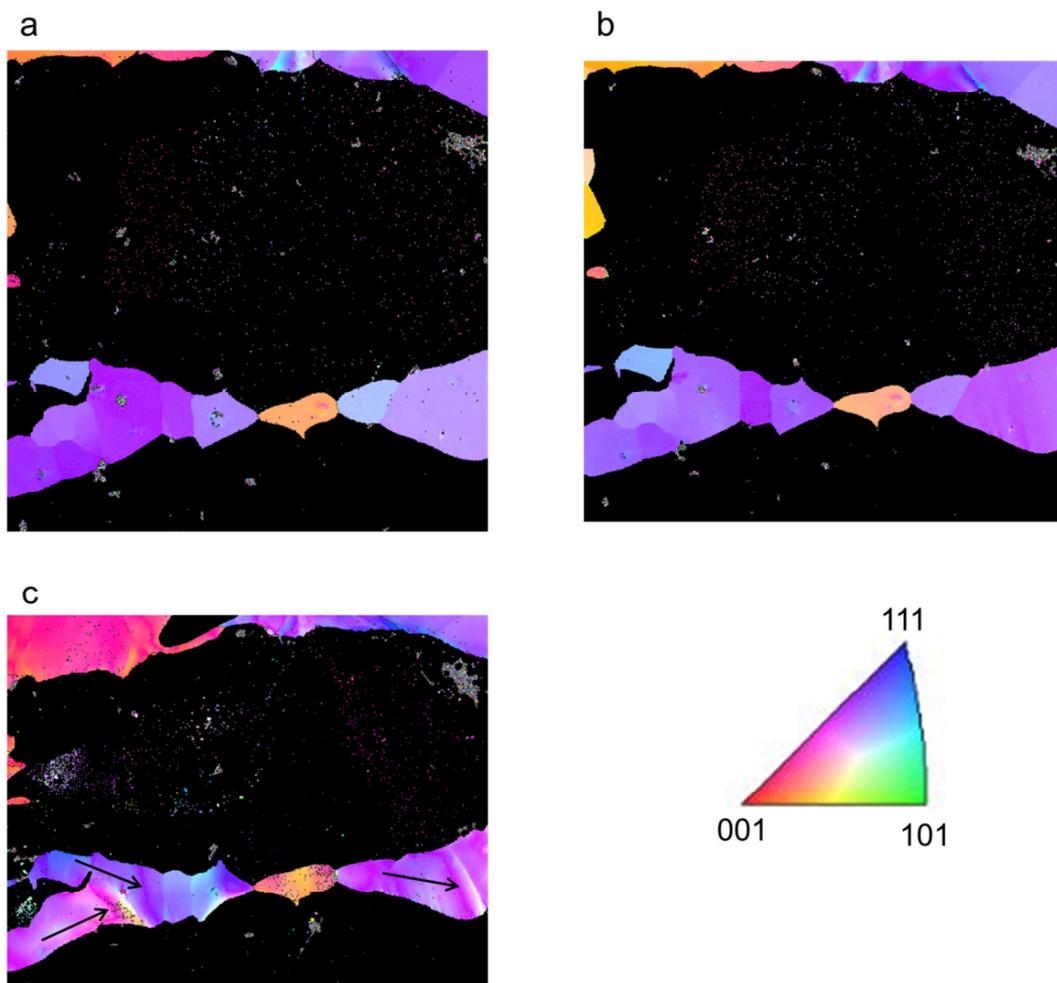


Figure 4.25 : cartographies de figure de pole inverse à l'état initial a), à la transition élasto-plastique b) et en plasticité c) de la ferrite.

7.2. Désorientation

La désorientation permet de rendre compte localement des déformations au niveau des grains (Quey, Driver, and Dawson 2015; Quey, Dawson, and Driver 2012; Wroński et al. 2012a). Elle évalue la variation d'angle entre deux cristallites créée par le chargement. Au cours des déformations, les dislocations déplacent les atomes de leur position d'équilibre stable. La désorientation est un

paramètre pertinent permettant ainsi de rendre compte des déplacements relatifs des cristallites du matériau. Comme nous l'avons souligné au précédent chapitre, il est important de s'assurer de la planéité de l'échantillon en vue de réduire l'erreur sur la mesure des désorientations. En supposant la surface de l'éprouvette parfaitement plane, l'erreur est de 0.2° et augmente avec les différences entre plans de grains causées par les déformations. L'erreur sera donc plus grande pour l'acquisition EBSD_2 qui a été réalisée après sollicitation plastique de l'éprouvette.

7.2.1. Phase austénitique

Nous avons regroupé les désorientations en trois intervalles : $[0^\circ \ 3^\circ]$, $[30^\circ \ 60^\circ]$ et 60° et plus (voir Figure 4.26). Initialement, les proportions des grains dans ces intervalles de désorientations sont assez proches, juste que les grains ayant leurs désorientations entre 60° et plus présentent une proportion de 0.35 (soit 35%). Ce résultat est légèrement différent de celui obtenu dans le cas de l'alliage inoxydable austénitique 316L du chapitre 3, où l'on avait une équivalence quasi exacte dans la répartition des désorientations. Le léger décalage observé ici serait dû à la nature du matériau (deux phases en présence) et aux traitements thermiques.

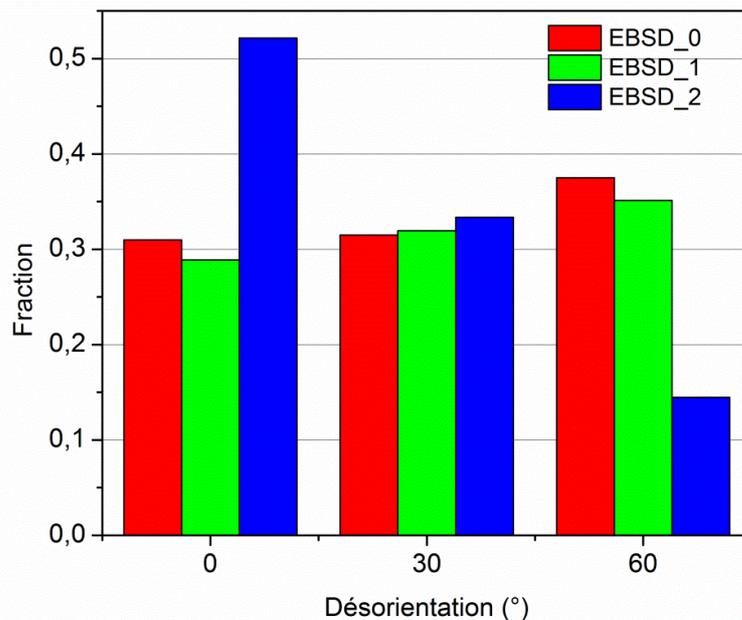


Figure 2.26 : évolution de l'angle de désorientation dans l'austénite.

A l'EBSD_1, il n'y a pas de grandes variations dans les proportions des grains ayant changé d'intervalle de désorientations, bien que sur les cartes de champs de déformations on enregistre des glissements à la surface de certains grains à ce niveau de chargement. Ceci traduit le fait que, l'activité des glissements dans le volume du matériau, ne cause pas encore de variations de désorientations importantes, par comparaison avec les désorientations dans le cas de l'austénite pur du 316L. Même en considérant que les acquisitions des deux matériaux ne sont pas réalisées exactement pour des niveaux de contraintes appliquées identiques, on se rend compte que l'austénite de l'UR45N se déforme différemment. Il est influencé par la présence de la phase ferritique et peut être aussi par le traitement subi par le matériau.

Les variations de désorientations sont plus nettes sur l'acquisition: EBSD_2. La population des grains ayant leurs désorientations dans l'intervalle $[0^\circ \ 3^\circ]$ dépasse la moitié de la population des grains. Cependant, c'est la population des grains qui avaient leurs désorientations entre 60° et plus qui a fortement diminué puisque celles des grains désorientés entre $[30^\circ \ 60^\circ]$ ne varie presque pas (voir Figure 4.26). Ce sont donc les grains initialement fortement désorientés qui change de désorientations tandis que ceux désorientés entre $[30^\circ \ 60^\circ]$ ne changent pas en proportions. Ces observations sont différentes de celles de l'acier 316L où les populations des grains désorientés entre $[0^\circ \ 3^\circ]$ et 60° et plus diminuaient au détriment de ceux désorientés entre $[30^\circ \ 60^\circ]$. Ces derniers représentaient plus de 70% de la proportion des grains.

7.2.2. Phase ferritique

Dans la ferrite initialement, on a une différence dans la répartition des désorientations en fonction des intervalles (voir Figure 4.27). L'intervalle $[0^\circ \ 3^\circ]$ présente la plus petite population de grains, 0,23 (23%) tandis que les deux autres intervalles présentent des proportions voisines, 0,37 (37%). Ce qui implique que la majorité des grains présente des désorientations grandes, supérieures à 30° . Avec le chargement, de manière globale, la population des grains ayant leurs désorientations supérieures à 60° diminue tandis que celles des deux autres intervalles augmente de manière similaire. On remarque qu'avec le chargement la population des grains désorientés entre $[0^\circ \ 3^\circ]$, augmente dans les deux phases austénitique et ferritique, probablement pour favoriser l'activation de glissement commun qui est observée sur les images MEB et les cartes 2D de déformations pour des chargements supérieures au niveau de chargement T_30. L'activation de glissement commun conditionne les incompatibilités de déformations locales entre les deux phases. Les relations d'orientations entre les deux phases peuvent être assimilées aux relations Kurdjumov-Sachs (K-S) (Wittridge, Jonas, and Root 2001; Godet et al. 2004). Elles s'expriment de la manière suivante : $(111)_\delta // (110)_\gamma$, ce qui montre que les deux phases possèdent un plan dense en commun, une direction dense est associée à chacun de ses plans, par conséquent un système de glissement.

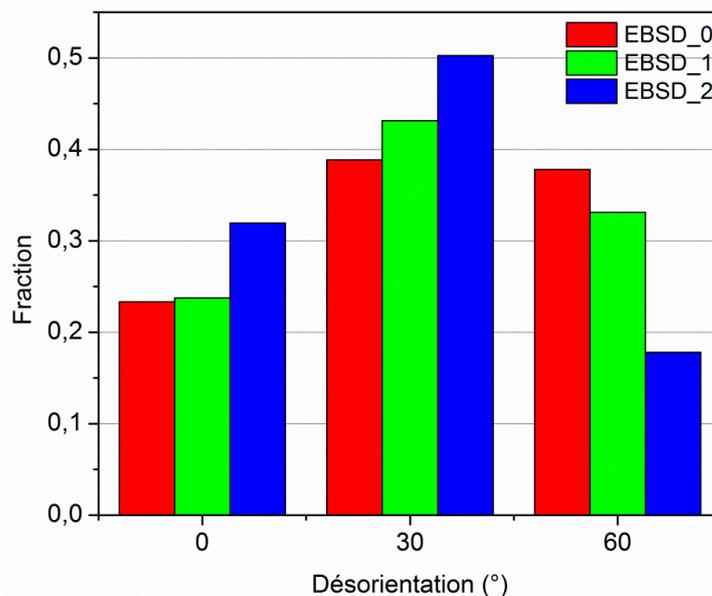


Figure 2.27 : évolution de l'angle de désorientation dans la ferrite.

7.3. Facteur de qualité de l'image

L'acquisition EBSD nécessite une bonne préparation de surface de l'échantillon. Au cours de l'essai de traction, les déformations de l'éprouvette se manifestent par les glissements, les mouvements de grains et de joints de grains et entraînent une rugosité de la surface de l'échantillon. Cette variation de l'état de surface se traduit par une diminution de l'intensité des bandes de Kikuchi. Ces dernières sont directement reliées à l'énergie emmagasinée dans le matériau, en d'autres termes à la densité de dislocations (Tarasiuk, Gerber, and Bacroix 2002; Guo et al. 2011). Des travaux ont montré qu'il est possible d'utiliser le facteur de qualité de l'image (IQ pour image quality factor) pour quantifier la variation de déformation (Saxena, Tewari, and Pant 2015; Wroński et al. 2012b) et de la recristallisation dans le volume de l'échantillon (Tarasiuk, Gerber, and Bacroix 2002). Nous allons utiliser l'approche proposée par Tarasiuk et ses collaborateurs pour quantifier le taux de déformation à partir des cartographies EBSD. Les IQ obtenus pour chaque phase de la zone du réseau ont été normalisés entre 0 et 1, et superposés afin de montrer l'évolution des déformations.

7.3.1. Phase austénitique

La Figure 4.28 présente les fréquences du facteur de qualité normalisé pour les acquisitions à l'état initial et aux états déformés. On distingue initialement sur la courbe non déformée, les grains possédant des contraintes résiduelles dues au traitement de surface et des grains exempt de ces contraintes. Les grains initialement non contraints présentent des valeurs de facteur de qualité élevées tandis que ceux possédant des contraintes résiduelles vont avoir de petites valeurs de facteur de qualité. La courbe correspondante à l'EBS0_1, présente un léger décalage vers les petites valeurs de facteurs de qualité et une diminution de fréquences de grandes valeurs de facteur de qualité, ce qui traduit une activité de déformations des grains initialement libres de contraintes. Cependant, il est difficile d'interpréter la tendance de la courbe de la dernière acquisition EBSD, ceci en raison de la grande quantité de points non indexés vis-à-vis de la population des grains qui initialement n'était pas représentative.

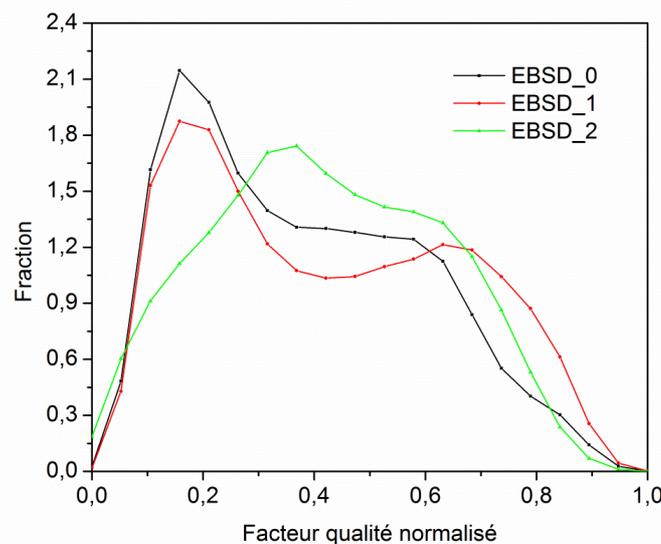


Figure 4.28 : évolution du facteur de qualité de l'image dans l'austénite.

7.3.2. Phase ferritique

La Figure 4.29 montre les évolutions de fréquences du facteur de qualité pour les acquisitions EBSD. Elle montre clairement une diminution de la population de grains libres de contraintes avant la déformation. On observe aussi un décalage considérable vers les petites valeurs de facteurs de qualité de la courbe de la dernière acquisition EBSD. Ce qui traduit l'augmentation de défauts dans les réseaux cristallins due à la déformation, à ce niveau de chargement la phase ferritique présente une activité plastique importante. Il faut aussi noter qu'en se référant à la Figure 4.25 montrant les IPF de la phase ferritique, on enregistre très peu de points non indexés, ceci en raison de la dureté élevée de cette phase comparée à celle de l'austénite.

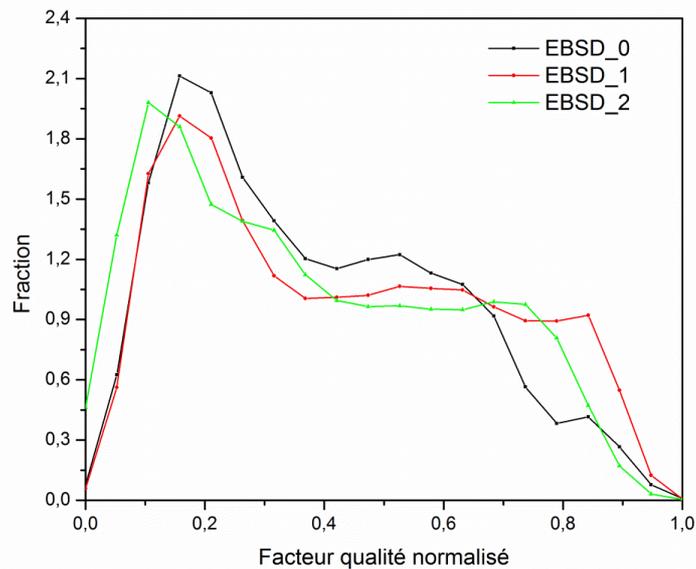


Figure 4.29 : évolution du facteur de qualité de l'image dans la ferrite.

Conclusions :

Nous avons mis en œuvre une méthode de mesure de déformations basée sur l'utilisation d'un réseau de NPs métalliques couplée à la technique EBSD pour analyser les déformations en traction uniaxiale d'un alliage duplex. Nous avons mis en évidence l'évolution des champs de déformations au niveau de chaque phase. Les images MEB et les cartes de déformations ont permis de rendre compte l'entrée en plasticité de chacune des phases et leurs interactions. En effet, la phase austénite entre en plasticité en premier, les déformations y sont initiées aux voisinages des macles, et sont suivies de glissements à la surface de quelques grains. Pendant ce temps, la ferrite est exempte de déformation plastique, elle entre en plasticité au-delà de la transition élasto-plastique. Son entrée en plasticité s'accompagne d'une augmentation des glissements dans l'austénite. Ce qui s'explique par le fait que la phase austénitique moins dure, atteint des taux de déformations plus importants que la phase ferritique pour un même niveau de contrainte appliquée. Ces glissements de la phase austénitique favorisent l'écroutissage du matériau qui se rapproche alors de celui d'un matériau austénitique pur. Les déformations dans la ferrite dans un premier temps ne présentent pas de concentration. Il est important de noter les glissements de l'austénite sont limités aux joints de grains et aux joints de phases qui agissent comme des barrières. Ils s'accumulent particulièrement aux joints de phase. La

plasticité s'accompagne des allongements et des rotations des grains austénitiques, de mouvements aux joints de phases et des glissements à la surface des grains ferritiques. Ces hétérogénéités de déformations augmentent avec la sollicitation. On note également des ouvertures aux joints et plus tard à la surface de grains austénitiques. Et la continuité de déformations entre les phases qui traduit la rupture de la barrière de phase que forment les joints. Les déformations se propagent ainsi entre les grains en passant par les glissements et les joints. Les cartes de champs cinématiques permettent ainsi de mettre en évidence les phénomènes de plasticité qui apparaissent à la surface des grains de chaque phase et aux joints de phase. Ce sont les acquisitions EBSD qui ont permis d'identifier la distribution des phases, des grains et des joints dans la zone du réseau. Elles ont également permis de confirmer les phénomènes de plasticité qui surviennent à la transition élasto-plastique. Et aussi de mettre en évidence et de quantifier les hétérogénéités de déformations au sein de la microstructure. Cette technique permet aussi d'apporter une explication à la continuité des déformations entre phase comme l'activation de glissement commun. Cette approche « NanoDefCristallo » exige quelques développements pour l'analyse de zones comparables au volume élémentaire représentatif. Le dépôt de NPs sur ces volumes par lithographie ne présente pas de difficultés particulières. Il serait important de recoller convenablement les images tout en préservant un minimum d'erreur dans l'étape d'extraction de positions. Il faut noter que ceci rallongerait le temps des essais au cours desquelles la totalité du réseau sera acquise sur plusieurs images. Au-delà de cette limitation, les deux techniques que nous couplons dans notre approche se montrent alors complémentaires pour l'analyse aux échelles sub-micrométrique et nanométrique des matériaux. L'approche peut être utilisée pour l'étude de propriétés de nouveau matériau au vue des informations qualitatives qui permettent une compréhension faciles des mouvements au sein des constituants du matériau.

References :

- Aubin, Véronique. 2006. "Plasticité Cyclique D'un Acier Inoxydable Austéno-Ferritique Sous Chargement Biaxial Non-Prportionnel." Université des Sciences et Technologie de Lille.
- Badji, R., B. Bacroix, and M. Bouabdallah. 2011. "Texture, Microstructure and Anisotropic Properties in Annealed 2205 Duplex Stainless Steel Welds." *Materials Characterization* 62 (9). Elsevier Inc.: 833–43. doi:10.1016/j.matchar.2011.06.001.
- Bugat, Stéphane. 2000. "Comportement et Endommagement Des Aciers Austeno-Ferritiques Vieillis : Une Approche Micromécanique." Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- Clair, Aurelie., M. Foucault, O. Calonne, Y. Lacroute, L. Markey, M. Salazar, V. Vignal, and E. Finot. 2011. "Strain Mapping near a Triple Junction in Strained Ni-Based Alloy Using EBSD and Biaxial Nanogauges." *Acta Materialia* 59 (8). Acta Materialia Inc.: 3116–23. doi:10.1016/j.actamat.2011.01.051.
- Dingley, D J, and V Randle. 1992. "Microtexture Determination by Electron Back-Scatter Diffraction." *Journal of Materials Science* 27 (17): 4545–66. doi:Doi 10.1007/Bf01165988.
- El Bartali, A., V. Aubin, L. Sabatier, P. Villechaise, and S. Degallaix-Moreuil. 2008. "Identification and Analysis of Slip Systems Activated during Low-Cycle Fatigue in a Duplex Stainless Steel." *Scripta Materialia* 59 (12). Acta Materialia Inc.: 1231–34. doi:10.1016/j.scriptamat.2008.07.044.
- El Bartali, Ahmed. 2008. "Apport Des Mesures de Champs Cinématiques à L'étude Des Micromécanismes D'endommagement En Fatigue Plastique D'un Acier Inoxydable Duplex." Ecole Centrale de Lille.
- Field, David P. 1997. "Recent Advances in the Application of Orientation Imaging." *Ultramicroscopy* 67 (1-4): 1–9. doi:10.1016/S0304-3991(96)00104-0.
- Fréchar, S., F. Martin, C. Clément, and J. Cousty. 2006. "AFM and EBSD Combined Studies of Plastic Deformation in a Duplex Stainless Steel." *Materials Science and Engineering: A* 418 (1-2): 312–19. doi:10.1016/j.msea.2005.11.047.
- Godet, S., J. C. Glez, Y. He, J. J. Jonas, and P. J. Jacques. 2004. "Grain-Scale Characterization of Transformation Textures." *Journal of Applied Crystallography* 37 (3): 417–25. doi:10.1107/S0021889804007320.
- Guo, J., S. Amira, P. Gougeon, and X.-G. Chen. 2011. "Effect of the Surface Preparation Techniques on the EBSD Analysis of a Friction Stir Welded AA1100-B4C Metal Matrix Composite." *Materials Characterization* 62 (9). Elsevier Inc.: 865–77. doi:10.1016/j.matchar.2011.06.007.
- Hariharan, K., O. Majidi, C. Kim, M.G. Lee, and F. Barlat. 2013. "Stress Relaxation and Its Effect on Tensile Deformation of Steels." *Materials & Design* 52: 284–88. doi:10.1016/j.matdes.2013.05.088.
- Joly, Pierre. 1992. "Etude de La Rupture D'aciers Inoxydables Austeno-Ferritiques Moulés, Fragilisés Par Vieillissement à 400°C." Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- Le Joncour, Léa. 2011. "Analyses Expérimentales et Modélisations Multi-échelles de L'endommagement D'un Acier UR45N Laminé Vieilli." Université de Technologie de Troyes.
- Martin, Guilhem. 2012. "Forgeabilité Des Aciers Inoxydables Austéno-Ferritiques." Institut National Polytechnique de Grenoble.
- Maurer, Thomas, Joseph Maraé-Djouda, Ugo Cataldi, Arthur Gontier, Guillaume Montay, Yazid

- Madi, Benoît Panicaud, et al. 2015. "The Beginnings of Plasmomechanics: Towards Plasmonic Strain Sensors." *Frontiers of Materials Science*, 1–8. doi:10.1007/s11706-015-0290-z.
- Quey, R., P. R. Dawson, and J. H. Driver. 2012. "Grain Orientation Fragmentation in Hot-Deformed Aluminium: Experiment and Simulation." *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 60 (3). Elsevier: 509–24. doi:10.1016/j.jmps.2011.11.005.
- Quey, R., J.H. Driver, and P.R. Dawson. 2015. "Intra-Grain Orientation Distributions in Hot-Deformed Aluminium: Orientation Dependence and Relation to Deformation Mechanisms." *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 84. Elsevier: 506–27. doi:10.1016/j.jmps.2015.07.014.
- Saxena, Ashish Kumar, Asim Tewari, and Prita Pant. 2015. "Quantitative Analysis of Orientation and near Neighbor Interaction Effects during Deformation of Polycrystalline Ti6Al4V." *Materials Science and Engineering: A* 648. Elsevier: 1–8. doi:10.1016/j.msea.2015.09.013.
- Sinha, Subhasis, Jerzy a. Szpunar, N.a.P. Kiran Kumar, and N.P. Gurao. 2015. "Tensile Deformation of 316L Austenitic Stainless Steel Using in-Situ Electron Backscatter Diffraction and Crystal Plasticity Simulations." *Materials Science and Engineering: A* 637. Elsevier: 48–55. doi:10.1016/j.msea.2015.04.005.
- Tarasiuk, J., Ph. Gerber, and B. Bacroix. 2002. "Estimation of Recrystallized Volume Fraction from EBSD Data." *Acta Materialia* 50 (6): 1467–77. doi:10.1016/S1359-6454(02)00005-8.
- Wittridge, N.J., J.J. Jonas, and J.H. Root. 2001. "A Dislocation-Based Model for Variant Selection during the Gamma-to-Alpha Prime Transformation." *Metallurgical and Materials Transactions A* 32A (April): 889–901. doi:10.1007/s11661-001-0346-9.
- Wroński, S., J. Tarasiuk, B. Bacroix, a. Baczmański, and C. Braham. 2012a. "Investigation of Plastic Deformation Heterogeneities in Duplex Steel by EBSD." *Materials Characterization* 73: 52–60. doi:10.1016/j.matchar.2012.07.016.
- Wroński, S., J. Tarasiuk, B. Bacroix, A. Baczmański, and C. Braham. 2012b. "Investigation of Plastic Deformation Heterogeneities in Duplex Steel by EBSD." *Materials Characterization* 73: 52–60. doi:10.1016/j.matchar.2012.07.016.

Partie II : Utilisations des propriétés optiques de nanoparticules métalliques pour la mesure des déformations

Dans la partie précédente, nous avons montré comment le suivi de déplacement des nanoparticules (NPs) d'or au cours d'un essai de traction permet de mettre en évidence les déformations au sein de la microstructure. Dans cette partie, nous allons chercher à établir si les modifications des propriétés optiques des NPs métalliques dues à leurs déplacements pourraient permettre de mesurer les déformations. Les NPs d'or, et plus largement certaines NPs métalliques (argent, aluminium et cuivre) présentent des propriétés optiques exceptionnelles lorsqu'ils sont réduits à l'échelle nanométrique (Bohren and Huffman 1983; Kreibig and Vollmer 1995). Ces propriétés sont entre autres le fort renforcement du champ électrique local autour des nanoparticules (NPs) (Schultz et al. 2000) et le guidage d'onde (Delacour et al. 2010). Par ailleurs, les NPs métalliques peuvent supporter des modes de plasmons localisés de surface. Les plasmons sont des oscillations collectives et cohérentes des électrons à la surface des NPs. Le couplage des plasmons localisés de surface avec la lumière incidente est à l'origine des coloris des NPs métalliques du fait de l'absorption et de la diffusion de certaines longueurs d'ondes de la lumière incidente. Les plasmons localisés de surface des NPs métalliques ont fait l'objet d'un nombre croissant d'investigations du fait des progrès réalisés en nanofabrication ces trente dernières années. La résonance des plasmons localisés de surface est intimement liée à la nature mais aussi à la géométrie et à la taille des NPs métalliques (El-sayed 2001; Orendorff, Sau, and Murphy 2006). Ainsi, devient-il possible d'accorder la longueur d'onde de la résonance des plasmons localisés de surface et les « coloris » des NPs métalliques en fonction des paramètres géométriques de ces NPs. Par ailleurs, la dépendance de la longueur d'onde de la résonance des plasmons localisés de surface en fonction de l'indice optique du milieu environnant, a conduit à de nombreux développements technologiques, notamment dans le domaine des biocapteurs (Sönnichsen et al. 2005).

Cependant depuis une vingtaine d'années, il a été démontré que les propriétés optiques des NPs métalliques sont aussi très sensibles à la distance inter-particules dès lors qu'elle devient inférieure au diamètre des NPs. Cela a été notamment formalisé par El-Sayed et ses collaborateurs dans le cadre de l'équation de règle plasmonique (Jain, Huang, and El-Sayed 2007). Dès lors, l'objectif de cette partie est de répondre à la question suivante : est-il possible optiquement à travers la variation du couplage plasmonique lorsque les NPs se déplacent de suivre les déformations du substrat qui supporte les NPs ? En cas de réponse positive, cela pourrait ouvrir des perspectives d'applications dans le domaine des capteurs de déformations.

Dans cette partie, nous allons d'abord présenter le principe des capteurs de déformations actuels ainsi que celui des capteurs plasmoniques proposés ici. Nous détaillerons aussi le développement instrumental entrepris afin de mener à bien cette étude. Nous montrerons les premières preuves de concept que nous avons établies.

Chapitre 5: Vers un capteur plasmonique de déformations?

Table des matières

Chapitre 5 :	170
1. Capteurs de déformations existants	170
1.1. Capteurs à jauges de contrainte	170
1.2. Les réseaux de Bragg fibrés	171
2. Les propriétés optiques des nanoparticules d'or	172
2.1. Les plasmons dans une nanoparticule métallique	172
2.1.1. Le modèle de Drude des métaux	172
2.1.2. Les plasmons de volume	174
2.1.3. Les plasmons de surface dans les films métalliques	174
2.1.4. Les plasmons localisés de surface	176
2.2. La règle plasmonique	181
2.2.1. Cas des dimères	182
2.2.2. Cas des réseaux de monomères	185
3. Capteurs plasmoniques de déformations	186
3.1. Développement récent de la plasmonique pour des applications de mesures de déformations	186
3.1.1. Variation d'absorption d'un film de nanoparticules	186
3.1.2. Variation du couplage dans les directions longitudinale et transverse au cours de la déformation	187
3.2. Pré-étude à partir de la règle plasmonique	190
3.2.1. La forme des nanoparticules et les substrats	190
3.2.2. La taille des nanoparticules	190
3.2.3. Les nanoparticules couplées	192
3.2.4. Les nanoparticules non couplées	193
4. Etude expérimentale	195
4.1. Le dispositif expérimental	195
4.1.1. La spectroscopie d'extinction	195
4.1.2. Présentation du dispositif expérimental	195
4.2. Mesures résolues en angles	197
4.2.1. Résultats expérimentaux	198
4.2.2. Simulations numériques	200
4.3. Suivi des propriétés optiques au cours d'un essai de traction	202
4.3.1. Présentation de la configuration des nanoparticules	202
4.3.2. Résultats de la traction uniaxiale	204
4.3.3. Caractéristiques du capteur de déformations	210

5. Conclusion.....	210
Références :	212

Chapitre 5 :

Vers un capteur plasmonique de déformations ?

La résonance plasmonique dépend des paramètres propres de la NP (taille, forme et nature) et du milieu environnant (El-sayed 2001). Il faut en outre prendre en compte les interactions entre NPs que ce soit pour des réseaux ordonnés ou des assemblées aléatoires. Elles se traduisent soit par un couplage en champ proche (Salerno et al. 2005), soit par un couplage en champ lointain (Rechberger et al. 2003). Le couplage en champ proche survient lorsque la distance bord à bord entre NPs est inférieure à quelques dizaines de nanomètres. Le couplage en champ lointain traduit les interactions entre le rayonnement incident et chaque NP. Il traduit les interactions dipolaires lorsque la taille de la NP est inférieure à la longueur d'onde du rayonnement incident (Bohren and Huffman 1983). Lorsque la taille de la NP est importante, des phénomènes tels que des effets de retard et de dépolarisation (Meier, Wokaun, and Liao 1985) s'ajoute sur le type de couplage. En fonction de la configuration des NPs dans le réseau (ordonné ou aléatoire, distance inter-particulaire), le couplage se fait de manière spécifique. En fonction du type de couplage mis en jeu, différentes approches dans la conception du capteur peuvent être envisagées, ceci fonction de la configuration de NPs choisie. Il faut noter que la taille des NPs bien qu'influençant le type de couplage, est déterminante dans les caractéristiques du capteur. Dans ce chapitre, nous allons faire une analyse des paramètres déterminant les caractéristiques du capteur plasmonique de déformations. Nous commençons par une présentation des principaux capteurs de mesure de déformations existant. Nous discutons ensuite la règle plasmonique qui est la base théorique sur laquelle nous allons nous appuyer pour définir le concept de capteur plasmonique de déformation. Le dispositif expérimental permettant de réaliser des essais de traction uniaxiale avec mesure de la résonance plasmonique est ensuite présenté. Ce dispositif versatile nous a permis de réaliser les premières preuves expérimentales de concept.

1. Capteurs de déformations existants

Les développements des « smart systems » ou systèmes dits intelligents tels que les réseaux de capteurs impliqués dans la surveillance des sites sensibles ou la voiture du futur, ont contribué au besoin de capteurs de plus en plus sensibles ou spécifiques. Parmi ces capteurs, ceux permettant le suivi des déformations ont fait l'objet de nombreux développements technologiques. De nos jours, on recense deux technologies commerciales principales : les jauges résistives et les réseaux de Bragg fibrés.

1.1. Capteurs à jauges de contrainte

Il existe deux familles de jauges de contrainte, les jauges à trames métalliques et les jauges à semi-conducteurs (voir Figure 5.1) (Le Goër and Avril 1992b; Le Goër and Avril 1992a). Le principe des jauges à trame métalliques est fondé sur la variation de la résistance des alliages métalliques sous l'effet des déformations. Les jauges à élément semi-conducteur quant à elles reposent sur l'effet piézorésistif d'un cristal de silicium. Elles sont adaptées pour de faibles déformations et sont plus utilisées dans l'industrie microélectronique. Les jauges sont le plus souvent, intégrées dans un film souple que l'on colle sur la structure à l'endroit où l'on souhaite suivre les déformations. Dans le cas des jauges métalliques, le matériau est généralement un alliage de nickel. Considérons un alliage métallique de masse volumique ρ , de longueur l et de section S . La résistance de l'alliage a pour expression :

$$R = \rho \frac{l}{S}, \quad (5.1)$$

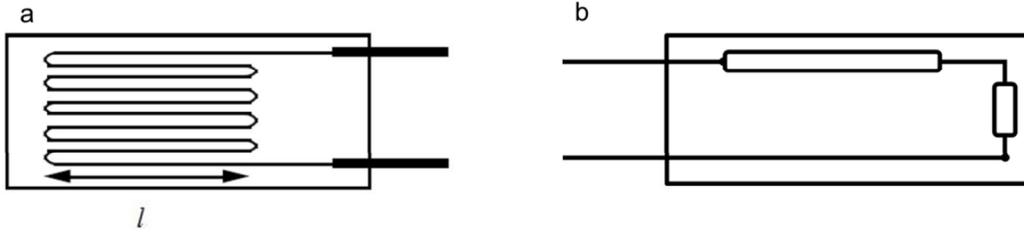


Figure 5.1 : a) jauge à trame métallique, b) jauge à semi-conducteurs

On suppose que le capteur suit fidèlement les déformations de la structure. La variation de la résistance de la jauge s'écrit :

$$\frac{\Delta R}{R} = \frac{\Delta l}{l} - \frac{\Delta S}{S} + \frac{\Delta \rho}{\rho}, \quad (5.2)$$

La variation de la résistance observée est due aux variations de la résistivité et aux changements de géométrie. On peut exprimer les variations de section et de masse volumique en fonction des variations de longueur. On obtient alors :

$$\Delta R = K \frac{\Delta l}{l}, \quad (5.3) \text{ avec}$$

$$K = 1 + 2\nu + C(1 - 2\nu), \quad (5.4)$$

où K est le facteur de la jauge, C est la constante de Bridgman, et ν le coefficient de Poisson. En prenant un coefficient de Poisson $\nu = 0,3$ et la constante de Bridgman $C = 1$, la valeur de la constante de jauge K s'élève à 2. Les valeurs de résistance de jauge sont mesurées par les techniques classiques telles que la méthode potentiométrique et le pont de Wheastone. Cependant, les jauges de contraintes à trames sont sensibles à la température, ce qui peut entraîner une dilatation du fil métallique et des non-linéarités. Les non-linéarités peuvent être évitées lorsque l'on utilise le capteur de manière à rester dans le domaine élastique des résistances métalliques. Malgré ces inconvénients, les jauges résistives restent les capteurs d'analyses de contraintes les plus utilisés. Ceci se justifie par leur fiabilité de mesure, la précision obtenue ($1\mu\text{m/m}$), une simplicité de mise en œuvre et coût faible comparé à d'autres méthodes.

1.2. Les réseaux de Bragg fibrés

Les réseaux de Bragg fibrés (ou Fiber Bragg Grating (FBG) en anglais) sont très répandus comme capteur de mesure des grandeurs physiques telles que la température ou les déformations. Les FBG appartiennent à la grande famille des fibres optiques. Les fibres optiques sont des guides d'ondes diélectriques qui opèrent aux fréquences optiques. Elles sont généralement cylindriques et constituées de deux couches concentriques, le cœur et la gaine. Elles guident la lumière grâce à une légère différence d'indice de réfraction entre ces deux couches (Keiser 2000). Dans le cas d'un FBG, le cœur de silice est dopé au germanium. Il présente une modulation périodique et permanente de l'indice de réfraction (voir Figure 5.2). Il agit alors comme un miroir sélectif, réfléchissant une longueur d'onde particulière, appelée longueur d'onde de Bragg λ_B . Cette longueur d'onde de Bragg est proportionnelle au pas Λ et à l'indice de réfraction effectif n_{eff} du cœur. Ainsi, toute modification de ces paramètres est proportionnelle à la longueur d'onde de Bragg. Les déplacements spectraux sont

corrélés aux grandeurs physiques capables de modifier la réponse du système. Ce sont la température ou la déformation locale subie par la fibre.

Une instrumentation portable et intégrée fondée sur une analyse spectrale fine est nécessaire pour l'utilisation des réseaux de Bragg. Les FBG sont des dispositifs passifs et sont caractérisés par une longue durée de vie (de plus de 20 ans). Ils sont stables dans le temps (pas d'étalonnage nécessaire) et ne souffrent pas de corrosion. En termes de performances, ils sont compatibles avec le multiplexage, offrant des capacités de mesure quasi-distribuées ou distribuées. Par conséquent, plusieurs dizaines de points de détection peuvent être mis en cascade le long d'une fibre optique unique. L'utilisation de la lumière garantit leur immunité contre les rayonnements électromagnétiques et leur insensibilité (Yin, Francis T. S. 2002). Ces caractéristiques permettent l'utilisation des FBG dans le contrôle de l'état des structures (Structural Health Monitoring ou SHM en anglais). Ils peuvent être incorporées dans les matériaux composites (Kinet et al. 2014) et peuvent servir de renforts et de jauges encastrées soumises à un champ de déformations non uniforme, et permettent ainsi une mesure directe et non perturbatrice des forces. Leur emploi pour l'étude de l'interface fibre/matrice et de l'endommagement des matériaux composites semble prometteur. Cependant les FBG souffrent de leur fragilité, et nécessite des précautions importantes au cours de leur manipulation. Une courbure sévère peut en effet rendre la fibre inutilisable.

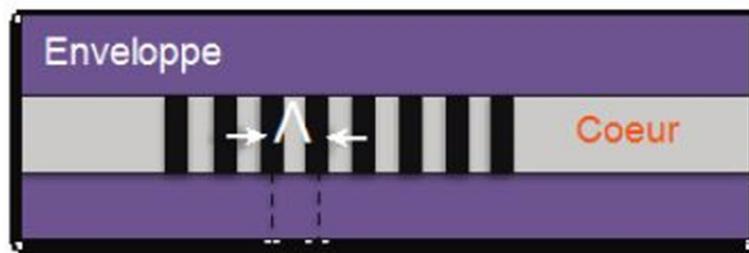


Figure 5.2 : réseau de Bragg fibré

2. Les propriétés optiques des nanoparticules d'or

2.1. Les plasmons dans une nanoparticule métallique

Dans cette partie, nous allons éviter d'entrer dans le détail de la théorie de la résonance plasmonique. Nous allons présenter de manière succincte quelques notions nécessaires à la compréhension des plasmons. Et nous allons définir les différents types de plasmons existants.

2.1.1. Le modèle de Drude des métaux

De manière générale, les propriétés optiques d'un matériau dépendent de sa nature. Les métaux présentent des propriétés optiques particulières de par leur structure électronique. Dans la description de Drude du métal (Bohren and Huffman 1983), le nuage électronique dû aux électrons de conduction est assimilé à un gaz évoluant dans un réseau ionique constitué par les atomes du métal. Bien que ce modèle soit classique, il donne une bonne compréhension du mouvement des électrons dans le métal. Ce modèle peut ainsi être utilisé pour décrire l'interaction entre les électrons du métal et un rayonnement électromagnétique incident. Le problème est alors celui de décrire le mouvement du gaz d'électrons libres dans un champ électrique variable. L'application d'un champ électrique décrit par $\vec{E}(t) = \vec{E}_0 \exp(-i\omega t)$ conduit à une oscillation collective du nuage électronique. Ces oscillations sont

amorties avec une fréquence caractéristique définie par $\gamma = 1/\tau$, avec τ le temps de relaxation du gaz d'électrons libres. Le mouvement du gaz sous l'effet du champ électrique externe est décrit par l'équation :

$$m\ddot{x} + m\gamma\dot{x} = -e\vec{E}(t), \quad (5.5)$$

avec m et e respectivement la masse et la charge de l'électron. La solution de cette équation s'écrit :

$$\vec{x}(t) = \frac{e}{m(\omega^2 + i\gamma\omega)} \vec{E}(t), \quad (5.6)$$

Les oscillations du nuage d'électrons créent une polarisation $\vec{p} = -Ne\vec{x}$, avec N la densité du gaz d'électrons libres. Le déplacement diélectrique correspondant à la nouvelle polarisation a pour expression :

$$\vec{D} = \varepsilon_0 \vec{E} + \vec{P} = \varepsilon_0 \varepsilon \vec{E}, \quad (5.7)$$

$$\vec{D} = \varepsilon_0 \left(1 - \frac{\omega_p^2}{\omega^2 + i\gamma\omega} \right) \vec{E}, \quad (5.8)$$

avec $\omega_p = Ne^2/m\varepsilon_0$, la fréquence des oscillations collectives du plasma du gaz d'électrons libres.

L'expression complexe de la fonction diélectrique du métal s'écrit alors :

$$\varepsilon(\omega) = 1 - \frac{\omega_p^2}{\omega^2 + i\gamma\omega}, \quad (5.9)$$

Les parties réelle et imaginaire de la fonction diélectrique s'écrivent respectivement:

$$\varepsilon'(\omega) = 1 - \frac{\omega_p^2}{\omega^2 + \gamma^2}, \quad (5.10)$$

$$\varepsilon''(\omega) = \frac{\omega_p^2 \gamma}{\omega(\omega^2 + \gamma^2)}, \quad (5.11)$$

Les valeurs prises par la partie réelle de la fonction diélectrique du matériau sont très importantes et caractérisent l'excitation des plasmons. Pour de grandes valeurs de fréquences, de manière à ce que l'approximation $\omega\tau \gg 1$ soit vérifiée, la partie imaginaire de la fonction diélectrique peut être négligée. L'expression de la fonction diélectrique devient alors :

$$\varepsilon(\omega) = 1 - \frac{\omega_p^2}{\omega^2}, \quad (5.12)$$

La relation de dispersion du champ électrique d'une onde électromagnétique transverse s'écrit :

$$k^2 = \omega^2 \varepsilon / c^2 \quad \text{avec } k \text{ et } c \text{ respectivement le vecteur d'onde et la célérité de la lumière dans le vide.}$$

Les fréquences du champ électrique incident et d'oscillation de plasma d'électron sont alors reliées par la relation :

$$\omega^2(k) = \sqrt{\omega_p^2 + \frac{k^2}{\varepsilon}}, \quad (5.13)$$

En fonction de la valeur de la fréquence du champ électrique incident, on peut ainsi définir deux régimes :

❖ $\omega < \omega_p$, le champ électromagnétique incident ne se propage pas pour des valeurs de fréquences inférieures à la fréquence d'oscillation de plasma.

❖ $\omega > \omega_p$, le champ électromagnétique incident se propage avec une vitesse de groupe définie

par : $v_g = dw/dk$. Ces régimes de propagation sont illustrés sur la Figure 5.3.

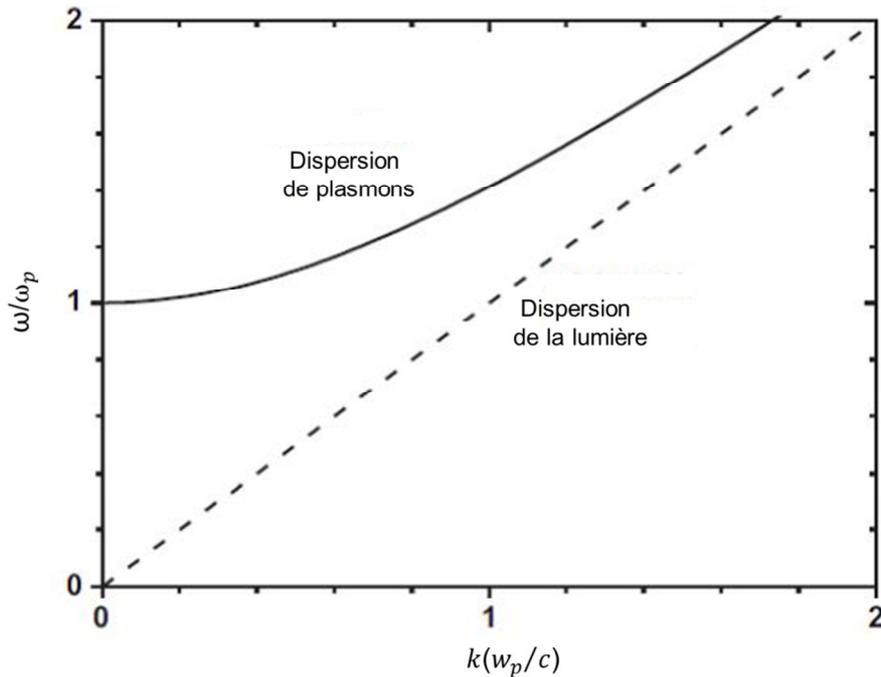


Figure 5.3 : relation de la dispersion d'un gaz d'électrons libre et dispersion de la lumière.

2.1.2. Les plasmons de volume

Le modèle de Drude fournit donc en première approximation une description d'un métal. Un gaz dense de particules chargées est appelé plasma. Le plasma dans la description de Drude est le gaz d'électrons libres à l'intérieur du métal. Les oscillations de ce plasma peuvent se propager dans le volume du métal. Le quantum d'excitation de ces oscillations longitudinales de la densité de charge est appelé plasmon de volume. Les plasmons de volume sont donc difficiles à exciter par une lumière blanche du fait du faible moment angulaire fournit aux électrons de conduction. On va observer simplement une relaxation et un retour à un état d'équilibre des électrons de conduction (Kreibig and Vollmer 1995). Pour exciter les plasmons de volume, il faut utiliser des techniques spécifiques telles la spectroscopie électronique ou de rayons X (Soller, Stuart, and Hall 2001).

2.1.3. Les plasmons de surface dans les films métalliques

Les plasmons sont issus des oscillations collectives des électrons libres dues à une excitation externe. La plupart des études se sont focalisées sur les systèmes métalliques d'Au et d'Ag (Barnes, Dereux, and Ebbesen 2003; Benson 2011). Il est possible d'exciter via une onde électromagnétique, des modes de plasmons délocalisés appelés polaritons de plasmons de surface (SPP, Surface Plasmon Polaritons en anglais) à l'interface diélectrique / métal. Ces ondes propagatrices de surface sont excitées lorsque le champ électromagnétique incident est couplé avec les oscillations du plasma d'électrons dans le métal conducteur (voir Figure 5.4a). Ce couplage est possible uniquement lorsque le vecteur d'onde de la lumière incidente correspond à celui du SPP avec la même pulsation angulaire ω .

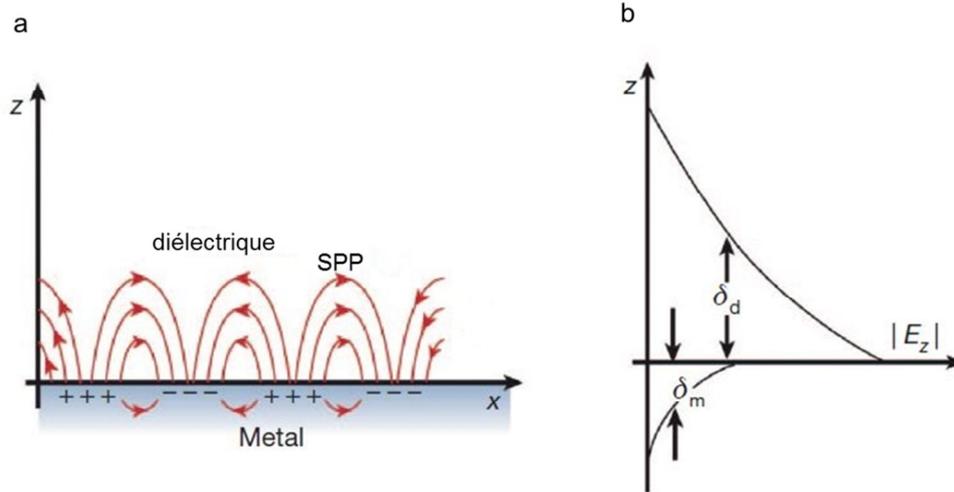


Figure 5.4 : a) SPP à l'interface diélectrique / métal, b) décroissance du champ électromagnétique.

Les SPP possèdent deux propriétés importantes relatives à leurs conditions d'excitation. Premièrement, le moment angulaire des SPPs et celui des plasmons de surfaces sont décalés. Deuxièmement, les SPP sont des ondes évanescentes, en effet, le champ électromagnétique causé par les oscillations à son maximum à la surface et il décroît exponentiellement avec la distance (Raether 1988) (voir Figure 5.4b). De ce fait, l'excitation des SPP exige des conditions particulières. A l'aide d'un prisme (configuration d'Otto-Kretschmann (Connolly et al. 1991)) ou via un réseau (Egorov et al. 2004; Laluet et al. 2007), il est possible de les exciter.

A partir des équations de Maxwell dérivées avec les bonnes conditions aux limites, on peut déterminer l'expression de la relation de dispersion des plasmons de surface :

$$k_{sp} = k_0 \sqrt{\frac{\epsilon_m \epsilon_d}{\epsilon_m + \epsilon_d}}, \quad (5.14)$$

avec $k_0 = \omega/c$, le vecteur d'onde du vide, ϵ_m et ϵ_d les constantes diélectriques du métal et du diélectrique respectivement. Lorsque la condition :

$$\sqrt{\frac{\epsilon_m \epsilon_d}{\epsilon_m + \epsilon_d}} > 1, \quad (5.15)$$

est réalisée, la norme du vecteur d'onde des plasmons de surface \vec{k} (ou leur moment) est plus importante que celle du rayonnement incident à la même fréquence. Les relations de dispersion des plasmons de surface et de la lumière illustrent cette évolution (voir Figure 5.5). En effet, la relation de dispersion des plasmons de surface est non linéaire tandis que celle de la lumière est linéaire. On ne peut donc avoir une relation entre les vecteurs d'ondes pour une même valeur de fréquence donnée. Dans la pratique, cette condition est réalisée lorsque les fonctions diélectriques du métal et du milieu environnant sont de signe contraire. Ce qui implique alors que la fonction diélectrique du métal ϵ_m soit négative et complexe. Par conséquent, la puissance ne pourra pas se propager d'une distance de la surface. C'est le principe fondamental qui est utilisé pour les guides d'ondes de plasmons de surface. La fréquence des SPP peut être déterminée à partir de celle des plasmons de volume. En effet, les plasmons de surface d'une surface plane correspondent aux plasmons de volume du métal, lorsque :

$$\text{Re } \epsilon_m(\omega_{sp}) = -\epsilon_d, \text{ avec } \epsilon_d > 0 \text{ (condition d'excitation des plasmons de surface).}$$

On obtient alors :

$$\omega_{sp} = \frac{\omega_p}{\sqrt{1 + \epsilon_d}}, \quad (5.16)$$

Lorsque le film métallique est entouré par le vide, la fréquence des plasmons de surface devient :

$$\omega_{sp} = \frac{\omega_p}{\sqrt{2}}, \quad (5.17)$$

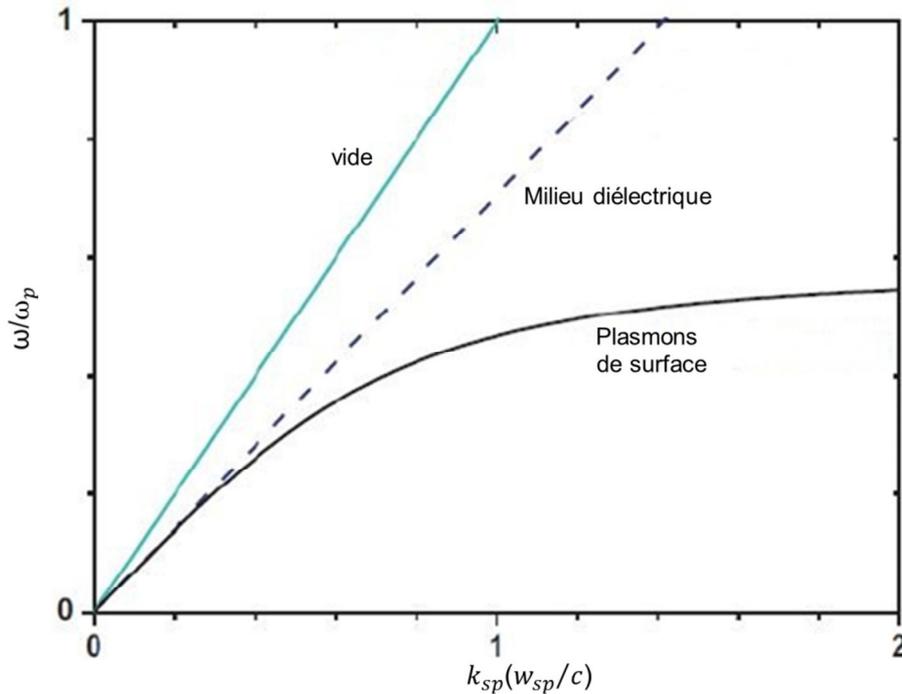


Figure 5.5 : relation de dispersion des plasmons de surface

2.1.4. Les plasmons localisés de surface

Les plasmons localisés de surface (ou Localized Surface Plasmon, LSP en anglais) sont des excitations collectives des électrons libres confinés dans les nanoparticules métalliques ou les cavités métalliques nanostructurées. L'énergie du rayonnement incident est absorbée dans la NP et est utilisée pour déplacer collectivement le nuage électronique (voir Figure 5.6). Une force de rappel est exercée par la particule sur les électrons, ce qui induit une résonance qui amplifie le champ électrique à l'intérieur et au voisinage de la particule. Les fréquences d'oscillations du nuage électronique à la résonance sont discrètes, une partie du rayonnement incident reste absorbée à l'intérieur de la NP, tandis qu'une autre partie est fortement diffusée. Contrairement au SPP, les LSPs peuvent être excités avec une lumière de fréquence et de polarisation appropriées, indépendamment du vecteur d'onde de la lumière incidente (Zayats and Smolyaninov 2003), à cause de la densité électronique quasi ponctuelle que possède la symétrie d'un dipôle oscillant.

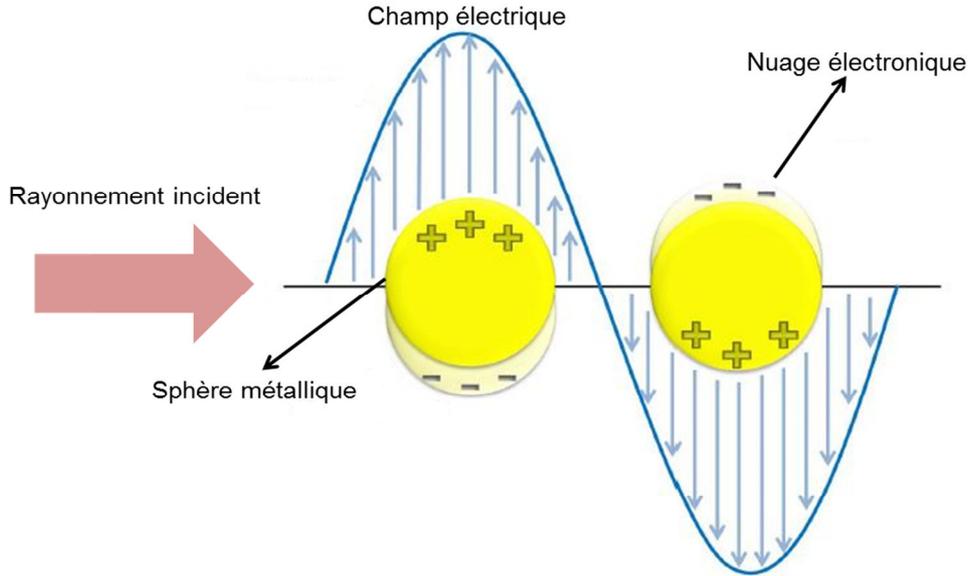


Figure 5.6 : oscillations du nuage électronique à l'intérieur d'une NP due à un champ électromagnétique

Pour mieux comprendre les phénomènes physiques liés à la résonance des plasmons localisés de surface, il est important de traiter l'interaction entre un champ électromagnétique incident et une NP métallique. La figure de LSPR dépend de la taille et de la géométrie de la NP. Dans le cas d'une NP de forme sphérique et de petite taille (diamètre $< 100\text{nm}$), l'approximation d'un régime quasi-statique peut être utilisée. La phase du champ électromagnétique oscillant harmoniquement est alors considérée comme constante dans le volume de la NP. Il revient à traiter le problème d'une NP dans un champ électrostatique. La dépendance temporelle peut être ajoutée à la solution statique lorsque les distributions de champ sont obtenues. Pour ce faire, considérons une NP métallique sphérique de rayon r , de permittivité diélectrique $\varepsilon = \varepsilon_1 + i\varepsilon_2$ plongée dans un champ électrique uniforme statique $\vec{E} = E_0\vec{z}$ (orienté suivant \vec{z}). Le milieu environnant de la NP est isotrope, non absorbant et de constante diélectrique ε_d . Dans la théorie électrostatique, on résout $\Delta\phi = 0$, afin d'en déduire le champ électrique $\vec{E} = -\vec{\nabla}\phi$. Le détail du développement permettant de trouver l'expression du moment dipolaire induit dans la particule par l'application du champ électromagnétique est référencé dans la littérature (Bohren and Huffman 1983). Le moment dipolaire s'écrit :

$$\vec{P} = 4\pi\varepsilon_0\varepsilon_m r^3 \frac{\varepsilon - \varepsilon_d}{\varepsilon + 2\varepsilon_d} \vec{E}_0, \quad (5.18)$$

En introduisant la polarisabilité α définie comme $\vec{P} = \varepsilon_0\varepsilon_d\alpha\vec{E}_0$, on obtient :

$$\alpha = 4\pi r^3 \frac{\varepsilon - \varepsilon_d}{\varepsilon + 2\varepsilon_d}, \quad (5.19)$$

En dérivant le potentiel, on trouve la distribution du champ à l'intérieur et à l'extérieur de la sphère :

$$\vec{E}_{in} = -\frac{3\varepsilon_d}{\varepsilon + 2\varepsilon_d} \vec{E}_0, \quad (5.20)$$

$$\vec{E}_{out} = \vec{E}_0 + \frac{3\vec{n}(\vec{n}\cdot\vec{p}) - \vec{p}}{4\pi\varepsilon_0\varepsilon_m} \frac{1}{r^3}, \quad (5.21)$$

avec \vec{n} le vecteur unitaire orienté dans la direction du point d'intérêt. Ces solutions peuvent être appliquées en régime quasi-statique pour une sphère métallique placée dans un champ

électromagnétique oscillant. Pour cela, il faut considérer la variation de la fonction diélectrique en fonction de la fréquence, $\varepsilon(\omega)$. Les champs électriques internes et externes du dipôle entrent en résonance (résonance des plasmons localisés de surface) lorsque $|\varepsilon(\omega) + 2\varepsilon_d|$ est minimum, ce qui équivaut à dire que :

$$[\varepsilon_1(\omega) + 2\varepsilon_d]^2 + [\varepsilon_2(\omega)]^2 \text{ est minimum, (5.22)}$$

Cette condition est réalisée par les métaux nobles et les métaux alcalins et implique comme nous l'avons souligné au précédent paragraphe que la partie réelle de la fonction diélectrique $\varepsilon_1(\omega)$ ait une valeur négative. Lorsque la partie imaginaire de cette fonction diélectrique est faible ou varie faiblement à la résonance, la condition (5.x) se simplifie comme :

$$\text{Re}[\varepsilon(\omega)] = -2\varepsilon_d, \text{ (5.23)}$$

Cette condition est appelée condition de Fröhlich, elle se traduit par une résonance aigüe des champs électriques interne et externe. Elle montre aussi la forte influence de l'environnement diélectrique sur la fréquence de résonance. Lorsque la valeur de ε_d augmente, la résonance est déplacée vers le rouge. Les NPs peuvent donc être utilisées comme des capteurs optiques, sensibles aux modifications de l'indice de réfraction du milieu.

La description des modes LSPs peut être effectuée à partir de l'équation de Laplace (Maier and Atwater 2005):

$$\varepsilon_m(\omega)l + \varepsilon(\omega)(l+1) = 0, \text{ (5.24)}$$

A partir de la fonction diélectrique dans la description de Drude sans amortissement ($\gamma = 0$) (equation 5.9), et en considérant comme milieu environnant, le vide, les fréquences propres des modes électromagnétiques de surface sont :

$$\omega_l^{sph} = \sqrt{\frac{l}{2l+1}} \omega_p, \text{ (5.25)}$$

avec l l'ordre de l'harmonique sphérique qui permet de décrire la déformation du gaz d'électrons en raison de la symétrie sphérique du problème. Ainsi, l'expression de la fréquence du mode dipolaire ($l = 1$) des plasmons de surface d'une sphère plongée dans le vide est :

$$\omega_l^{sph} = \frac{\omega_p}{\sqrt{3}}, \text{ (5.26)}$$

Dans ce mode, la particule est assimilée à un dipôle parfait, cette résonance est celle que l'on a communément sur des NPs sphériques de petite taille. La résonance s'accompagne d'un renforcement du champ électromagnétique à l'intérieur (absorption) et à l'extérieur (diffusion) de la NP. Cette propriété est exploitée dans plusieurs dispositifs plasmoniques. Pour rendre compte de l'absorption et de la diffusion du rayonnement par la NP, on définit les sections efficaces d'absorption et de diffusion :

$$\sigma_{sca} = \frac{k^4}{6\pi} |\alpha|^2 = \frac{8\pi}{3} k^4 r^6 \left| \frac{\varepsilon - \varepsilon_d}{\varepsilon + 2\varepsilon_d} \right|^2, \text{ (5.27)}$$

$$\sigma_{abs} = k \text{Im}[\alpha] = 4\pi k r^3 \text{Im} \left[\frac{\varepsilon - \varepsilon_d}{\varepsilon + 2\varepsilon_d} \right], \text{ (5.28)}$$

De ces relations, il ressort que l'absorption ou la diffusion des NPs est intrinsèquement liée à leur taille. Pour de petites particules, c'est l'absorption qui sera dominante puisqu'elle varie en r^3 tandis

que la diffusion varie en r^6 . Les sections efficaces d'absorption et de diffusion peuvent être reliées à la section efficace d'extinction.

Lorsque la taille des NPs devient importante, les interactions entre NPs et rayonnement électromagnétique ne peuvent plus être traitées dans le cadre de l'approximation quasi-statique. Il faudrait alors utiliser une théorie électrodynamique prenant en compte les déphasages importants du champ électromagnétique incident. La théorie de Mie développée en 1908, permet de calculer les interactions entre un rayonnement électromagnétique et une NP métallique de forme sphérique. Elle est applicable à de nanosphères de tailles diverses. Cette théorie peut être adaptée pour le calcul des propriétés optiques d'une NP de taille et de forme quelconques.

Nous venons de voir dans le cadre de l'approximation quasi-statique que les sections efficaces d'absorption et de diffusion dépendent de la taille de la NP sphérique et que la fréquence de la résonance dépend de la fonction diélectrique. Nous allons analyser rapidement les variations des LSP en fonction de la nature du métal, de la taille, de la forme des NPs et du milieu environnant les NPs.

2.1.4.1. Influence de la nature du métal

Les métaux nobles et les métaux alcalins remplissent la condition de Fröhlich, ils peuvent ainsi présenter un plasmon localisé de surface. Les métaux les plus étudiés en plasmoniques sont l'Au, l'Ag, l'Al et le Cu. Ils présentent chacun des avantages et des inconvénients. L'or et l'argent sont les métaux les plus utilisés pour les études plasmoniques dans le visible à cause de leur fonction diélectrique. Comme nous l'avons souligné (équations 5.10 et 5.11), les parties réelle et imaginaire de la fonction diélectrique du métal sont reliées à la diffusion et l'absorption de la NP respectivement. Les nanosphères d'Ag et d'Al par exemple, présentent des pics d'absorptions de LSPR intenses parce que les valeurs de la partie imaginaire de leur fonction diélectrique sont faibles aux fréquences où la partie imaginaire remplit la condition de résonance (voir équation 5.23) tandis que l'Au et le Cu sont plus absorbant à cause de leur partie imaginaire plus grande à ces longueurs d'onde (Bohren and Huffman 1983).

Cependant, l'argent et le cuivre, bien qu'étant plus accessibles en termes de coût, sont sujets à l'oxydation. L'oxydation des NPs d'argent après leur élaboration est principalement due à une contamination par le soufre. Elle résulte en un décalage de la position de la résonance qui est graduelle avec la croissance de la couche d'oxyde (McMahon et al. 2005). Pour notre étude dont la clé est la fabrication d'un capteur de déformation, nous avons choisi l'or comme métal du fait de sa stabilité chimique.

2.1.4.2. Influence de la taille de la nanoparticule

Les sections efficaces d'absorption et de diffusion dont dépendent le champ électromagnétique à l'intérieur et à l'extérieur de la NP sont fonction du rayon de la NP. La taille des NPs influencent donc le spectre d'extinction. En effet, on peut répartir les propriétés optiques des NPs en fonction de leur gamme de taille.

Nanoparticules de taille inférieure à 10nm : le volume de ces NPs est faible et leurs dimensions sont petites devant le libre parcours moyens des électrons dans les métaux, le libre parcours moyen étant proche de 38 nm pour l'or (Zhang et al. 2004). C'est la diffusion due aux collisions entre les électrons et la surface de la NP qui est prédominante sur la réponse optique. Elle résulte en un élargissement du pic de résonance. La teinte brune des suspensions de colloïdes d'or est caractéristique de leur taille qui est inférieure à 4nm.

Nanoparticule de taille supérieure à 10nm : les NPs dans cette gamme de taille (entre 10nm et quelques dizaines de nm, proche de 100 nm) ont leur résonance plasmonique qui varie faiblement. En effet, la position et la largeur du pic de résonance plasmonique ne changent presque pas. Dans le cas par exemple des NPs d'or, la position du pic de résonance est autour de 525 nm et il est relativement étroit. Ces NPs sont traitées dans le cadre de l'approximation quasi-statique. La coloration spécifique des colloïdes de ces particules en solution est le rouge vin.

Nanoparticules de grande taille : lorsque la taille des NPs devient importante ($> \lambda/10$), elles ne peuvent plus être traitées dans le cadre de l'approximation quasi-statique. Les déphasages dans le rayonnement incident entraînent l'apparition des modes multipolaires dans le spectre d'extinction. Ces déphasages sont causés par les phénomènes de retards qui peuvent être décomposés en dépolarisation dynamique et en amortissement radiatif (Maier 2007).

2.1.4.3. Influence de la forme de la nanoparticule

La forme de la NP est le facteur qui influence le plus le spectre d'extinction des NPs (Kreibig and Vollmer 1995). En effet, lorsqu'une NP n'est pas sphérique, elle comporte plus d'un axe de révolution. Les oscillations sur chacun des axes de la particule vont avoir une influence sur le spectre d'extinction. Considérons par exemple une particule obtenue à partir d'une sphère dont on a allongé une direction. La particule possède alors deux axes que nous allons appeler A et B, la déformation du nuage électronique due à ces axes peut se traduire par l'excitation de deux pics plasmons propres à chacun des axes. Le premier est semblable au pic plasmon de la particule sphérique et le second est excité aux basses longueurs d'ondes. La déformation du nuage électronique va entraîner l'apparition de deux polarisabilités effectives différentes suivant chaque axe de la NP. En utilisant la formulation de Gans, la polarisabilité de chaque axe peut être approximée comme :

$$p_A = \frac{1-e^2}{e^2} \left[\frac{1}{2e} \ln \left(\frac{1+e}{1-e} \right) \right], \quad (5.29)$$

$$P_B = \frac{1-P_A}{2}, \quad (5.30)$$

avec $e = \sqrt{1 - \left(\frac{B}{A} \right)^2}$ qui dépend du rapport des axes.

La position de la résonance des plasmons localisés de surface en fonction de la forme des NPs a été étudiée pour les NPs d'Ag (Mock et al. 2002) et d'Au (Orendorff, Sau, and Murphy 2006). Mock et ses collaborateurs ont mesurés la position de cette résonance pour quelques formes usuelles de NPs dans le cas de l'Ag. Elle est mesurée à $\lambda = 400$ nm pour une sphère, à $\lambda = 500$ nm pour les pentagones et $\lambda = 750$ nm pour des triangles. Il est important de noter que dans le cas des NPs de forme triangulaire, la forme des bords influence aussi la position de cette résonance elle est décalée lorsque les bords sont tronqués ou moins nets. Des évolutions similaires de la résonance ont été reportées par Orendorff et ses collaborateurs dans le cas de l'Au.

2.1.4.4. Influence du milieu environnant la nanoparticule

La fonction diélectrique du milieu environnant les NPs influence fortement la résonance des NPs métalliques d'après l'équation 5.23. La position de la résonance est décalée vers le rouge lorsque la partie réelle de l'indice de réfraction du milieu environnant les NPs augmente (Kelly et al. 2003). Pour

rendre compte de l'influence du milieu environnant sur la réponse optique des NPs, Kelly et al. ont calculé par DDA (Discrete Dipole Approximation), la réponse optique d'une NP d'Ag plongée dans l'air et progressivement imbibée dans une cavité de silice de 10 nm d'épaisseur (voir Figure 5.7). La position de résonance de la NP est décalée d'environ 40 nm lorsqu'elle est déposée sur la silice comparée à la position de la résonance de la NP plongée dans l'air. Le décalage de la résonance devient linéaire lorsque la NP est progressivement imbibée dans la cavité de silice. Ainsi le milieu environnant les NPs influence leur réponse optique.

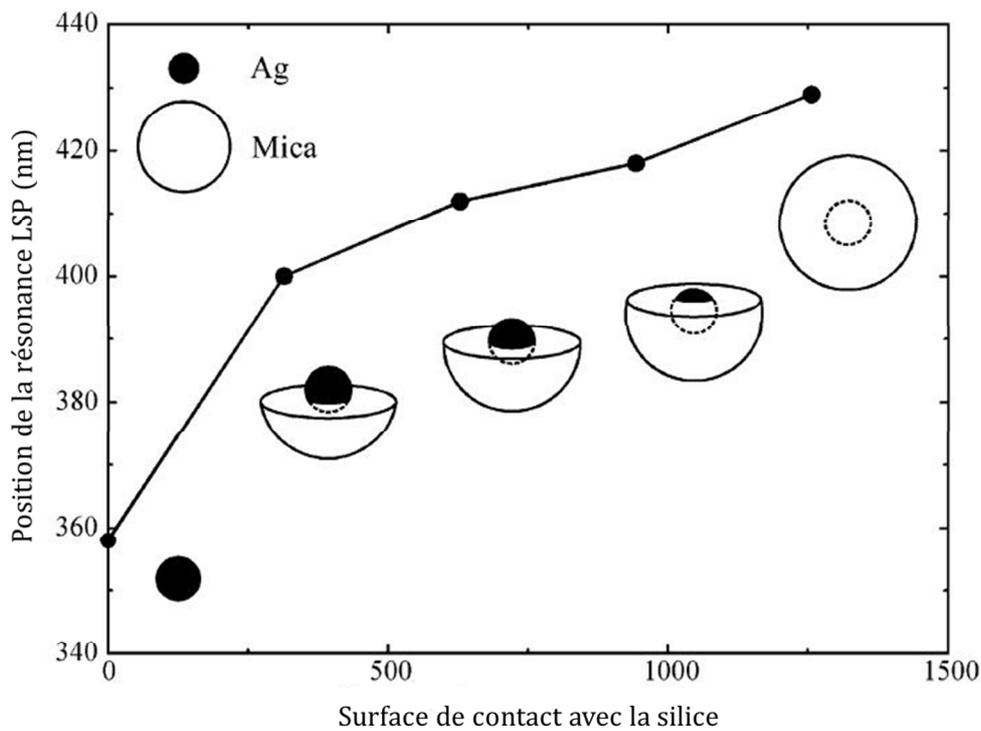


Figure 5.7 : évolution de la résonance d'une NP d'argent de 10 nm plongée dans et imbibée progressivement dans la silice. La NP est imbibée progressivement de 0 (NP à la surface), 5, 10 et 15 nm de silice, on observe alors un brusque décalage d'environ 40 nm entre les positions de résonance de la NP plongée dans l'air et posée sur la silice. Le décalage devient linéaire lorsqu'on imbibe la NP dans la silice (Kelly et al. 2003).

Plusieurs paramètres tels que la nature du métal, la taille et la forme de la NP ainsi que le milieu environnant entrent en compte dans l'étude de la résonance des LSPs d'une NP métallique. Cependant, lorsque les NPs métalliques sont proches les unes des autres (distance inter-NPs inférieure au diamètre des NPs), il faut prendre en compte le couplage entre elles. En effet, la position de la résonance ou de manière plus globale, le spectre d'extinction dépend de la force du couplage entre les NPs qui est directement liée à la distance entre NPs. La compréhension du couplage entre NPs métalliques a fait l'objet de nombreuses études (Sönnichsen et al. 2005; Jain, Huang, and El-Sayed 2007). C'est ce couplage que nous allons tenter de mettre à profit dans l'étude de notre capteur de déformation plasmonique.

2.2. La règle plasmonique

Nous venons de voir que la résonance plasmonique d'une NP dépend de sa nature, de sa géométrie et du milieu environnant. Pour la plupart des applications, les NPs sont assemblées en réseaux ordonnés ou désordonnés afin d'exploiter le couplage entre NPs. Dans une assemblée de NPs, la résonance plasmonique est fonction de la distance entre les NPs (Haynes et al. 2003; Tabor et al. 2009;

Jain, Huang, and El-Sayed 2007; Dolinnyi 2015). Plusieurs travaux ont montré que la variation du décalage de la position de la résonance plasmonique avec la distance inter-particule (inter-NPs) suit une même tendance pour différentes géométrie de NPs (Jain, Huang, and El-Sayed 2007; Dolinnyi 2015). Cette tendance est résumée sous une forme analytique appelée « plasmon ruler equation » en anglais ou équation de règle plasmonique en français. Cette équation a été établie pour deux NPs proches (dimère) dont la distance bord à bord est typiquement inférieure au diamètre des NPs. La validité de la règle plasmonique dans le cas des réseaux de monomères de NPs métalliques, a été étudiée. Il ressort dans ces travaux une forte dépendance de la règle plasmonique avec la taille des NPs (Ben and Park 2011). C'est la dépendance de la position de la résonance plasmonique avec la distance inter-NPs que nous voulons mettre à profit dans la fabrication d'un capteur de déformations. En effet, on suppose en première approximation que les NPs métalliques déposées à la surface d'un substrat déformable suivent fidèlement les déformations du substrat. Lorsque le substrat se déforme sous l'action d'une sollicitation, les NPs peuvent fortement se déplacer comme nous l'avons vu dans la première partie de ce manuscrit. Ces déplacements des NPs entraînent des variations de la distance inter-NPs qui résultent en des variations de la position de la résonance plasmonique. Nous allons donc utiliser les variations dans les spectres d'extinction pour remonter aux déformations à la surface du substrat.

2.2.1. Cas des dimères

L'équation de règle plasmonique a été établie pour la première fois pour mesurer la distance dans les systèmes biologiques en utilisant les variations des propriétés optiques (Sönnichsen et al. 2005; Reinhard et al. 2005) des NPs métalliques. La forme analytique a été proposée quelques temps après par Jain et al. (Jain, Huang, and El-Sayed 2007) à partir des dimères de nanocylindres d'or. Dans cette étude, ils montrent le caractère universel de cette équation, c'est-à-dire, le fait que la variation du couplage plasmonique entre NPs avec la distance puisse être approximée par une exponentielle décroissance indépendamment des paramètres des particules et du milieu environnant. Ces paramètres vont cependant déterminer les variables de l'exponentielle qui sont liées à l'amplitude de décroissance et à la constance de décroissance. Pour établir cette relation, des réseaux de dimères de nanocylindres d'or de 88 nm de diamètre avec un pas de 300 nm ont été lithographiés sur un substrat de quartz avec des gaps compris entre 2 nm et 212 nm. Les mesures de micro-absorption ont été réalisées avec une polarisation le long de l'axe du dimère (voir Figure 5.8a) et une autre perpendiculairement à cet axe (voir Figure 5.8c). Lorsque la polarisation est parallèle à l'axe du dimère, on observe un décalage vers le rouge (grande longueur d'onde) de la résonance en fonction de la diminution du gap. Tandis que dans le cas de la polarisation transverse, un faible décalage de la résonance plasmonique vers le bleu (faible longueur d'onde) est observé. Dans cet état de polarisation, c'est la réponse propre à la NP qui est observée. Les calculs DDA (Discrete Dipole Approximation) de dimères uniques ayant les valeurs de gaps expérimentaux, et avec comme diélectrique environnant les NPs l'air (et non le quartz) ont été réalisés. Des résultats similaires aux résultats expérimentaux ont été obtenus et sont présentés sur les Figure 5.8b et d.

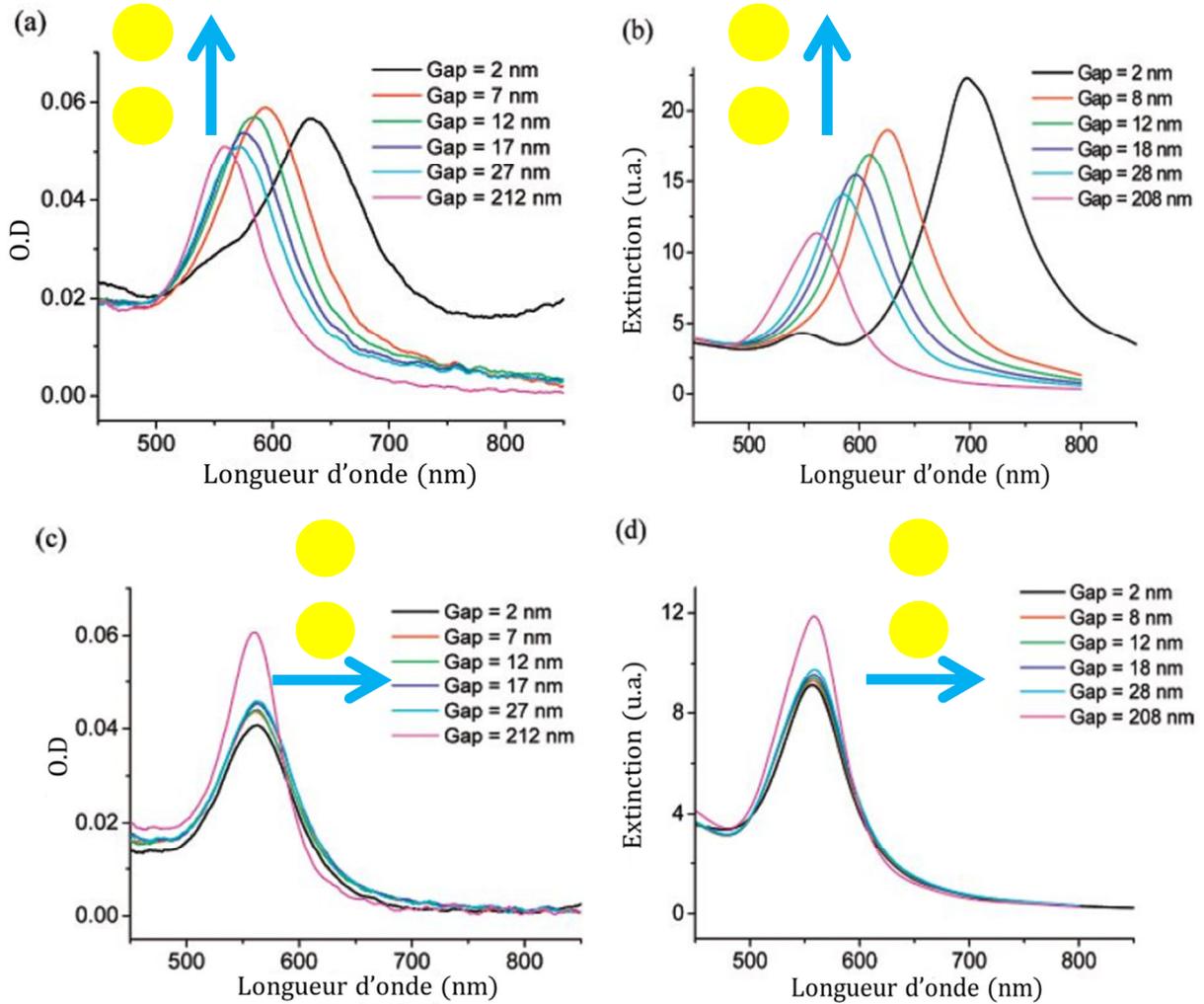


Figure 5.8 : les résultats expérimentaux montrent le décalage de la résonance plasmonique en fonction du gap lorsque la polarisation est orientée le long de l'axe du dimère (a). Lorsque la polarisation est perpendiculaire à cet axe (c), on observe un faible décalage de la résonance vers le bleu. Les spectres obtenus à partir des simulations numériques DDA sont présentées pour la polarisation longitudinale en (b) et pour la polarisation transverse en (d) (Jain, Huang, and El-Sayed 2007).

Pour établir l'équation de la règle plasmonique, on considère que le couplage entre NPs peut être négligé pour des valeurs importantes de gap. En fait, pour des valeurs de gap > 2.5 fois le diamètre de la NP, on assimile la position de la résonance plasmonique à celle d'une NP unique. Le décalage de la position de la résonance plasmonique est défini comme la différence entre la position de la résonance lorsque les particules sont couplées avec la position de la résonance de la NP isolée, soit $\Delta\lambda = \lambda - \lambda_0$. λ et λ_0 sont les positions de résonances lorsque les NPs sont couplées et lorsque les NPs sont non couplées. Ce décalage est tracé en fonction du gap du dimère dans le cas de la polarisation longitudinale (voir Figure 5.9). On obtient ainsi une distribution de points ayant la tendance d'une exponentielle décroissante. A partir des positions de résonances obtenues expérimentalement et numériquement, cette tendance est obtenue. L'exponentielle décroissante peut alors être exprimée sous la forme suivante:

$$y = y_0 + a.e^{-x/l}, \quad (5.31)$$

l est la décroissance de la longueur, sa valeur est de 15.5 ± 3.0 nm et de 17.6 ± 2.5 nm pour l'expérience et le calcul respectivement.

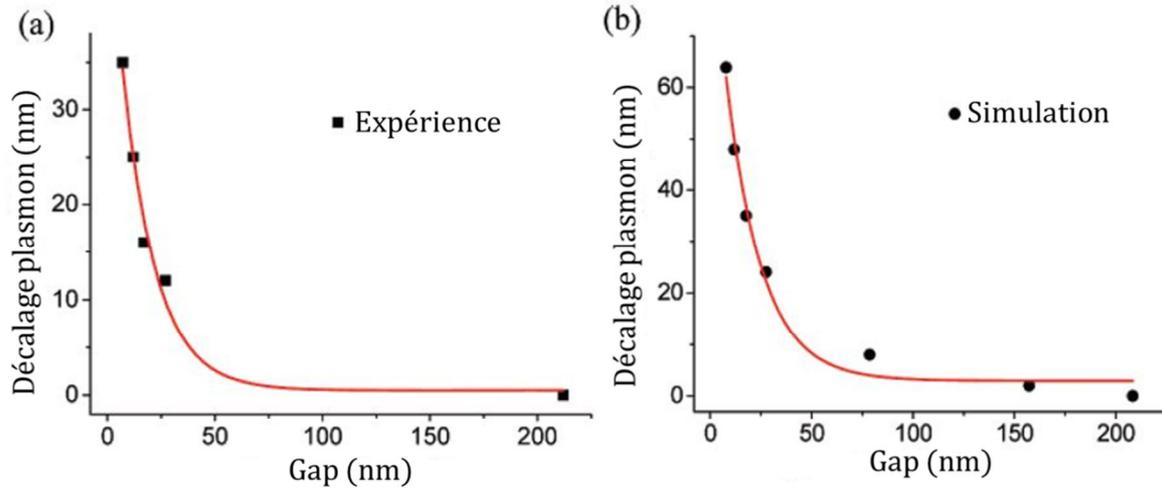


Figure 5.9 : décalage de la position de résonance en fonction du gap, a) expérimental et b) calcul DDA, la courbe suit une exponentielle de décroissance de la $y = y_0 + a.e^{-x/l}$ (Jain, Huang, and El-Sayed 2007).

En divisant le décalage de la résonance plasmonique et le gap entre NPs par la position de la résonance de la NP unique et la taille des NPs respectivement, c'est-à-dire $\Delta\lambda/\lambda_0$ en fonction de s/D , on obtient une variation exponentielle indépendamment de la taille des NPs (Su et al. 2003). Cette propriété a été vérifiée par Jain et al. pour des dimères de nanocylindres de 54 nm, 68 nm et 86 nm de diamètres. L'équation de règle plasmonique s'écrit alors :

$$\frac{\Delta\lambda}{\lambda_0} = ae^{-x/\tau}, \quad (5.32)$$

$x = s/D$, s est le gap, a est l'intensité de décalage de la position de la résonance et τ est la constante de décroissance. Ils ont ainsi établi le caractère universel de la constante de décroissance τ . En fait, τ a une valeur proche de 0.2, ce qui signifie que le couplage plasmonique diminue sur une distance qui est approximativement égale à 0.2 fois le diamètre de la NP. Le décalage de la résonance décroît rapidement lorsque le gap entre les NPs augmente. Ceci s'explique par le fait que les NPs sont fortement couplées lorsqu'elles sont très rapprochées. La force de ce couplage diminue avec l'augmentation de la distance entre NPs. Le couplage devient quasi nul pour des valeurs importantes de gaps, dans ces cas, la réponse optique est proche de celle de la NP unique. Ceci en faisant l'approximation que les NPs n'ont une taille importante et que les interférences des modes dipolaires de chaque NP ne sont pas conséquentes.

La Figure 5.10a montre la décroissance exponentielle de la résonance plasmonique en fonction du gap pour trois tailles de NPs, 54, 68 et 86 nm. Trois courbes différentes correspondantes chacune à une taille de NPs sont obtenues. En représentant sur le même graphe les variations de $\Delta\lambda/\lambda_0$ en fonction de s/D (voir Figure 5.10b), on obtient des distributions de points proches pour les trois tailles de NPs. Cependant, l'exponentielle converge plus vite au voisinage de l'axe s/D lorsque le diamètre des NPs est faible, et le décalage $\Delta\lambda/\lambda_0$ augmente aussi avec la taille des NPs. Le décalage de la résonance est ainsi plus important pour des NPs de grande taille. Et pour les valeurs importantes de gap, on peut encore observer un couplage entre les NPs donc un décalage de la résonance.

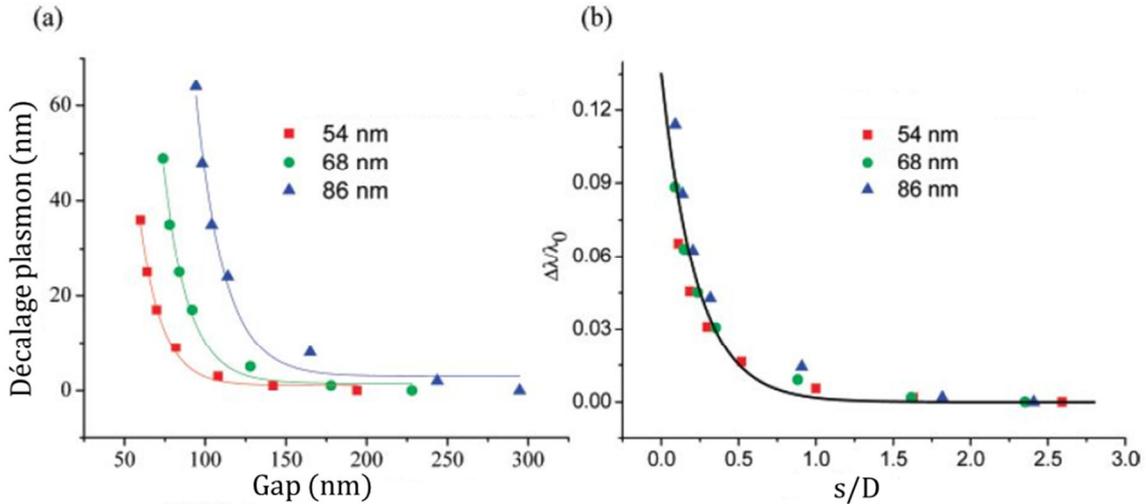


Figure 5.10 : a) évolution de la position de la résonance en fonction du gap pour des nanocylindre de 54, 68 et 86 nm de diamètre, b) normalisation de la position de la résonance et du gap par la position de la résonance de la NP et par le diamètre de la NP respectivement. Elle permet d'obtenir une tendance indépendante de la taille des NPs.

Le caractère universel de la règle plasmonique a été étendu aux NPs de métaux nobles de diverses géométries plongées dans divers diélectriques. Il ressort que les paramètres de l'équation de la règle plasmonique, a et τ sont sensibles à la forme de NPs (Tabor et al. 2009). Cependant, la formulation de cette règle pour des gaps très petits de l'ordre de la fraction du nanomètre n'est pas clairement établie.

2.2.2. Cas des réseaux de monomères

L'équation de la règle plasmonique a été démontrée dans le cas d'un réseau de nanocylindres de dimères. Cette règle est-elle valable dans le cas des réseaux de monomères de NPs? Ben and Park 2011 ont montré qu'elle restait valide dans la configuration de réseau mais qu'elle était limitée à une taille seuil de NPs. Pour des NPs ayant une taille inférieure à 70 nm, la règle plasmonique du réseau est similaire à celle trouvée par Jain et al. dans la cadre des dimères avec des valeurs de constantes de décroissance τ proches ($\tau = 0.23 \pm 0.02$). L'intensité de décalage a augmente aussi avec la taille des NPs. Par contre pour des tailles de NPs supérieure à 70 nm, la règle plasmonique n'est plus valide dans le cas des réseaux. Ceci s'explique par les phénomènes de retard au niveau de chaque NP qui sont amplifiés par l'arrangement en réseau des NPs. Le retard au niveau d'une NP est dû principalement aux phénomènes de dépolarisation dynamique et d'amortissement radiatif. En effet, la dépolarisation dynamique est due au fait que la distance entre les charges du dipôle induit aux extrémités de chaque NP est de plus en plus grande dans le cas des NPs de tailles considérables. La force coulombienne responsable de l'attraction entre les charges du dipôle est inversement proportionnelle au carré de la distance, donc faible dans ce cas. Ce qui entraîne une polarisation accrue due à la dépolarisation dynamique (Maier 2007). L'amortissement radiatif quant à lui est tout simplement dû à la diffusion de photons. Cet effet est moins sensible dans les NPs de petites tailles car dans ces cas, l'absorption domine sur la diffusion. Les phénomènes qui apparaissent lorsque la taille des NPs devient importante et limitent ainsi leur utilisation sont moins sensibles dans les réseaux de dimères. En effet, ils sont nettement moins amplifiés par le réseau à cause de la faible densité. C'est pourquoi Jain et al. ont pu présenter la règle plasmonique pour un réseau de nanocylindres de dimères de 88 nm de diamètre, tandis que les calculs de Ben et al. sur un réseau de nanosphères de 80 nm montrent l'invalidité de la règle plasmonique.

3. Capteurs plasmoniques de déformations

La forme analytique de la règle plasmonique permet donc de corréler le décalage de la résonance plasmonique avec la distance inter-particules. Et l'intensité de ce décalage est également proportionnelle à la taille de la NP. Elle a été validée pour des NPs dans les configurations de réseaux de dimères et de monomères. Cependant pour des NPs de grand diamètre ($D > 70$ nm), la règle plasmonique n'est plus valable pour des configurations de réseau de monomères. Dans cette partie, nous allons faire un bref rappel des travaux qui ont établi une stratégie d'utilisation des propriétés optiques des NPs pour le suivi des déformations. Nous allons également exposer les stratégies qui peuvent être mise en œuvre pour tirer profit du couplage entre NPs pour implémenter un capteur de déformations.

3.1. Développement récent de la plasmonique pour des applications de mesures de déformations

3.1.1. Variation d'absorption d'un film de nanoparticules

Le développement de la plasmonique pour des applications liées à la mesure des déformations reste très faible. Très peu de travaux sont relatifs à ce sujet en comparaison avec la grande proportion des travaux sur la détection biologique, photochimique (Homola 2008) ou le développement de guides d'ondes (Jain and El-Sayed 2010). La première approche pour la mesure des déformations utilisant les propriétés optiques des NPs est sans doute celle proposée par le groupe de Liz-Marzán. Elle consiste à suivre les variations d'absorption de réseaux denses de nanoparticules de silice d'or ($Au@SiO_2$), déposés sur des films de PDMS (Correa-Duarte et al. 2007). La diminution d'absorption avec le taux de déformations montre qu'il est possible d'utiliser les propriétés optiques de NPs métalliques pour la mesure des déformations. Sur la Figure 5.11 tirée de leurs travaux, on se rend compte que la diminution d'absorption et le décalage de la bande plasmonique mesurée par absorption UV-visible sont significatifs pour des taux de déformation relativement faibles. Ces observations démontrent la forte sensibilité et le potentiel de l'utilisation des propriétés optiques de NPs métalliques pour la mesure des déformations.

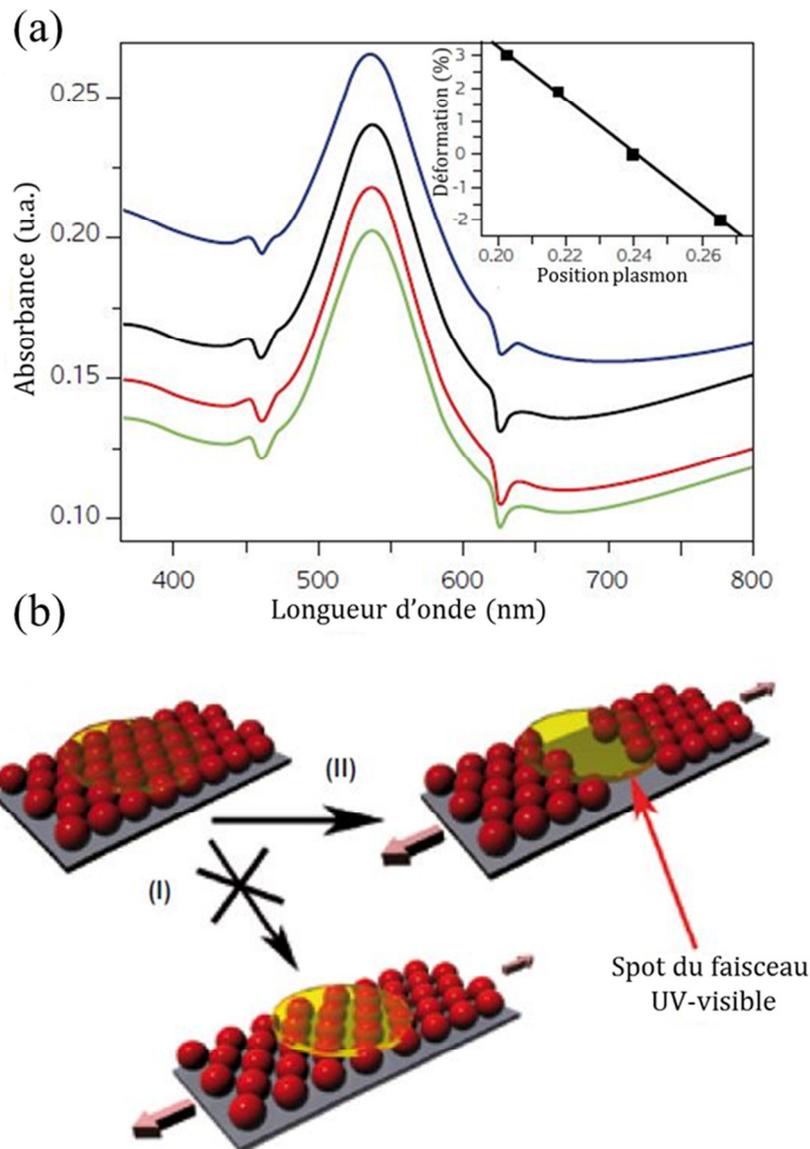


Figure 5.11 : évolution de la réponse du film formé de NPs déposées à la surface d'un substrat élastique en spectroscopie UV-visible a). La position de la bande plasmonique varie avec la déformation. Les spectres noir, rouge et vert de cette figure correspondent à 0, 2 et 3% de déformation macroscopique du film respectivement. Et le spectre en bleu correspond à 2% de compression du film. Illustration du déplacement des NPs du film au cours de la traction mécanique b).

3.1.2. Variation du couplage dans les directions longitudinale et transverse au cours de la déformation

Après les travaux de Liz-Marzán et de ses collaborateurs, un autre groupe a mis en évidence la variation de l'extinction de NPs d'or déposés sur un élastomère en fonction des déformations (Sannomiya, Hafner, and Vörös 2009). Ils ont montré que le couplage diminue pour la polarisation orientée dans la direction de traction tandis qu'il devient plus important pour la polarisation transverse. Cette variation de l'extinction en fonction de la polarisation est reliée aux déplacements des NPs ; elles s'éloignent dans la direction de traction et se rapprochent dans la direction transverse. La Figure 5.12 tirée de la référence (Sannomiya, Hafner, and Vörös 2009), illustre cette variation du couplage entre

NPs dans les deux directions avec la déformation. Dans cette étude, ils ont également souligné la variation de la couleur du film en fonction de la polarisation au cours de la traction. Cette variation de couleurs du film avec les déformations est liée à la variation de la densité des NPs et pourrait permettre de créer un capteur de déformations simple basé sur le changement de couleur.

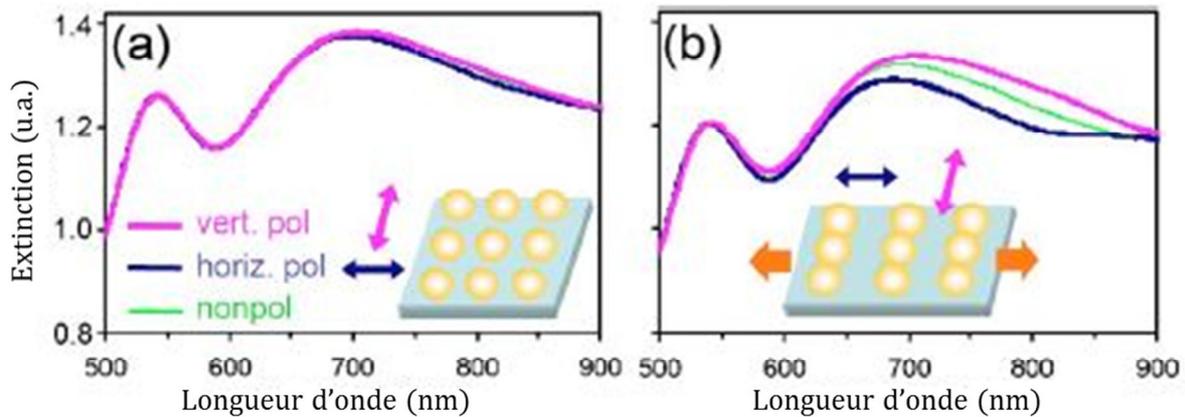


Figure 5.12 : courbes d'extinction avec la lumière polarisée longitudinalement (bleu), transversalement (violet) et non polarisée (vert) à l'état non déformé a) et après une déformation de 12,8% du substrat b). On observe une diminution du couplage dans la direction de traction (longitudinale) à cause de l'éloignement entre NPs et une augmentation dans la direction transverse due au rapprochement entre NPs.

Cette approche a été consolidée dans les travaux récents de (Cataldi et al. 2014). A partir de colloïdes de NPs d'or synthétisés à la surface d'un substrat de PDMS, ils montrent un décalage de l'extinction avec la sollicitation mécanique. Les variations des spectres d'extinction s'accompagnent également d'un changement de couleur du substrat (voir Figure 5.13). Dans cette étude, la taille des colloïdes d'or est approximativement égale à 30 nm de diamètre, une image MEB des NPs est présentée sur la Figure 5.14a. Le décalage de l'extinction a été suivi pour des niveaux de chargement entre 0 et 20% pendant l'élongation et la décharge du substrat (voir Figure 5.14b et c). En effet, au début de l'essai, le couplage entre NPs est faible, c'est principalement le mode dipolaire issu de chaque colloïde isolé qui est excité. Avec le chargement, un second pic apparaît progressivement aux grandes longueurs d'onde et en même temps l'amplitude du pic lié au couplage dipolaire diminue. Le second pic aux grandes longueurs d'onde est également décalé vers le rouge avec le chargement. Pour interpréter ces évolutions, ils suggèrent qu'au cours du chargement, il se forme deux populations de NPs, la première qui regroupe les NPs individuelles et la deuxième formée de NPs qui se rapprochent à cause de la sollicitation mécanique qui crée un amincissement du substrat dans la direction transverse. Ainsi la population des NPs qui demeure non couplées avec d'autres décroît tandis que celle des NPs couplées entre elles à cause de leur rapprochement augmente. Ce rapprochement entre NPs résulte en une augmentation du couplage et par conséquent à un décalage du second pic vers le rouge. Le décalage obtenu dans ces mesures est différent du décalage théorique préconisé par l'équation de règle plasmonique ($D = 30\text{nm}$, $\Delta\lambda = 21.9\text{nm}$ pour $\varepsilon = 20\%$). Le décalage théorique est faible par rapport au décalage expérimental mesuré, le renforcement du couplage local pourrait s'expliquer par une formation de chaîne de NPs au cours de la déformation à cause de la modification de surface. Des analyses supplémentaires nécessitent d'être menées.

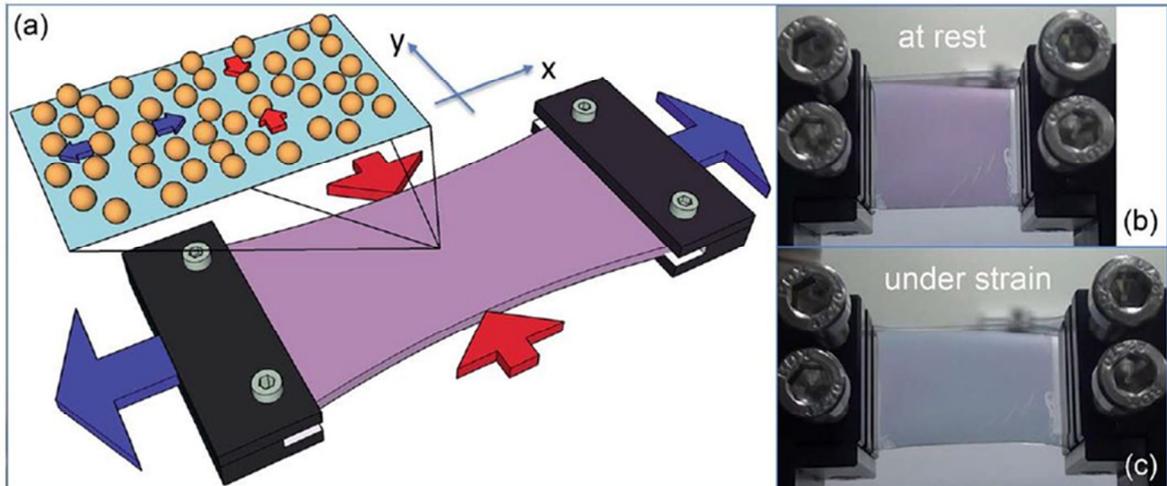


Figure 5.13 : évolution de la couleur du substrat dû aux variations de couplage entre NPs au cours de la traction, les déplacements des colloïdes sont illustrés sur le schéma a). La couleur du substrat au début de l'essai est présentée en b), elle change avec la variation de couplage induite par la sollicitation b).

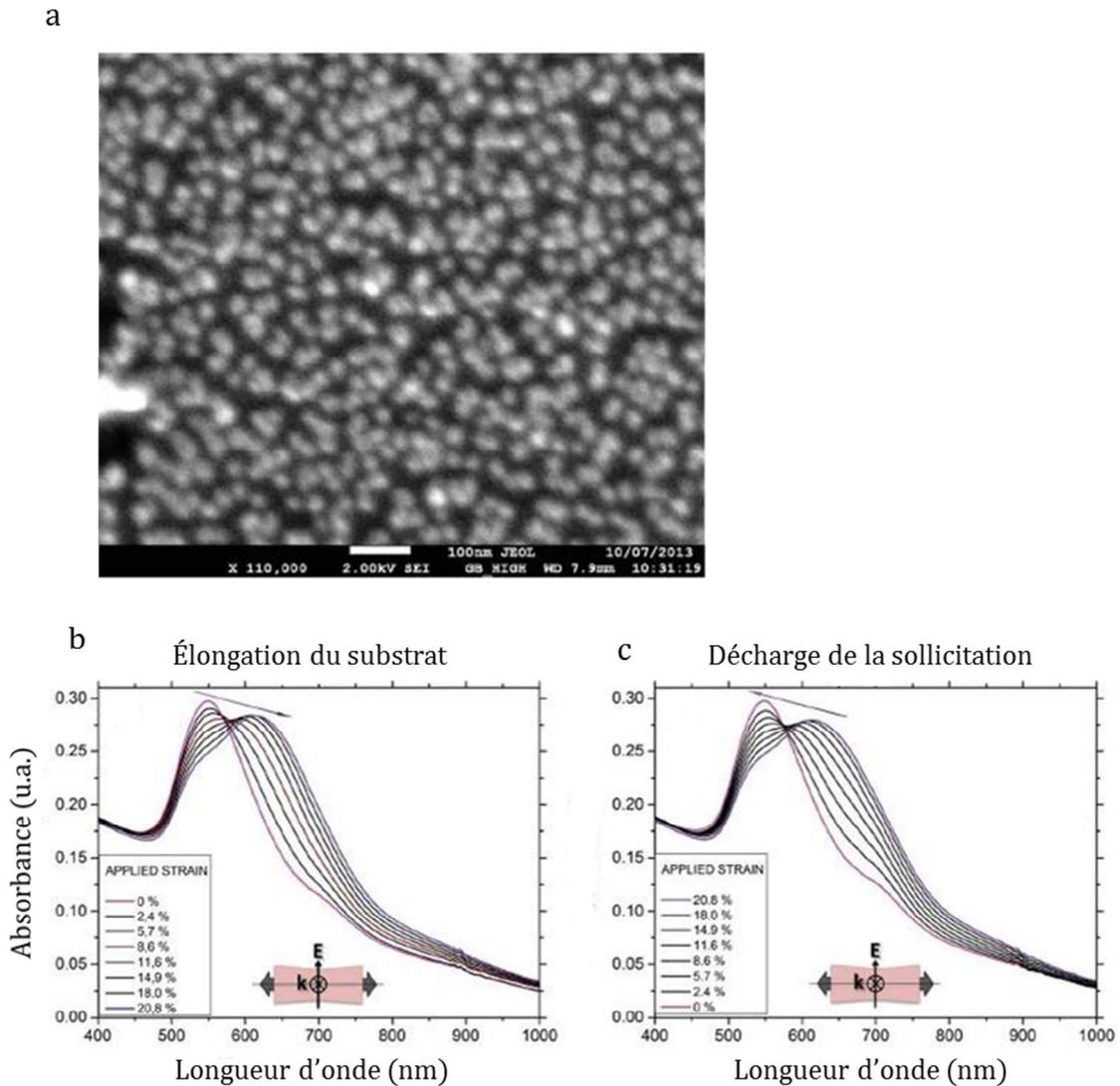


Figure 5.14 : a) image MEB de l'assemblée de NPs, évolution des spectres d'extinction au cours d'un essai de traction b) et pendant la décharge c) tiré des travaux de (Cataldi et al. 2014).

3.2. Pré-étude à partir de la règle plasmonique

Les travaux précédents visant à exploiter les propriétés optiques des NPs pour mesurer des déformations sont fondés sur l'utilisation du couplage entre NPs qui peut être mesuré par les variations dans les spectres d'extinction (absorbance, position de la résonance) et/ou par le changement de couleur du film. Il a été établi que la variation du couplage entre NPs en fonction de leurs séparations est décrite par une exponentielle décroissante. Les paramètres de cette forme analytique que sont l'amplitude de décalage de la position de la résonance et la constance de décroissance dépendent de la taille, de la forme et du milieu environnant. Les propriétés du capteur de déformations que nous voulons implémenter peuvent donc être optimisées par un choix adéquat de ces paramètres. Le but de cette pré-étude est de définir les valeurs des paramètres afin d'élaborer un capteur de déformations possédant une large gamme de détection et une bonne sensibilité tout en prenant en compte les limitations expérimentales et pratiques.

3.2.1. La forme des nanoparticules et les substrats

Dans cette thèse, nous avons utilisé la lithographie électronique pour déposer des nanocylindres d'or à la surface de substrats de verre et de polymères. Nous avons étudié la position spectrale de la résonance plasmonique en fonction du diamètre des nanocylindres. La hauteur des NPs par contre a été fixée à 50 nm et est étroitement liée à l'épaisseur de la couche de résine déposée au cours du processus de lithographie.

Le substrat de verre avec une faible couche d'ITO à la surface (environ 30 nm) pour la rendre conductrice et ainsi faciliter la nanofabrication, a été utilisé pour étudier expérimentalement le couplage entre NPs. Les polymères que nous avons choisis pour l'étude sont le PDMS (Polyméthacrylate de méthyle) et le PET (Polytétraphthalate d'éthylène) pour leur élasticité et leur transparence permettant d'effectuer les mesures optiques en transmission au cours d'un essai de traction uniaxiale. Nous avons déposé les nanocylindres d'or par lithographie sur les substrats de PET. Cependant, il faut noter qu'il est difficile de déposer par lithographie les NPs à la surface du PDMS à cause de sa grande flexibilité et sa sensibilité aux électrons. C'est pourquoi nous avons fait appel à d'autres techniques pour déposer des NPs à la surface de ce substrat. Dans le cadre de la collaboration avec le Dr Stephen Stagon de l'université de North Florida, nous avons ainsi obtenu des substrats de PDMS sur lesquels des nanobâtonnets verticaux ont été déposés par la technique de dépôt physique en phase vapeur (PVD). Nous allons décrire plus en détail ces échantillons lors de la présentation des résultats obtenus au cours des essais de traction.

3.2.2. La taille des nanoparticules

L'amplitude de décalage de la résonance des plasmons a , ainsi que la constante de décroissance τ dépendent de la taille des NPs (Jain, Huang, and El-Sayed 2007). Lorsque les NPs ont une grande taille, a et τ prennent des valeurs importantes, ce qui permet d'obtenir une gamme de détection étendue et une bonne sensibilité. En fait, le couplage entre NPs est fonction de la distance inter-NPs, les NPs sont considérées comme non couplées lorsque la distance inter-NPs est supérieure à 2,5 fois leur diamètre (Su et al. 2003). Ainsi, les NPs ayant un diamètre de 30 nm ne pourront pas présenter de couplage suffisant lorsqu'elles seront distantes centre à centre de plus de 100 nm. C'est cette taille de colloïdes qui a été utilisée dans les travaux de (Cataldi et al. 2014), elle n'est donc pas adaptée pour mesurer de larges déformations. En fait, il faudrait avoir une faible distance centre à centre $p = D + s$ et une taille importante de NPs, d est le diamètre des NPs et s la distance bord à bord entre NPs. Au

début de cette thèse, nous avons étudié la réponse optique des NPs d'Au de 100, 200 et 300 nm déposées sur un substrat d'ITO dans la configuration de réseau (voir Figure 5.15). Les images MEB des réseaux obtenus sont présentées (voir Figure 5.15a, c et e).

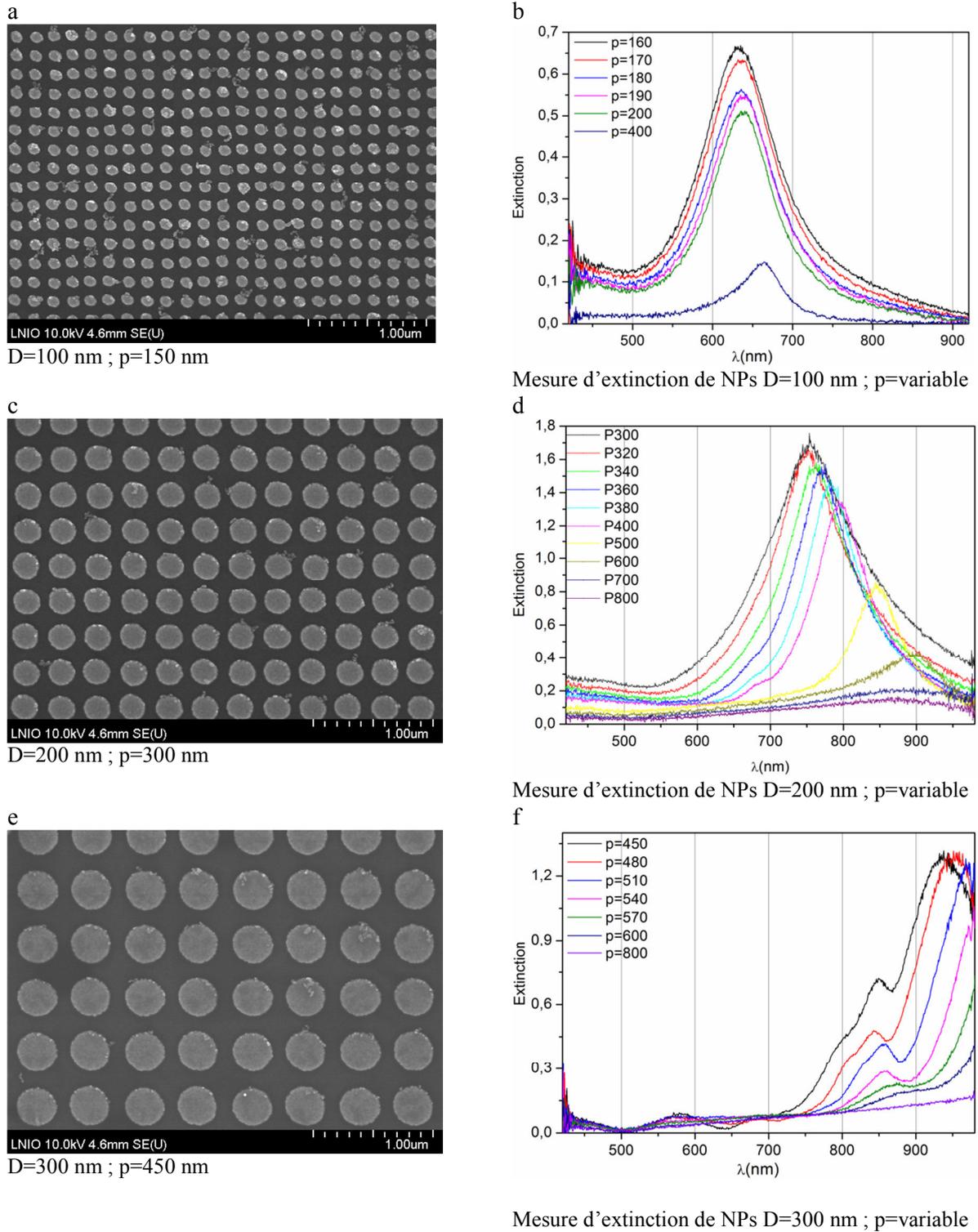


Figure 5.15 : évolution des spectres d'extinction pour des réseaux de NPs de 100 nm (a), 200 nm (c) et 300 nm (e). On observe un décalage vers le rouge du mode dipolaire avec le pas, entre 160 nm et 400 nm pour des NPs de 100 nm (b), entre 300 nm et 800 nm pour des NPs de 200 nm (d) et entre 450 nm et 800 nm pour des NPs de 300 nm (f).

Il ressort que pour des NPs cylindriques dont le diamètre est supérieur ou égal à 300 nm, les modes multipolaires sont excités. Le mode dipolaire est fortement décalés vers les grandes longueurs d'onde (voir Figure 5.15f) et ne peut pas être suivi pour des pas de réseaux importants avec notre système de détection qui est limité à l'infrarouge proche. Les NPs de 100 et 200 nm présentent un mode dipolaire qui est excité dans le visible (voir Figure 5.15b et d) et est progressivement décalé vers le rouge lorsque le pas du réseau augmente. Il apparaît alors que les nanocylindres ayant une taille comprise entre 100 et 200 nm, en plus de permettre une large détection, présentent leur mode dipolaire dans le visible. Dans le cadre des études de traction in situ avec mesures optiques, nous avons déposé des réseaux lithographiés sur PET, ayant une taille de NPs égale à 200 nm. C'est sur cette taille également que nous allons mener les analyses de sensibilité du capteur de déformations.

La force du couplage étant liée à la distance entre les NPs, en fonction de la distance initiale que l'on fixe entre les NPs, deux approches de mesures de déformations peuvent être envisagées. Dans la première approche, les NPs peuvent être initialement fortement couplées c'est-à-dire ayant une distance inter-NPs de quelques nanomètres, la diminution du couplage se traduisant alors par une augmentation de la distance inter-NPs est espérée au cours des déformations. La deuxième approche consiste à utiliser des NPs qui sont initialement faiblement couplées, une augmentation du couplage sera induite par les déformations du substrat au cours desquelles les NPs sont censées se rapprocher les unes des autres.

3.2.3. Les nanoparticules couplées

Dans cette approche, la distance initiale entre NPs doit être la plus petite possible pour avoir un couplage très important. Les NPs peuvent être utilisées dans une configuration de réseau de monomères ou de dimères. Dans les configurations de réseau, le couplage plasmonique peut être influencé par la diffraction créée par disposition des NPs (Lamprecht et al. 2000), ce qui peut conduire à un couplage entre les modes plasmons et les ordres de diffraction du réseau.

En faisant par exemple varier le *pas d'un réseau de monomères de $D=200$ nm*, le pic dipolaire est décalé vers le rouge et les NPs sont toujours couplées lorsque le pas est égal à 800 nm. Le pas du réseau étant identique dans les deux directions x et y , les polarisations longitudinale et transversale donne des positions identiques de la résonance (voir Figure 5.16a et b). Les variations de distances dans la direction de sollicitation et dans la direction transverse peuvent donc être évaluées en utilisant la polarisation. En traçant le décalage de la position de la résonance en fonction du pas du réseau, pour les polarisations TE et TM, on obtient les courbes de la Figure 5.16c. Les positions des résonances en polarisations TE (courbe noire) et TM (courbe rouge) sont très proches. La réponse du capteur est linéaire pour des pas compris entre 300 et 600 nm. Le décalage obtenu en longueur d'onde entre ces deux valeurs de pas est satisfaisant : $\Delta\lambda = 140,97$ nm. Pour des pas plus grands que 600 nm, la position de la résonance est décalée vers les faibles longueurs d'onde.

L'amplitude d'extinction diminue également avec le pas du réseau, elle peut aussi être utilisée pour suivre la variation de distance entre NPs dans le réseau (voir Figure 5.16d). La diminution de l'extinction est totalement linéaire.

Un réseau de dimères dont l'axe est orienté dans la direction de sollicitation peut être également utilisé dans cette approche. Le gap de dimère doit être le plus faible possible pour avoir initialement un couplage élevé entre NPs du dimère. Le gap du dimère augmente alors avec la déformation du substrat. Cette variation de gap va induire une variation de couplage sur le spectre d'extinction. La lithographie permet d'obtenir des dimères avec des gaps de l'ordre de la dizaine de nanomètre.

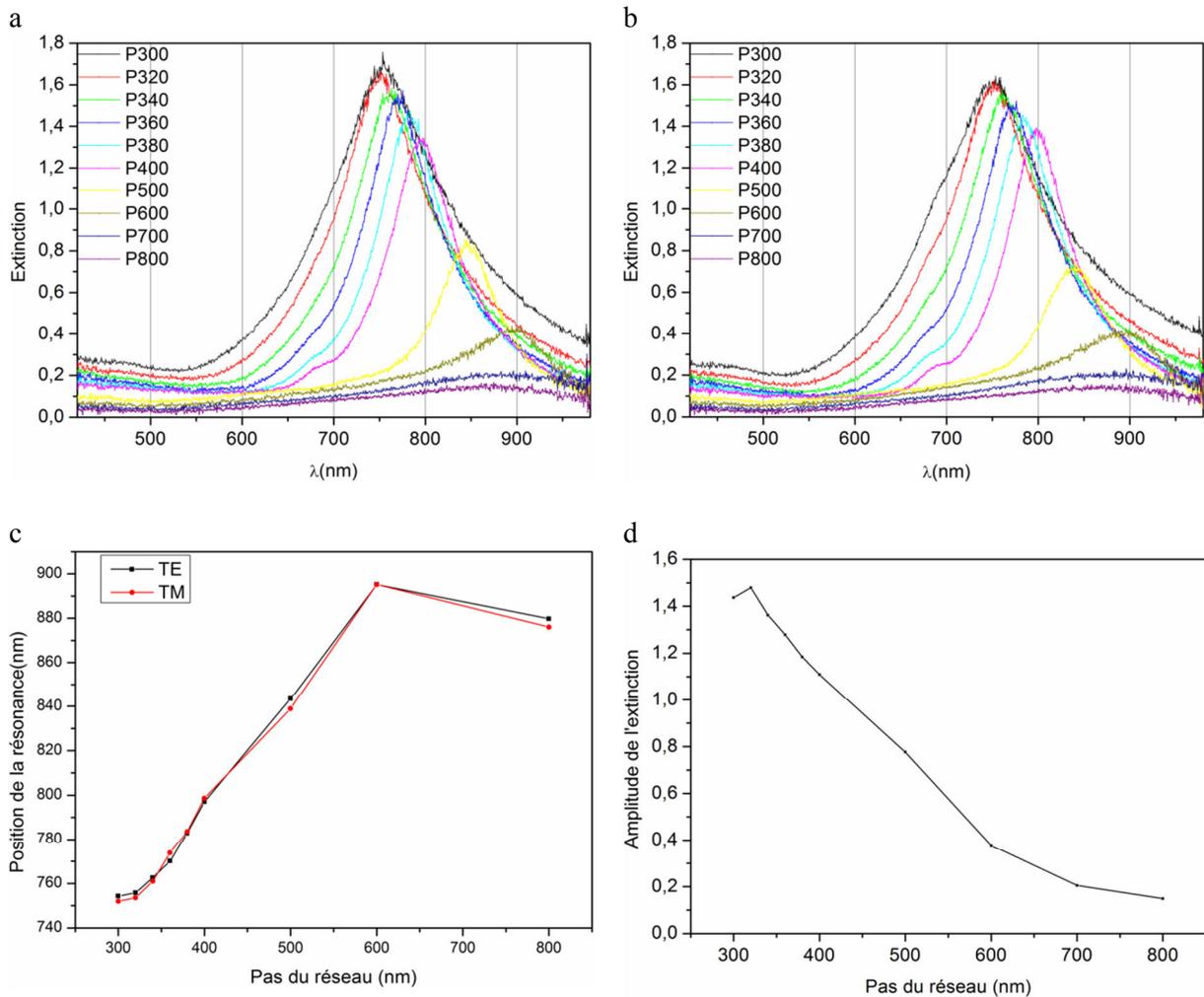


Figure 5.16 : extinction d'un réseau de monomères $D=200$ nm avec un pas variable en polarisation TE (a) et TM (b). Variations de la position de résonance avec le pas du réseau (c) et l'amplitude de l'extinction avec le pas (d).

3.2.4. Les nanoparticules non couplées

Dans cette approche, on souhaite accroître le couplage entre NPs au cours des déformations du substrat. Pour cela, les NPs doivent être déposées initialement avec une distance permettant qu'après un taux de déformations relativement faible, on obtienne un couplage important entre NPs. On peut par exemple s'arranger à ce que le couplage maximal soit obtenu après 20 % de déformations. La configuration de réseau de dimères semble la mieux adaptée car elle permet d'obtenir un réseau avec une densité faible et d'exploiter le gap entre dimère. L'axe du dimère sera alors orienté perpendiculairement à la direction de sollicitation afin de mettre à profit les propriétés mécaniques du matériau. En effet, tout matériau lorsqu'il se déforme est caractérisé par son coefficient de Poisson, il prend des valeurs comprises entre 0,3 et 0,5 selon que le matériau est un alliage métallique ou un polymère. Le coefficient de Poisson traduit la capacité d'un matériau à s'amincir dans la direction perpendiculaire à celle de sollicitation. Ainsi au cours de la traction les NPs vont se rapprocher dans la direction transverse, pour un taux de déformations ε , elles vont se rapprocher approximativement de :

$$\Delta s = \varepsilon \cdot \nu \cdot (D + s), \quad (5.33)$$

avec D , s et Δs le diamètre des NPs, le gap du dimère et la variation du gap respectivement. La figure 5.17 illustre le déplacement de NPs au cours de l'essai. Le tableau 5.1 regroupe les valeurs de gap à l'état initial et les variations aux taux de déformations macroscopiques de 10 et 20% pour des tailles de nanocylindres de 160 et 200 nm. On se rend compte que pour des NPs de diamètre $D=160$ nm avec un gap initiale $s = 20$ nm, le gap des dimères est $s = 2$ nm lorsque la déformation est de 20%. Le décalage de la résonance est de 112 nm. Pour des nanoparticules de plus grand diamètre $D=200$ nm, avec une même valeur initiale de gap, elles se touchent avant que l'on n'atteigne les 20% de déformations.

D (nm)	s_0 (nm)	Forme	λ_0 (nm)	$\Delta\lambda$ (nm) $\epsilon=0\%$	Δs (nm) $\epsilon=3\%$	$\Delta\lambda$ (nm) $\epsilon=3\%$	Δs (nm) $\epsilon=20\%$	$\Delta\lambda$(nm) $\epsilon=20\%$
160	60	nanocylindre	690	33.6	3.3	36	22	53.1
160	20	nanocylindre	690	77.3	2.7	81.8	18	112.5
200	20	nanocylindre	740	90.1	3.3	95.2	22	-

Tableau 5.1 : décalage de la résonance du au couplage induit par la déformation du substrat calculé à partir de la règle plasmonique pour des taux de déformations de 0, 10 et 20%. Les nanocylindres ont un diamètre de 160 nm avec des gaps de 60 et 20 nm et un diamètre de 200 nm avec un gap de 20 nm.

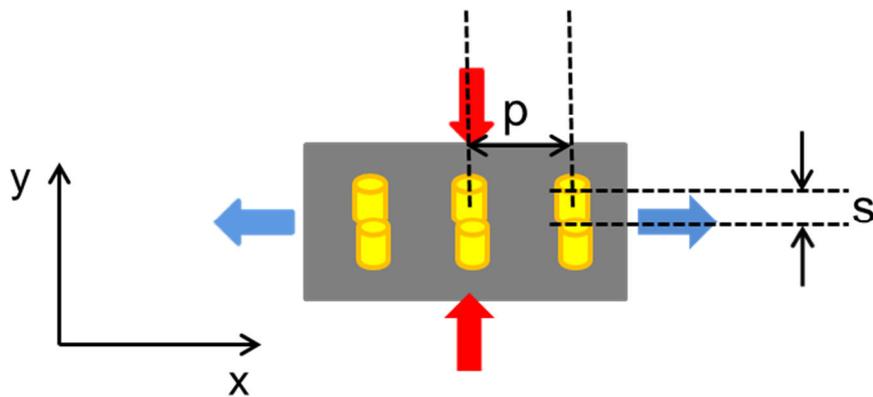


Figure 5.17 : déplacements des NPs au cours de l'essai de traction uniaxiale. Elles se rapprochent suivant x proportionnellement au coefficient de Poisson du matériau et s'éloigne dans la direction de sollicitation.

Cette approche peut aussi être exploitée pour une étude fondamentale en plus de permettre le suivi des déplacements. En effet, elle pourrait permettre d'apporter une réponse expérimentale au couplage entre NPs séparées de quelques nm, étant donné qu'il y'a une divergence entre les modèles électromagnétiques et les modèles quantiques.

4. Etude expérimentale

4.1. Le dispositif expérimental

4.1.1. La spectroscopie d'extinction

Lorsqu'un rayonnement électromagnétique interagit avec la matière, une partie du rayonnement est absorbée dans la matière et l'autre est transmise. Les propriétés qui découlent de cette interaction sont caractéristiques de la matière. La spectroscopie dans le domaine de l'ultra-violet, du visible et l'infra-rouge proche (UV-Visible-NIR) repose sur les interactions entre un rayonnement et un matériau dans le but de caractériser les propriétés de ce dernier. Les atomes forment la matière et sont constitués de charges électriques discrètes que sont les protons et les électrons. L'absorption d'un rayonnement correspond au passage des électrons à un niveau d'énergie supérieur. L'énergie échangée au cours de la transition peut s'écrire :

$$E = h\nu = hc/\lambda, \quad (5.34)$$

avec ν , h , c et λ la fréquence, la constante de Planck, la célérité de la lumière dans le vide et la longueur d'onde du rayonnement respectivement. La position spectrale de la bande d'absorption et l'intensité du rayonnement absorbé dépendent de la nature et de la taille du matériau étudié. D'après la loi de Beer-Lambert, l'absorption dépend du trajet parcouru par le rayonnement ou de la longueur de pénétration dans le matériau et de la concentration. Elle s'écrit comme :

$$A = -\log T = \varepsilon l C, \quad (5.35)$$

avec $T = \frac{I}{I_0}$, avec I_0 et I les intensités incidentes et transmises du rayonnement et ε , l et C le coefficient d'absorption moléculaire, la longueur de la solution et la concentration molaire. En spectroscopie UV-visible-IR, il est alors possible de suivre l'absorption ou la transmission. Communément, c'est l'extinction qui définit les pertes d'absorption et de diffusion que l'on représente sur les spectres d'extinction.

Dans la pratique, pour mesurer la réponse optique des NPs métalliques (résonance des plasmons), elles sont généralement déposées à la surface d'un substrat transparent (verre ou polymère) ou dispersées dans une solution. Le rayonnement électromagnétique diffusé par les NPs est collecté par un détecteur qui est relié à un spectromètre. Ce dernier est connecté à un ordinateur dans lequel est installé un logiciel permettant d'analyser le rayonnement collecté et de tracer les spectres d'extinction ou d'absorption ou de transmission. Dans le dispositif expérimental utilisé pour les mesures de cette thèse, la lumière est collectée par un spectromètre QE65000 (développé par Ocean Optics). Le logiciel de traitement calcul l'absorbance à chaque longueur d'onde comme :

$$A_\lambda = -\log_{10} \left(\frac{S_\lambda - D_\lambda}{R_\lambda - D_\lambda} \right), \quad (5.36)$$

avec S_λ , R_λ et D_λ les intensités de diffusion de l'échantillon (substrat + NPs), du substrat de référence (substrat sans NPs) et le rayonnement de la salle à la longueur d'onde λ . Le rayonnement de la salle « dark » est souvent le plus faible possible pour éviter les lumières parasites.

4.1.2. Présentation du dispositif expérimental

Pour effectuer les mesures de cette partie de la thèse, nous avons modifié un banc optique existant au laboratoire. Ce banc est un dispositif confocal permettant de faire des mesures d'extinction en incidence normale avec divers état de polarisation. Les modifications ont permis de rendre rotative les

parties d'illumination et de collection et la partie accueillant l'objet (port échantillon). Ce qui a donné la possibilité d'effectuer des mesures d'extinctions résolues en angle. Les angles d'illumination et de collection pouvant être égaux ou différents. Le port échantillon peut aussi accueillir la micromachine de traction, permettant ainsi, d'effectuer des mesures optiques au cours d'un essai de traction uniaxiale. Avant de souligner les performances de ce montage, commençons par faire une description des différentes parties. Nous allons nous appuyer sur la représentation schématique (Figure 5.18a) et une image du dispositif avec la micromachine (Figure 4.18b) pour effectuer cette description.

Le banc peut être divisé en trois grandes parties : la partie illumination, la partie collection et le port échantillon (accueillant éventuellement la micromachine). La partie illumination est constituée d'une source de lumière UV-visible-NIR, et d'un « bras d'illumination ». Le bras d'illumination est relié à la source de lumière par une fibre optique de $6\mu\text{m}$ de diamètre. Le bras d'illumination comprend un objectif qui sert à collimater le rayonnement issu de la fibre. A la sortie de cet objectif, le rayonnement est polarisé à l'aide d'un polariseur linéaire. Le polariseur est suivi d'un filtre. Le filtre n'est pas utilisé pour les mesures que nous effectuons en lumière blanche. A l'autre extrémité du bras, nous avons l'objectif d'illumination d'ouverture numérique ($20\times, 0.28$). Les objets constituant chaque bras sont solidaire et alignés.

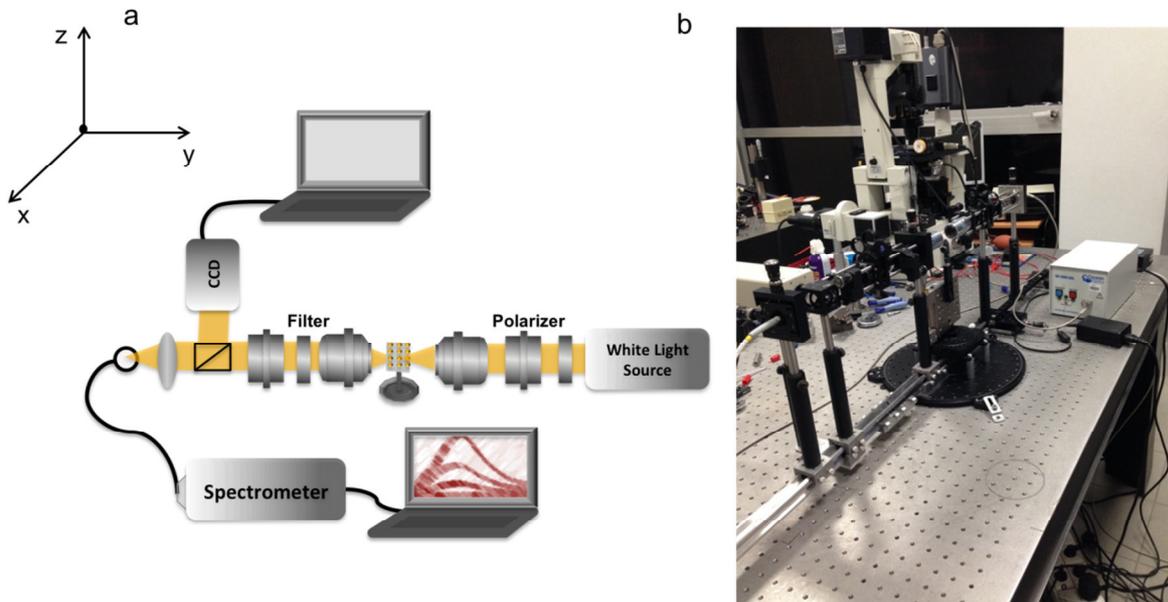


Figure 5.18 : a) schéma du dispositif expérimental, b) dispositif expérimental avec la micromachine de traction monté lors des essais in situ.

La partie collection comprend le bras de collection, la camera qui est reliée à un écran et le spectromètre. Le spectromètre est relié au bras de collection par une fibre optique et à un moniteur sur lequel est installé le logiciel d'acquisition. Le bras de collection est constitué de l'objectif de collection d'ouverture numérique ($20\times, 0.42$), d'un filtre, d'un analyseur et d'une séparatrice. L'analyseur et le polariseur permettent de polariser le rayonnement dans plusieurs directions. La séparatrice divise le faisceau en deux : une partie vers la camera (8%) qui permet d'observer la zone de mesure à la surface de l'échantillon et de celle de collection. Les dimensions des zones d'illumination et de collection sont fonction de la taille des fibres optiques, avec les dimensions de fibres utilisées, la collection se fait sur une région de $10\mu\text{m}$ environ. Et l'autre partie (92%) du faisceau est envoyée au spectromètre et sera analyser pour obtenir le spectre d'extinction.

Entre les parties d'illumination et de collection, nous avons le port échantillon qui peut accueillir un substrat comportant des NPs métalliques (Figure 5.18a) ou la micromachine de traction

(Figure 5.18b). Le port échantillon peut effectuer des déplacements dans les trois directions (x, y, z) et une rotation complète. Le déplacement en x permet de placer l'échantillon au foyer focal image des objectifs d'illumination et de collection (montage confocal). Les déplacements y et z permettent de se déplacer sur l'échantillon pendant les mesures. La rotation de l'échantillon permet de faire des mesures d'extinction résolue en angle. Les angles d'incidence et de collection peuvent être ainsi variés entre 0 et proche de 90° . Pour les angles proches de 90° ($>80^\circ$), le bruit devient important à cause de la difficulté de faire une référence. Et aussi, la diffusion importante dans les directions de l'espace ne permet de collecter une partie optimale de la diffusion propre aux NPs. Les mesures en angles résolues sous divers états de polarisation peuvent aider à comprendre des couplages optiques dans des configurations complexes.

Les rotations des bras d'illuminations et de collections permettraient de faire des mesures de réflexion sur des réseaux de NPs. Cette fonctionnalité est en cours de validation.

Nous allons présenter les mesures en angles réalisées sur des réseaux de nanocylindres d'or déposés sur ITO et sur PET. Elles permettent de comprendre certains couplages fondamentaux qui apparaissent entre NPs métalliques.

4.2. Mesures résolues en angles

Les interactions entre NPs dans un réseau et un rayonnement électromagnétique donne lieu à des couplages de natures diverses. Une bonne compréhension de ces couplages permet ainsi leur contrôle et leur utilisation pour des applications spécifiques. Les mesures expérimentales d'extinction en transmission sont généralement effectuées en incidence normale (Rechberger et al. 2003). Nous allons analyser l'évolution et la nature des couplages qui apparaissent lorsque les mesures d'extinction sont effectuées avec une incidence non normale, c'est-à-dire les mesures d'extinction résolues en angle. Pour effectuer ces mesures en angle, le port échantillon est progressivement tourné afin d'obtenir la valeur de l'angle souhaitée. Cette rotation permet de modifier de la même valeur l'angle du faisceau incident à la surface du substrat et la direction de collection. Nous allons présenter ici les mesures résolues en angle réalisées sur un réseau de monomères de nanocylindre d'or lithographié à la surface d'un substrat de verre. Le substrat de verre a sur une de ses faces une fine couche d'ITO (30 nm) qui facilite la lithographie à cause de sa conductivité. Les NPs ont un diamètre de 200 nm et une hauteur de 50 nm, le pas du réseau est de 300 nm. Les propriétés optiques d'une NP unique dépendent de sa géométrie aussi bien de la fonction diélectrique du milieu environnant. Lorsque plusieurs NPs sont mises en réseau, les propriétés optiques des NPs individuelles interagissent. On distingue alors deux types d'interactions : i-) les interactions en champ proche lorsque la distance entre NPs est inférieure à quelque dizaine de nanomètre (Salerno et al. 2005; Li et al. 2009; Rechberger et al. 2003), ii-) les interactions en champ lointain qui résultent principalement des interférences entre modes dipolaires et/ou champs électromagnétiques aux voisinages des NPs (Lamprecht et al. 2000; Zohar, Chuntonov, and Haran 2014). Les propriétés optiques des NPs peuvent aussi être modifiées par la diffraction due à l'arrangement des NPs (Lamprecht et al. 2000; Salerno et al. 2005). En effet, lorsqu'un mode de diffraction du réseau passe d'évanescence à propagatif, il modifie la position spectrale du mode dipolaire de NPs, elle est alors décalée vers le rouge. La diffraction du réseau dépend de plusieurs paramètres tel que est résumé dans l'équation de diffraction :

$$m\lambda = \Lambda(n_{sub} \sin \theta_{inc} + n_{sup} \sin \theta_{diff}), \quad (5.37)$$

avec λ est la longueur d'onde de la lumière incidente, m est un nombre entier correspondant à l'ordre de diffraction considéré, Λ est la période ou le pas du réseau, n_{sub} et n_{sup} sont respectivement les indices de réfraction du substrat et du milieu de propagation, θ_{inc} est l'angle formé par le faisceau

incident avec la normale au réseau de diffraction et θ_{diff} est l'angle formé faisceau diffracté d'ordre m . Le passage d'un mode de diffraction d'évanescence à propagatif est décrit par l'anomalie de Rayleigh. En effet, elle correspond à la condition limite $\sin \theta_{diff}$ dans le cas de l'ordre de diffraction $m = 1$ et l'équation devient :

$$\lambda_{RA} = \Lambda(n_{sub} \sin \theta_{inc} + n_{sup}), \quad (5.38)$$

Dans notre cas où les NPs métalliques supportent les plasmons localisés de surface, la présence des ordres de diffraction évanescence ou propagatif peut induire des couplages en champ proche ou champ lointain. En fait, le couplage entre le champ électromagnétique du rayonnement incident et les plasmons des NPs peut résulter à l'apparition des modes de bande de réseau (grating induced band) (Félidj et al. 2005; Nikitin, Kabashin, and Dallaporta 2012). Ce mode est excité lorsque la longueur d'onde de la résonance de la NP unique est proche de celle de la condition limite de l'anomalie de Rayleigh (Rayleigh 1907) lorsque le réseau est éclairé en incidence normale. Dans notre configuration de réseau, il n'est pas possible d'exciter le mode de bande de réseau. Nous montrons dans ce paragraphe, qu'en utilisant des mesures résolues en angle, il est possible d'exciter des modes qui sont influencés par l'arrangement en réseau des NPs.

4.2.1. Résultats expérimentaux

Les mesures d'extinction résolues en angle ont été effectuées dans deux états de polarisation : longitudinale (TE) et transverse (TM) comme illustré sur la Figure 5.19a-b. Les spectres d'extinction sont réalisés pour des valeurs d'angles égales à 0, 15, 25, 35, 52 et 60°. Ils sont présentés suivant les polarisations TE (Figure 5.19c) et TM (Figure 5.19d).

Dans la polarisation TE, pour $\theta = 0^\circ$, seul le mode dipolaire est excité autour de $\lambda = 740nm$. Ce mode correspond au couplage entre le rayonnement incident et le plasma d'électrons oscillant le long du diamètre de chaque cylindre (Salerno et al. 2005; Li et al. 2009). En augmentant l'angle, le mode dipolaire se décale vers le rouge dans les deux états de polarisation. Ce décalage peut être attribué au faible pas du réseau. En fait, dans notre configuration, l'équation de diffraction montre que les ordres de diffraction propagatif ne sont pas favorables. Le réseau présente un ordre évanescence ($m=-1$), dont l'amplitude du champ électromagnétique (EM) dans la direction de propagation (direction y) varie avec l'angle. Ce champ EM peut alors interagir avec le champ plasmonique local de chaque NP déterminant ainsi un couplage collectif des champs dipolaires des NPs et entraînant ainsi une diminution de l'énergie d'interaction. Cette décroissance de l'énergie d'interaction, entraîne un décalage vers le rouge de la position de la résonance plasmonique de la collection de NPs. Lorsque $\theta > 0^\circ$, un autre mode est excité aux basses longueurs d'ondes, il correspond au mode quadrupolaire (Li et al. 2009). Ce mode est principalement dû au déphasage de l'onde incidente au niveau des NPs qui est amplifié par l'incidence oblique. Il est décalé très légèrement vers le bleu en fonction de l'angle.

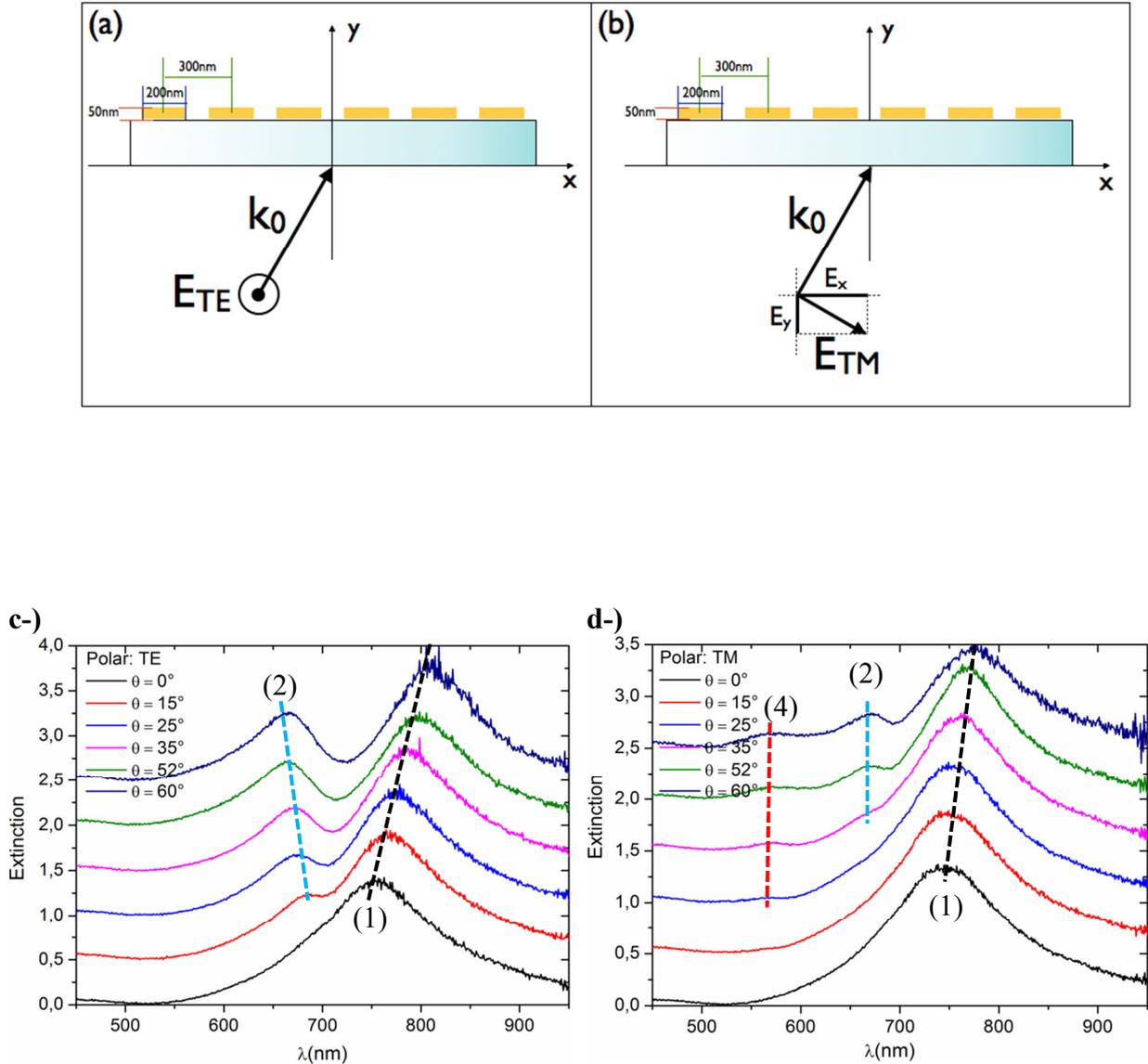


Figure 5.19 : L'orientation du champ électrique incident est illustrée pour la polarisation TE a-) et TM b-). Les spectres expérimentaux d'extinction en fonction de l'angle pour les états de polarisation TE c-) et TM d-).

Dans l'état de polarisation TM, uniquement le mode dipolaire est également excité en incidence normale autour de la même position spectrale, ceci dû au fait que le réseau est carré. Cependant, il faut noter que l'amplitude du champ incident est atténuée par un facteur de $\cos \theta$ tel qu'illustré sur la Figure 5.19b. Ce qui résulte à une diminution dans l'amplitude du champ évanescent. Le mode quadrupolaire est excité pour des valeurs d'angles importantes ($\theta > 25^\circ$) et son amplitude d'extinction est faible comparé à celle obtenue en polarisation TE. Ceci peut être justifié par l'atténuation du champ par le facteur $\cos \theta$ dans la direction x . Cette dernière s'accompagne de l'augmentation de la composante du champ incident dans la direction y (voir Figure 5.19b). Cette composante du champ est à l'origine de l'excitation du mode vertical des NPs visible sur les spectres d'extinction à partir de $\theta = 25^\circ$. Ce résultat est intéressant car c'est la première fois que ce mode est excité dans ce type de configuration à notre connaissance.

4.2.2. Simulations numériques

Les calculs ont été effectués à partir du formalisme du tenseur de Green (Paulus, Gay-Balmaz, and Martin 2000) pour un réseau avec les paramètres expérimentés décrit précédemment dans les états de polarisation de TE et TM. La fine couche d'ITO a été négligée dans ces calculs. La Figure 5.20 présente les spectres d'extinction obtenus pour les valeurs d'angles expérimentales.

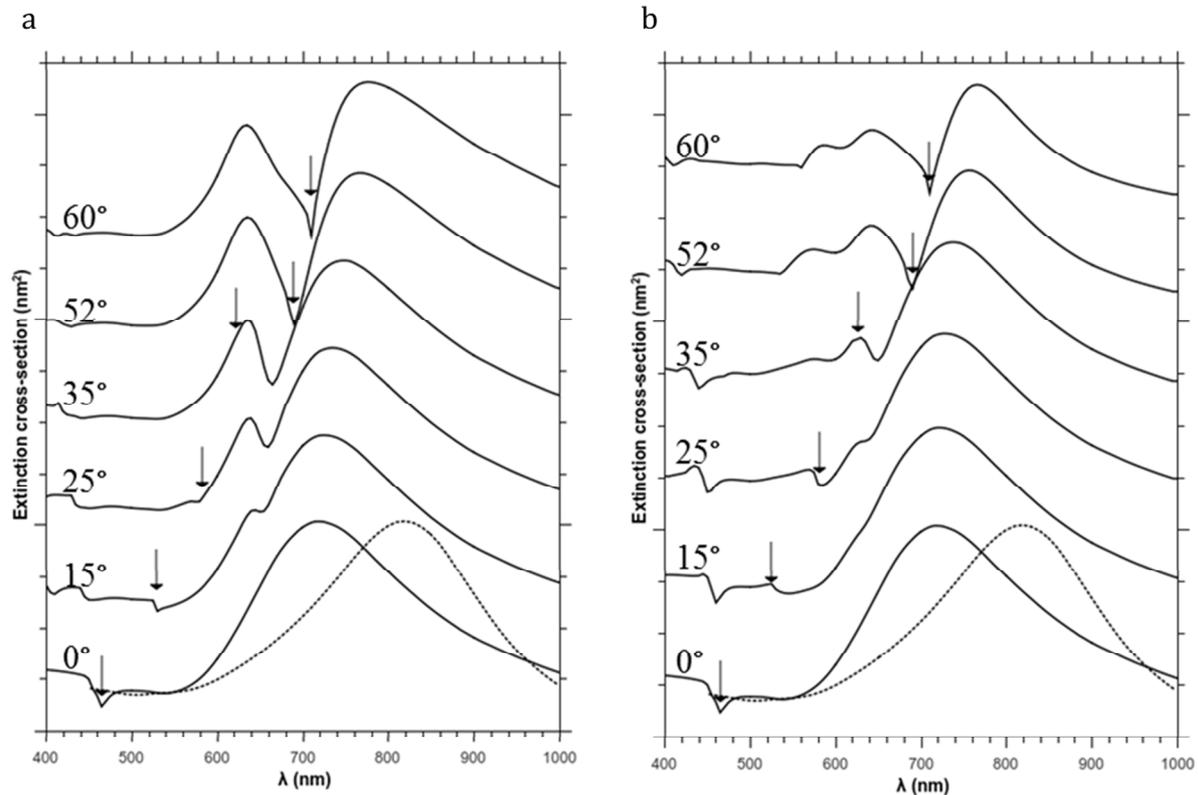


Figure 5.20 : spectres d'extinction résolus en angle en polarisation TE a) et TM b).

La tendance est très similaire à celle observée dans les résultats expérimentaux. En polarisation TE, le mode dipolaire seulement est excité en incidence normale et le mode quadripolaire apparaît en augmentant l'angle d'incidence. En polarisation TE (comme en TM), un décalage important vers le rouge du pic dipolaire est observé, ce que confirme le comportement expérimental. En ce qui concerne les modes quadripolaires et verticaux, ils sont tous deux observés en angle et l'augmentation de l'angle d'incidence de la lumière incidente entraîne leur renforcement progressif. Les simulations permettent aussi de se focaliser sur quelques détails qui pourraient passer inaperçus lors de l'analyse des données expérimentales. En particulier, pour $\theta = 25^\circ$, un creux prononcé (« deep ») situé entre les modes quadripolaire et dipolaires est visible. La position de ce creux est décalée vers le rouge en fonction du mode dipolaire, et correspond à l'ordre de diffraction $(-1, 0)$ du réseau [] qui se propage dans le sens opposé du vecteur d'onde. Un autre creux moins profond peut être identifié à plus faibles longueurs d'ondes dans le spectre correspondant à $\theta = 60^\circ$ dans la polarisation TM, proche du mode transversal.

En plus de l'évolution spectrale de l'extinction, les calculs numériques permettent également l'obtention des distributions de champ électrique autour des nanoparticules à des positions spectrales spécifiques (voir Figure 5.21). Ces cartes sont très utiles dans la compréhension des phénomènes physiques qui apparaissent pendant les interactions de la lumière avec le réseau de NPs. Pour ce faire, les distributions de champ électrique autour des NPs ont été enregistrées à l'interface entre le substrat

(ITO) et les NPs, pour les deux états de polarisation à l'angle d'incidence $\theta = 60^\circ$. Les cartes sont présentées aux différents modes et au creux entre les modes dipolaires et les modes quadrupolaires due à la diffraction. Sur les cartes du mode dipolaire (appelé (1) sur les Figure 5.21c pour TE et Figure 5.21d pour TM), on observe deux lobes autour des NPs fonction de l'orientation du champ électrique dans l'état de polarisation. Les cartes des modes quadrupolaires (appelé (2)) montrent quatre lobes autour de chaque NP, ils sont plus visibles en TE et les vecteurs champs électriques (en vert) sont plus nombreux. Ce qui s'explique par le fait qu'en TM, le champ électrique comporte deux composantes, et est donc diminué d'un facteur $\cos \theta$ dans la direction x . Le creux de diffraction est présenté sur les cartes appelées (3). Le mode vertical (mode (4)) visible uniquement en TM est présenté sur la Figure 5.21d. A l'interface entre le substrat et les NPs, on devrait avoir une répartition uniforme de l'intensité du champ électrique autour des NPs pour ce mode. Les faibles variations d'intensités observées peuvent être attribuées à l'effet d'angle du rayonnement incident.

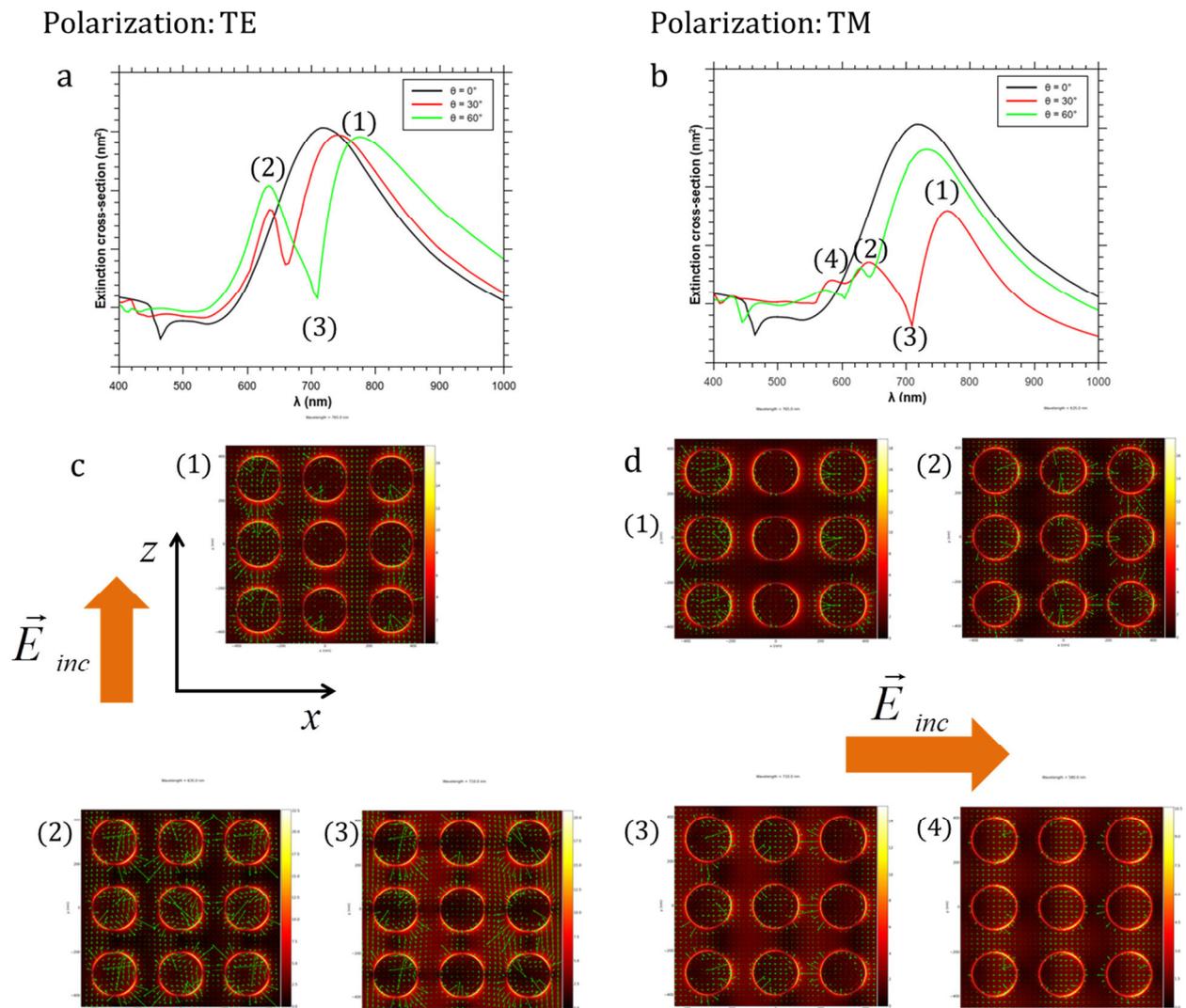


Figure 5.21 : spectres d'extinction et position des modes excités en fonction de la polarisation TE a) et TM b) et cartes de champ électrique correspondantes c) et d).

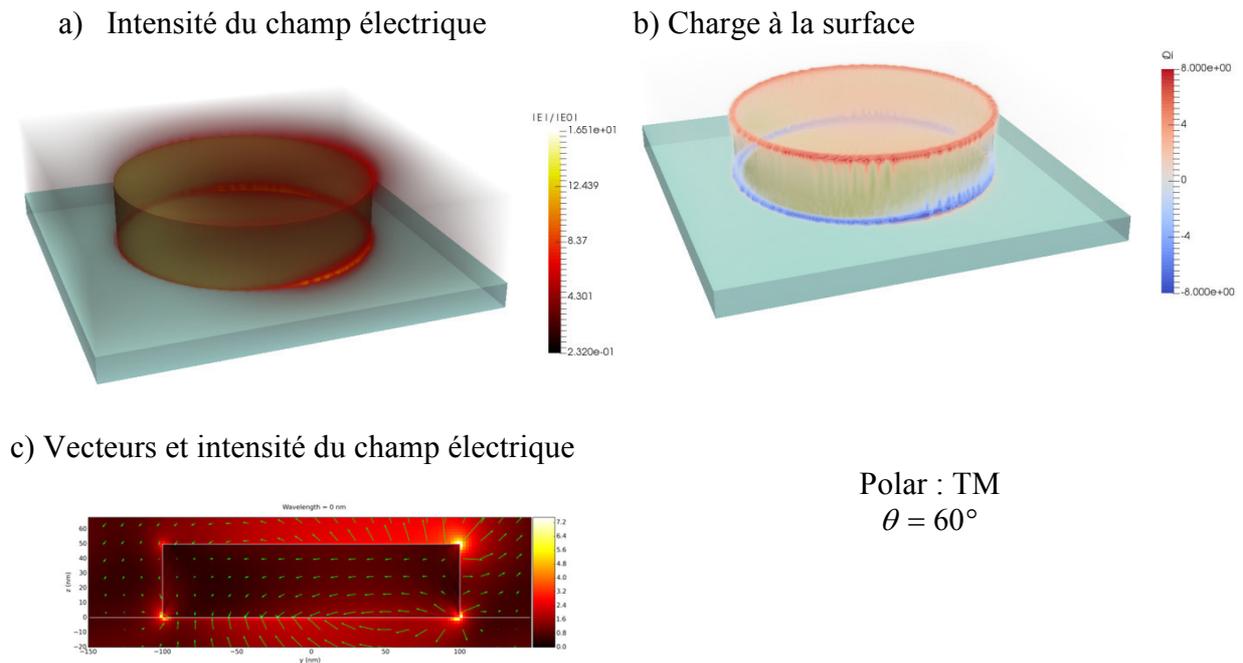


Figure 5.22 : mise en évidence du mode vertical dans l'état de polarisation TM lorsque $\theta = 60^\circ$. Nous avons une représentation en 3D de l'amplitude du champ électrique en a), la répartition des charges en b) et une carte du champ électrique en coupe transversale en c).

Nous avons également utilisé les mesures d'extinction résolues en angle pour la compréhension du couplage dans les systèmes MIM (metal / insulator / metal) constitués de NPs d' Au couplées à un film d' Au via une couche diélectrique (SiO_x) nanométrique (Nicolas et al. 2015). La variation de l'angle d'illumination donne la possibilité de coupler et de découpler les modes localisés et délocalisés à travers le décalage de la résonance et ainsi changer le profil fano obtenu. Le détail de cette étude se trouve dans la référence donnée ci-dessus.

4.3. Suivi des propriétés optiques au cours d'un essai de traction

Nous allons présenter dans ce paragraphe les variations dans le spectre d'extinction de NPs déposées à la surface d'un substrat de PDMS au cours d'un essai in-situ de traction. Nous allons montrer que les variations que sont principalement le décalage de la position des modes excités et la diminution de l'amplitude d'extinction, peuvent être corrélées au déplacement. Nous apportons ainsi une preuve expérimentale de l'utilisation des propriétés optiques de NPs pour la mesure des déformations. Et nous évaluons les performances du capteur de déformations basé sur cette configuration de NPs. Nous commençons par présenter la configuration de NPs à la surface du substrat.

4.3.1. Présentation de la configuration des nanoparticules

Le PDMS est un substrat qui présente de bonnes propriétés élastiques et optiques qui se traduisent par la réversibilité des déformations et sa transparence. L'élasticité permet d'atteindre des taux importants de déformations, ce qui est intéressant pour l'évaluation des performances de la méthode que nous implémentons. La transparence, quant à elle, permet d'effectuer les mesures d'extinction en transmission. La méthode pourra être évaluée dans le cadre de la réflexion après cette étude en

transmission. Cependant, le PDMS ne se prête pas facilement au dépôt de NPs par la technique de lithographie électronique, qui est le moyen de nanofabrication que nous avons choisi initialement pour ce travail. Au fait de cette difficulté de nanofabrication, nous avons cherché une technique alternative permettant de déposer des NPs à la surface de ce matériau. Dans cette optique, nous avons collaboré avec le Docteur Stephen Stagon de l'University of North Florida (UNL) qui a développé une technique permettant de déposer des nanobâtonnets métalliques « verticaux » à la surface de substrat (Niu et al. 2013). La Figure 5.23 présente une image MEB des nanobâtonnets déposés à la surface du substrat que nous allons utiliser pour l'essai. En effet, Stagon et ses collaborateurs ont étudié les paramètres permettant de contrôler le diamètre des nanobâtonnets déposés perpendiculairement à la surface d'un substrat par la technique de dépôt physique en phase vapeur (PVD, Physical Vapor Deposition)...

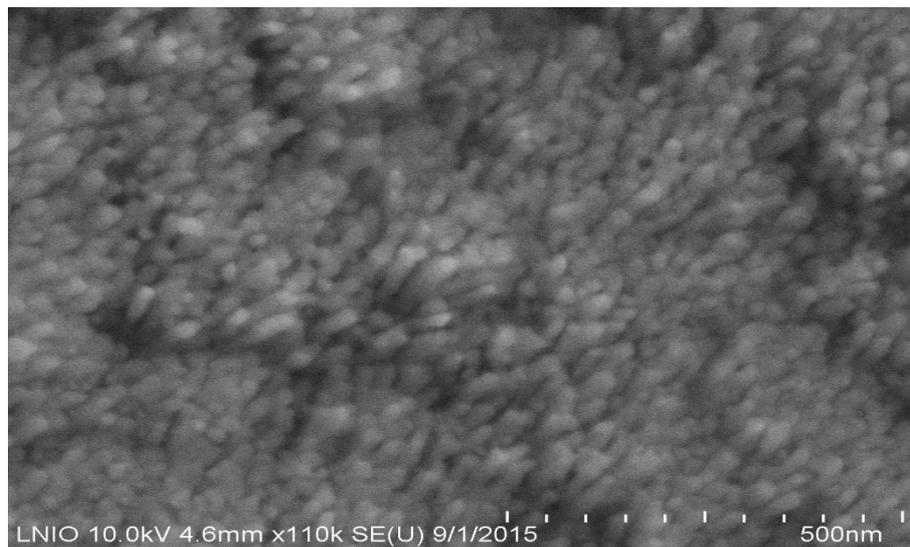


Figure 5.23 : nanobâtonnets à la surface de substrat de PDMS déposé par PVD.

Les nanobâtonnets ainsi déposés comme le montre l'image MEB ne sont pas ordonnés et ne sont pas homogène en taille (diamètre et longueur). De plus, ils ne sont pas verticaux, ils sont inclinés et il est difficile de déterminer de façon rigoureuse la distribution des inclinaisons. Nous allons utiliser les mesures en angle réalisées sur cet échantillon pour conjecturer l'orientation des nanobâtonnets et identifier les modes qui sont excités. La Figure 5.24 présente le résumé de ces mesures en angle. En incidence normale, $\theta = 0^\circ$ (voir Figure 5.24a), les spectres obtenus en polarisation TE et TM sont différents ce qui ne devrait pas être le cas si les nanobâtonnets étaient verticaux avec une distance inter-bâtonnets similaire suivant les deux directions. Un pic fin est visible autour de 570 nm en TE. Le spectre en TM présente un large pic qui serait la superposition du mode à 570 nm et d'un mode à plus grande longueur d'onde faiblement excité. Lorsque l'angle d'incidence est $\theta = 60^\circ$ (voir Figure 5.24b), un seul mode est toujours excité en TE, sa position spectrale est presque la même qu'en incidence normale. La Figure 5.24c montre que la position spectrale de ce mode ne varie pas avec l'angle, on observe juste une légère diminution de l'intensité d'extinction. Cependant, en TM, on observe un plateau qui s'étend entre 540 nm et 800 nm, les deux modes sont alors excités et se recouvrent spectralement. Ces modes seraient propres à chaque axe des nanobâtonnets : le mode à basse longueur d'onde (bleu) correspond au petit axe suivant la base et le mode aux grandes longueurs d'ondes (rouge) à la hauteur. L'extinction du mode aux grandes longueurs d'ondes dans l'état de polarisation TE montre que les nanobâtonnets sont inclinés suivant une direction préférentielle. On peut attribuer

une valeur à cette inclinaison par rapport à la normale au substrat. Comme nous avons expliqué précédemment, c'est le substrat qui est tourné par rapport à sa normale au cours des mesures résolues en angle. Le mode d'un axe d'une nanoparticule asymétrique est excité lorsque le champ électrique du rayonnement incident est aligné suivant cet axe. On peut ainsi dire que la rotation du substrat de $\theta = 60^\circ$ permet d'aligner le champ électrique dans une direction très proche ou dans la direction de la hauteur des nanobâtonnets. Ainsi l'angle entre les nanobâtonnets et la surface de l'échantillon est proche de 30° ou de 60° avec la normale à la surface du substrat. Les rotations du substrat montrent l'augmentation progressive de l'intensité du mode aux grandes longueurs d'ondes (voir Figure 5.24d). La réponse optique ainsi observée est également influencée par les couplages entre nanobâtonnets ayant une distribution de taille qui est également reflétée par la largeur du plateau.

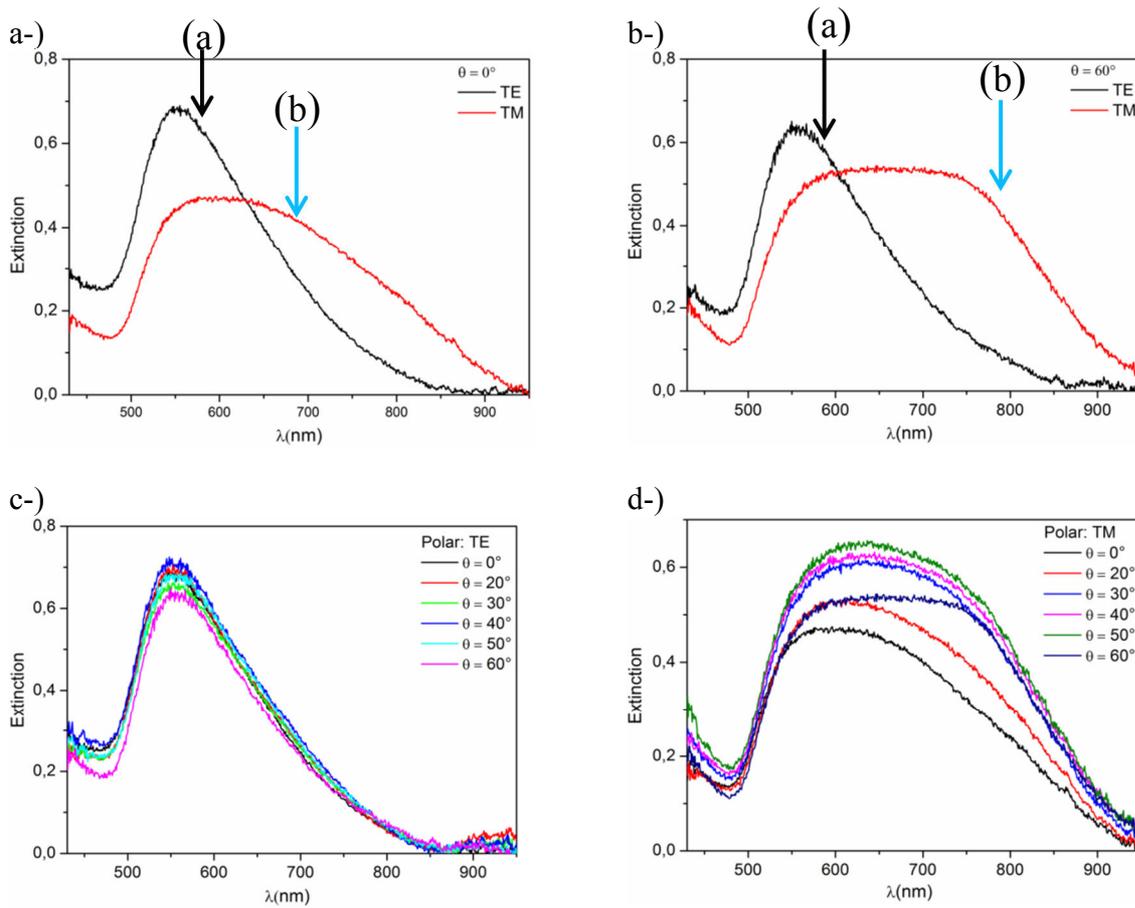


Figure 5.24 : a-) mesures d'extinction en incidence normale. La concavité du spectre obtenu en TM montre que les nanobâtonnets sont inclinés par rapport à la normale à la surface de l'échantillon. En b-) les mesures d'extinction à $\theta = 60^\circ$, le mode en TE ne change presque pas de position spectrale. Alors qu'en TM, on observe un plateau qui s'étend sur une large gamme spectrale qui résulterait de la superposition des modes propres des axes des nanobâtonnets. Les évolutions progressives des spectres en TE et TM avec l'angle sont présentées en c-) et d-).

4.3.2. Résultats de la traction uniaxiale

Le substrat de PDMS a une épaisseur initiale de 0,5 mm. Une pièce de 10 mm de large et de 30 mm de long a été extraite de manière à ne pas étirer le substrat pendant la découpe. Nous l'avons ensuite placé entre les mors de la micromachine de traction de façon à ce que la longueur entre les mors soit de 20 mm. Une première mesure de l'extinction est effectuée avant la traction, une fois la

machine montée sur le banc optique. Le substrat a été étiré avec une vitesse de $0,3\mu\text{m/s}$. Les autres mesures sont effectuées après des élongations macroscopiques progressives de 2%. Les mesures sont réalisées en incidence normale, dans les états de polarisation longitudinale et transverse et des états intermédiaires entre ces deux états. Les états de polarisations longitudinale et transverse sont comme indiqués précédemment sur les Figures 5.19a-b. Les directions du champ électrique pour les états de polarisations intermédiaires entre TE et TM sont illustrées sur la Figure 5.25a. Elles appartiennent au plan (\vec{x}, \vec{z}) de la surface du substrat et font des angles de 30° (polar_inter-1), 45° (polar_inter-2) et 60° (polar_inter-3) respectivement avec la direction du champ longitudinal.

On observe également sur cette figure les spectres d'extinctions enregistrés à l'état initial et après 30% d'élongation macroscopique du substrat pour tous les états de polarisation que nous avons suivis. Les spectres obtenus pour les polarisations TE et TM sont assez similaires de ceux obtenus précédemment en incidence normale. Le mode aux basses longueurs d'onde est observé ici autour de 580 nm (au lieu de 570 nm), ce qui se justifie par la distribution de taille de nanobâtonnets qui influence la position spectrale des modes. C'est le mode correspondant à l'excitation suivant le petit axe des nanobâtonnets identifié précédemment. Dans l'état de polarisation TM, le pic est moins large que celui observé sur les mesures en angle effectuées sur le même échantillon lorsque $\theta = 0^\circ$, on observe cependant un épaulement centré autour de 850 nm (mode (c)) (voir Figure 5.25). La différence de positions spectrales entre les épaulements observés avec les mesures en angles pour $\theta = 0^\circ$, pourrait être justifiée par la différence d'orientation préférentielle des nanobâtonnets dans les deux zones d'acquisition. On pourrait alors penser que les nanobâtonnets sont répartis en domaines possédant des différences d'inclinaison, chaque domaine ayant une inclinaison préférentielle à l'échelle de la surface d'acquisition (quelques dizaines de microns). En plus du mode correspondant au petit axe des nanobâtonnets, un deuxième mode aux alentours de 680 nm, est excité dans les états de polarisations intermédiaires. Ce mode a une position spectrale plus proche de celle du deuxième mode faiblement excité en TM, sur les mesures en angles lorsque $\theta = 0^\circ$ (voir Figure 5.24a). Les deux modes excités dans les polarisations intermédiaires se recouvrent spectralement. L'épaulement centré autour de 850 nm apparaît aussi sur les spectres d'extinction des états de polarisation intermédiaires.

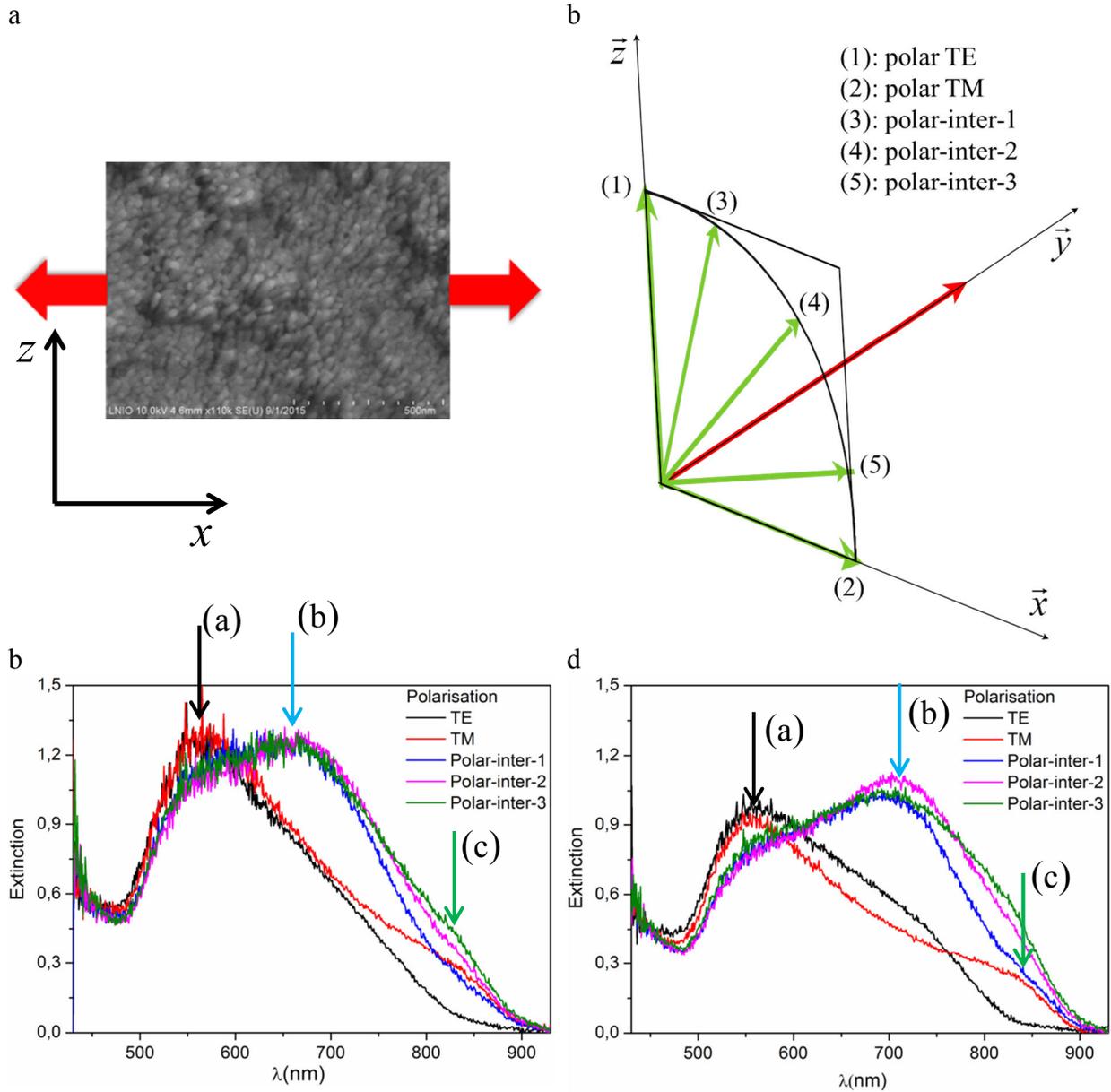


Figure 5.25 : polarisations auxquelles les mesures d’extinctions sont effectuées. Le plan de l’échantillon ainsi que la direction de traction sont illustrés en a), les polarisations utilisées au cours de l’essai de traction sont présentées en b). Les polarisations intermédiaires entre TE et TM sont contenues dans le plan (\vec{x}, \vec{z}) et forment des angles de 30° (polar-inter-1), 45° (polar-inter-2) et 60° (polar-inter-3) respectivement avec la polarisation TE (1). Les spectres d’extinction sont présentés à l’état initial et après 30% d’élongation macroscopique du substrat.

Après l’élongation, on observe des variations de positions spectrales des modes et d’amplitudes d’extinctions sur les spectres (voir Figure 5.25d). Ce sont les variations de positions spectrales des modes au cours de l’essai de traction qui vont permettre de rendre localement compte des déplacements entre nanobâtonnets. Nous allons dans la suite présenter les évolutions spectrales en fonction du chargement dans chaque état de polarisation.

Variations spectrales pour les polarisations TE et TM

La Figure 5.25 présente les évolutions spectrales progressives dans les états de polarisation TE et TM. Les spectres présentés ont été enregistrés aux niveaux d'élongation du substrat égal à 0, 6, 10, 16, 20, 26 et 30%. Les variations de position du mode aux basses longueurs d'ondes dans les états de polarisation TE et TM sont faibles. Ce mode se décale vers le bleu et l'amplitude d'extinction diminue au cours de l'essai (voir Figure 5.25a-b). La diminution de l'amplitude d'extinction traduit la décroissance de la densité de NPs à la surface du substrat due à l'augmentation de l'espace entre NPs. Elle peut être corrélée aux déplacements entre NPs à la surface d'un substrat au cours d'une sollicitation mécanique. Elle est parmi les premières approches étudiées permettant l'utilisation des propriétés optiques de NPs pour la mesure des déplacements (Correa-Duarte et al. 2007).

Dans cette étude, c'est la quantification des déplacements à partir du décalage des modes excités que nous voulions évaluer. La Figure 5.25c présente le décalage de la position du mode au cours de la traction pour les états TE et TM. Elle montre qu'avant 6% d'élongation macroscopique, le décalage du mode reste très faible dans l'état TE (courbe noire) et ne permet pas d'évaluer un déplacement local. Le mode est plus sensible dans l'état TM, et présente une variation quasi linéaire jusqu'à 26% d'élongation. On note un décalage en longueur d'onde $\Delta\lambda = 20$ nm. La position spectrale du mode à 30% serait aberrante et due au non recalage à la zone de mesure puisque la distribution des NPs est aléatoire. Le décalage dans l'état TE ne présente un comportement linéaire qu'à partir de 16% d'élongation, ce qui montre clairement que les couplages entre nanobâtonnets ne sont pas les mêmes pour les deux états de polarisation. Le décalage en longueur d'onde enregistré est $\Delta\lambda = 13$ nm.

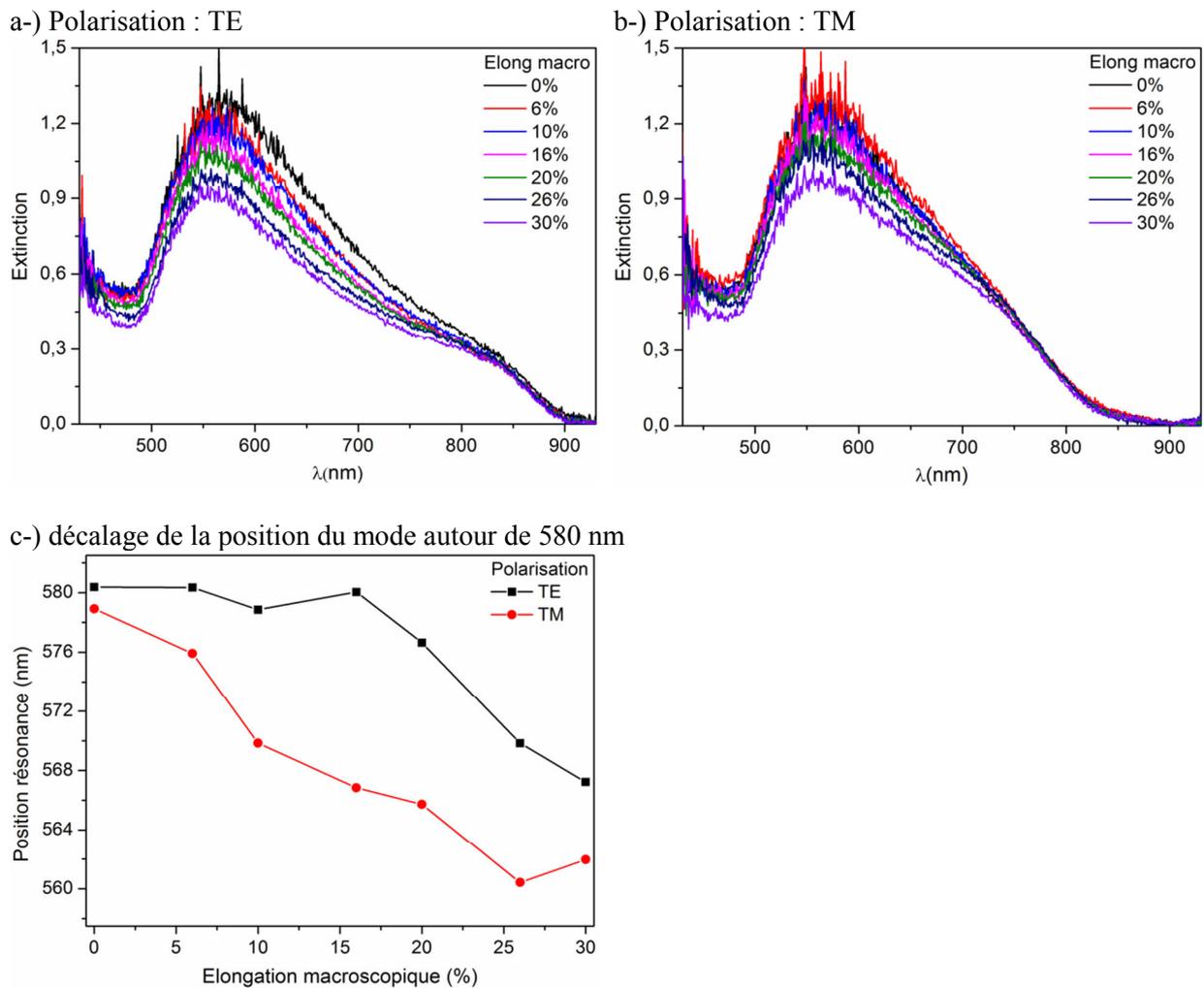


Figure 5.25 : évolutions spectrales en fonction de l'élongation du substrat pour les états de polarisation TE et TM en a-) et b-). En c-), nous avons le résumé des variations de la position du mode initialement autour de 580 nm, ce mode est décalé vers le bleu avec l'élongation du substrat dans les deux états de polarisation.

Variations spectrales dans les états de polarisation intermédiaires

Dans les états de polarisation compris entre les états TE et TM, en plus du mode autour de 580 nm visible dans les états de polarisation précédents, un mode autour de 680 nm est excité. Ce sont les décalages de ce dernier mode que nous allons évaluer dans ce paragraphe dans les trois états de polarisation intermédiaires. Contrairement au mode à 580 nm, le mode à 680 nm est décalé vers le rouge au cours de l'essai de traction. Les amplitudes d'extinction diminuent également de manière progressive avec l'élongation (voir Figure 5.26a-c). Cependant, celle du mode aux grandes longueurs d'ondes augmente tandis que celle du mode aux basses longueurs d'ondes diminue pour l'ensemble des trois états de polarisation. L'excitation du mode initialement autour de 680 nm est donc favorisée au cours de l'élongation du substrat. La traction entraîne l'élongation du substrat dans la direction de sollicitation et son rétrécissement dans la direction transverse. Les nanobâtonnets à la surface du substrat subissent alors les mouvements. Le décalage vers le rouge du mode vertical est dû aux couplages entre les nanobâtonnets. Les mouvements des nanobâtonnets peuvent être séparés en deux : i-) le rapprochement dans la direction transverse, ii-) la variation d'inclinaison au cours de la traction. Au cours de ces mouvements, les nanoparticules qui se rapprochent entraînent un renforcement et un

décalage du couplage du mode vertical. Ce mode présente la plus faible largeur à mi hauteur à l'état de polarisation polar-inter-2, et la plus grande extinction, ce qui implique que c'est dans cet état de polarisation que la direction du champ électrique permet de sonder le plus grand nombre de particules s'étant rapprochées au cours de la traction. La traction s'accompagne aussi de l'apparition d'un épaulement autour de 840 nm à l'état de polarisation polar-inter-3, qui devient progressivement plus net. Les autres états de polarisation ne permettent pas d'observer ce mode.

Les décalages du mode initialement autour de 680 nm sont plus importants et visibles sur les spectres d'extinction. La Figure 5.26d présente les variations de la position de ce mode en fonction de l'élongation du substrat. Dans les états de polarisation polar-inter-1 et polar-inter-3, le mode présente des évolutions très similaires, le décalage en longueurs d'onde entre l'état initial et 30% d'élongation est proche de $\Delta\lambda = 60$ nm. Dans l'état de polarisation 205_105, le mode se trouve initialement décalé vers le rouge comparé aux deux autres états de polarisation, 650 nm. Cependant, le décalage est également plus faible comparé aux deux autres états de polarisation. Il est égal à $\Delta\lambda = 50$ nm.

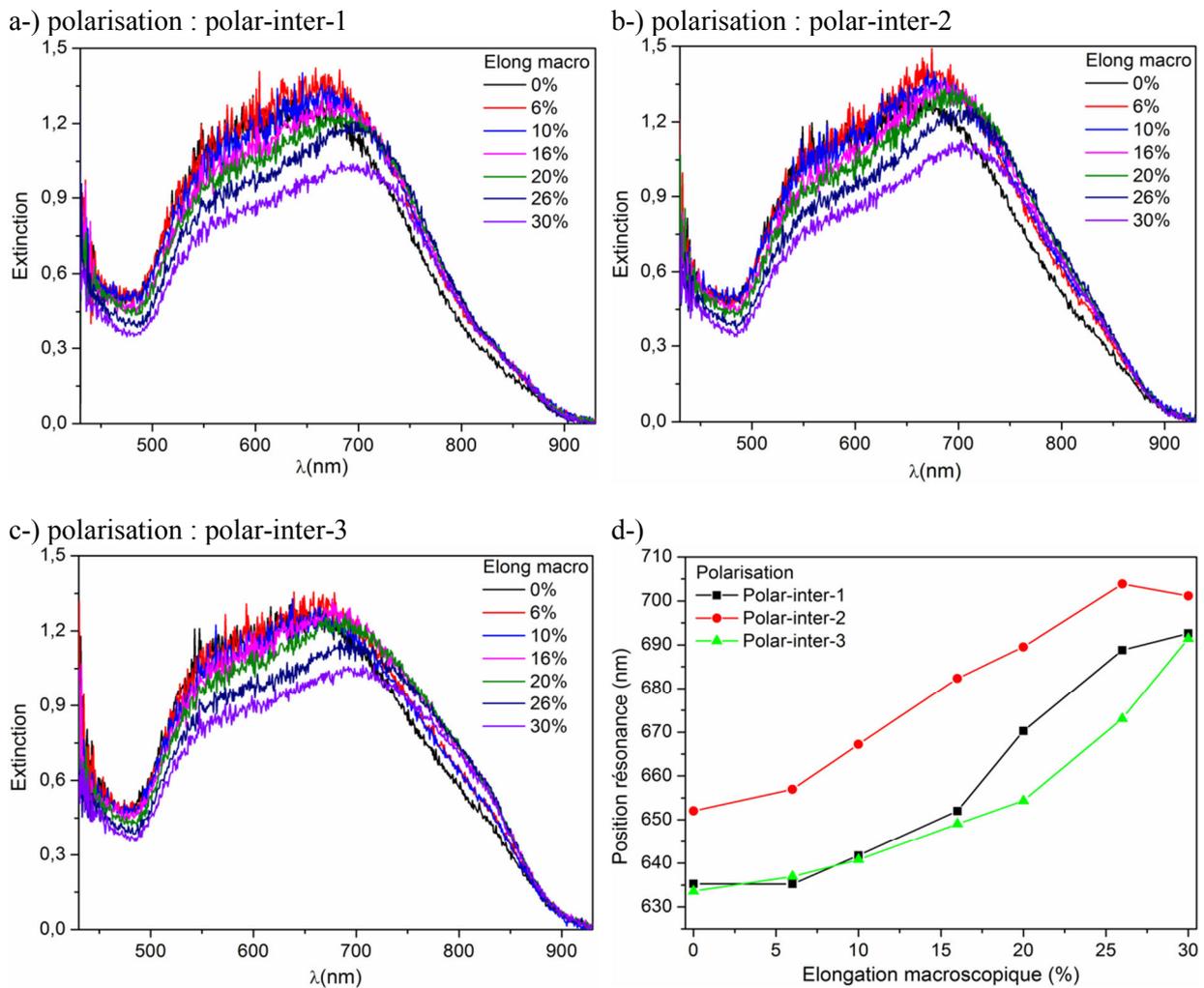


Figure 5.26 : évolution des spectres d'extinction avec l'élongation du substrat pour les polarisations intermédiaires en a-) polar-inter-1, b-) polar-inter-2 et c-) polar-inter-3. Les décalages du mode initialement autour sont résumés en d-) pour les trois états de polarisation.

4.3.3. Caractéristiques du capteur de déformations

Similairement aux jauges résistives, on peut définir un coefficient qui permet d'évaluer la sensibilité. Le facteur de jauge a pour expression :

$$K = \frac{1}{\varepsilon} \frac{\Delta R}{R}, \quad (5.39)$$

R et ΔR sont respectivement la résistance et la variation de résistivité du fil, et ε la déformation dans la direction de sollicitation. En utilisant comme alliage le constantan qui est communément utilisé dans la fabrication des jauges métalliques, la valeur du facteur de jauge est légèrement supérieur à 2.

En considérant la position du mode excité à l'état initial comme la position de résonance d'un nanorod unique λ_0 , on peut définir le facteur de sensibilité de notre système comme :

$$K' = \frac{1}{\varepsilon} \frac{\Delta \lambda}{\lambda_0}, \quad (5.40)$$

Ainsi on obtient :

$$K'_{TE} = 0.017 \text{ avec } \lambda_0 = 580 \text{ nm}$$

$$K'_{TM} = 0.026 \text{ avec } \lambda_0 = 578 \text{ nm}$$

$$K'_{(190_120)} = K'_{(220_150)} = 0.067 \text{ avec } \lambda_0 = 635 \text{ nm}$$

$$K'_{(205_135)} = 0.056 \text{ avec } \lambda_0 = 652 \text{ nm}$$

Ces valeurs du facteur de sensibilité de notre système montrent qu'il est adapté à la mesure des larges déformations. La limite de cette configuration se situe dans la taille des NPs qui sont petites, ainsi les couplages entre NPs ne peuvent pas être très importants. Cette configuration peut être améliorée en augmentant le diamètre des nanobâtonnets. Une étude récente (Malerba et al. 2015) montre que les couplages entre nanobâtonnets verticaux peuvent être très importants. Les pas de l'ordre du micron sont utilisés et présente des décalages considérables en longueur d'onde, ce qui démontre le potentiel important de ce type de système qui ne demande qu'à être optimisé.

Nous avons discuté dans la section 3 de ce chapitre que les grosses NPs déposés par lithographie permettent d'avoir un décalage important de la résonance. Et sont adaptées à la fois pour de faible déformation, comme pour des déformations importantes. Une étude concernant des réseaux de nanocylindre de 200 nm diamètre, avec un gap de 40 nm et espacés de 600 nm déposés sur un substrat de PET n'a pas pu être finalisée du fait du déménagement du laboratoire.

5. Conclusion

Nous avons présenté dans ce chapitre quelques capteurs de mesure de déformations communément utilisés à savoir les jauges résistives et les réseaux de Bragg fibrés. Ces capteurs sont en général utilisés dans les mesures de faibles déformations. Les propriétés optiques des NPs métalliques sont discutées notamment la résonance des plasmons localisés de surface. Nous avons également présenté les paramètres dont elle dépend, entre autre la nature du métal, la géométrie des NPs à savoir la taille et la forme, le milieu environnant les NPs ainsi que la distance entre NPs. L'analyse du couplage entre NPs en fonction de la distance qui les sépare conduit à l'équation de règle plasmonique. L'interaction entre un réseau de NPs et un rayonnement électromagnétique conduit à des propriétés optiques qui peuvent être utilisées pour la mesure des déformations. Une brève présentation des études mettant à profit les propriétés optiques de NPs pour la mesure des déformations est effectuée. Les paramètres pertinents dans l'utilisation des propriétés optiques pour la mesure des déformations sont discutés en vue de présenter les configurations expérimentales optimales. Pour mener à bien cette étude, un dispositif

expérimental versatile a été développé au cours de cette thèse. Ce dispositif est présenté ainsi que les mesures d'extinction résolues en angle qu'il offre la possibilité de réaliser. Elle permet d'étudier le couplage entre NPs dans un réseau qui ne peuvent pas être mis en évidence dans le cas classique de l'extinction normale. On peut par exemple parler de l'influence de la diffraction dû à l'arrangement en réseau de NPs sur le couplage plasmonique ainsi que le couplage et le découplage des modes de plasmons localisés et délocalisés dans le cas des systèmes MIM (metal / insulator / metal) constitués de NPs d'Or couplées à un film d'Or via une couche diélectrique (SiO_x) nanométrique. Les premiers tests de mesure optique au cours de la traction sont effectués. Ils permettent de mettre en évidence le décalage de la résonance plasmonique au cours de la déformation du substrat. Ces décalages permettent de sonder des déformations après 6% de déformation macroscopique. Une preuve de concept est ainsi réalisée. Pour accroître les performances de ce système, nous avons déposé des réseaux de dimères à la surface du PET qui se prête mieux à la lithographie. Les études sur ce substrat sont en cours et promettent des performances plus importantes de capteurs de déformations nanométriques.

Références :

- Barnes, W. L., A. Dereux, and T. W. Ebbesen. 2003. "Surface Plasmon Subwavelength Optics." *Nature* 424 (6950): 824–30. doi:10.1038/nature01937.
- Ben, Xue, and Harold S Park. 2011. "Size Dependence of the Plasmon Ruler Equation for Two-Dimensional Metal Nanosphere Arrays." *Journal of Physical Chemistry C* 115: 15915–26. doi:10.1021/jp2055415.
- Benson, Oliver. 2011. "Assembly of Hybrid Photonic Architectures from Nanophotonic Constituents." *Nature* 480 (7376). Nature Publishing Group: 193–99. doi:10.1038/nature10610.
- Bohren, C F, and D R Huffman. 1983. *Absorption and Scattering of Light by Small Particles. Research Supported by the University of Arizona and Institute of Occupational and Environmental Health New York WileyInterscience 1983 541 P. Vol. 1.* doi:10.1017/S0263574798270858.
- Cataldi, Ugo, Roberto Caputo, Yuriy Kurylyak, Gérard Klein, Mahshid Chekini, Cesare Umeton, and Thomas Bürgi. 2014. "Growing Gold Nanoparticles on a Flexible Substrate to Enable Simple Mechanical Control of Their Plasmonic Coupling." *Journal of Materials Chemistry C* 2 (37): 7927. doi:10.1039/C4TC01607F.
- Connolly, M. P., A. J. L. Ferguson, P. Dawson, I. R. Tamm, and D. G. Walmsley. 1991. "Fast Mode Surface Plasmon Damping on Tunnel Junction Structures" 245: 225–31.
- Correa-Duarte, M A, V Salgueirino-Maceira, A Rinaldi, K Sieradzki, M Giersig, and L M Liz-Marzan. 2007. "Optical Strain Detectors Based on Gold." *Gold Bulletin* 40 (1): 6–14. http://www.goldbulletin.org/archive/issue/140/issue_1_volume_40/.
- Delacour, Cécile, Sylvain Blaize, Philippe Grosse, Jean Marc Fedeli, Aurélien Bruyant, Rafael Salas-Montiel, Gilles Lerondel, and Alexei Chelnokov. 2010. "Efficient Directional Coupling between Silicon and Copper Plasmonic Nanoslot Waveguides: Toward Metal-Oxide-Silicon Nanophotonics." *Nano Letters* 10 (8): 2922–26. doi:10.1021/nl101065q.
- Dolinnyi, Anatolii I. 2015. "Nanometric Rulers Based on Plasmon Coupling in Pairs of Gold Nanoparticles." *The Journal of Physical Chemistry C* 119 (9): 4990–5001. doi:10.1021/jp5116614.
- Egorov, D., B. S. Dennis, G. Blumberg, and M. I. Haftel. 2004. "Two-Dimensional Control of Surface Plasmons and Directional Beaming from Arrays of Subwavelength Apertures." *Physical Review B - Condensed Matter and Materials Physics* 70 (3): 2–5. doi:10.1103/PhysRevB.70.033404.
- El-sayed, Mostafa a. 2001. "Some Interesting Properties of Metals Confined in Time and Nanometer ... Some Interesting Properties of Metals Confined in Time and Nanometer ... Some Interesting Properties of Metals Confined in Time and Nanometer Space of Different Shapes" 34 (4): 4–6. doi:10.1021/ar960016n.
- Félidj, N, G Laurent, J Aubard, G Lévi, a Hohenau, J R Krenn, and F R Aussenegg. 2005. "Grating-Induced Plasmon Mode in Gold Nanoparticle Arrays." *The Journal of Chemical Physics* 123 (22): 221103. doi:10.1063/1.2140699.
- Haynes, Christy L., Adam D. McFarland, LinLin Zhao, Richard P. Van Duyne, George C. Schatz, Linda Gunnarsson, Juris Prikulis, Bengt Kasemo, and Mikael Käll. 2003. "Nanoparticle Optics: The Importance of Radiative Dipole Coupling in Two-Dimensional Nanoparticle Arrays †." *The Journal of Physical Chemistry B* 107 (30): 7337–42. doi:10.1021/jp034234r.
- Homola, J. 2008. "Surface Plasmon Resonance Sensors for Detection of Chemical and Biological Species." *Chemical Reviews* 108: 462–93. doi:10.1021/cr068107d.
- Jain, Prashant K., and Mostafa A. El-Sayed. 2010. "Plasmonic Coupling in Noble Metal Nanostructures." *Chemical Physics Letters* 487 (4-6). Elsevier B.V.: 153–64. doi:10.1016/j.cplett.2010.01.062.
- Jain, Prashant K., Wenyu Huang, and Mostafa a. El-Sayed. 2007. "On the Universal Scaling Behavior of the Distance Decay of Plasmon Coupling in Metal Nanoparticle Pairs: A Plasmon Ruler Equation." *Nano Letters* 7 (7): 2080–88. doi:10.1021/nl071008a.
- Keiser, Gerd. 2000. *Optical Fiber Communication*. Mc-Graw Hill International Editions.

- Kelly, K Lance, Eduardo Coronado, Lin Lin Zhao, and George C Schatz. 2003. “The Optical Properties of Metal Nanoparticles: The Influence of Size, Shape, and Dielectric Environment.” *J. Phys. Chem. B* 107: 668. doi:10.1021/jp026731y.
- Kinet, Damien, Patrice Mégret, Keith W Goossen, Liang Qiu, Dirk Heider, and Christophe Caucheteur. 2014. “Fiber Bragg Grating Sensors toward Structural Health Monitoring in Composite Materials: Challenges and Solutions.” *Sensors (Basel, Switzerland)* 14 (4): 7394–7419. doi:10.3390/s140407394.
- Kreibig, Uwe, and Michael Vollmer. 1995. *Optical Properties of Metal Clusters. Journal of the American Chemical Society*. Vol. 118. doi:10.1021/ja955378p.
- Laluet, J-Y, E Devaux, C Genet, T W Ebbesen, J-C Weeber, and a Dereux. 2007. “Optimization of Surface Plasmons Launching from Subwavelength Hole Arrays: Modelling and Experiments.” *Optics Express* 15 (6): 3488–95. doi:10.1364/OE.15.003488.
- Lamprecht, B., G. Schider, R. Lechner, H. Ditlbacher, J. Krenn, a. Leitner, and F. Aussenegg. 2000. “Metal Nanoparticle Gratings: Influence of Dipolar Particle Interaction on the Plasmon Resonance.” *Physical Review Letters* 84 (20): 4721–24. doi:10.1103/PhysRevLett.84.4721.
- Le Goër, Jean-luc, and Jean Avril. 1992a. “Capteurs à Jauges Extensométriques.” *Techniques de L'ingénieur*, 1–32.
- . 1992b. “Extensométrie.” *Techniques de L'ingénieur*, 1–21.
- Li, Hongjian, Qiong Liu, Suxia Xie, Xin Zhou, Hui Xia, and Renlong Zhou. 2009. “Particle Plasmons Resonant Characteristics in Arrays of Strongly Coupled Gold Nanoparticles.” *Solid State Communications* 149 (5-6). Elsevier Ltd: 239–42. doi:10.1016/j.ssc.2008.11.017.
- Maier, Stefan a. 2007. *Plasmonics: Fundamentals and Applications. Plasmonics: Fundamentals and Applications*. doi:10.1007/0-387-37825-1.
- Maier, Stefan a., and Harry a. Atwater. 2005. “Plasmonics: Localization and Guiding of Electromagnetic Energy in Metal/dielectric Structures.” *Journal of Applied Physics* 98 (1): 1–11. doi:10.1063/1.1951057.
- Malerba, Mario, Alessandro Alabastri, Ermanno Miele, Pierfrancesco Zilio, Maddalena Patrini, Daniele Bajoni, Gabriele C. Messina, et al. 2015. “3D Vertical Nanostructures for Enhanced Infrared Plasmonics.” *Scientific Reports* 5. Nature Publishing Group: 16436. doi:10.1038/srep16436.
- McMahon, M. D., R. Lopez, H. M. Meyer, L. C. Feldman, and R. F. Haglund. 2005. “Rapid Tarnishing of Silver Nanoparticles in Ambient Laboratory Air.” *Applied Physics B: Lasers and Optics* 80 (7): 915–21. doi:10.1007/s00340-005-1793-6.
- Meier, M., a. Wokaun, and P. F. Liao. 1985. “Enhanced Fields on Rough Surfaces: Dipolar Interactions among Particles of Sizes Exceeding the Rayleigh Limit.” *Journal of the Optical Society of America B* 2 (6): 931. doi:10.1364/JOSAB.2.000931.
- Mock, J. J., M. Barbic, D. R. Smith, D. A. Schultz, and S. Schultz. 2002. “Shape Effects in Plasmon Resonance of Individual Colloidal Silver Nanoparticles.” *The Journal of Chemical Physics* 116 (15): 6755. doi:10.1063/1.1462610.
- Nicolas, Rana, Gaëtan Lévêque, Joseph Marae-Djouda, Guillaume Montay, Yazid Madi, Jérôme Plain, Ziad Herro, Michel Kazan, Pierre-Michel Adam, and Thomas Maurer. 2015. “Plasmonic Mode Interferences and Fano Resonances in Metal-Insulator- Metal Nanostructured Interface.” *Scientific Reports* 5 (April). Nature Publishing Group: 14419. doi:10.1038/srep14419.
- Nikitin, Andrey G, Andrei V Kabashin, and Hervé Dallaporta. 2012. “Plasmonic Resonances in Diffractive Arrays of Gold Nanoantennas: Near and Far Field Effects.” *Optics Express* 20 (25): 27941–52. doi:10.1364/OE.20.027941.
- Niu, Xiaobin, Stephen P. Stagon, Hanchen Huang, J. Kevin Baldwin, and Amit Misra. 2013. “Smallest Metallic Nanorods Using Physical Vapor Deposition.” *Physical Review Letters* 110 (March): 1–5. doi:10.1103/PhysRevLett.110.136102.
- Orendorff, Christopher J., Tapan K. Sau, and Catherine J. Murphy. 2006. “Shape-Dependent Plasmon-Resonant Gold Nanoparticles.” *Small* 2 (5): 636–39. doi:10.1002/smll.200500299.
- Paulus, Michael, Phillipe Gay-Balmaz, and O. J F Martin. 2000. “Accurate and Efficient Computation of the Green’s Tensor for Stratified Media.” *Physical Review E - Statistical Physics, Plasmas, Fluids, and Related Interdisciplinary Topics* 62 (4 B): 5797–5807.

- doi:10.1103/PhysRevE.62.5797.
- Raether, H. 1988. *Surface Plasmons on Smooth and Rough Surfaces and on Gratings*. Springer. Vol. 111. doi:10.1007/BFb0048317.
- Rayleigh, L. 1907. "On the Dynamical Theory of Gratings." *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character* 79 (532): 399–416. doi:10.1098/rspa.1907.0051.
- Rechberger, W., a. Hohenau, a. Leitner, J. R. Krenn, B. Lamprecht, and F. R. Aussenegg. 2003. "Optical Properties of Two Interacting Gold Nanoparticles." *Optics Communications* 220 (1-3): 137–41. doi:10.1016/S0030-4018(03)01357-9.
- Reinhard, Björn M., Merek Siu, Harish Agarwal, a. Paul Alivisatos, and Jan Liphardt. 2005. "Calibration of Dynamic Molecular Rulers Based on Plasmon Coupling between Gold Nanoparticles." *Nano Letters* 5 (11): 2246–52. doi:10.1021/nl051592s.
- Salerno, M., J.R. Krenn, A. Hohenau, H. Ditlbacher, G. Schider, A. Leitner, and F.R. Aussenegg. 2005. "The Optical near-Field of Gold Nanoparticle Chains." *Optics Communications* 248 (4-6): 543–49. doi:10.1016/j.optcom.2004.12.023.
- Sannomiya, Takumi, Christian Hafner, and Janos Vörös. 2009. "Strain Mapping with Optically Coupled Plasmonic Particles Embedded in a Flexible Substrate." *Optics Letters* 34 (13): 2009–11. doi:10.1364/OL.34.002009.
- Schultz, S, D R Smith, J J Mock, and D a Schultz. 2000. "Single-Target Molecule Detection with Nonbleaching Multicolor Optical Immunolabels." *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America* 97 (3): 996–1001. doi:10.1073/pnas.97.3.996.
- Soller, B J, H R Stuart, and D G Hall. 2001. "Energy Transfer at Optical Frequencies to Silicon-on-Insulator Structures." *Optics Letters* 26 (18): 1421–23. doi:10.1364/OL.26.001421.
- Sönnichsen, Carsten, Björn M Reinhard, Jan Liphardt, and a Paul Alivisatos. 2005. "A Molecular Ruler Based on Plasmon Coupling of Single Gold and Silver Nanoparticles." *Nature Biotechnology* 23 (6): 741–45. doi:10.1038/nbt1100.
- Su, K. H., Q. H. Wei, X. Zhang, J. J. Mock, D. R. Smith, and S. Schultz. 2003. "Interparticle Coupling Effects on Plasmon Resonances of Nanogold Particles." *Nano Letters* 3 (8): 1087–90. doi:10.1021/nl034197f.
- Tabor, Christopher, Raghunath Murali, Mahmoud, and Mostafa A. El-Sayed. 2009. "On the Use of Plasmonic Nanoparticle Pairs as a Plasmon Ruler: The Dependence of the near-Field Dipole Plasmon Coupling on Nanoparticle Size and Shape." *Journal of Physical Chemistry A* 113: 1946–53. doi:10.1021/jp807904s.
- Yin, Francis T. S., Shizhuo Yin. 2002. *Overview of Fiber Optic Sensors*. *Fiber Optic Sensors*. <http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/9781118014103.fmatter/summary>.
- Zayats, Anatoly V., and Igor I. Smolyaninov. 2003. "Near-Field Photonics: Surface Plasmon Polaritons and Localized Surface Plasmons." *Journal of Optics A: Pure and Applied Optics* 5 (4): S16–50. doi:10.1088/1464-4258/5/4/353.
- Zhang, W., S.H. Brongersma, O. Richard, B. Brijs, R. Palmans, L. Froyen, and K. Maex. 2004. "Influence of the Electron Mean Free Path on the Resistivity of Thin Metal Films." *Microelectronic Engineering* 76 (1-4): 146–52. doi:10.1016/j.mee.2004.07.041.
- Zohar, Nir, Lev Chuntunov, and Gilad. Haran. 2014. "The Simplest Plasmonic Molecules: Metal Nanoparticle Dimers and Trimers." *Journal of Photochemistry and Photobiology, C: Photochemistry Reviews* 21. Elsevier B.V.: 26–39. doi:10.1016/j.jphotochemrev.2014.10.002.

Conclusions et perspectives

Conclusions et perspectives

Dans cette thèse, nous avons mis en œuvre deux approches de mesures de déformations locales à la surface de matériaux. Ces approches exploitent les propriétés d'un réseau de nanoparticules (NPs) métalliques. Dans un premier temps, les paramètres nanométriques du réseau à savoir la taille et le pas du réseau ont permis de mesurer les déformations au sein des composantes de la microstructure des alliages inoxydables austénitiques et duplex austéno-ferritiques. Les NPs sont ainsi utilisées comme des nanomarqueurs de déplacements et les images MEB acquises au cours d'un essai de traction in situ permettent d'accéder aux champs cinématiques. Les étapes de la méthode ainsi que ses capacités ont été exposées au chapitre 2 de ce manuscrit dans le cas d'un alliage austénitique. Nous avons appelé cette méthode de mesures de déformations locales basée sur le suivi de NPs, la méthode « NanoDef ». Cette dernière peut être couplée à la technique de diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) qui permet d'obtenir les données cristallographiques de la surface du réseau. Nous avons appliqué la méthode NanoDef couplée à la technique EBSD (méthode « NanoDefCristallo ») à l'alliage inoxydable austénitique 316L. Il a été ainsi mis en évidence que les déformations sont initiées aux voisinages des macles avant l'entrée en plasticité du matériau. Ces déformations localisées au niveau des joints de macles sont suivies de glissements à la surface de grains. Les grains s'allongent et tournent pour accommoder le chargement. Les glissements multiples sont observés à la surface de certains grains lorsque les chargements sont importants traduisant ainsi l'activation de plus d'un système de glissement. Les déformations importantes et l'activité intense de glissement favorisent l'écroutissage du matériau qui est visible sur la courbe traduisant le comportement du matériau. Les hétérogénéités de déformations sont également mises en évidence, elles se traduisent par des gradients différents de déformations à la surface de grains et les ouvertures au sein de la microstructure. Les données cristallographiques sont complémentaires aux résultats des champs cinématiques en plus de fournir les informations morphologiques.

La méthode NanoDefCristallo a été également appliquée à l'alliage duplex austéno-ferritique UR45N vieilli. Les déformations au sein des phases austénitique et ferritique ont été analysées au cours d'un essai de traction in situ dans un MEB. Les déformations sont initiées dans la phase austénitique aux voisinages des joints de macle comme dans le cas d'un alliage austénitique pur. Elles sont initiées avant l'entrée en plasticité macroscopique du matériau, cependant, la phase ferritique est exempte de déformation plastique. Les premières marques de plasticité de la phase ferritique sont observées plus tard à la transition élasto-plastique du matériau. Les évolutions des déformations dans chacune des phases ainsi que leurs interactions ont été mis en évidence. Les joints de phases se déforment après que les déformations soient initiées dans les deux phases. La nature des glissements dans chacune des phases et les hétérogénéités de déformations plastiques ont été observées, l'écroutissage macroscopique est apporté principalement par la phase austénitique.

Les résultats obtenus par la méthode NanoDef ont été confrontés par ceux obtenus par le logiciel de corrélations d'images VIC 2D/3D qui est établie sur une approche locale. Une bonne concordance des résultats a été observée, l'erreur sur les déformations par la méthode NanoDef est proche de 0,22%. La méthode proposée présente un grand potentiel pour l'analyse des matériaux complexes en termes de microstructure qu'ils soient cristallins ou non. Le code de traitement développé au laboratoire, nous avons la maîtrise des données analytiques et il peut être facilement modifié et adapté à des études spécifiques. Elle souffre cependant de quelques limitations principalement dans l'exploitation des images des niveaux très déformés et dans la surface étudiée. Cette dernière n'est pas souvent représentative du volume élémentaire représentatif à cause du caractère très local de la méthode.

Dans la deuxième partie de cette thèse, les propriétés optiques des NPs sont utilisées pour la mesure des déformations. L'interaction de la lumière avec les NPs de métaux nobles (l'or dans notre étude) se traduit par la résonance des plasmons de surface qui dépendent de la géométrie des NPs et la distance inter-NPs. Lorsque le substrat se déforme, la distance entre les NPs dans le réseau varie. Le but ici est de corrélérer les variations de positions de la résonance plasmonique avec les variations de positions de NPs à la surface du substrat. Les paramètres pertinents du réseau de NPs permettant la mesure des déformations à partir des propriétés optiques ont été étudiés. Pour apporter une preuve expérimentale de ce concept, un banc d'essai a été modifié afin d'accueillir la machine de traction. Il a été montré au cours d'un essai de traction, dans le cas des nanobâtonnets verticaux que les propriétés optiques peuvent être utilisées pour suivre les déformations d'un substrat. Le capteur basé sur cette configuration de réseau de NPs permet de suivre des déformations au-delà de 6% de déformations macroscopique. Il est alors adapté à la mesure de grande de déformation. L'essai étant été réalisé sur une seule configuration de NPs, il reste à explorer les compétences des capteurs fondés sur d'autres configurations et ces termes, les perspectives sont nombreuses.

En termes de perspective, la première chose à effectuer dans l'amélioration de la méthode NanoDef est de rendre l'algorithme d'extraction des centres de NPs plus robuste afin de traiter facilement toutes les images MEB. Les résultats obtenus à l'échelle de la microstructure pour les deux alliages étudiés peuvent être introduit dans les codes de calcul de propriétés de matériaux.

Le dispositif expérimental permettant des essais de traction in situ avec mesures optiques est prêt et les NPs peuvent être déposées par lithographie sur le polytéréphtalate d'éthylène (PET), il ne reste plus qu'à étudier les performances des configurations de réseau de monomères et de dimères pour le capteur optique de déformation nanométrique. D'autres configurations de réseaux de NPs pourront être testées.

Annexe A :**Comparaisons de la méthode NanoDef avec la méthode de décalage de phase spatial et le logiciel VIC 2D/3D**

La méthode d'analyse de déformations que nous avons proposées dans la première partie de cette thèse (chapitre 2 à 4) comprend les différentes étapes: l'acquisition des images MEB d'un réseau de NPs déposé à la surface de l'éprouvette, l'extraction des positions des centres de NPs et le calcul des cartes de déformations. Nous avons appelés cette approche la méthode « NanoDef » et les résultats obtenus ont permis l'analyse du comportement de la microstructure des alliages étudiés vis-à-vis du comportement macroscopique. Les résultats obtenus par cette méthode ont été confronté avec une autre méthode d'analyse de déformations. En effet, les images MEB d'un essai de traction ont été traitées par l'approche proposée et par la méthode dite « de grille » basée sur un algorithme de décalage de phase spatiale. Les résultats par décalage de phase spatiale ont été obtenues par les collègues de l'ENSAM de Châlons-en-Champagne notamment le Dr Raphaël Moulart qui a développé un code permettant de traiter les images obtenues d'un essai mécanique. Avant de présenter les cartes de déformations obtenues par les deux approches, nous allons décrire brièvement la méthode de décalage de phase spatial. Nous avons aussi comparé les résultats obtenues par NanoDef avec ceux obtenus par le traitement avec le logiciel commercial VIC 2D / 3D.

1. La méthode de décalage de phase spatiale

L'analyse de la phase de la grille (porteuse) peut permettre d'obtenir les déplacements de la grille. On suppose que la grille suit fidèlement les déformations du substrat. En fonction de la base analytique utilisée, la détection des déplacements peut être globale ou locale. Les deux principales bases analytiques sont : la théorie du signal analytique qui permet une détection globale et le décalage de phase spatial qui conduit à une détection locale. La détection globale repose sur le traitement du signal de la grille par transformée de Fourier (Takeda, Ina, and Kobayashi 1982; Takeda 1990; Grédiac and Hild 2011). La transformée de Fourier a été présenté au chapitre bibliographique de ce manuscrit. Nous allons nous focaliser sur le décalage de phase spatial (Surrel 1996).

Considérons une grille de fréquence spatiale $\vec{f} = \frac{\vec{n}}{p}$, où \vec{n} est le vecteur unitaire normal aux traits et

p est le pas de la grille. L'intensité lumineuse en un point de la grille s'écrit sous la forme :

$$I(\vec{r}) = A \left\{ 1 + \delta \cdot \text{frgn}(2\pi\vec{f} \cdot \vec{r}) \right\}, \quad (\text{A.1})$$

Avec $\vec{r} = (x, y)$, le point de la grille considéré. Dans sa définition fondamentale (équation A.1), l'intensité en un point de la grille est une fonction d'inconnues infinies puisque le profil du trait décrit par la fonction *frgn* est constitué par une infinité de coefficients de Fourier qui ne sont pas a priori connus. Dans son approximation sinusoïdale, on peut réduire le nombre d'inconnues à trois : l'intensité moyenne A , le contraste δ qui peuvent changer d'un point à un autre et la phase $\varphi(\vec{r})$ qui contient l'information sur le déplacement. Le champ d'intensité $I(\vec{r})$ est alors une équation à trois inconnues :

$$I(\vec{r}) = A \left\{ 1 + \delta \cdot \cos(2\pi \vec{f} \cdot \vec{r} + \varphi(\vec{r})) \right\}, \quad (\text{A.2})$$

Pour avoir deux autres équations qui permettent la résolution du système, on peut considérer les informations aux pixels voisins du pixel où l'on veut évaluer la phase (*approche spatiale*) ou en ce pixel mais dans d'autres cartographies (*approche temporelle*). Une des méthodes les plus efficaces et la plus répandue qui permet de résoudre ce problème est le décalage de phase. Puisque le problème à un nombre infini d'inconnues, il est nécessaire de choisir l'approximation que l'on voudrait aux résultats. Ceci consiste en pratique de choisir l'ordre jusqu'auquel on élimine les harmoniques indésirables c'est-à-dire autres que l'ordre +1 (Surrel 1996).

1.1. Principe de la méthode de décalage de phase spatiale

Considérons M points d'intensité I_k ($k = 0, 1, 2, \dots, M-1$), séparés par un décalage de phase constant ϕ , c'est-à-dire :

$$I_k = I(\varphi + k\phi), \quad (\text{A.3})$$

Les points I_k constituent un échantillon de points à partir duquel on peut déterminer la meilleure sinusoïde permettant de les interpoler, par conséquent l'obtention de la phase φ . La figure A.1 présente un exemple d'interpolation de points en fonction du décalage. Dans le cas du décalage de phase spatial utilisé pour la technique de la grille, les points d'échantillonnage sont simplement des pixels contigus du capteur de la camera. Le lien entre l'ensemble des intensités $\{I_k\}$ et la phase φ est établi dans plusieurs ouvrages (Surrel 1996). Les algorithmes de détection de phase ont la forme générale :

$$[\varphi] = \tan^{-1}_{2\pi} \left[\frac{\sum_{k=0}^{M-1} b_k I_k}{\sum_{k=0}^{M-1} a_k I_k} \right], \quad (\text{A.4})$$

où $[\varphi]$ est la phase mesurée dans l'intervalle $[-\pi, \pi]$. Le déplacement peut être assimilé à une phase qui vient se superposer au signal périodique. De façon concrète, le déphasage en un point entre une cartographie considérée comme référence et une autre considérée comme déformée est directement lié au déplacement :

$$u(\vec{r}) = -\frac{p}{2\pi} \Delta\varphi(\vec{r}), \quad (\text{A.5})$$

L'équation A.4 peut être interprétée comme le calcul de l'argument de la combinaison linéaire complexe des intensités I_k :

$$S(\varphi) = \sum_{k=0}^{M-1} c_k I_k, \quad (\text{A.6})$$

où $c_k = a_k + jb_k$.

On a évoqué précédemment que la précision des calculs dépend de la façon dont sont tronquées les harmoniques indésirables c'est-à-dire le calcul des coefficients a_k et b_k . Deux principaux algorithmes permettent d'effectuer ce calcul.

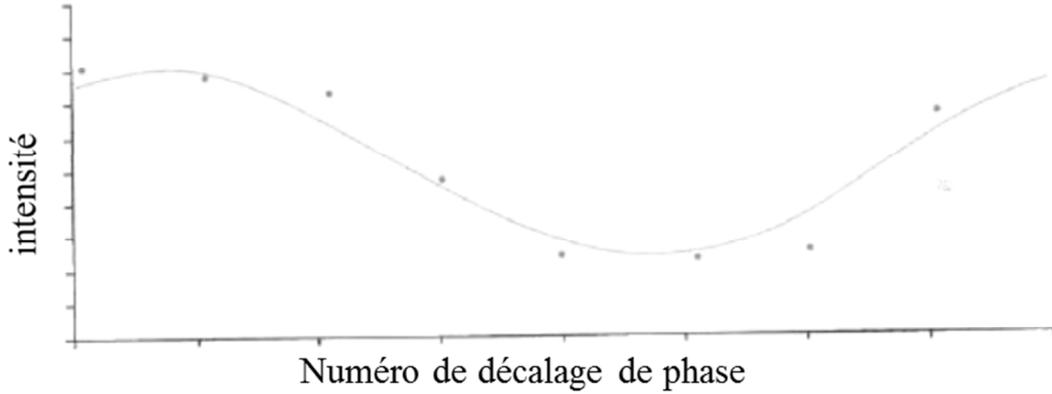


Figure A.1 : interpolation des points I_k en fonction du décalage δ par une sinusoïde tiré de la référence (Grédiac and Hild 2011).

1.2. Algorithme TFD

L'algorithme TFD (pour Transformée de Fourier Direct) ou algorithme N-pas permet d'éliminer les harmoniques jusqu'à un ordre i donné. Pour cela, le déphasage doit être tel que $\delta = 2\pi / N$ avec $N = j + 2$, N étant le nombre de pixel par période et j un entier naturel. Les coefficients prennent alors la forme :

$$c_k = \exp(-i2k\pi / N), \text{ (A.7)}$$

$$a_k = \cos(2k\pi / N), \text{ (A.8)}$$

$$b_k = -\sin(2k\pi / N), \text{ (A.9)}$$

Et l'algorithme final est alors :

$$[\varphi] = -\tan^{-1}_{2\pi} \left[\frac{\sum_{k=0}^{N-1} I_k \sin(2k\pi / N)}{\sum_{k=0}^{N-1} I_k \cos(2k\pi / N)} \right], \text{ (A.10)}$$

Cet algorithme calcule le deuxième coefficient de la transformée de Fourier discrète des données de l'ensemble des $\{I_k\}$. Le nombre total d'échantillons requis par cet algorithme pour un décalage de $2\pi / N$ est $M = N$.

Il est important de noter que cet algorithme ne fonctionne convenablement que lorsque les points d'échantillonnages sont espacés d'exactement de $2\pi / N$ ce qui ne correspond généralement pas à la réalité expérimentale. Expérimentalement, plusieurs facteurs limitent le respect de cette condition dans le cadre de la technique de la grille, nous pouvons mentionner entre autres :

- ❖ qu'il est difficile de régler le grandissement transversal de l'objectif de façon à ce que N pixels échantillonnent exactement une période de la grille.
- ❖ que les distorsions de l'objectif entraînent une inhomogénéité du grandissement dans le champ.
- ❖ que la déformation mécanique de la surface engendre une variation locale des fréquences spatiales, ce qui empêche un échantillonnage parfait entre deux niveaux (l'un comme référence et l'autre déformé). Le deuxième algorithme tente de corriger les faiblesses du TFD vis-à-vis du décalage de phase.

1.3. Algorithme TFD-fenêtré

Un algorithme TFD-fenêtré avec fenêtrage triangulaire présente l'avantage d'être insensible aux harmoniques dues à la forme de la grille et insensible au déphasage induit par les défauts de calibration expérimentaux (Surrel 1996; Kemao 2007). L'expression de la phase devient :

$$\varphi = -\tan_{2\pi}^{-1} \left[-\frac{\sum_{k=0}^{N-1} k(I_{k-1} - I_{2N-k-1}) \sin(2k\pi / N)}{NI_{N-1} + \sum_{k=0}^{N-1} k(I_{k-1} - I_{2N-k-1}) \cos(2k\pi / N)} \right], \quad (\text{A.11})$$

Cet algorithme correspond au calcul du troisième coefficient de la transformée de Fourier discrète des données de l'ensemble des $\{I_k\}$. Le nombre total d'échantillons requis par cet algorithme pour un décalage de $2\pi / N$ est $M = 2N - 1$. N étant le nombre de pixels par période.

La procédure présentée ci-dessus s'applique bien à un réseau (ou grille) unidimensionnel ou bidimensionnel de lignes. Elle a été utilisée pour traiter les images MEB obtenues au cours d'un essai de traction in situ d'un alliage inoxydable austénitique. Un réseau de NPs a été déposé à la surface de l'éprouvette et les NPs rendent compte qualitativement des déformations de la microstructure. Elles jouent le rôle de nanojauges de déplacement. Elles permettent aussi d'obtenir un bon contraste à la surface du réseau due à la différence de gris entre l'or et l'alliage inoxydable austénitique.

Il faut noter que le lissage utilisé dans les deux méthodes dont nous allons présenter les cartes n'est pas le même. Dans la méthode de suivi de NPs, une gaussienne avec des coefficients de pondération est utilisée. Tandis que dans la méthode de décalage de phase spatiale, la méthode des moindres carrés pénalisés est employée (Moulart and Rotinat 2014).

2. Comparaison entre la méthode NanoDef et la méthode de décalage de phase spatiale

Le tableau A.1 présente les statistiques des déformations ε_{xx} obtenues à partir de la méthode NanoDef.

Au niveau 1, la moyenne de déformations est de 0,02%, on peut ainsi dire que les déformations sont proches de 0. Cependant la valeur de l'écart type est élevée comparé à cette moyenne de déformations, elle peut être reliée à l'erreur commise sur la mesure de déformation. Cette valeur de l'écart type est quasi la même entre les niveaux 1 et 4 et égale à 0,25% de déformation, ainsi

l'erreur $\Delta\varepsilon = 0,25\%$. Elle est due au bruit de l'imagerie et à l'erreur sur l'extraction du centre de la NP.

NanoDef								
Niveau	1	2	3	4	5	6	7	13
Min	-2,40	-2,04	-2,87	-6,25	-8,15	-2,89	-3,51	-0,53
Max	3,21	2,43	2,44	2,19	2,06	2,74	6,34	20,001
Moyenne	0,03	0,15	0,19	0,23	0,21	0,71	1,69	7,53
Ecart type	0,31	0,29	0,29	0,29	0,32	0,39	0,81	3,06

Tableau A.1 : statistique des déformations par la méthode NanoDef

Décalage de phase spatiale								
Niveau	1	2	3	4	5	6	7	13
Min	-1,85	-1,96	-1,52	-1,55	-2,26	-2,03	-1,31	-0,81
Max	3,02	3,06	2,001	2,24	1,97	3,31	6,69	20,35
Moyenne	0,02	0,15	0,18	0,22	0,21	0,69	1,68	7,47
Ecart type	0,26	0,24	0,24	0,25	0,26	0,38	0,83	3,15

Tableau A.2 : statistique des déformations par la méthode de décalage de phase spatial

Au niveau 2, la moyenne de déformations proche de 0,15%, on ne peut plus assimiler les déformations à 0, le matériau commence effectivement à se déformer. Il est cependant difficile de visualiser ces faibles déformations qui sont noyées dans le bruit de la mesure qui est important au vue de l'écart type qui est supérieur à la moyenne de déformation.

Les valeurs moyennes de déformations augmentent progressivement entre les niveaux 1 et 4, sur les cartes de déformations dont l'échelle de couleurs est restreinte entre -1 et 1, les déformations sont quasi homogènes et noyées dans le bruit.

A partir du niveau 5, on observe un début de concentration de déformations sur la cartographie ε_{xx} . La valeur moyenne des déformations y est de 0,21% qui est très proche de l'écart type.

A partir du niveau 7, les valeurs moyennes de déformations sont nettement supérieures à l'erreur, on observe nettement les concentrations de déformations et les marques de glissements. La valeur de l'écart type augmente également, elle traduit les hétérogénéités de déformations à la surface de l'éprouvette.

On note des écarts entre les deux méthodes aux faibles déformations principalement les fréquences de déformations obtenues. Avec la méthode NanoDef, les déformations entre [-2 -1] et [1 3] ont des fréquences inférieures à 1% et les valeurs autour de 0% ont des fréquences supérieures à 20%. Tandis qu'avec la méthode de décalage de phase, les fréquences de déformations sont inférieures à 15% autour de 0% de déformations et décroissent progressivement. Ces écarts entre les méthodes sont dus aux algorithmes de lissages utilisés dans chacune des méthodes, elles influencent les valeurs de déformations obtenues. Les écarts diminuent avec l'augmentation des valeurs de déformations.

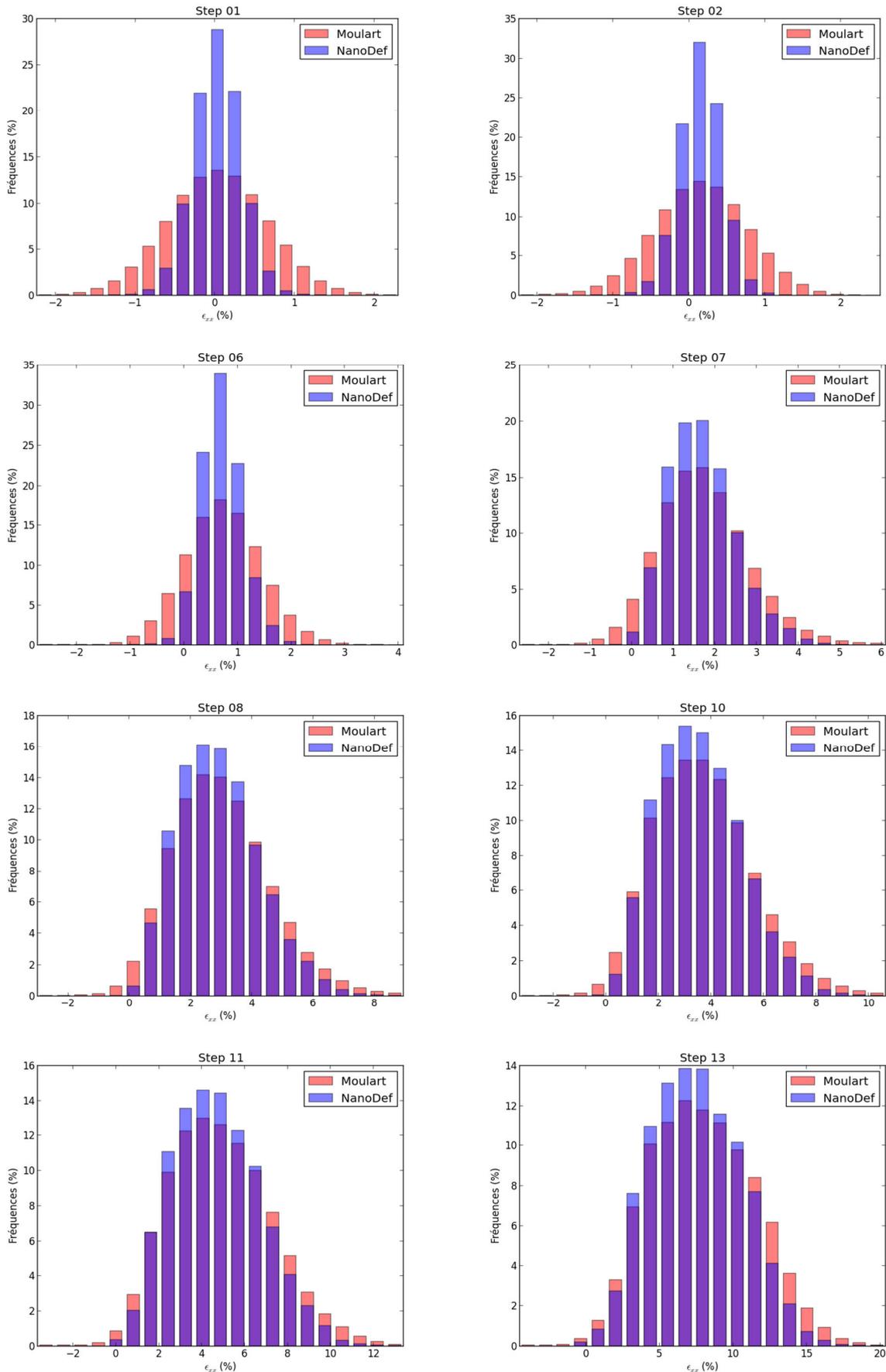


Tableau A.3 : comparaisons des déformations obtenues par NanoDef et le décalage de phase spatiale.

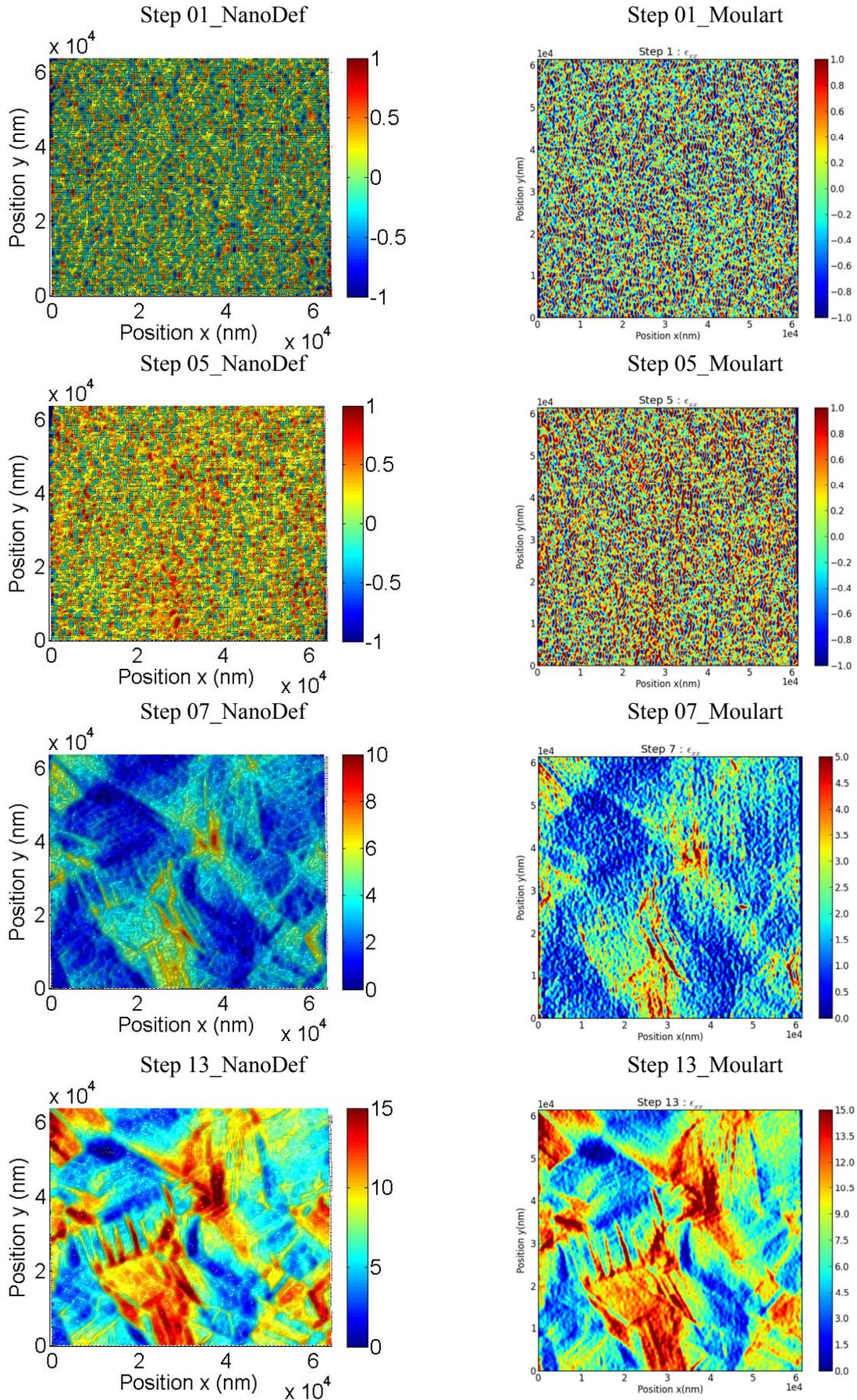


Figure A.3 : cartes de déformations obtenues par NanoDef et le décalage de phase spatiale.

3. Comparaison entre la méthode NanoDef et la méthode de décalage de phase spatiale

Le logiciel de traitement de corrélation d'images VIC 2D/3D est basé sur une approche locale de calcul de déformations. Son principe est détaillé dans l'ouvrage (Sutton, Orteu, and Schreier 2009).

Décalage de phase spatiale								
Niveau	1	2	3	4	5	6	7	13
Min	-1,85	-1,96	-1,52	-1,55	-2,26	-2,03	-1,31	-0,81
Max	3,02	3,06	2,001	2,24	1,97	3,31	6,69	20,35
Moyenne	0,02	0,15	0,18	0,22	0,21	0,69	1,68	7,47
Ecart type	0,26	0,24	0,24	0,25	0,26	0,38	0,83	3,15

Tableau A.4 : statistique des déformations par le logiciel de corrélation d'images VIC

Les histogrammes montrent une bonne corrélation des résultats entre les deux méthodes, les faibles écarts observés aux faibles niveaux de chargement seraient due aux lissages employés dans chacune des méthodes. Les écarts sont nuls lorsque les chargements deviennent importants, la concordance entre les résultats obtenus par NanoDef et le logiciel VIC est plus nette qu'avec les résultats obtenues par la méthode de décalage de phase spatiale.

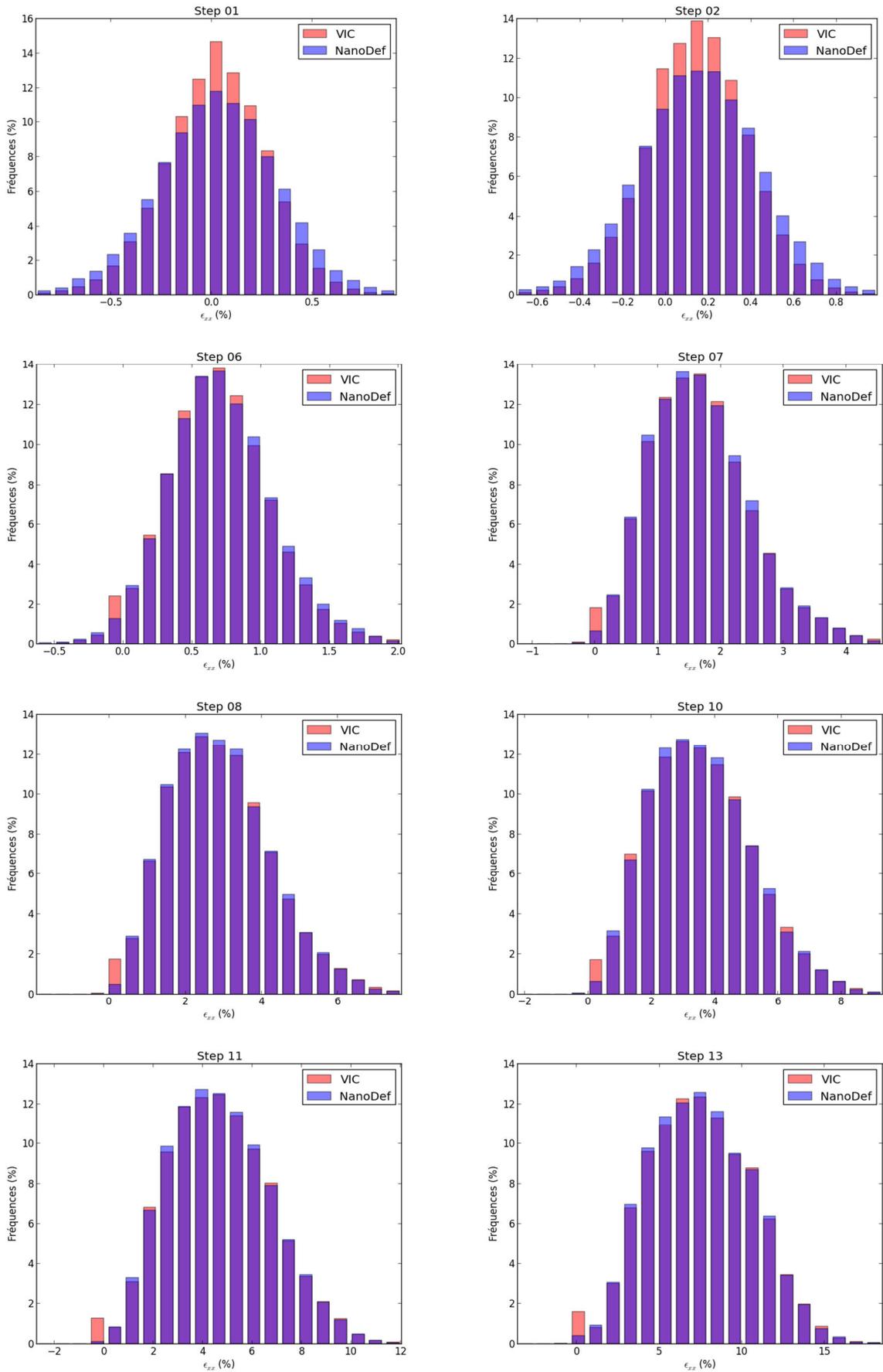


Tableau A.5 : comparaisons des déformations obtenues par NanoDef et le logiciel VIC.

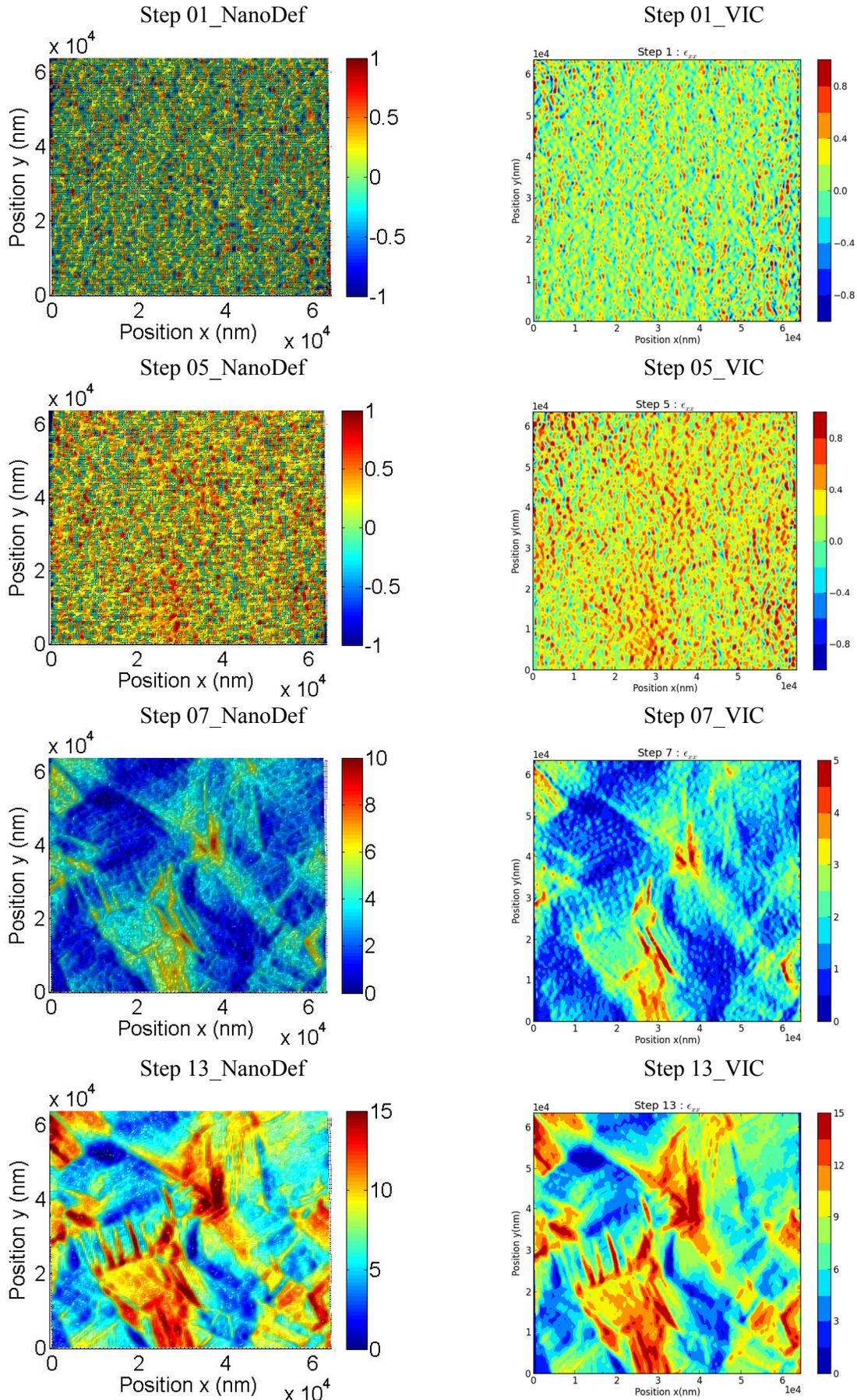


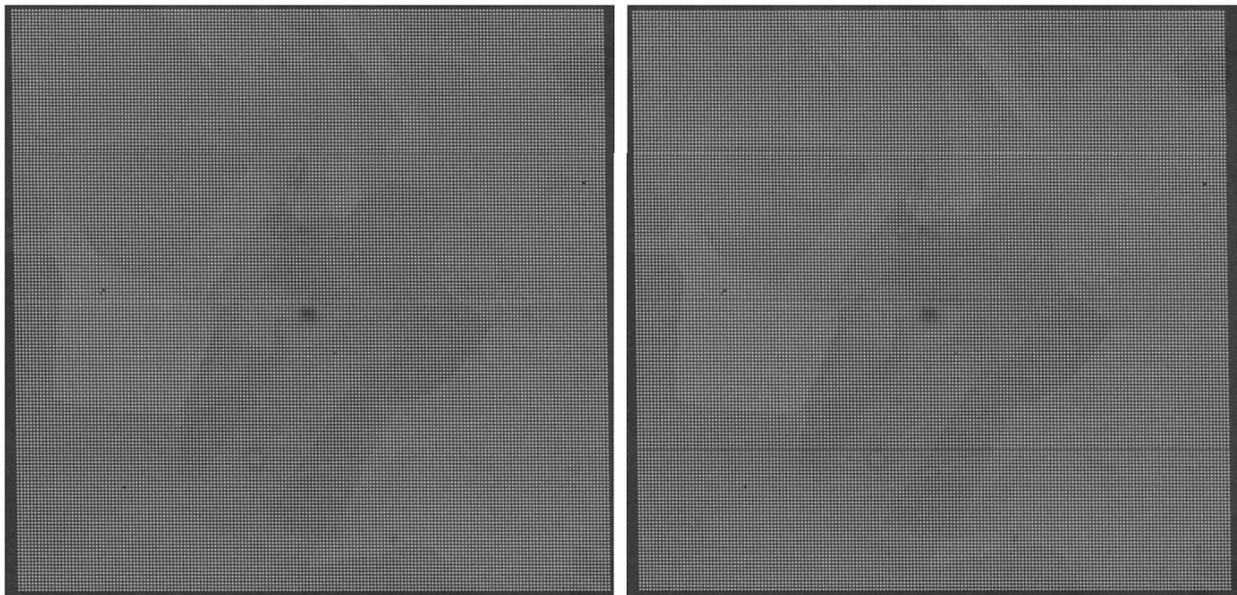
Figure A.4 : cartes de déformations obtenues par NanoDef et le logiciel VIC.

References :

- Grédiac, Michel, and François Hild. 2011. *Mesures de Champs et Identification En Mécanique Des Solides. Mesures de Champs et Identification En Mécanique Des Solides*. Lavoisier.
- Kemao, Qian. 2007. “Two-Dimensional Windowed Fourier Transform for Fringe Pattern Analysis: Principles, Applications and Implementations.” *Optics and Lasers in Engineering* 45 (2): 304–17. doi:10.1016/j.optlaseng.2005.10.012.
- Moulart, Raphaël, and René Rotinat. 2014. “On the Use of a Penalized Least Squares Method to Process Kinematic Full-Field Measurements.” *Measurement Science and Technology* 25 (7): 075001. doi:10.1088/0957-0233/25/7/075001.
- Surrel, Yves. 1996. “Measurements By the Use of Phase Stepping.” *Applied Optics* 35 (1): 51–60.
- Sutton, M A, J J Orteu, and H W Schreier. 2009. “Image Correlation for Shape, Motion and Deformation Measurements- Basic Concepts, Theory and Applications.” *Image Rochester NY*, 341. doi:10.1007/978-0-387-78747-3.
- Takeda, Mitsuo. 1990. “Spatial-Carrier Fringe-Pattern Analysis and Its Applications to Precision Interferometry and Profilometry: An Overview.” *Industrial Metrology* 1 (2): 79–99. doi:10.1016/0921-5956(90)80019-R.
- Takeda, Mitsuo, Hideki Ina, and Seiji Kobayashi. 1982. “Fourier-Transform Method of Fringe-Pattern Analysis for Computer-Based Topography and Interferometry.” *Journal of the Optical Society of America* 72 (1): 156. doi:10.1364/JOSA.72.000156.

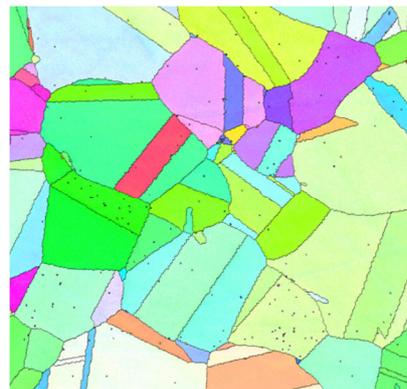
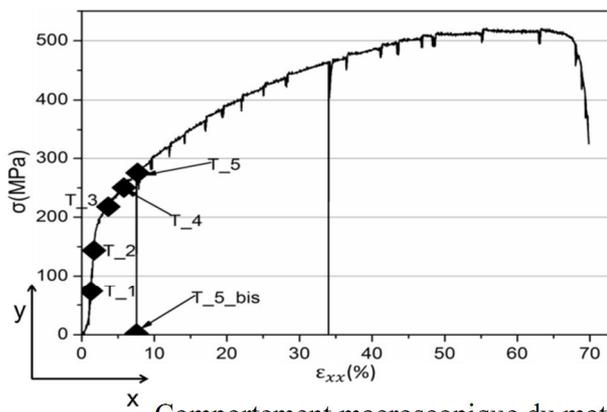
Annexe B : Images MEB et cartes de déformations de l'essai de traction de l'acier inoxydable austénitique 316L

Dans cette partie, nous présentons les images MEB et les cartes de déformations de l'essai de traction in situ d'un acier inoxydable austénitique 316L couplé à la technique EBSD. Les cartes de déformations sont celles dans la direction de traction. Les Figures B.1 et B.2 représentent les images MEB et les cartes de déformations progressives au cours de l'essai de traction respectivement.

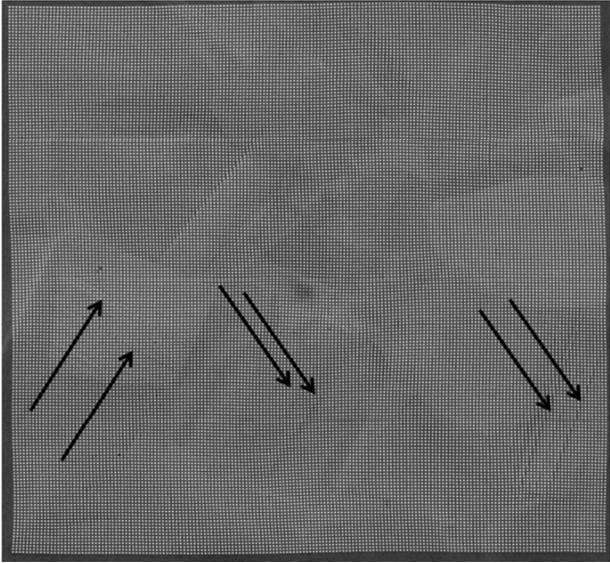


T_1

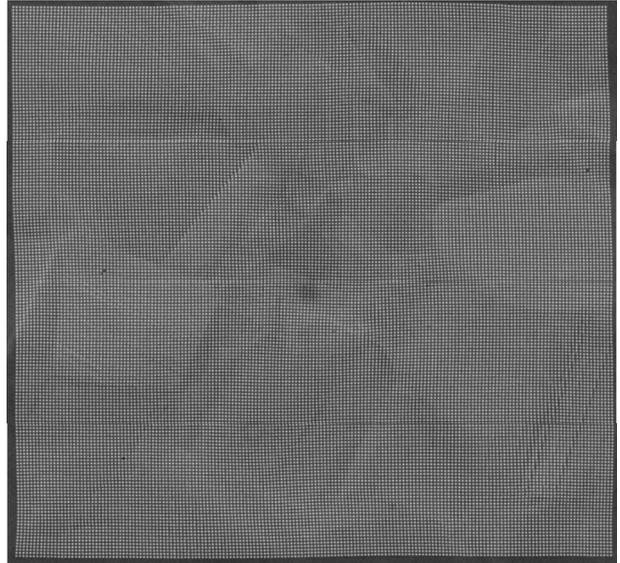
T_2



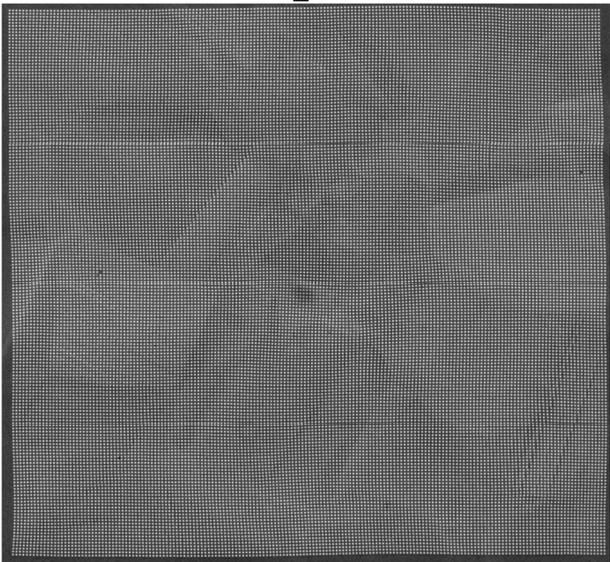
Comportement macroscopique du matériau



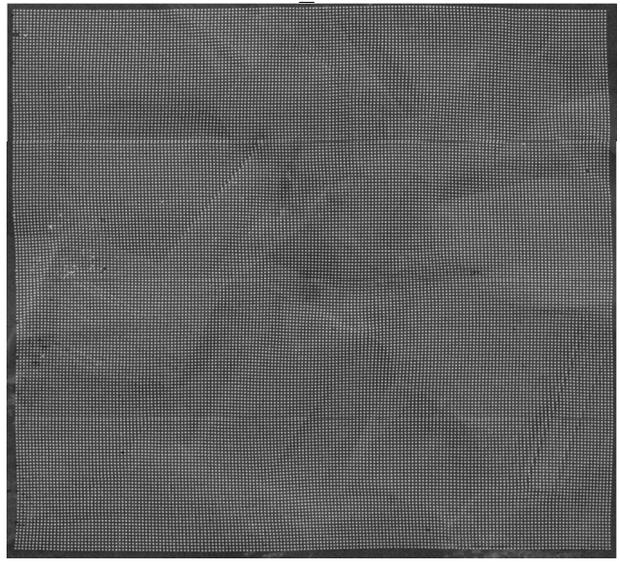
T_3



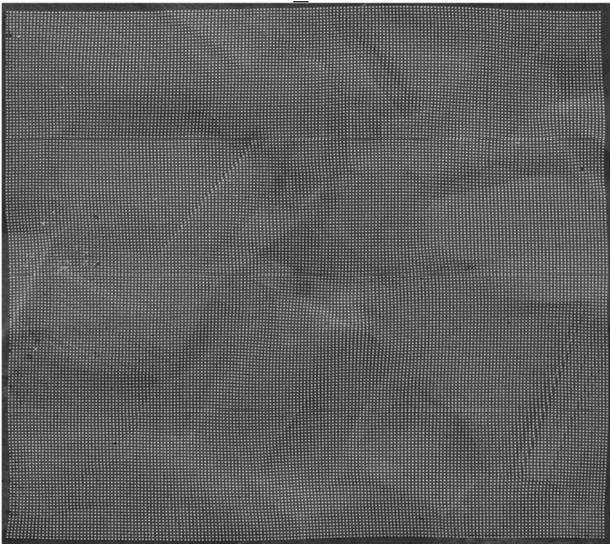
T_4



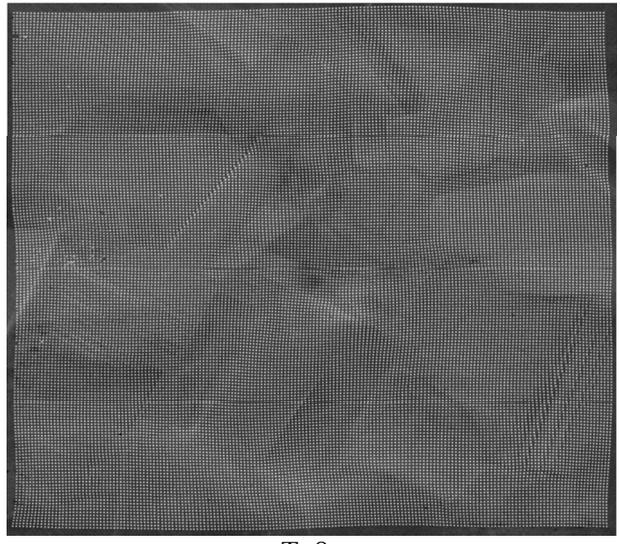
T_5



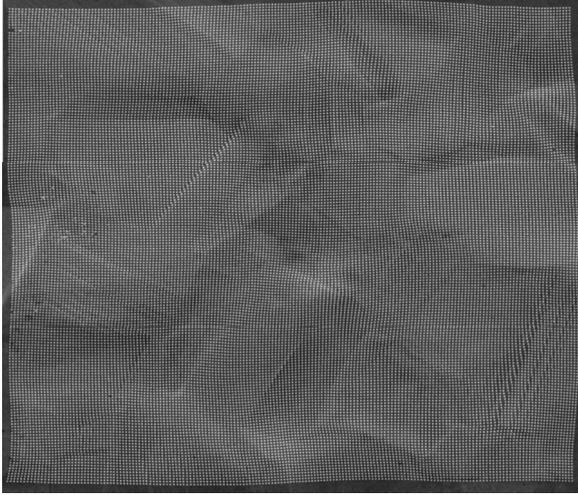
T_6



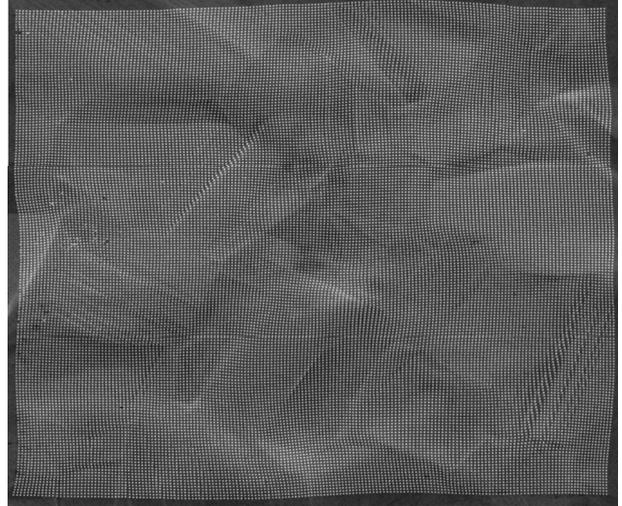
T_7



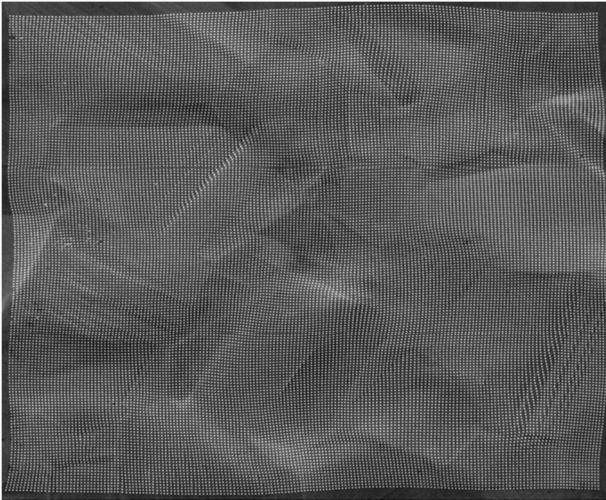
T_8



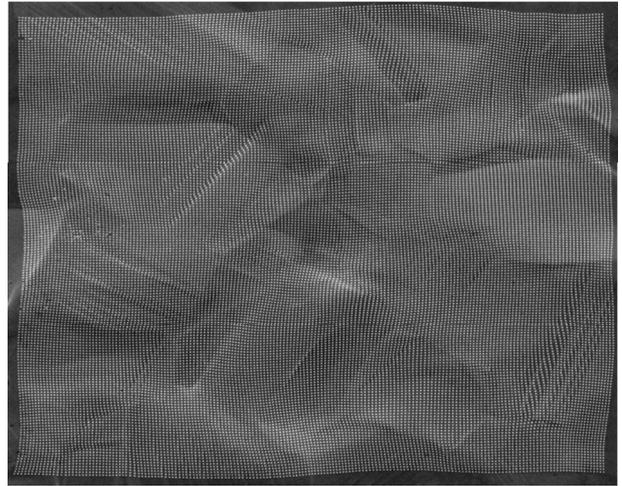
T_9



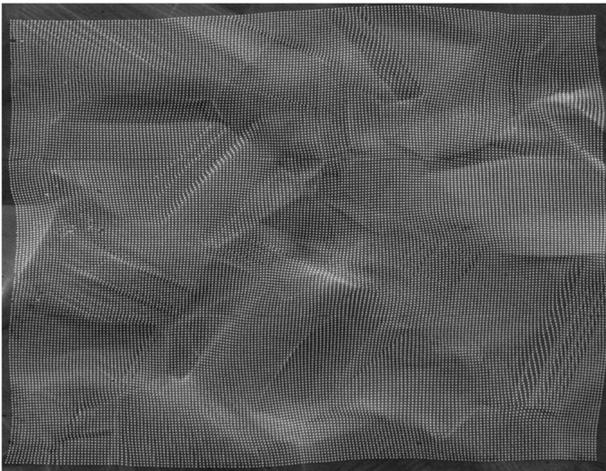
T_10



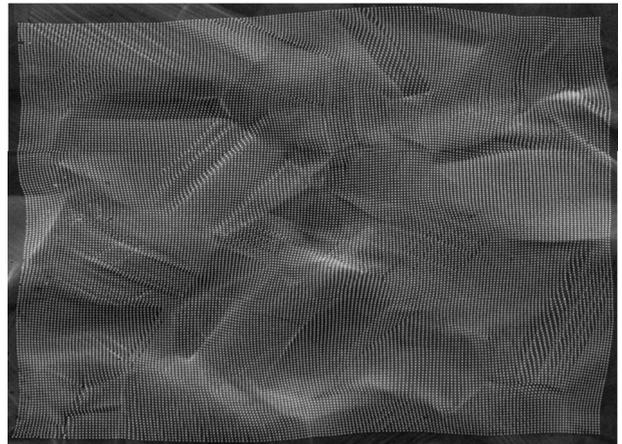
T_11



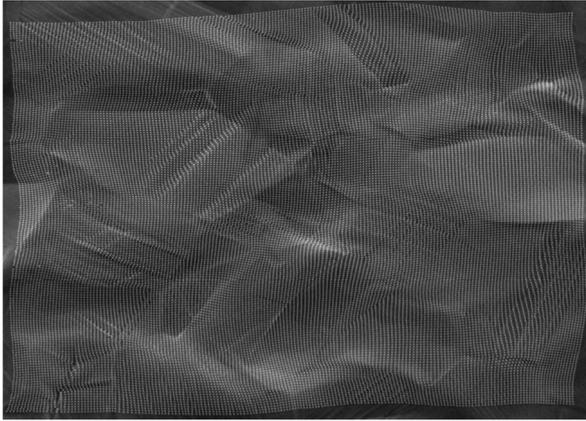
T_12



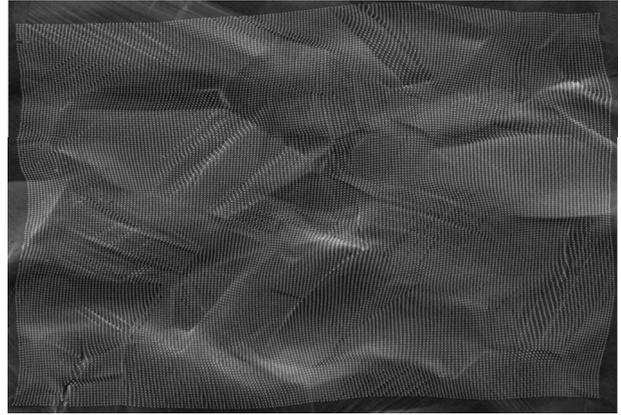
T_13



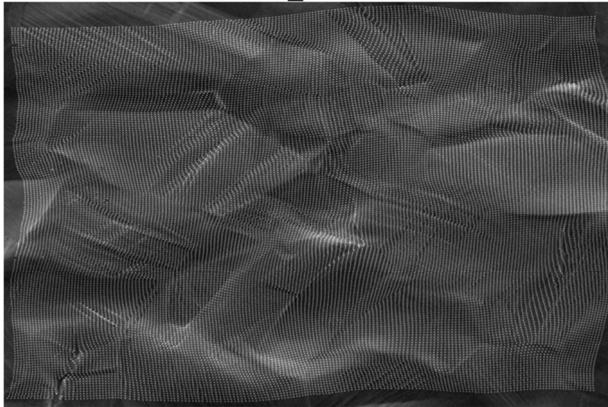
T_14



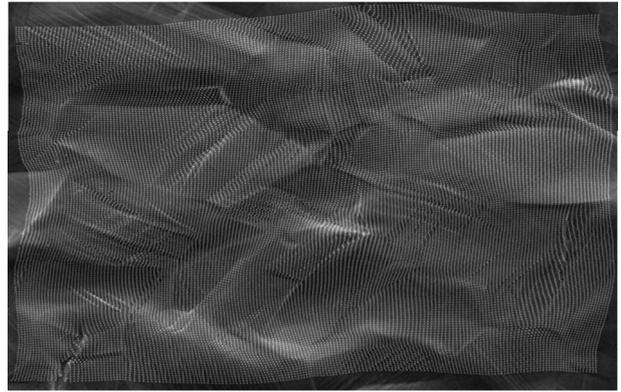
T_15



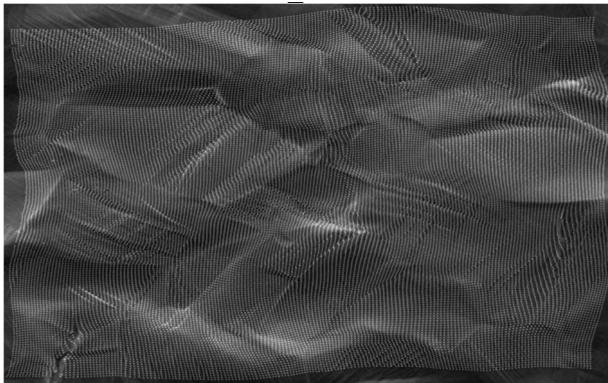
T_16



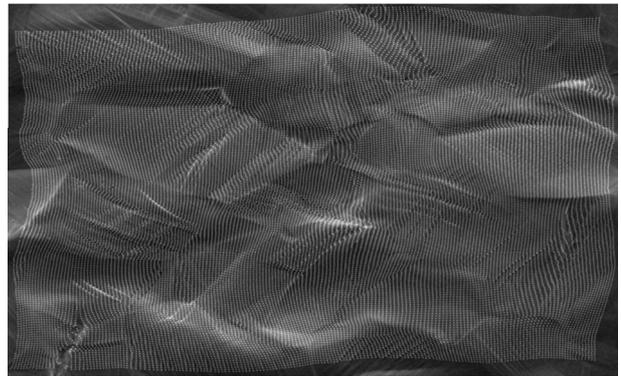
T_17



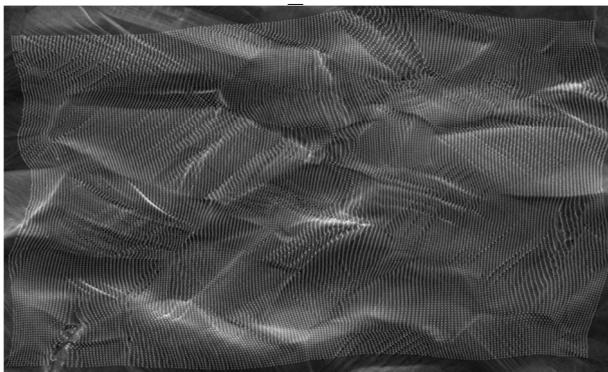
T_18



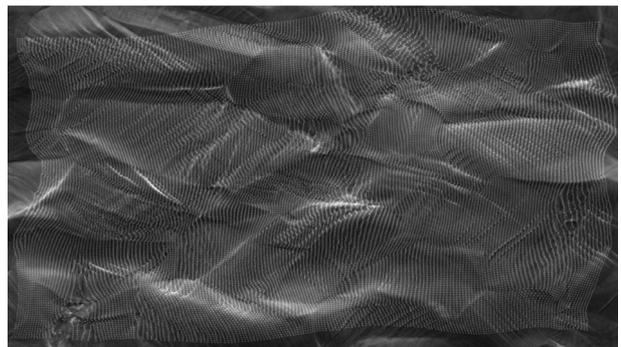
T_19



T_20



T_21



T_22

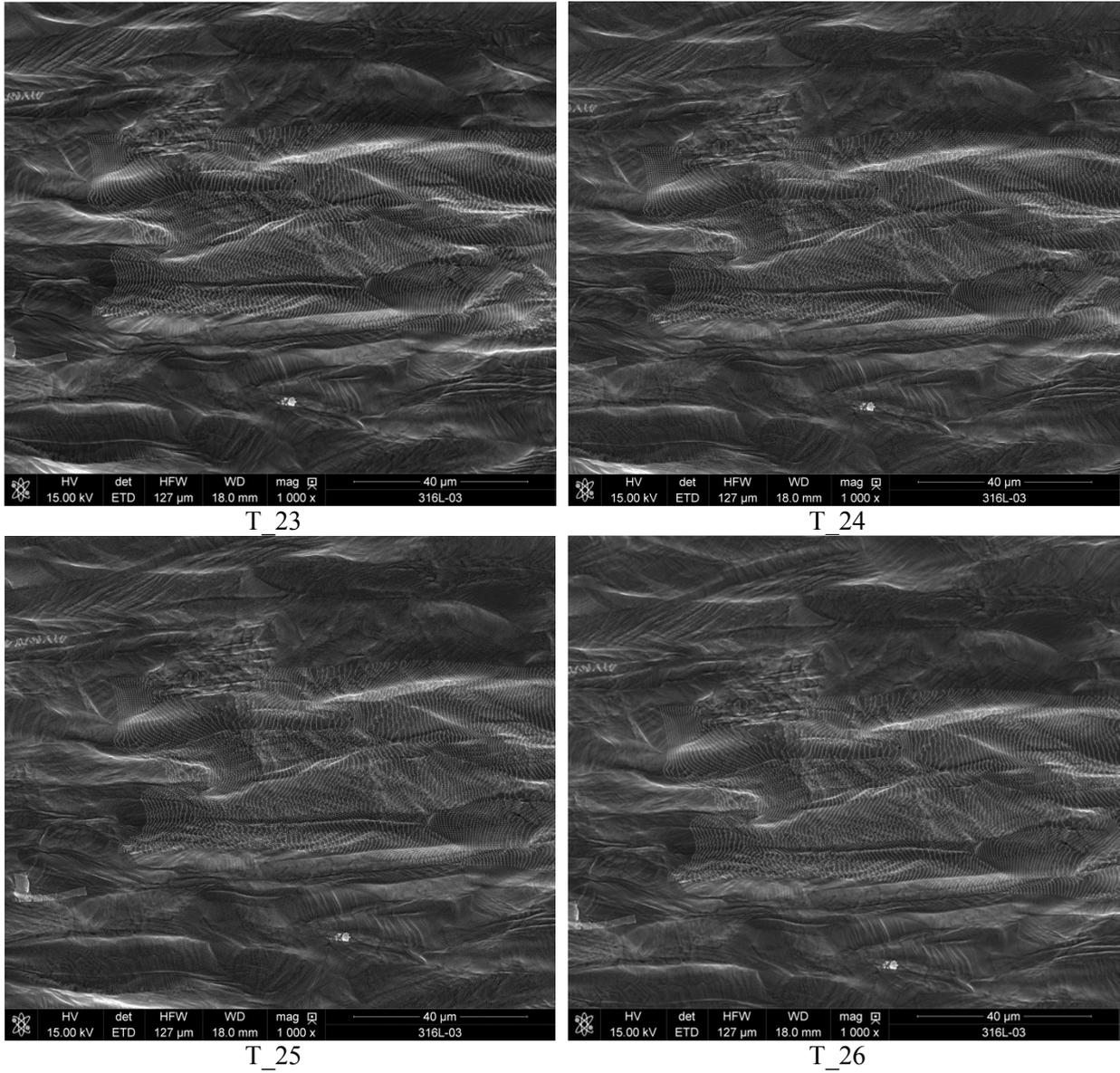
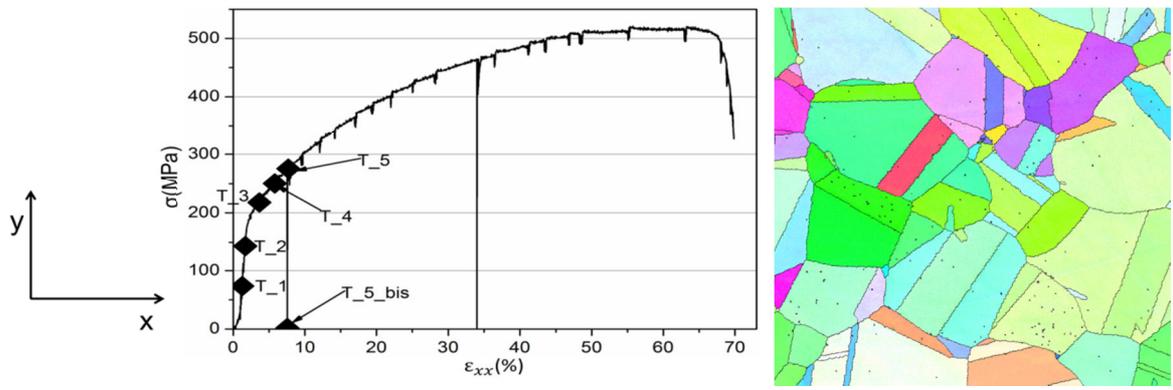
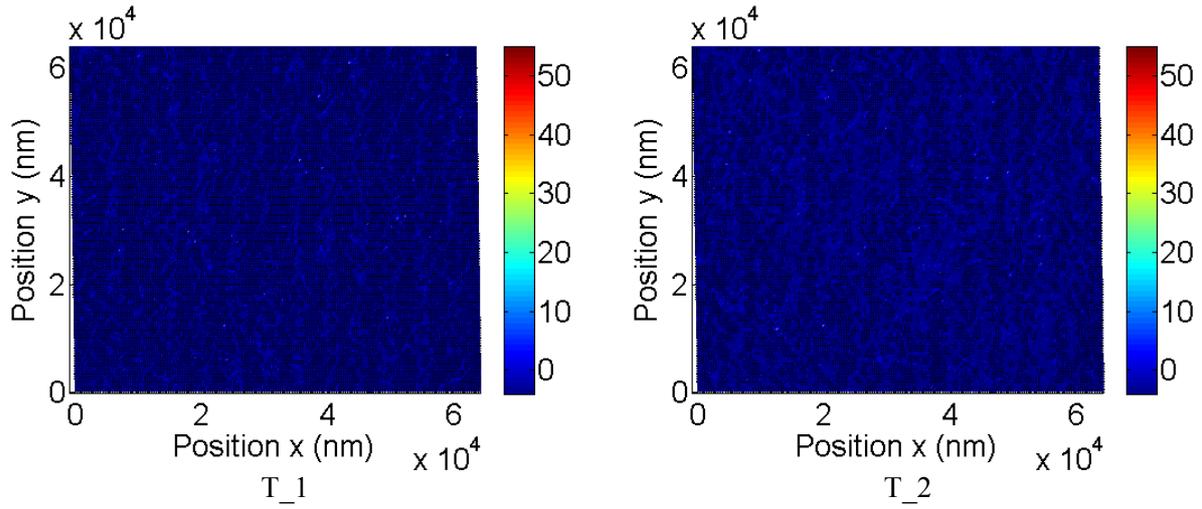
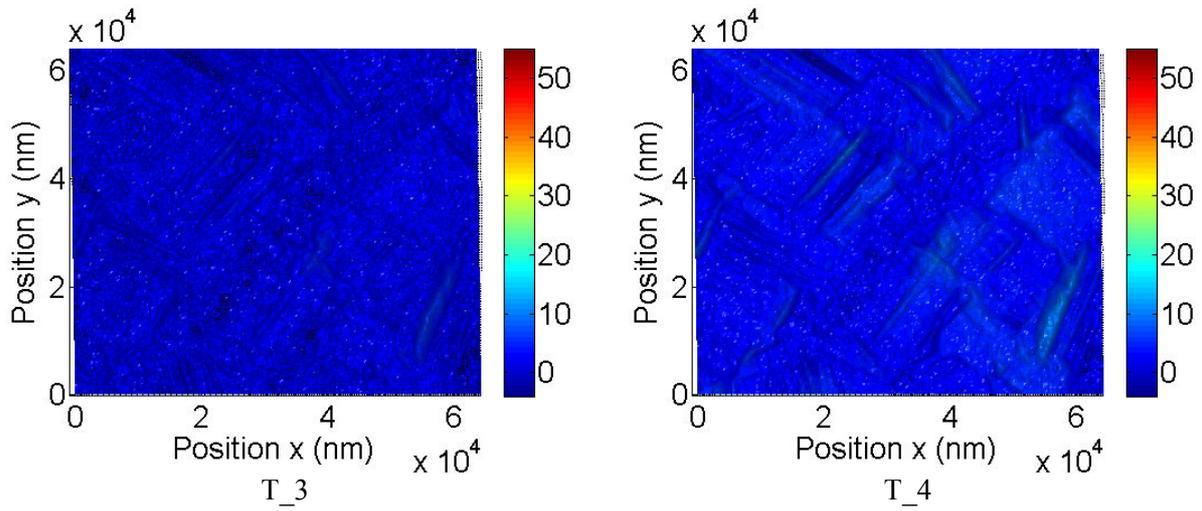
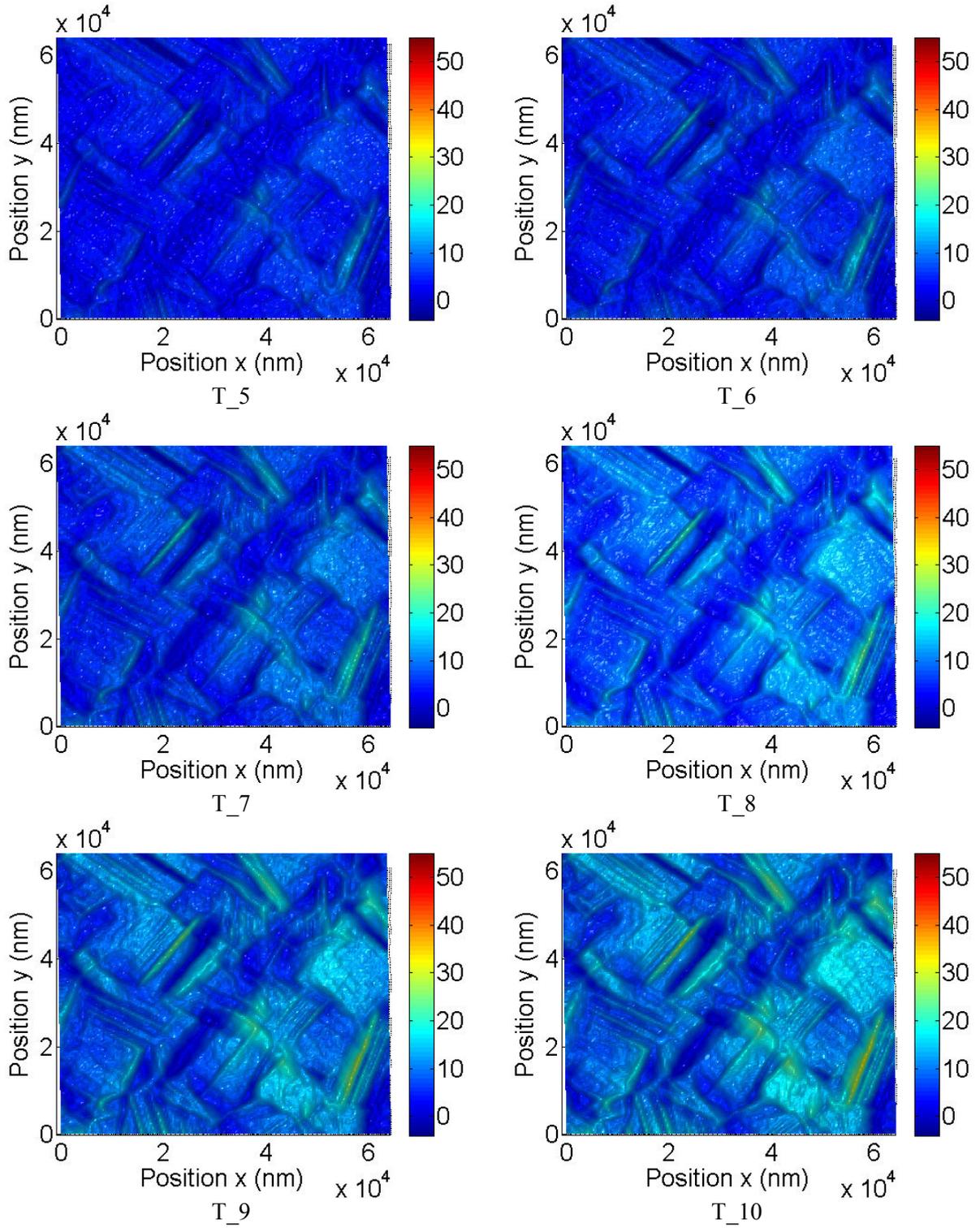


Figure B.1 : images MEB obtenues au cours de l'essai in situ de traction de l'acier inoxydable austénitique 316L.



Comportement macroscopique de l'éprouvette





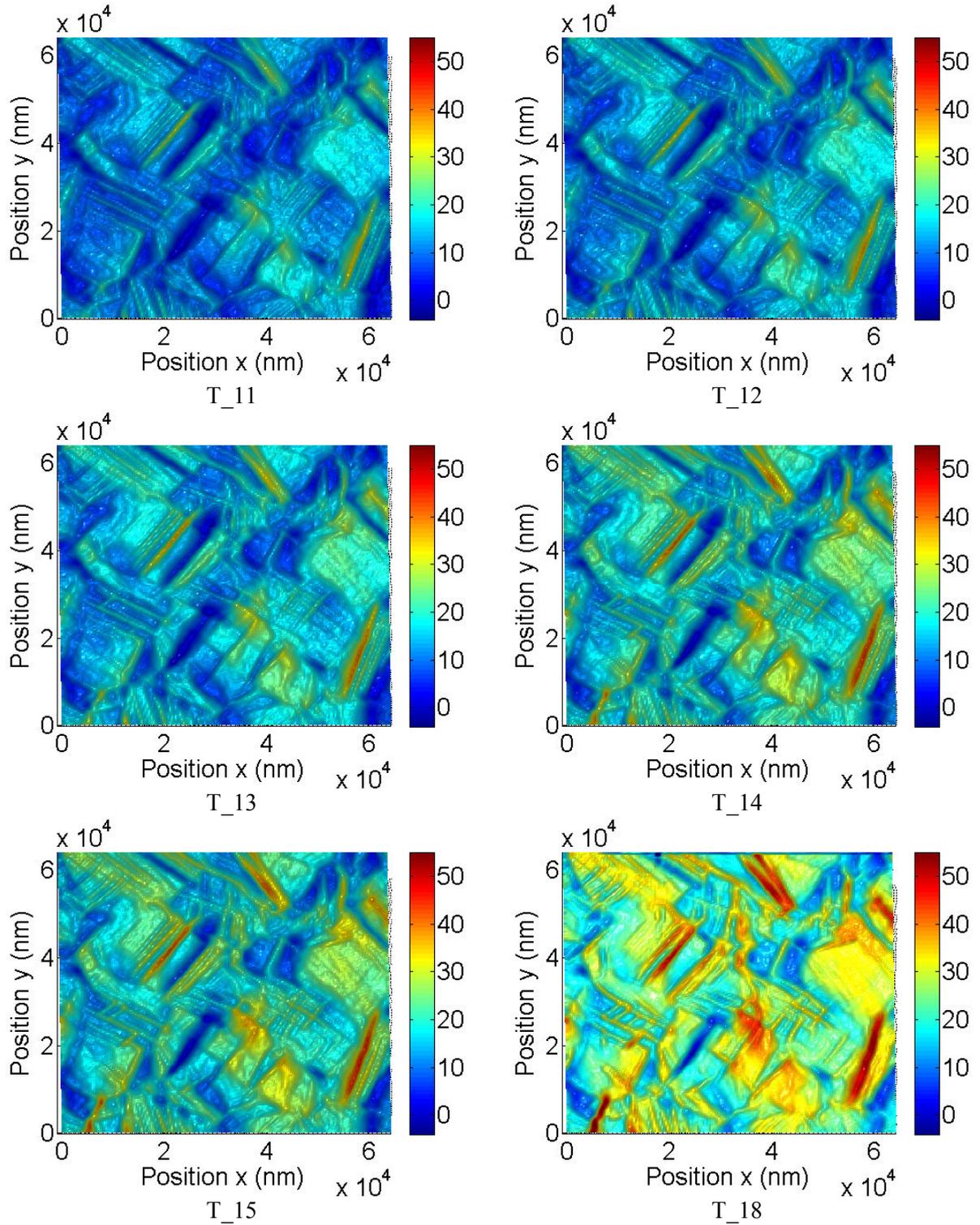
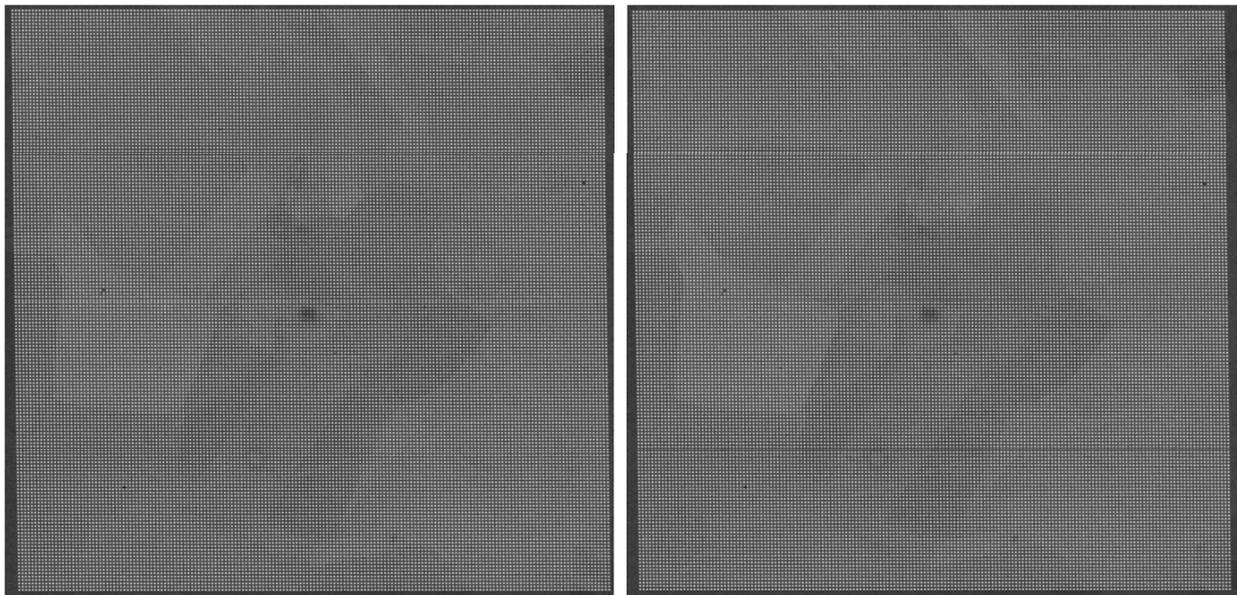


Figure B.2 : cartes de déformations obtenues à partir des images MEB d'un essai de traction in situ de l'acier inoxydable austénitique 316L.

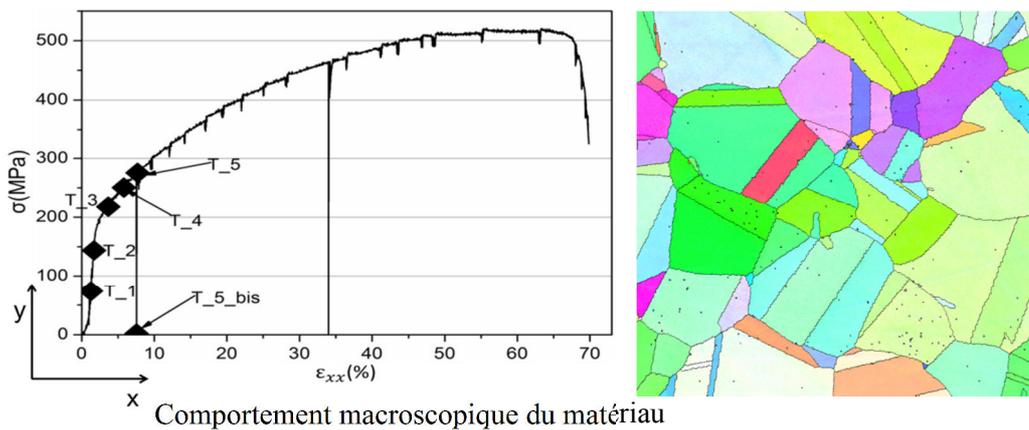
Annexe B : Images MEB et cartes de déformations de l'essai de traction de l'acier inoxydable austénitique 316L

Dans cette partie, nous présentons les images MEB et les cartes de déformations de l'essai de traction in situ d'un acier inoxydable austénitique 316L couplé à la technique EBSD. Les cartes de déformations sont celles dans la direction de traction. Les Figures B.1 et B.2 représentent les images MEB et les cartes de déformations progressives au cours de l'essai de traction respectivement.

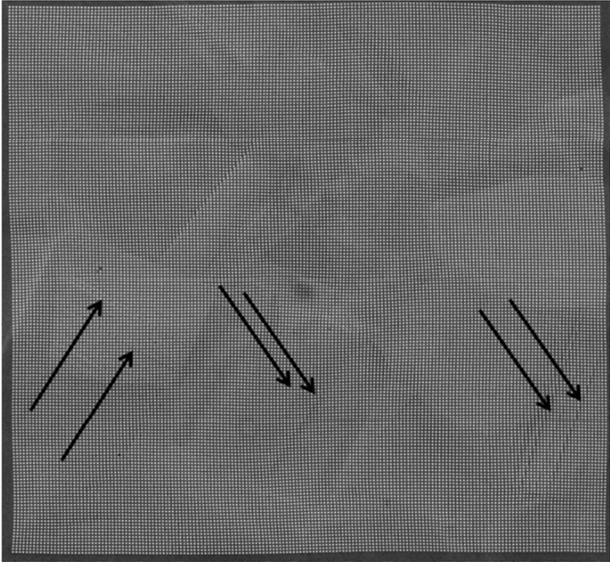


T_1

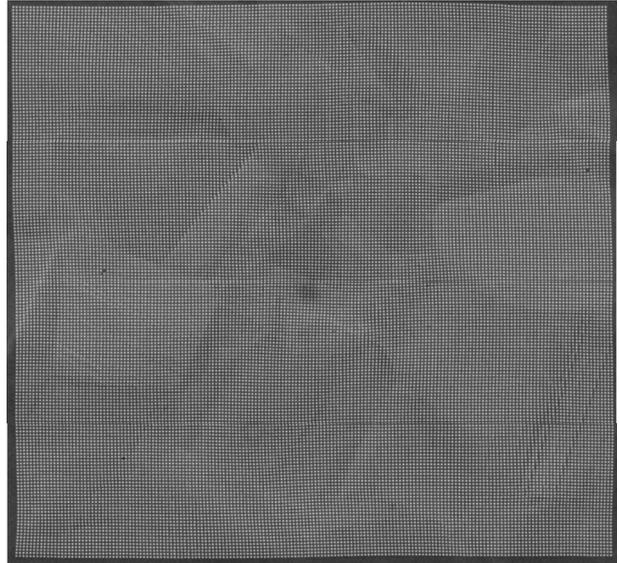
T_2



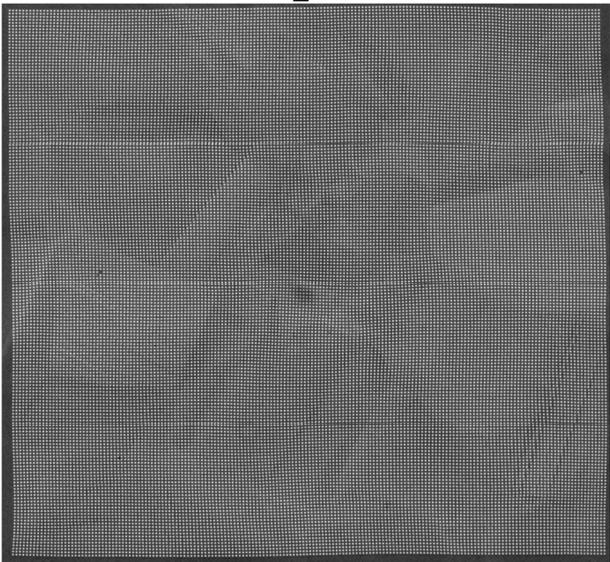
Comportement macroscopique du matériau



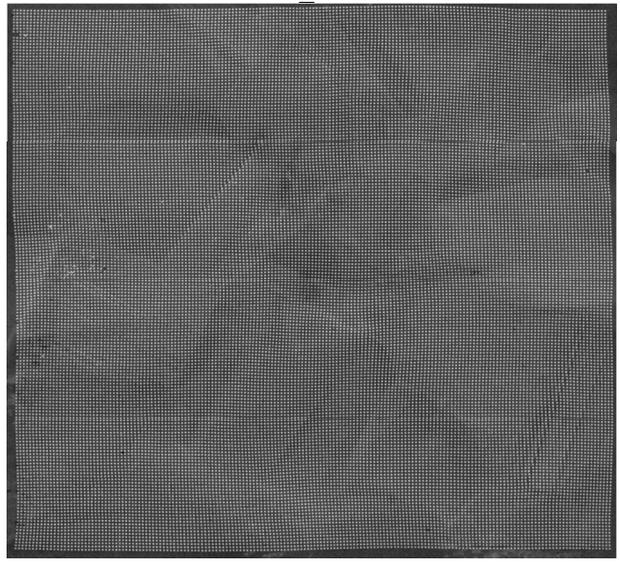
T_3



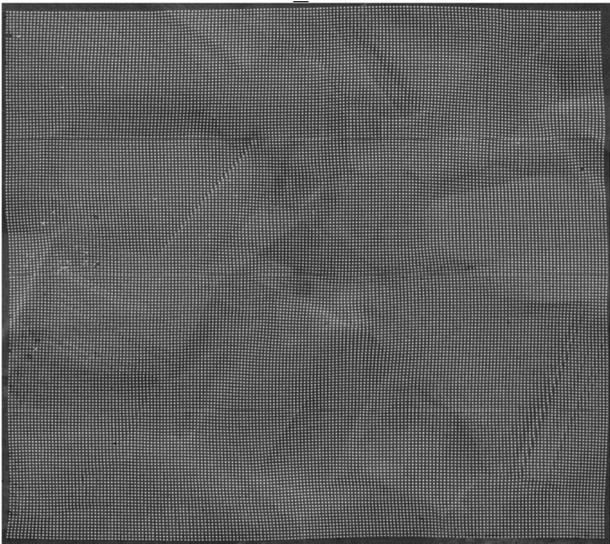
T_4



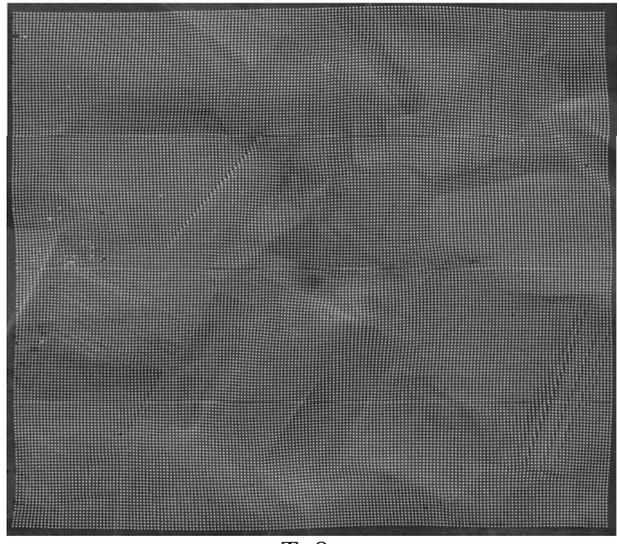
T_5



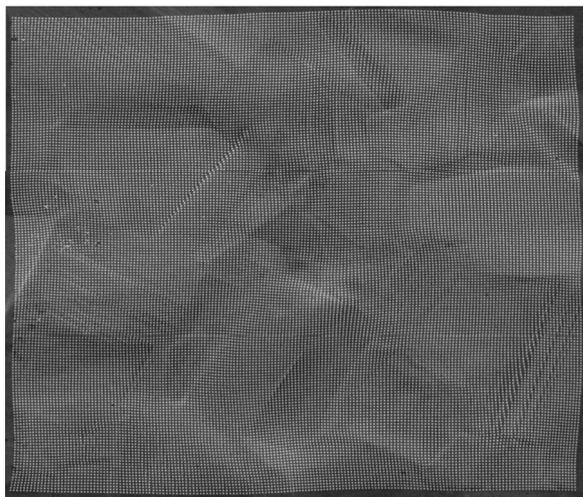
T_6



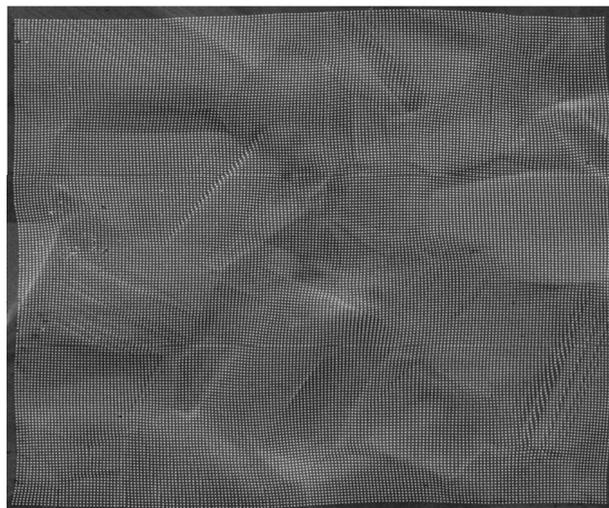
T_7



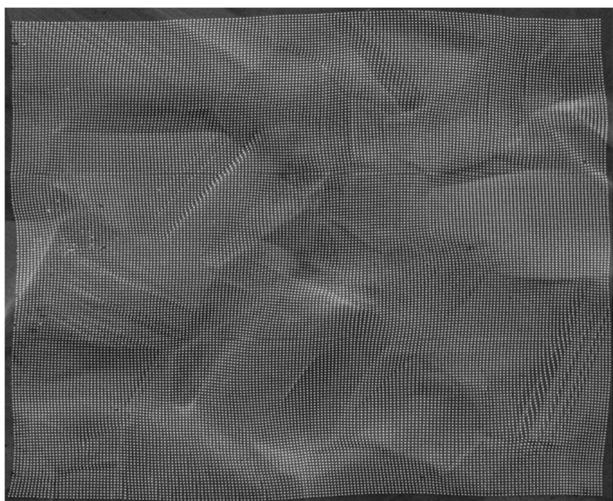
T_8



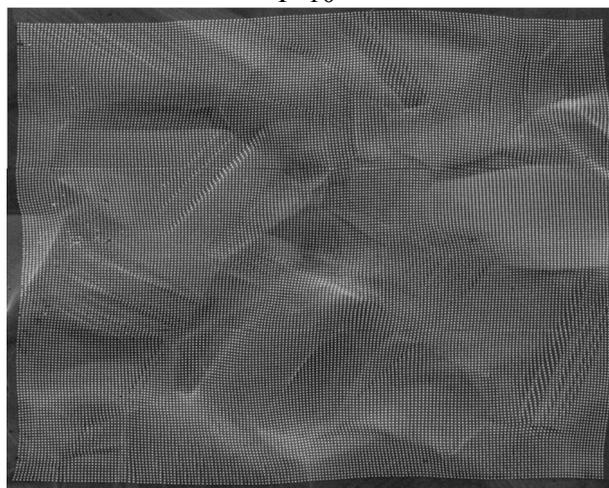
T_9



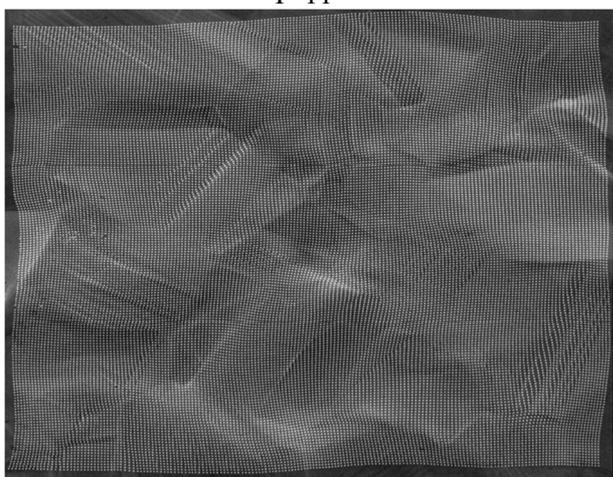
T_10



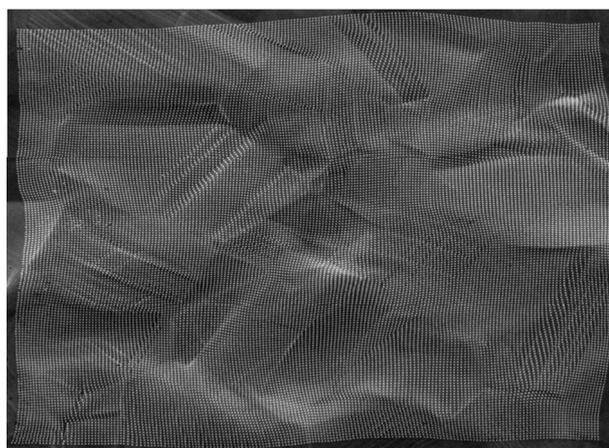
T_11



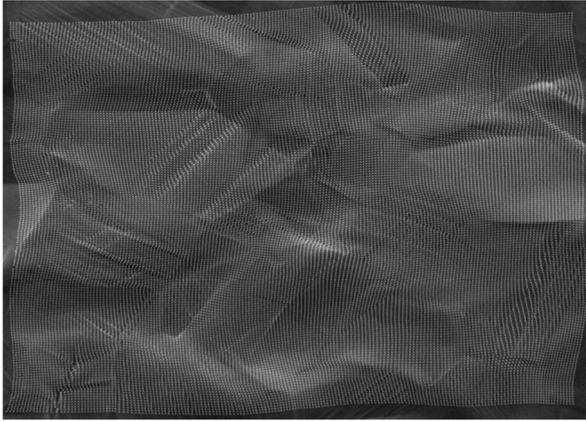
T_12



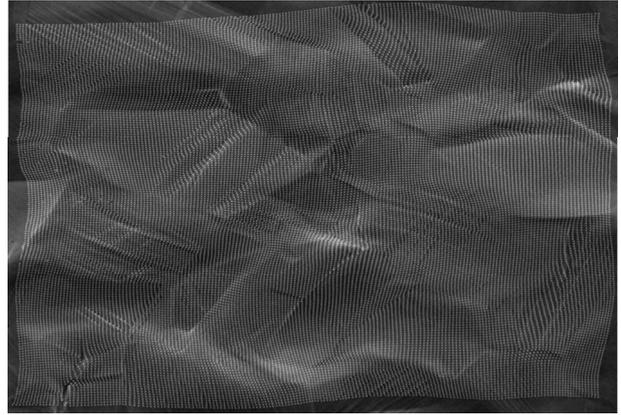
T_13



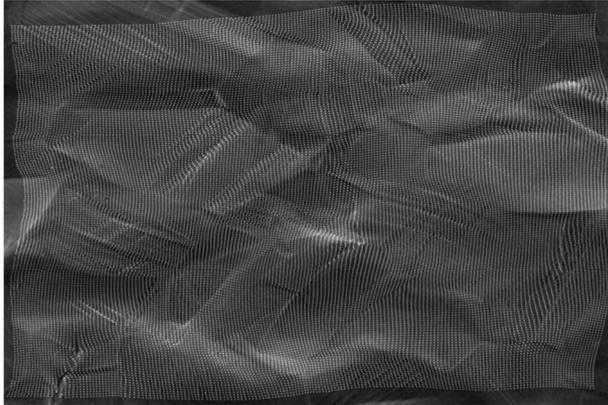
T_14



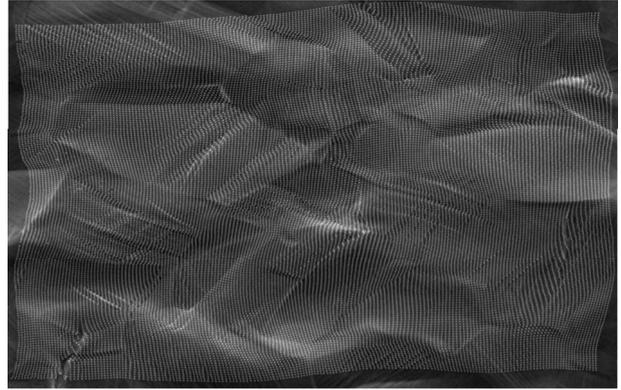
T_15



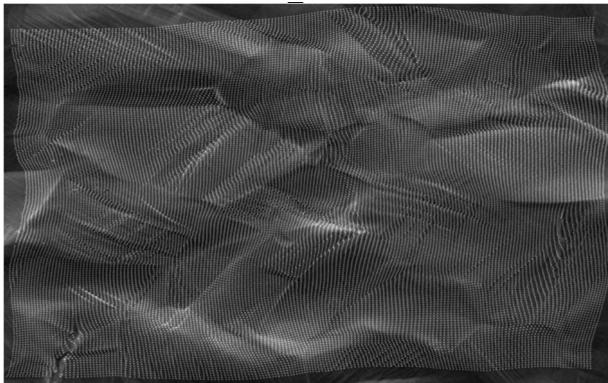
T_16



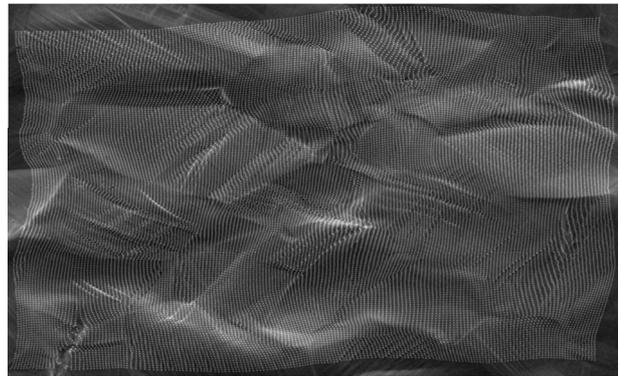
T_17



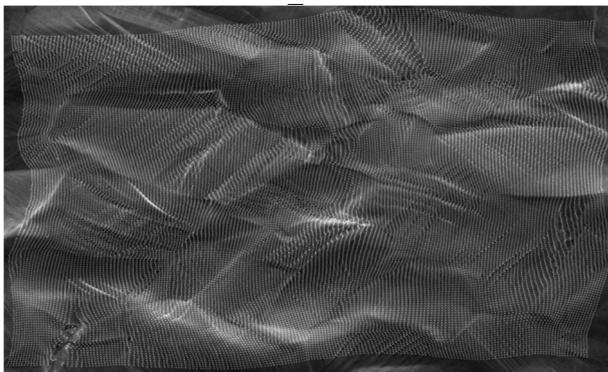
T_18



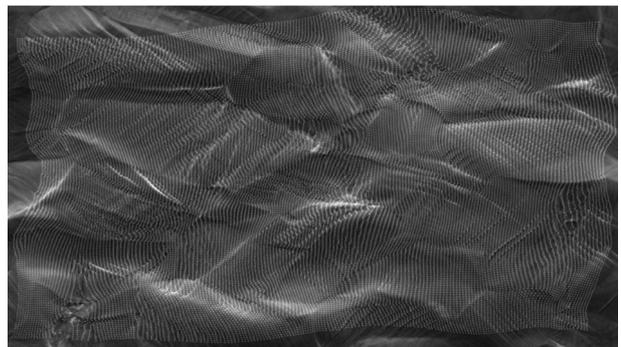
T_19



T_20



T_21



T_22

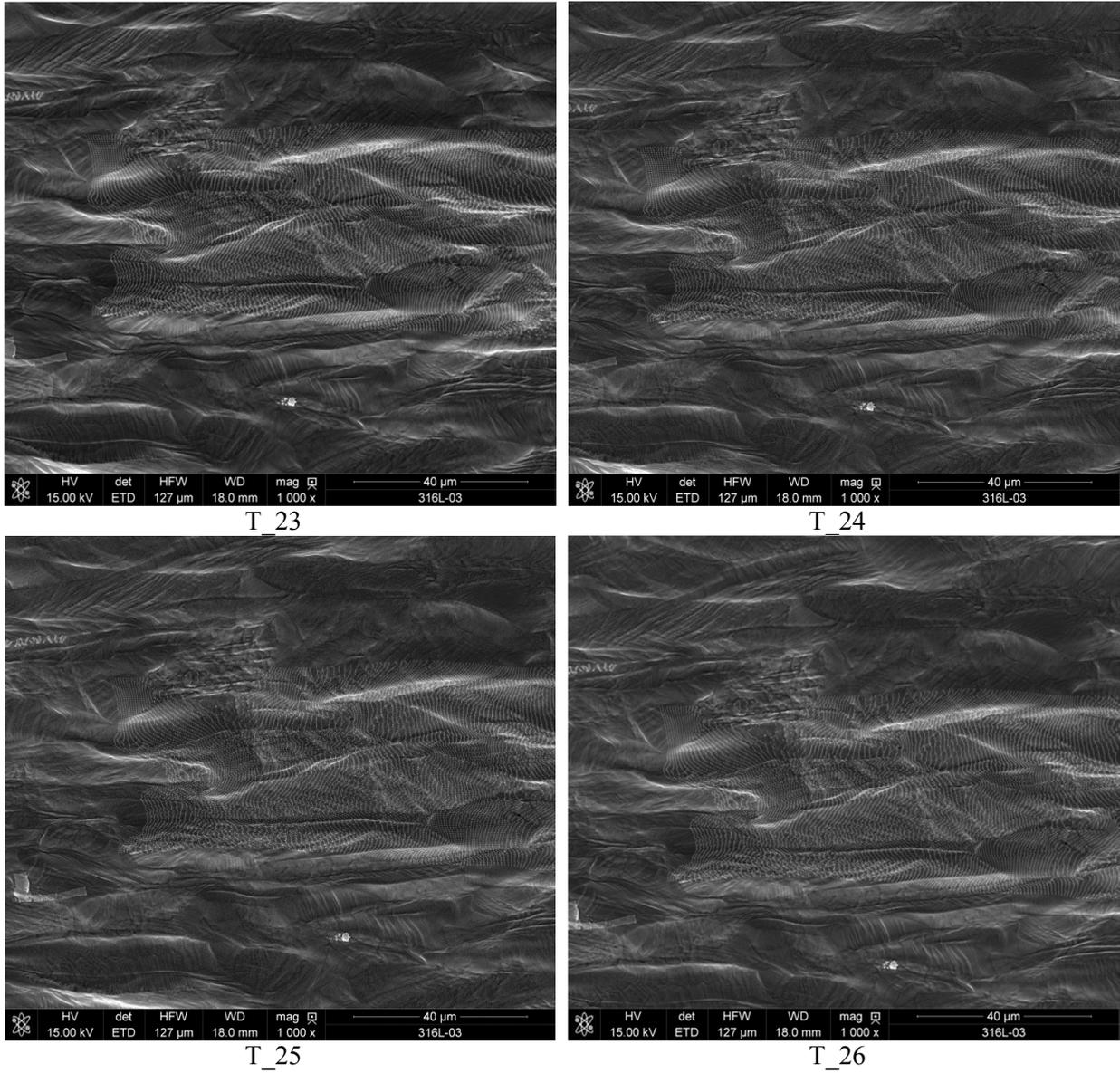
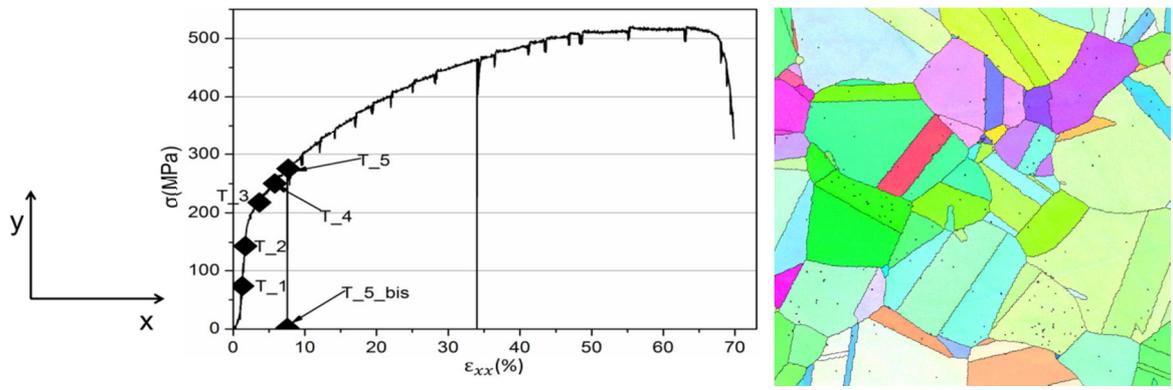
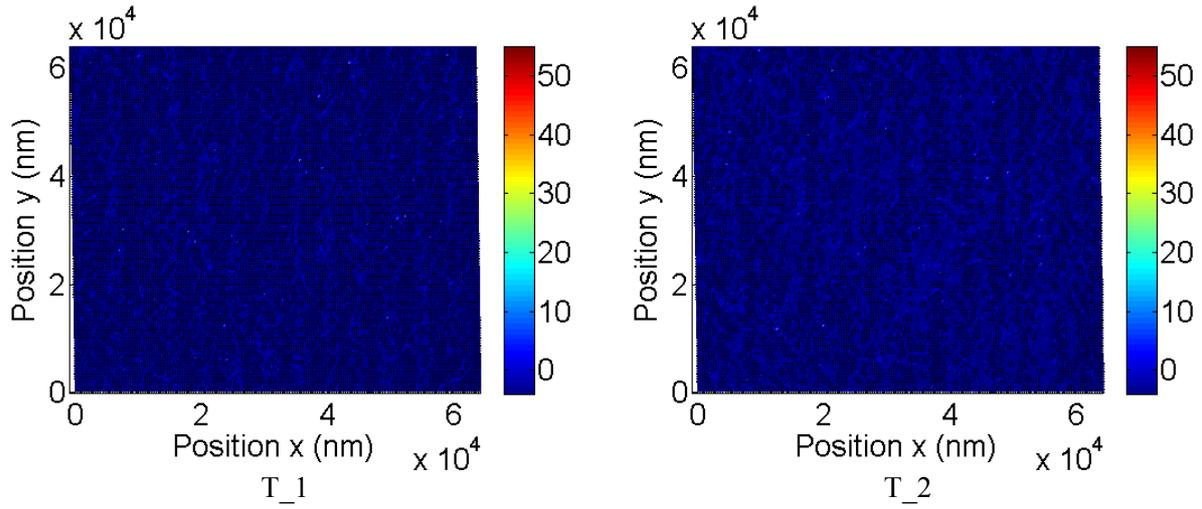
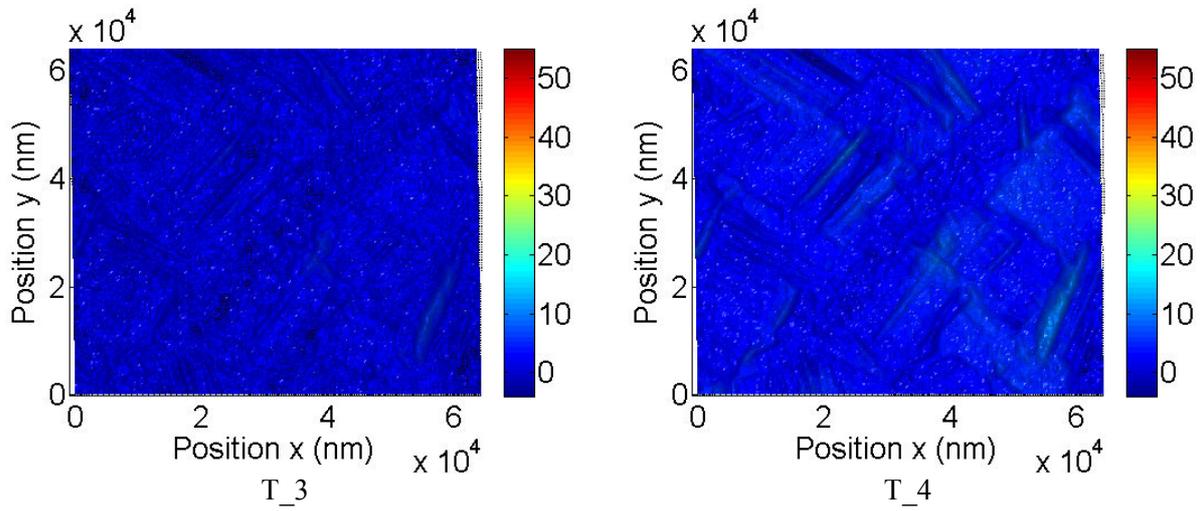
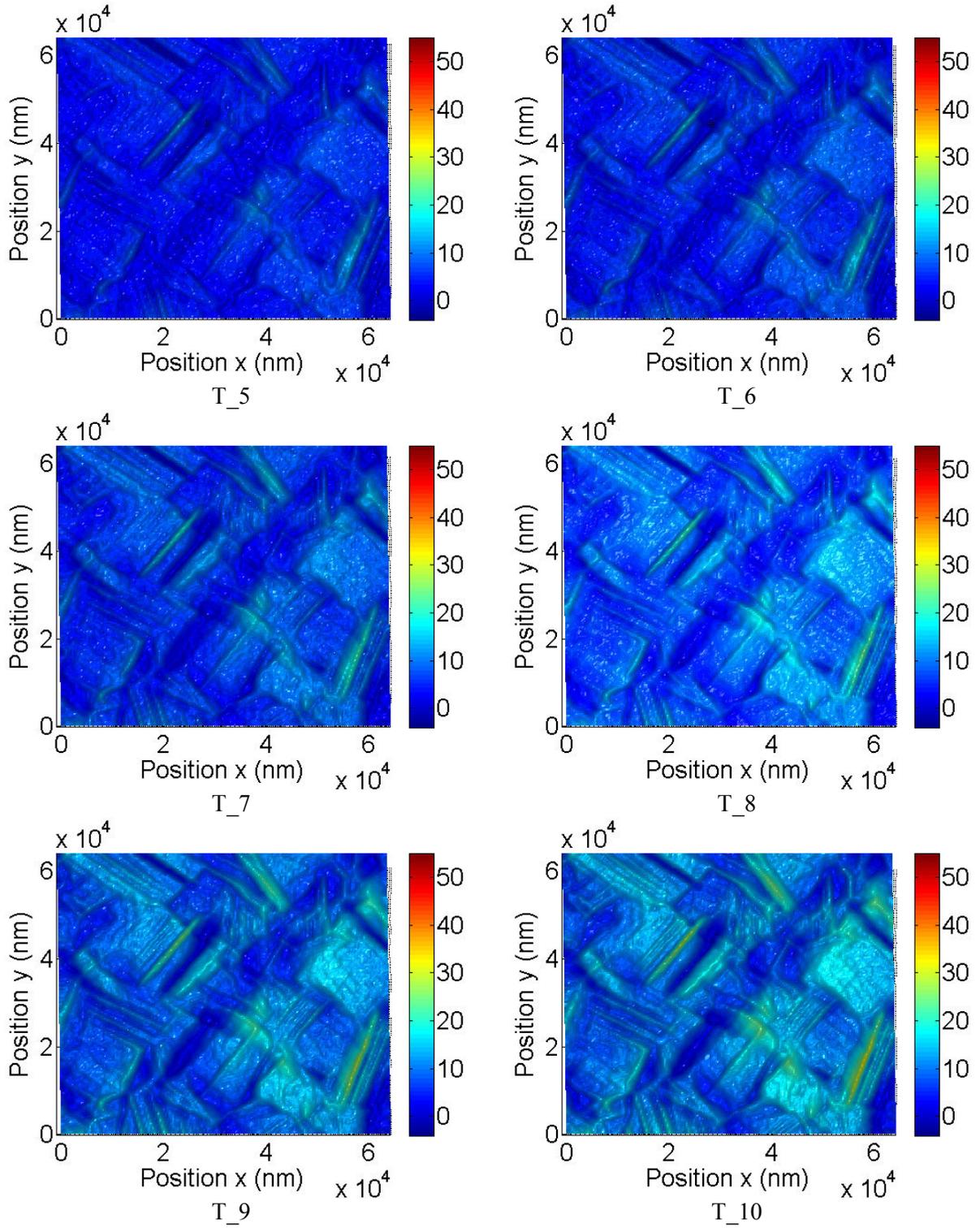


Figure B.1 : images MEB obtenues au cours de l'essai in situ de traction de l'acier inoxydable austénitique 316L.



Comportement macroscopique de l'éprouvette





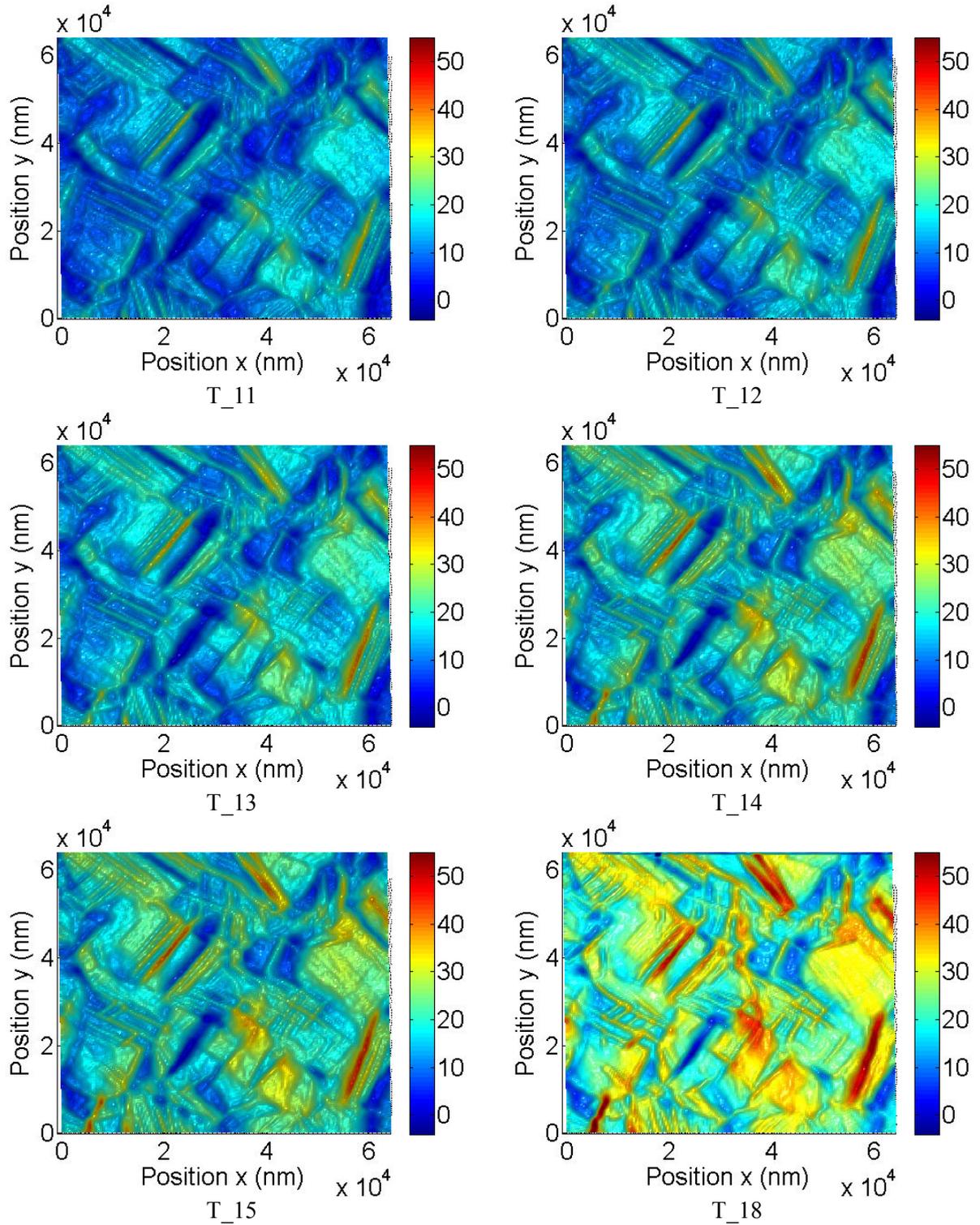
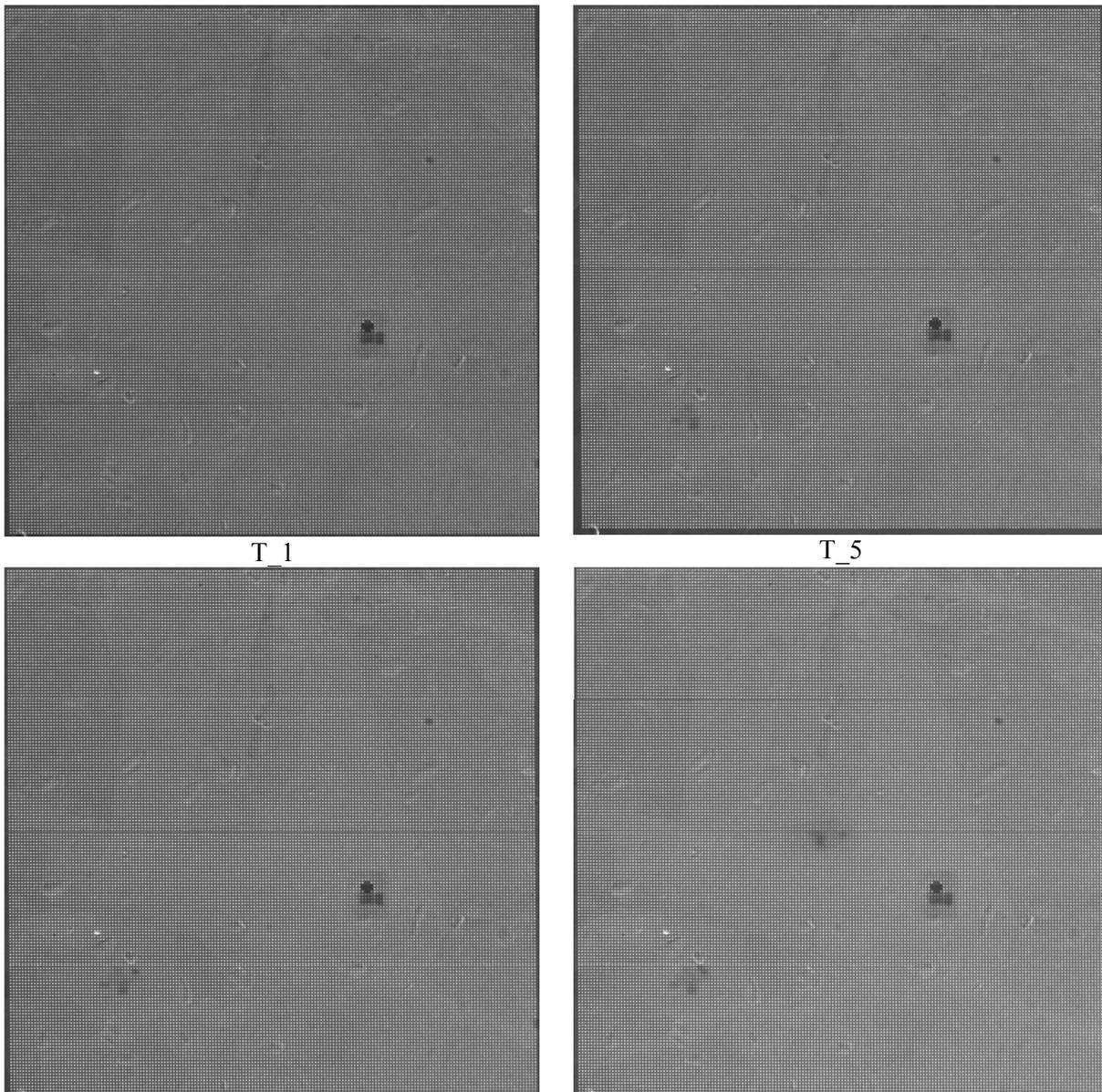


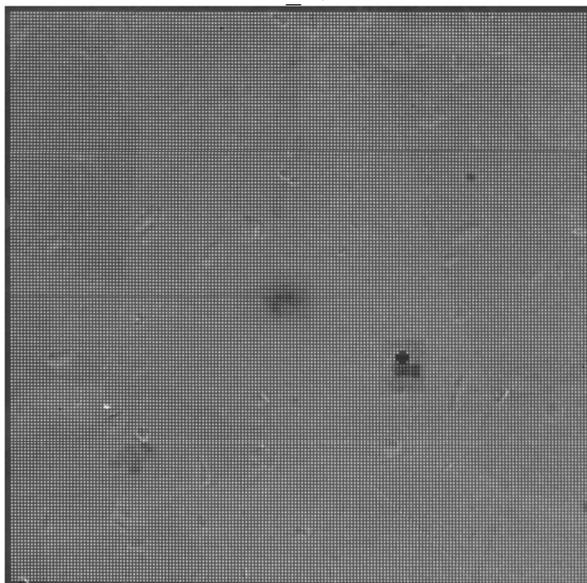
Figure B.2 : cartes de déformations obtenues à partir des images MEB d'un essai de traction in situ de l'acier inoxydable austénitique 316L.

Annexe C : Evolution des déformations à partir des images MEB et des cartes de déformations à la surface de l'acier inoxydable austéno-ferritique vieilli UR45N

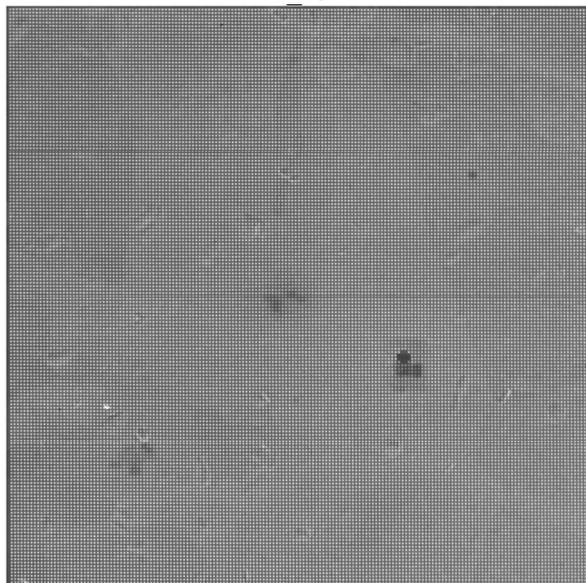
Les images MEB obtenues progressivement au cours de l'essai de traction uniaxiale in situ de l'acier inoxydable austéno-ferritique vieilli UR45N sont présentées sur la Figure C.1. Le comportement macroscopique de l'éprouvette permet de relier les évolutions observées au niveau de la microstructure avec le niveau de chargement. Entre les niveaux de chargement T_1 et T_15, on n'observe pas de marque de glissement à la surface de l'éprouvette, nous n'allons donc présenter que quelques images entre ces deux niveaux. Les cartes de déformations obtenues à partir de ces images MEB sont présentées sur la Figure C.2. La courbe contrainte-déformation est présentée ainsi que la carte de figure de pole inverse montrant la texture morphologique.



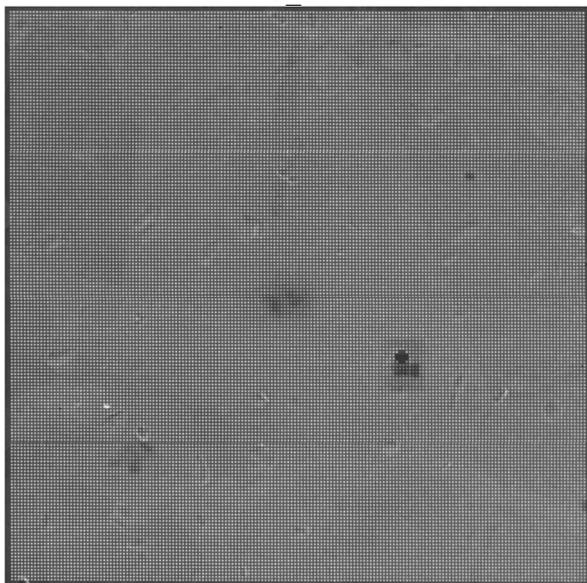
T_10



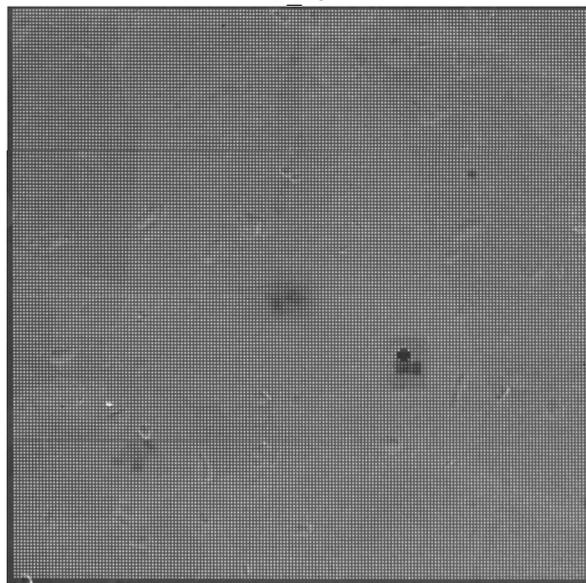
T_13



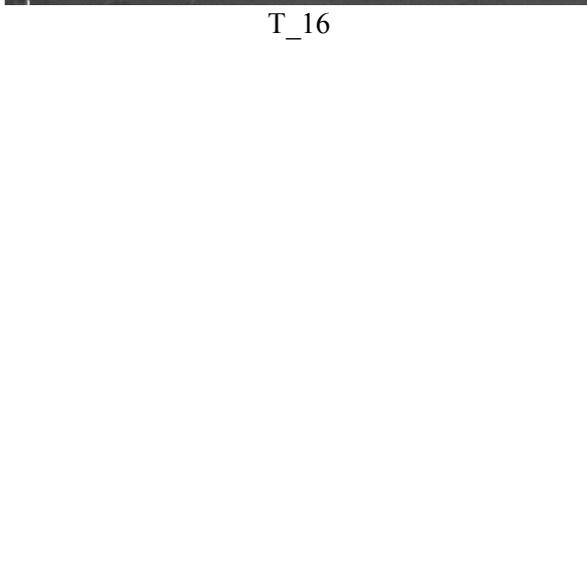
T_14



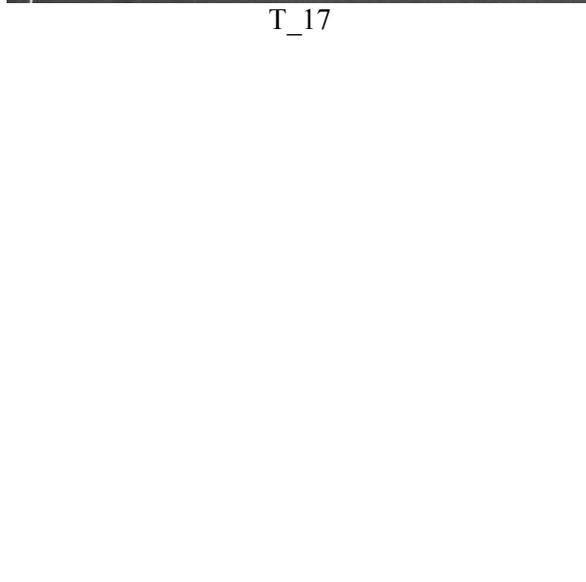
T_15

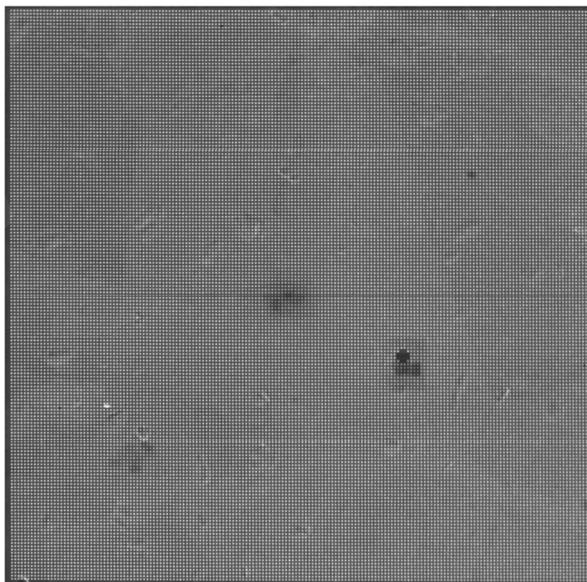


T_16

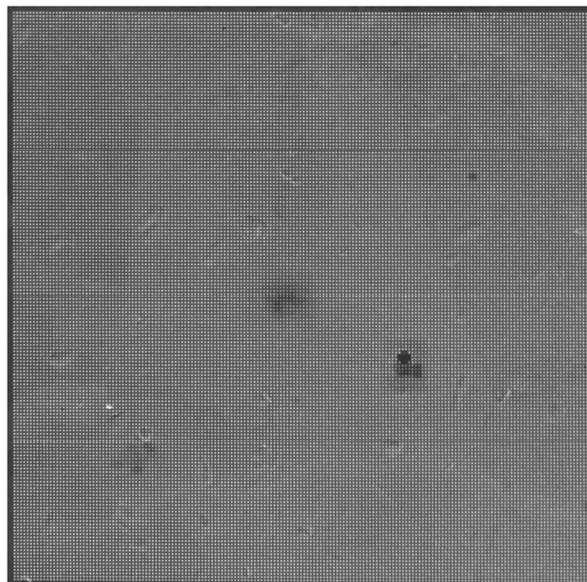


T_17

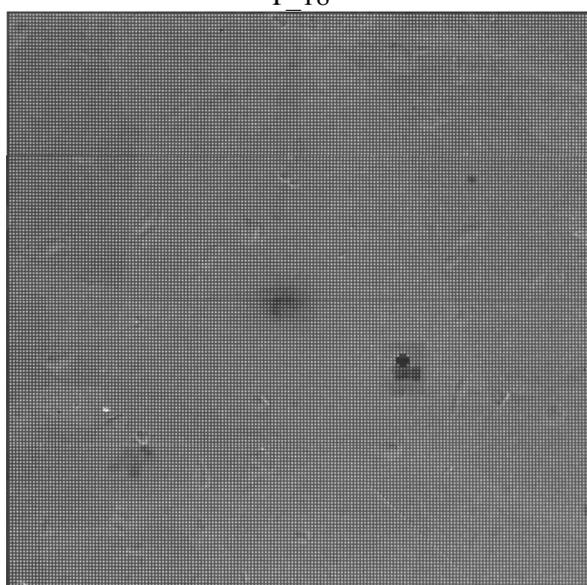




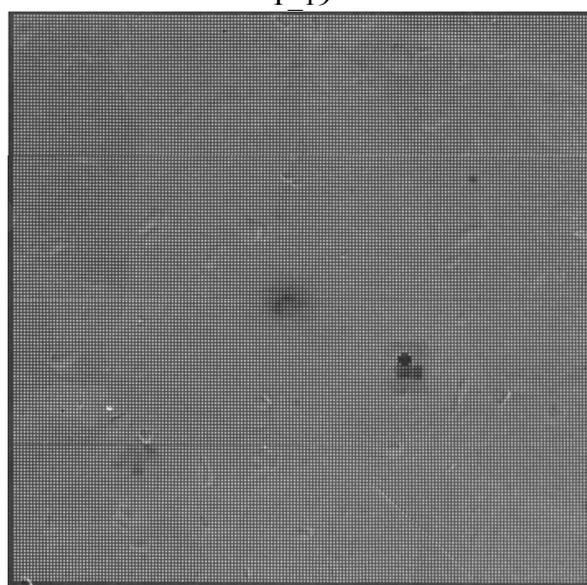
T_18



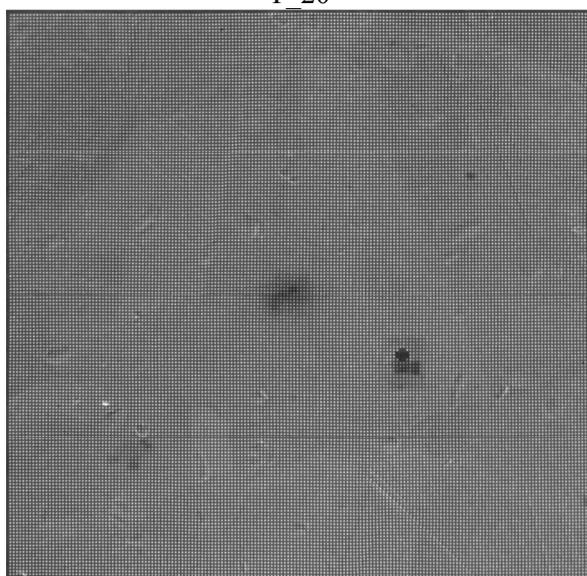
T_19



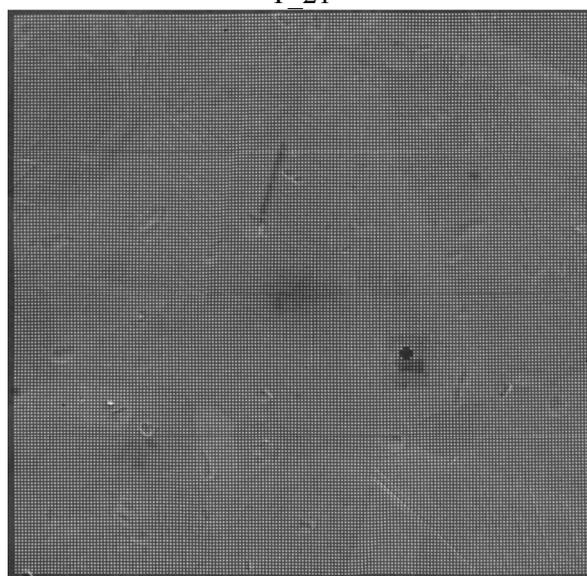
T_20



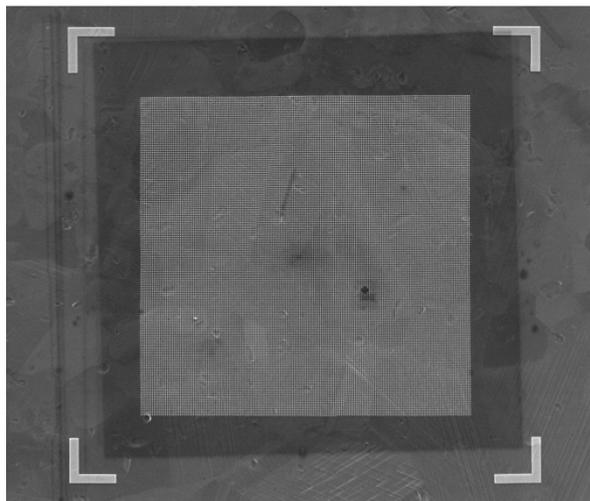
T_21



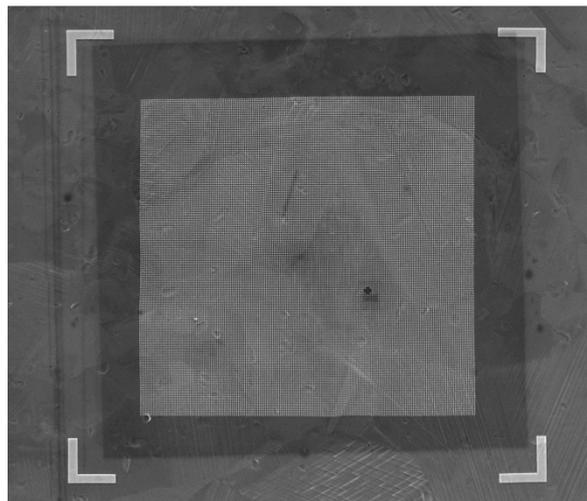
T_22



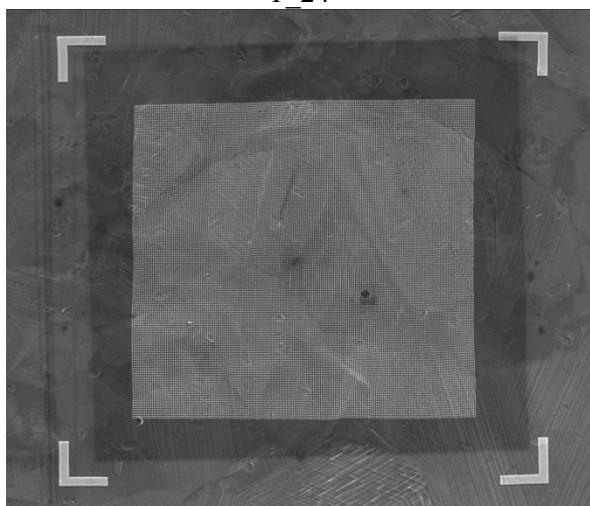
T_23



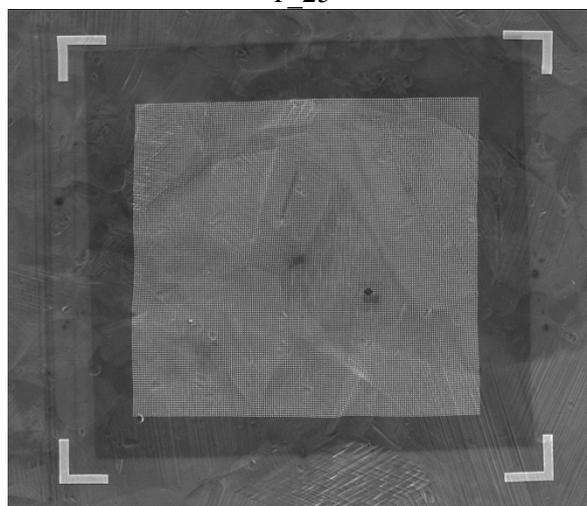
T_24



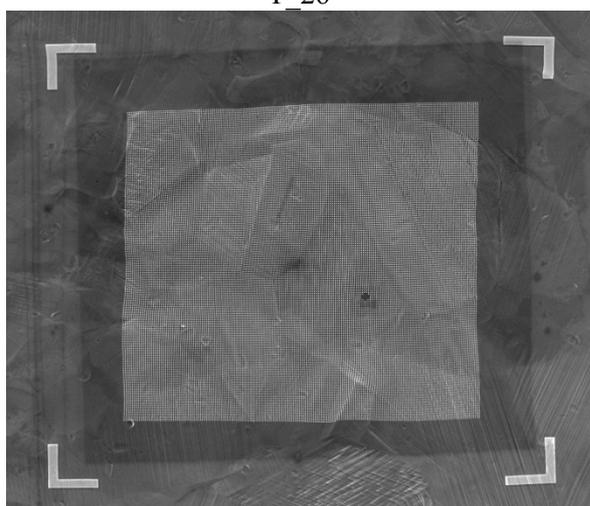
T_25



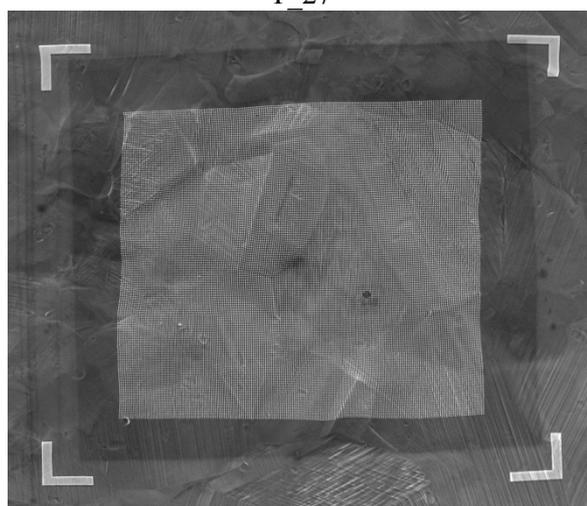
T_26



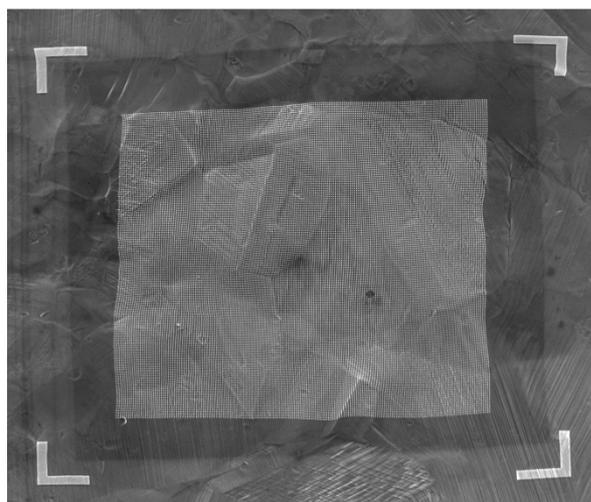
T_27



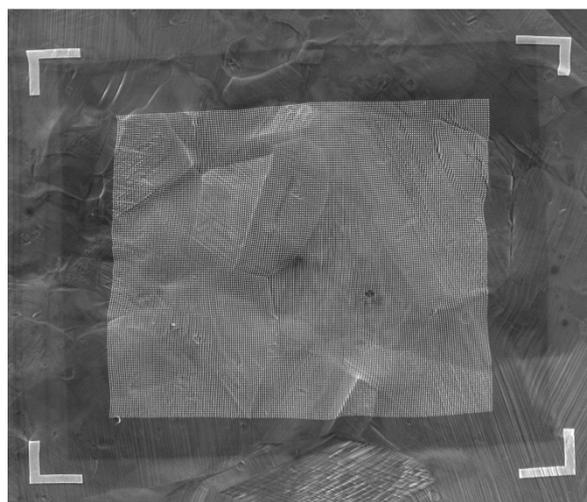
T_28



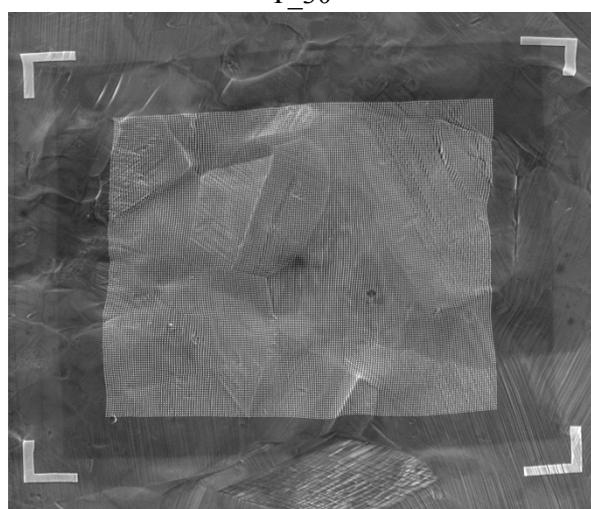
T_29



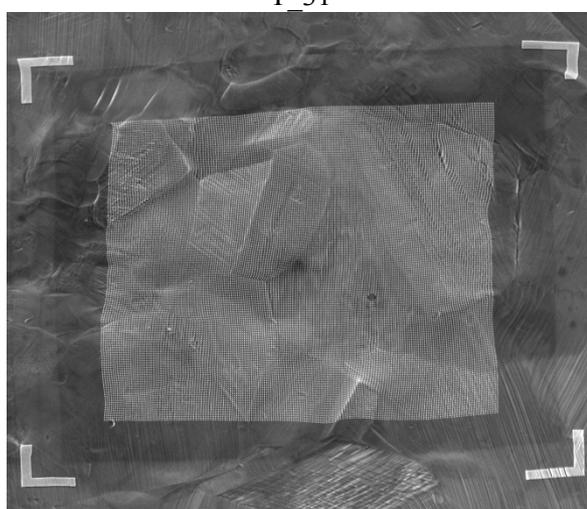
T_30



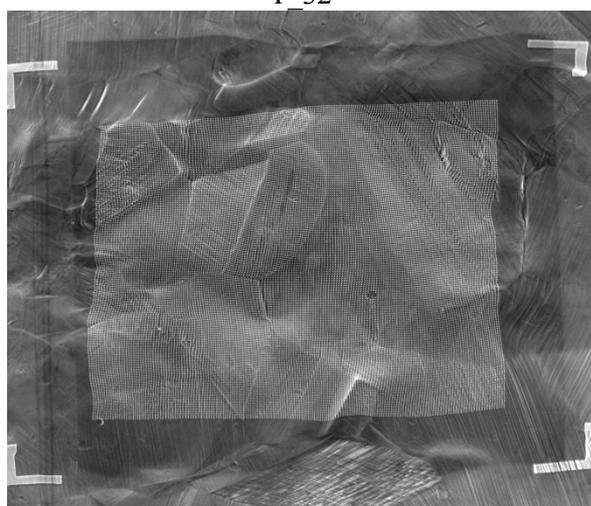
T_31



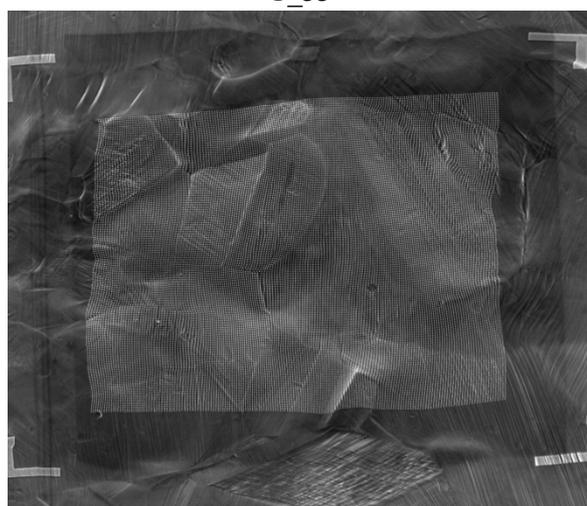
T_32



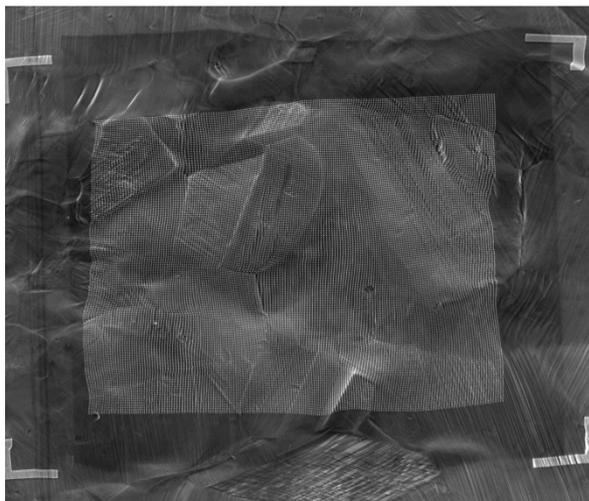
T_33



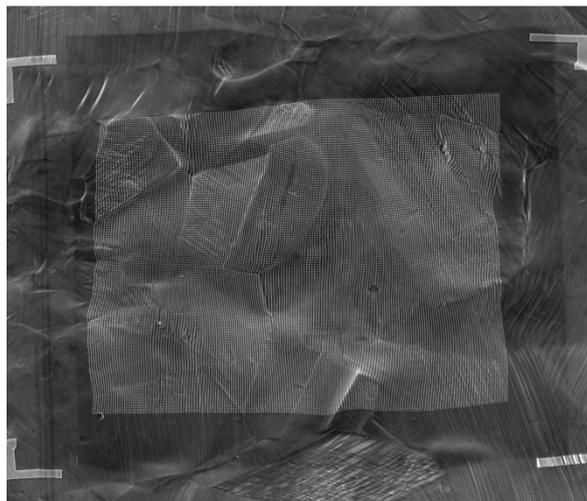
T_34



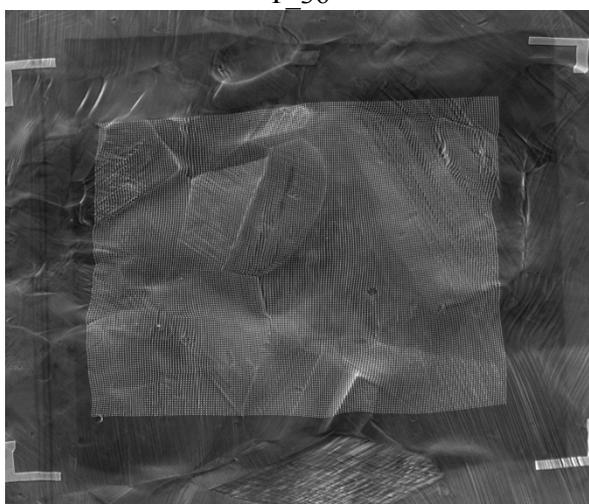
T_35



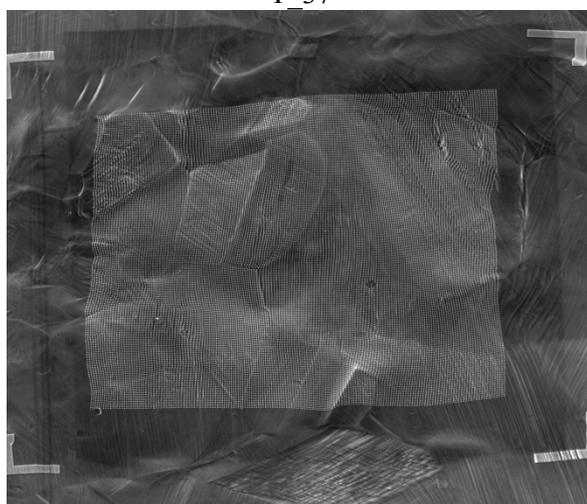
T_36



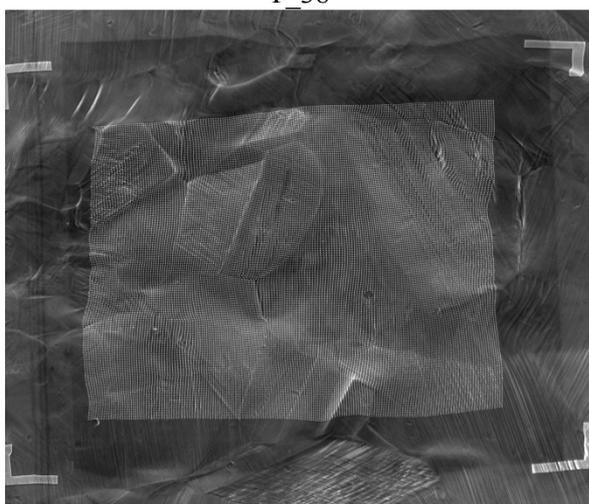
T_37



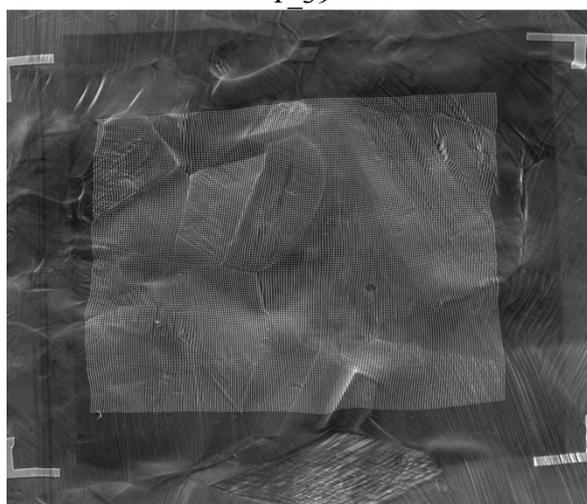
T_38



T_39



T_40



T_41

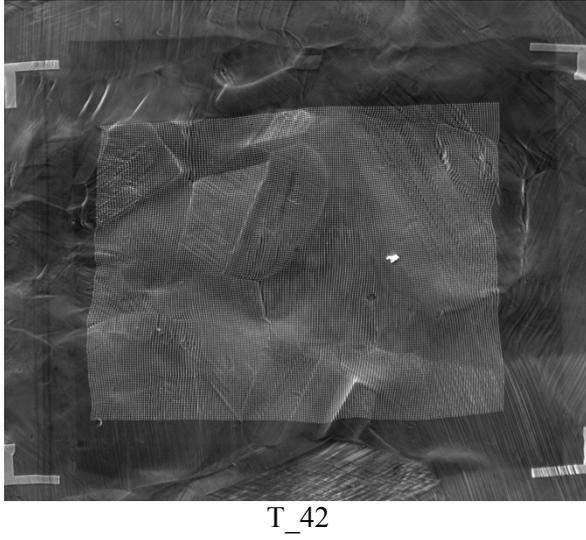
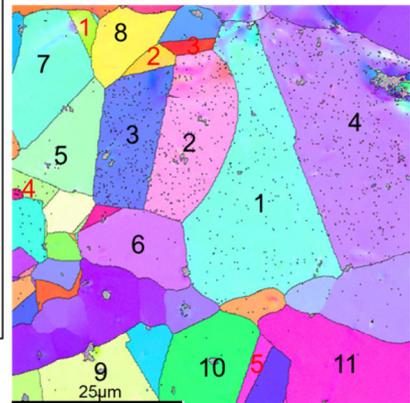
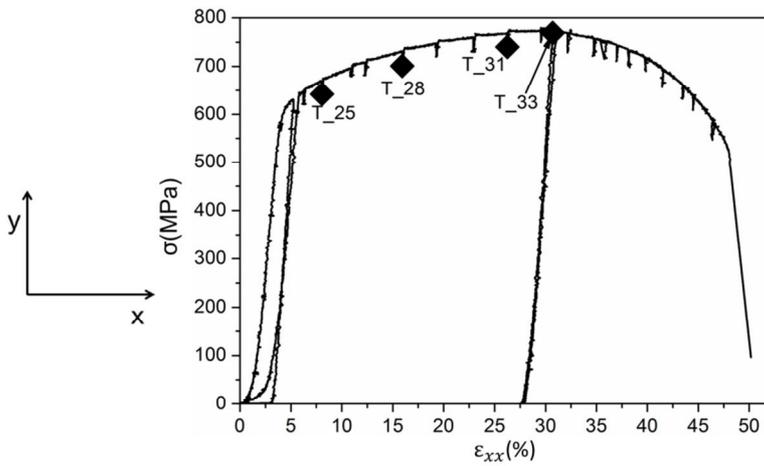
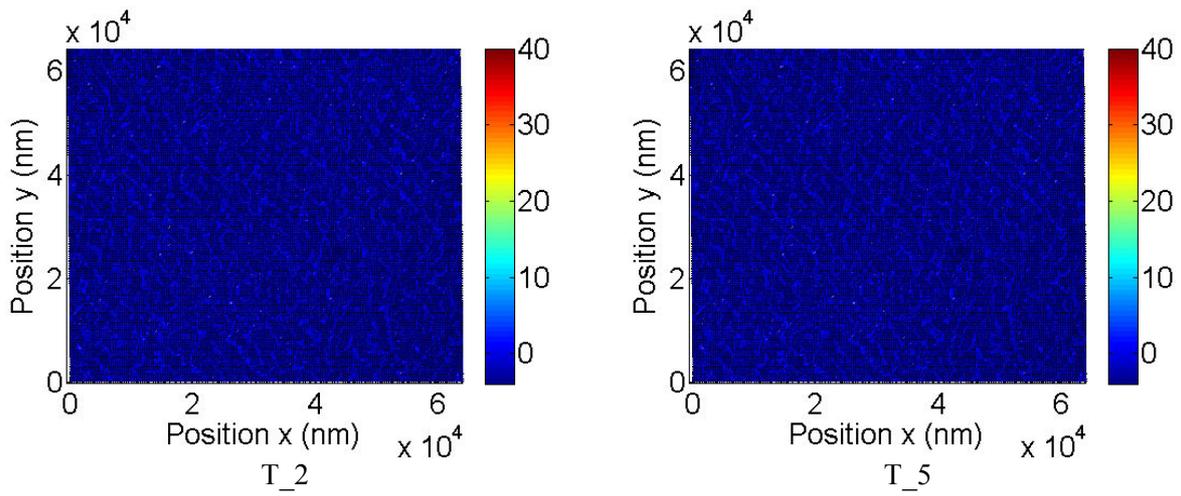
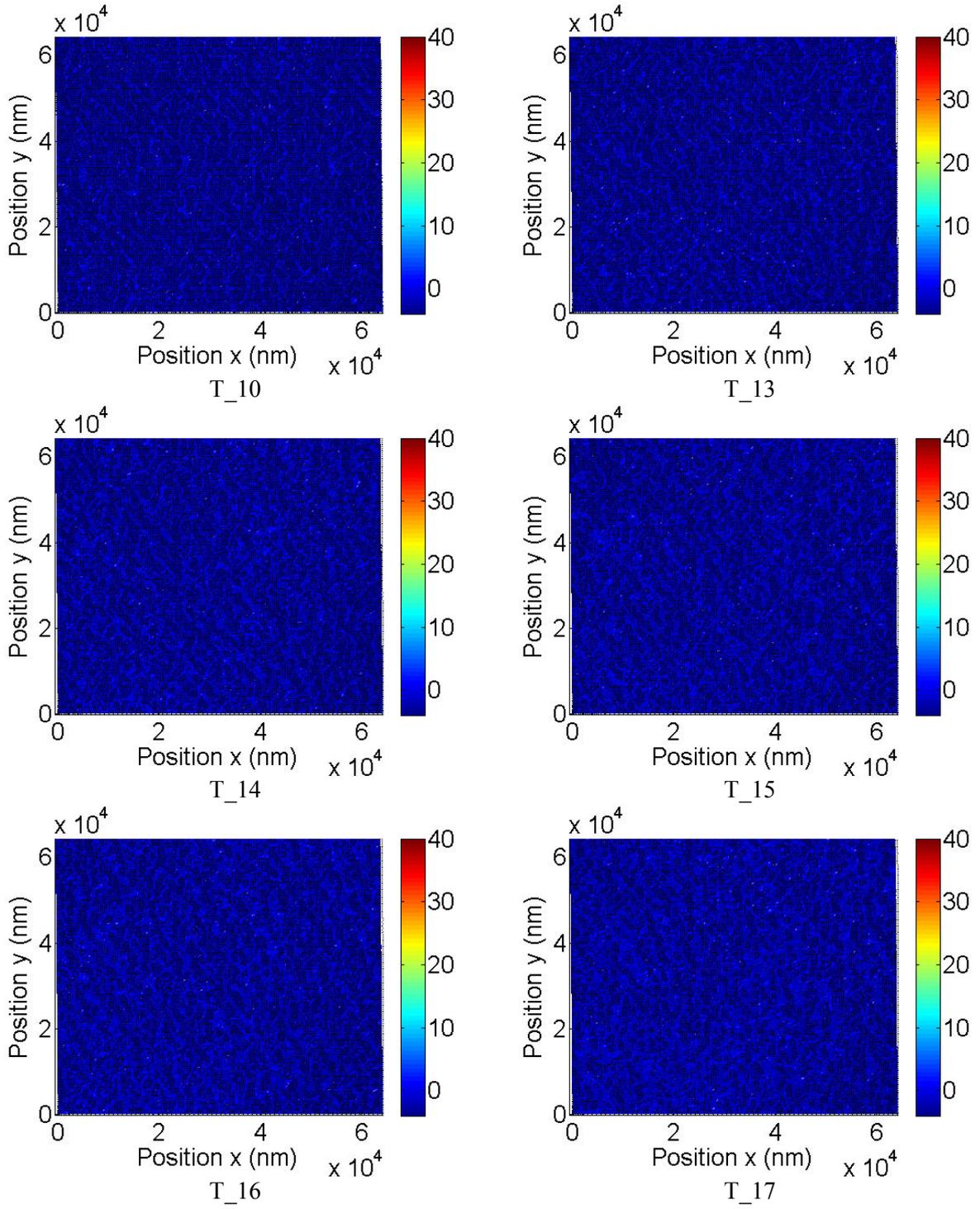
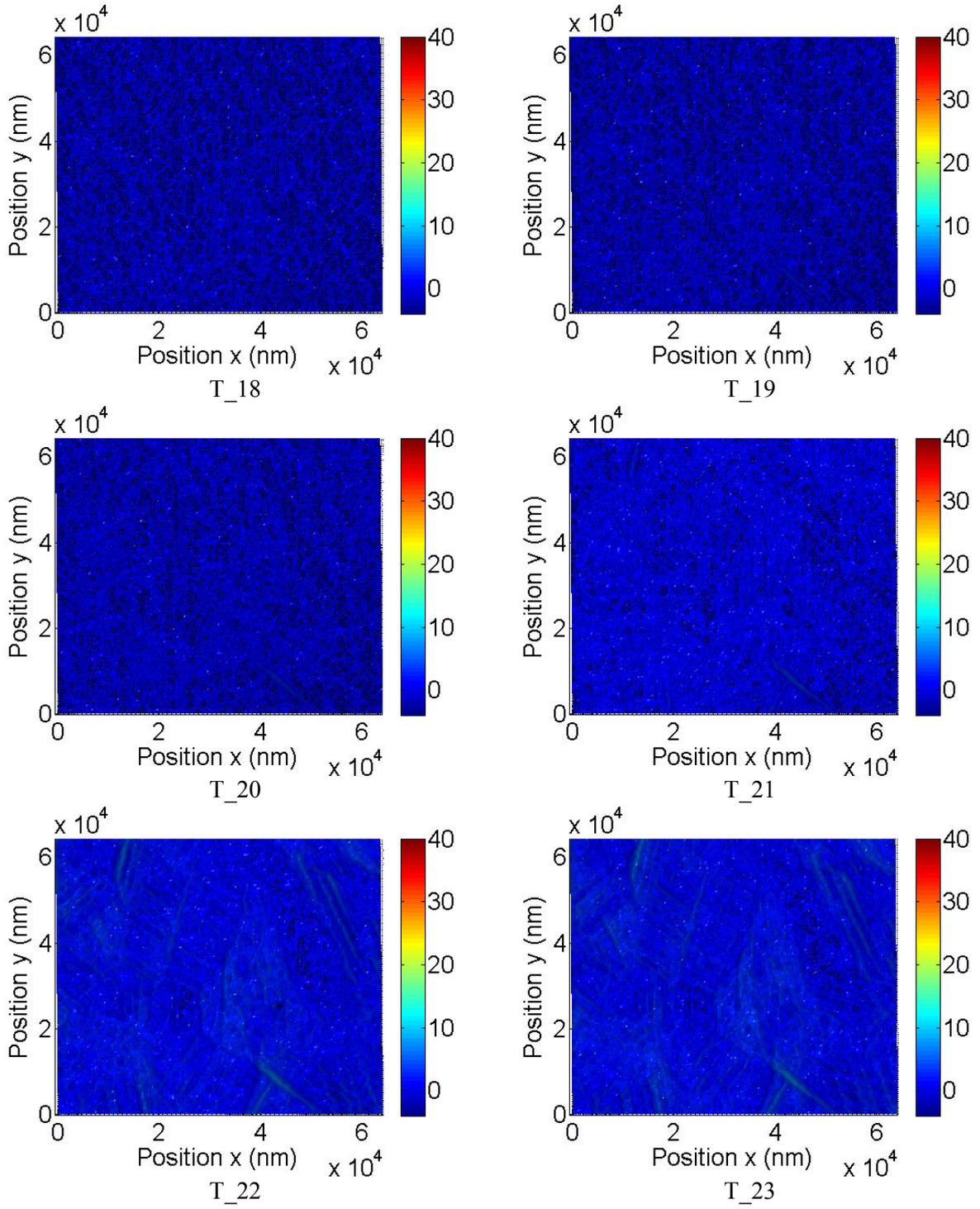


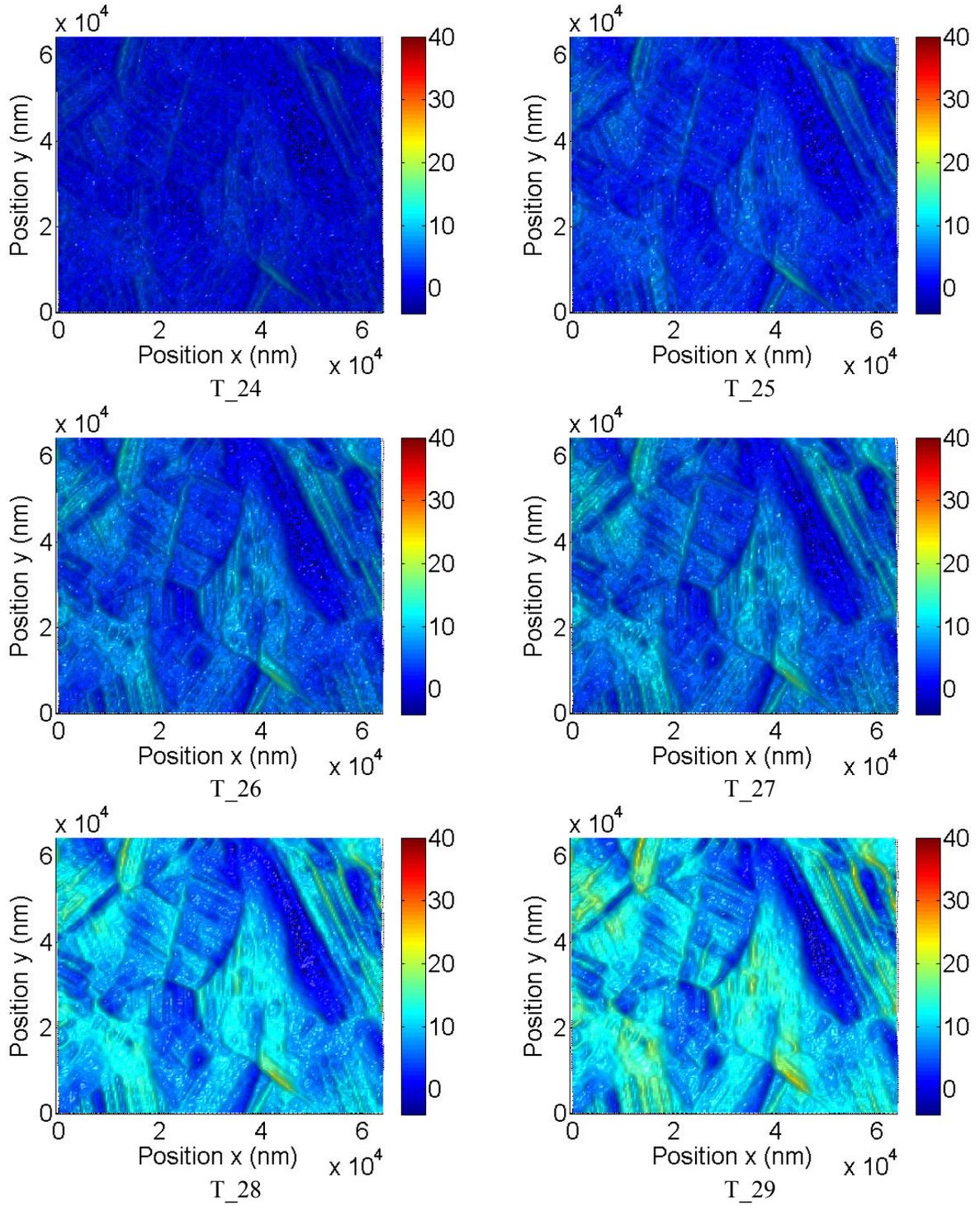
Figure C.1 : observations des déformations à partir des images MEB.



Comportement macroscopique de l'éprouvette







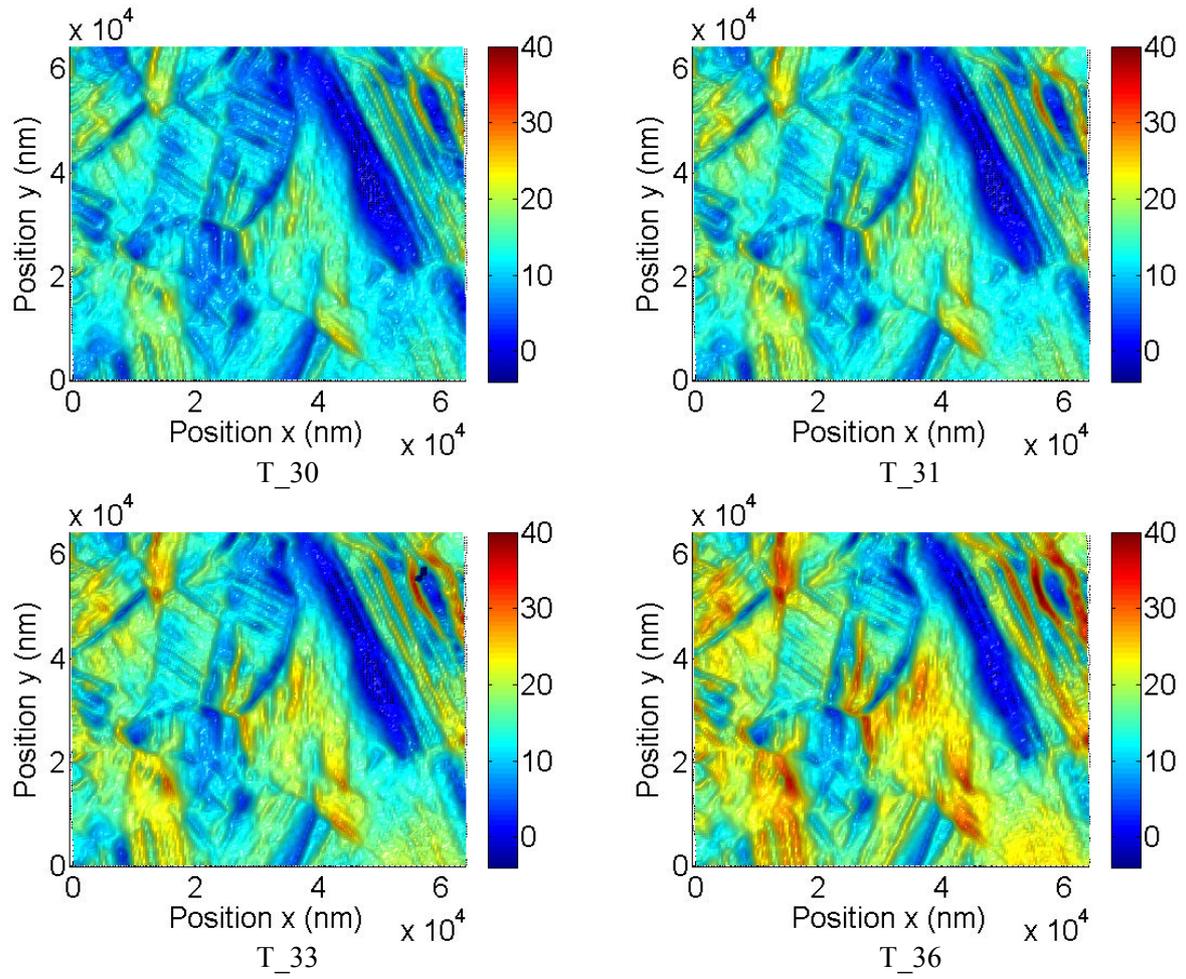


Figure C.1 : évolution des déformations ϵ_{xx} au cours de l'essai de traction.

Joseph MARAE DJOUDA

Doctorat : Matériaux, Mécanique, Optique et Nanotechnologie

Année 2016

Caractérisation optiques des déformations à l'échelle nanométrique

La mesure des déformations de la microstructure est importante pour l'étude des propriétés et le contrôle des structures. Nous proposons deux approches nouvelles de caractérisation de déformations nanométriques. Elles utilisent des nanoparticules (NPs) d'or déposées à la surface des matériaux.

Dans la première approche, les réseaux de NPs sont déposés par lithographie électronique. Lors d'essais de traction uniaxiale dans un microscope électronique à balayage les images prises à de charge-ments successifs permettent de suivre le déplacement de NPs qui jouent le rôle de nanojauge. L'analyse des champs cinématiques obtenus à partir des images MEB révèle des phénomènes de plasticité au sein de la microstructure et les hétérogénéités de déformations. La méthode a été appliquée aux aciers inoxydables austénitique et duplex austéno-ferritique. Elle a été couplée à la technique de diffraction des électrons rétrodiffusés. Les mécanismes de déformations locaux ont été mis en évidence.

Dans la seconde approche, nous essayons de tirer parti des propriétés optiques de NPs afin de suivre l'évolution de déformations à la surface des matériaux. Les NPs supportent un plasmon localisé de surface dont la résonance est fonction de la taille, de la forme des NPs ou de l'indice optique du milieu environnant. Sa position spectrale dépend aussi de la distance inter-NPs. Notre étude a été limitée à des polymères. Un dispositif permettant de réaliser les mesures d'extinctions au cours de la traction a été développé. Les premiers essais constituent la preuve expérimentale de ce concept.

Mots clés : déformations - nanoparticules - acier inoxydable - jauges de contrainte - résonance plasmonique - polymères.

Optical Characterization of Strains and Map Strains at the Nanoscale

The strain measurement at the microstructure is important for the properties study and structure control. We propose two new approaches of strain characterizations at nanoscale. They are based on the use of gold nanoparticles (NPs) arrays deposited on the surface of materials.

In the first approach, arrays of NPs are deposited by the electron beam lithography technique. During in situ tensile test inside a scanning electron microscope, the images of the array are progressively recorded. The treatment of these images gives access to 2D strain tensor components and NPs played the role of nanogauges. The strains at components of the microstructure and the heterogeneities of plastic deformations are evidenced. This method was coupled to the electron backscatter diffraction technique. The local deformation mechanisms can then be highlighted.

In the second approach, we try to take advantage of optical properties of gold NPs to track the strain evolutions at the surface of materials. Gold NPs support localized surface plasmon that resonance is function of size and shape of NPs or of the surrounding medium. In addition, plasmon resonance also depends to NPs separation. We therefore sought to determine whether the displacements of NPs during tensile test may be monitored optically. The study was limited to the case of polymers. An experimental set up was developed to carry extinction measurement during a tensile test. These first tests constitute experimental proof of this concept. The spectral variations were analyzed to determine the performance of the optical strain-sensor proposed.

Keywords: deformations - nanoparticles - stainless steels - strain gages - surface plasmon - polymers.

Thèse réalisée en partenariat entre :

