



HAL
open science

Identification des coefficients d'interaction entre les systèmes de glissement d'un cristal CFC par analyse inverse à partir d'empreintes de nanoindentation Berkovich

Alexandre Bourceret

► **To cite this version:**

Alexandre Bourceret. Identification des coefficients d'interaction entre les systèmes de glissement d'un cristal CFC par analyse inverse à partir d'empreintes de nanoindentation Berkovich. Matériaux. Université Bourgogne Franche-Comté, 2024. Français. NNT : 2024UBFCD012 . tel-04685610

HAL Id: tel-04685610

<https://theses.hal.science/tel-04685610v1>

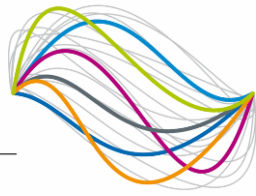
Submitted on 3 Sep 2024

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.

UBFC

UNIVERSITÉ
BOURGOGNE FRANCHE-COMTÉ



femto-st
SCIENCES &
TECHNOLOGIES

**THÈSE DE DOCTORAT DE L'ÉTABLISSEMENT UNIVERSITÉ BOURGOGNE
FRANCHE-COMTÉ**

**PRÉPARÉE À L'INSTITUT FEMTO-ST, DÉPARTEMENT MÉCANIQUE
APPLIQUÉE**

École doctorale n°37

Sciences Physiques pour l'Ingénieur et Microtechniques (SPIM)

Présentée par

Alexandre BOURCERET

pour obtenir le grade de

Docteur de l'Université de Bourgogne Franche-Comté

dans le domaine de la

Mécanique

Sujet de la thèse :

**Identification des coefficients d'interaction entre les
systèmes de glissement d'un cristal CFC par analyse inverse
à partir d'empreintes de nanoindentation Berkovich**

Soutenance effectuée à Besançon, le 11/04/2024 devant le jury composé de :

M. PROUDHON Henry	Directeur de recherche CNRS, CdM	Président
Mme. THUILLIER Sandrine	Professeure des universités, UBS	Rapporteur
M. VERDIER Marc	Directeur de recherche CNRS, SIMaP	Rapporteur
Mme. MAURICE Claire	Chargée de recherche CNRS, LGF	Examinateur
M. TABOUROT Laurent	Professeur des universités, USMB	Examinateur
M. RICHARD Fabrice	Maître de conférences HDR, uFC	Dir. de thèse
M. GAILLARD Yves	Maître de conférences, uFC	Co-dir. de thèse
M. LEJEUNE Arnaud	Ingénieur de recherche, uFC	Co-enc. de thèse
M. HELFER Thomas	Ingénieur de recherche, CEA Cadarache	Invité
M. MERCIER David	Ingénieur R&D, Ansys Lyon	Invité

Remerciements

La première fois que j'ai côtoyé le monde de la recherche, c'était dans le cadre d'un stage optionnel en première année de master, en 2018, au Département Mécanique Appliquée (DMA) à Besançon. Ce stage a initié mon enthousiasme pour la recherche, à la suite duquel j'ai entamé un long parcours. Un parcours parsemé d'écueils, où la persévérance était de mise, mais pas suffisante. C'est plus particulièrement grâce aux personnes qui m'ont accompagné et soutenu tout au long de ce périple, que j'ai finalement achevé mon doctorat. Je tiens à les remercier dans ces premières pages.

Tout d'abord, je tiens à remercier mon équipe encadrante, en commençant par mon directeur de thèse, Fabrice Richard. Fabrice m'a recruté lors de ce stage de première année de master, et je te remercie de m'avoir offert cette opportunité qui a débouché sur ces travaux de thèse. Merci pour la rigueur dont tu as fait preuve dans les échanges que nous avons eus. Par cette rigueur et cette exigence, tu auras été l'encadrant qui a contribué le plus à mon « écouissage doctoral ». Merci de m'avoir partagé une partie de ton savoir concernant les méthodes inverses.

Merci à Yves Gaillard, co-directeur de ma thèse, qui m'a accompagné et soutenu depuis mon stage de première année de master. Je te remercie pour ta disponibilité et ton soutien indéfectible. Physicien et expérimentateur, Yves est également un « expert en éléments finis » reconnu par ses pairs. Merci de m'avoir partagé ta bonne humeur et ton optimisme, essentiels au cours de ce doctorat, et de m'avoir partagé ton savoir sur tous les aspects de ma thèse.

Merci à Arnaud Lejeune, encadrant de ces travaux, qui m'a accompagné et soutenu sur les aspects numériques de ma thèse. Mathématicien de formation, footballeur amateur et amateur de vélo, la plus grande passion d'Arnaud est sans aucun doute sniper, rôle pour lequel il excelle. Merci de m'avoir accordé du temps et d'avoir échangé sur bien des aspects, dont la science.

Merci à Thomas Helfer, ingénieur au CEA et développeur de MFront, logiciel que j'ai utilisé dans mes travaux de thèse. Merci pour tous ces échanges, au travers de mails et lors de conférences. Ces échanges m'ont apporté beaucoup de connaissances, et j'ai pris plaisir à échanger avec toi. Merci également à Patrick Delobelle, pour ces échanges en salle de café au cours desquels tu m'as partagé une partie de ton expérience et ton savoir. Je remercie également Fabien Amiot, qui m'a encadré pendant les débuts de ma thèse et aussi pendant mon stage de deuxième année de master. Merci également à David Mercier pour ces échanges concernant notre intérêt commun pour la plasticité cristalline dans le contexte des essais de nanoindentation. Finalement, je tiens également à remercier Marie José Pac et Sylvain Giljean du LPMT pour être venus assister à ma soutenance, mes tuteurs lors de mon tout premier stage en recherche en 2018.

Je tiens également à remercier chaleureusement les membres de mon jury, pour avoir pris le temps de relire mon manuscrit, et pour la qualité des échanges lors des questions. Ce jury a été présidé par Henry Proudhon, la tâche de rapporteur a été effectuée par Marc Verdier et Sandrine Thuillier, et celle d'examineur par Claire Maurice et Laurent Tabourot. Je tiens également à remercier Thomas Helfer et David Mercier d'avoir accepté l'invitation à ma soutenance de thèse.

Je tiens également à remercier le service informatique d'avoir toujours répondu avec enthousiasme à l'ensemble de mes milliers de tickets et demandes en tout genre. Je pense notamment à Clément Diebold, Jérôme Le Garsmeur, Adrien Gaudet, Vugar Babayev et aux autres membres du service informatique. Je tiens également à remercier toutes les personnes du laboratoire avec qui j'ai interagi au cours de ces années, notamment Christine, Delphine, Isabelle, Alexandra, et bien d'autres.

Étant depuis 2018 dans le même laboratoire, j'ai fait énormément de rencontres au fil des années. Sans ces personnes, le chemin aurait été bien moins plaisant. Je pense notamment à Kevin, Margaux, Svenja, Manu, Martin, Nicolas, Alban, Alex A., Arthur, Étienne, Olivier, Flora, Guillem, Liam, Rafael R., Rafael T., Robin, Simon, Kaouthar, Steph, Benjamin, Aflah, Lobna, Rémi, et Quentin.

J'ai également construit des amitiés précieuses au long de ce parcours. Jason et Christina, votre présence à ma soutenance m'a profondément touché. Jason, nous avons évolué ensemble, de simples étudiants de master à docteurs, et ce voyage n'aurait pas eu la même saveur sans toi. J'aime à penser que ce n'est que le début de notre amitié. Kejun, malgré les aléas de la vie, j'ai grandement apprécié le temps que nous avons passé ensemble depuis la deuxième année de licence. Toutes ces discussions, ces moments partagés, ces repas chez Buffalo... Vous êtes les plus belles amitiés construites pendant ce parcours doctoral. Je n'oublie pas Vincent F., avec qui le courant est passé dès son arrivée au laboratoire, pendant mon stage de deuxième année de master. Tu as été un exemple à suivre concernant le déroulement d'une thèse rondement menée, avec qui j'ai adoré passer du temps et travailler.

Et à mes amis de plus longue date, comme Mehdi, que j'ai retrouvé par hasard sur les escaliers de la fac lors de notre première année de licence. Amis, colocataires, collègues, on en a partagé des choses. Je n'oublie pas le geste que tu as fait lors de la deuxième année, je t'en remercie sincèrement, j'en suis là en partie grâce à toi. Avec Jordan, on en a partagé des moments depuis le lycée. Jordan, je te compte parmi mes amis les plus proche, avec Marjorie. Thibaut et Félix, mes deux compères depuis l'enfance, je ne serais pas la même personne sans vous avoir rencontrés.

Il me reste à remercier ma famille, Lucie, papa et maman, mamie, merci pour votre soutien au cours de ces années. À mes papis, ma mamie et mon tonton, avec qui je n'ai pas eu la chance de ces partager cette réussite.

Enfin, merci Shakiba, collègue, meilleure amie, et surtout compagne. Merci d'être à mes côtés, dans ces moments difficiles comme pour les plus joyeux. Tu es la meilleure chose qui me soit arrivée au cours de ce doctorat.

Table des matières

Introduction	1
Chapitre 1 Plasticité cristalline du nickel	9
1.1. Avant-propos	10
1.2. Mécanismes de la plasticité	11
1.3. Loi monocristalline de Méric-Cailletaud	29
1.4. Conclusions.....	48
Chapitre 2 Essais et mesures pour la caractérisation du nickel	49
2.1. Avant-propos	50
2.2. Mesures par diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD)	51
2.3. Essais de nanoindentation	63
2.4. Mesures par microscopie à force atomique (AFM)	87
2.5. Essai de traction.....	94
2.6. Conclusions.....	95
Chapitre 3 Méthodologie d'identification	97
3.1. Avant-propos	98
3.2. Méthode FEMU pour résoudre un problème inverse.....	102
3.3. Identifiabilité paramétrique locale.....	107
3.4. Construction de points de départ pour la méthode inverse	113
3.5. Modèle éléments finis de l'essai de nanoindentation.....	133
3.6. Conclusions.....	149
Chapitre 4 Design numérique et résultats d'identification	151
4.1. Avant-propos	152
4.2. Effet de l'érouissage latent et de l'orientation relative pointe/cristal.....	153
4.3. Conception de l'expérience optimale basée sur l'identifiabilité	163
4.4. Résultats d'identification.....	180
4.5. Conclusions.....	208
Conclusions et perspectives	211
Bibliographie	217
Annexes	i
A.1 Intégration de la loi de Méric-Cailletaud avec MFront.....	i
A.2 Orientations cristallographiques expérimentales.....	vii
A.3 Protocole d'indentation	xiv
A.4 Algorithme de minimisation de MIC2M	xv
A.5 Relaxation en nanoindentation du nickel.....	xviii

Introduction

La compréhension du comportement des matériaux est cruciale pour garantir la pérennité de certains composants industriels clés, nécessitant une remise en question et un approfondissement des connaissances sur les matériaux, afin de repousser leur performance. Les modèles matériaux doivent permettre d'assurer la fiabilité et la durabilité de ces composants. Les connaissances nécessaires à la compréhension des phénomènes ont fait émerger un domaine de recherche, à la croisée de la physique, de la mécanique et des méthodes numériques, qui s'appuie aussi bien sur des méthodes éprouvées que sur des méthodes émergentes. De l'échelle atomique à l'échelle macroscopique, la modélisation multi-échelles (spatiale et temporelle) et multi-physiques a pour ambition première d'améliorer la compréhension des matériaux, afin de mieux prévoir leur comportement. Deux approches sont utilisées pour approfondir les connaissances des matériaux : une approche ascendante, qui part de l'échelle atomique vers l'échelle macroscopique (Chang et al., 2010; Fang et al., 2022; Frydrych et al., 2023; Zhang et al., 2019), et l'approche descendante, qui part de l'échelle macroscopique vers les échelles inférieures (Gérard et al., 2013; Guery et al., 2016; Renner, 2016). Ces deux approches s'enrichissent des connaissances acquises aux différentes échelles d'étude et de mesure des matériaux, dont quelques exemples sont illustrés à la Figure I.1. Une autre aspiration, plus applicative, consiste à façonner des matériaux aux propriétés voulues. Cette thématique s'inscrit au cœur de l'élaboration et de la caractérisation des matériaux du futur.

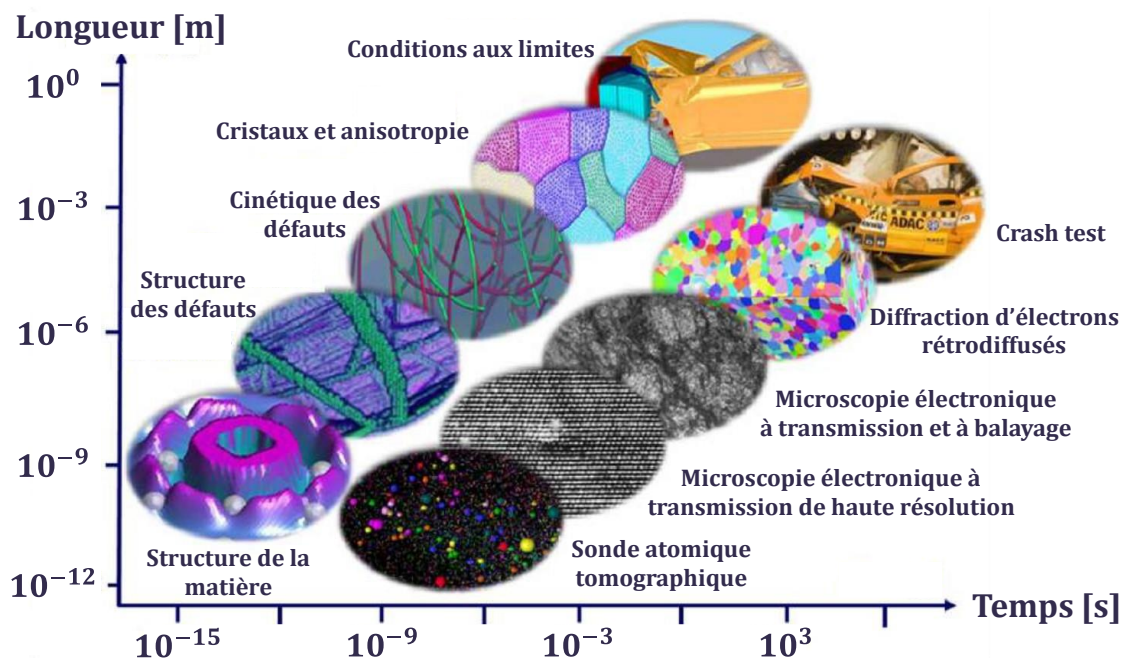


Figure I.1 : Différentes physiques liées aux différentes échelles d'étude et de mesure des mécanismes de déformations. Adapté de Roters et al. (Roters et al., 2010).

L'étude de Chang et al. (Chang et al., 2010) est une illustration de l'approche ascendante de la modélisation d'un essai de nanoindentation, dont les résultats sont résumés à la Figure I.2. Deux échantillons de cuivre orientés dans la même direction cristallographique avec des densités de dislocations initiales différentes ont été utilisés dans ces travaux. Les résultats issus de la dynamique moléculaire ont permis de comprendre les mécanismes de nucléation des dislocations. Ces mécanismes d'initiation de la plasticité sont ensuite communiqués au modèle de dynamique des dislocations. La structure des dislocations révélée par la dynamique des dislocations, illustrée à la Figure I.2 *e*), montre le potentiel de l'essai de nanoindentation pour caractériser des phénomènes au cœur des modèles de plasticité cristalline. On observe, localisée sous la surface indentée, une structure complexe d'enchevêtrement de dislocations interagissant entre elles. À la suite de cela, l'essai de nanoindentation est modélisé en y intégrant un modèle de plasticité cristalline.

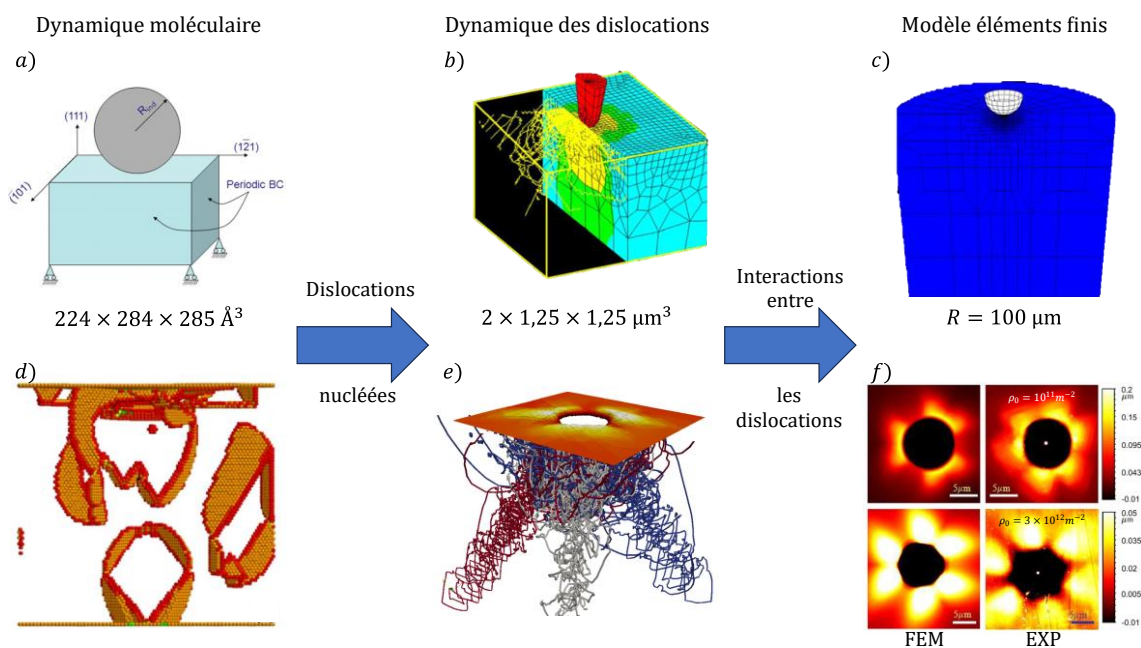


Figure I.2 : Résumé schématique des travaux de Chang et al. (Chang et al., 2010) concernant la modélisation multi-échelles ascendante d'un essai de nanoindentation sphérique de deux échantillons de cuivre orientés dans la direction [111]. *a*) modèle de l'essai en dynamique moléculaire. *b*) couplage d'un modèle éléments finis et d'une simulation de dynamique des dislocations. *c*) modèle éléments finis de l'essai de nanoindentation. Le rayon R correspond au rayon du cylindre indenté. *d*) mécanismes de nucléation des dislocations. *e*) structure des dislocations sous la surface indentée. *f*) topographie résiduelle expérimentale et numérique pour les deux échantillons. Les densités de dislocations initiales des deux échantillons sont 10^{11} m^{-2} (deux images supérieures) et $3 \times 10^{12} \text{ m}^{-2}$ (deux images inférieures).

Dans les domaines du nucléaire et de l'aéronautique, les modèles de plasticité cristalline (qui permettent de concilier fidélité de la description du matériau et temps de calcul acceptable) ont déjà été utilisés avec succès pour améliorer les prévisions des simulations de composants industriels. Dans le cas de l'aéronautique, l'étude d'une aube de turbine conduite par Cailletaud et al. (Cailletaud et al., 2003), composée d'un superalliage de nickel monocristallin, est un exemple. Le chargement thermomécanique complexe de l'aube rend difficile la détermination des zones critiques. Les calculs incluant la prise en compte du caractère monocristallin de la

microstructure dans le modèle matériau révèlent une localisation des contraintes autour de l'un des trous de refroidissement de l'aube de turbine. Dans le domaine nucléaire, nous citerons comme exemple les travaux de thèse de Guilhem (Guilhem, 2012). Ceux-ci portent sur l'étude des circuits de refroidissement d'une centrale nucléaire de type REP (Réacteur à Eau Pressurisée). À la suite d'un incident survenu dans la centrale de Civaux, le besoin de mieux prévoir la fatigue des matériaux s'est imposé. Cette étude porte sur l'initiation et la propagation des fissures sur un acier 316L polycristallin, soumis à un chargement thermomécanique cyclique. La prise en compte du caractère cristallin de la microstructure (au sein des grains), de l'influence des joints de grains ainsi que de la rugosité de surface ont permis de mieux comprendre l'origine de l'incident. Ces deux exemples issus de problématiques industrielles montrent que la prise en compte du caractère cristallin des métaux, dans les modélisations de composants industriels, permet d'améliorer leur caractère prédictif.

Les modèles de plasticité cristalline permettent de relier l'échelle d'observation macroscopique à celle des mécanismes de plasticité microscopiques considérés. Néanmoins, cet écart d'échelle entre les observations et les phénomènes rend très difficile l'estimation de certains paramètres matériau, comme ceux pilotant les interactions entre les systèmes de glissement.

La difficulté d'estimation de ces paramètres, mais aussi de comprendre les phénomènes multi-physiques et multi-échelles qu'ils décrivent, suscite un intérêt croissant de la communauté industrielle et scientifique, comme en témoigne la Figure I.3.

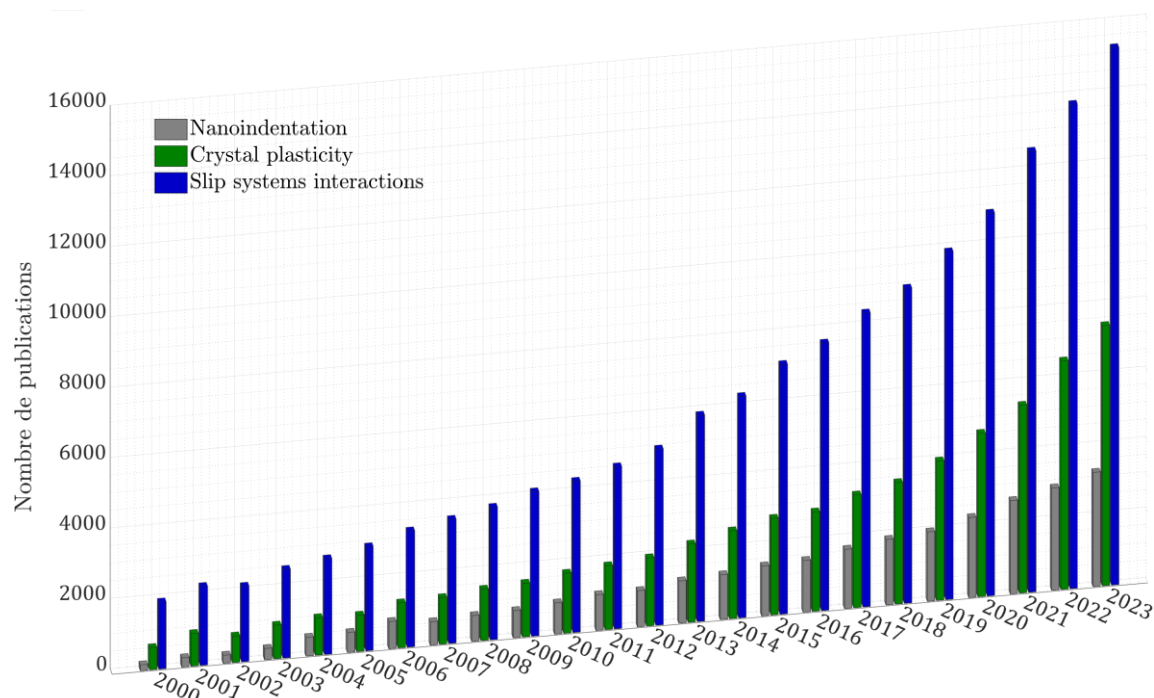


Figure I.3 : Évolution du nombre d'articles relatifs aux mots-clés « nanoindentation », « crystal plasticity » et « slip systems interactions » publiés depuis 2000 (source Science Direct).

Cette thèse vise à identifier 10 paramètres plastiques de la loi de plasticité cristalline de Méric-Cailletaud (Méric et al., 1991a) : 7 coefficients d'interaction entre les 12 systèmes de glissement d'un cristal CFC (Cubique à Faces Centrées), et 3 autres paramètres pilotant l'écroutissage du matériau. Les mesures et essais expérimentaux nécessaires à l'estimation de ces paramètres sont effectués sur un échantillon de nickel polycristallin.

Pour cette thèse, l'identification paramétrique sera effectuée en utilisant la méthode FEMU (Finite Element Model Updating). Nous ne sommes pas les premiers à nous atteler à cette tâche. Les premières estimations des coefficients d'interaction entre les systèmes de glissement, un peu avant les années 2000, étaient plutôt expérimentales. À partir d'essais de traction sur des monocristaux, par activations successives de deux systèmes de glissement, les auteurs estiment les coefficients d'interaction par le rapport entre des contraintes projetées de ces deux systèmes de glissement (Bassani and Wu, 1997; Franciosi et al., 1980; Méric et al., 1994a; Wu et al., 1997). Une décennie plus tard, c'est une estimation plus numérique qui a été tentée par Gérard et al. (Gérard et al., 2013), par recalage de modèle éléments finis de la courbe de traction d'un échantillon de cuivre polycristallin. La courbe contrainte-déformation est obtenue par transition d'échelles (Berveiller and Zaoui, 1978; Cailletaud and Pilvin, 1994). Les auteurs émettent néanmoins certains doutes, du fait de la faible sensibilité de la courbe de traction macroscopique à certains paramètres. Quelques années plus tard, Guery et al. (Guery et al., 2016) utilisent des mesures de champs de déplacements à la surface d'un échantillon polycristallin, plus proches du phénomène, afin d'identifier quelques coefficients d'interaction, également par recalage de modèle éléments finis. Ces deux études (Gérard et al., 2013; Guery et al., 2016) évaluent les coefficients d'interaction par comparaison de courbes de traction et champs de déplacement de la surface avec des réponses expérimentales. La difficulté principale pour ces études réside dans l'écart entre l'échelle du mécanisme et l'échelle de la mesure, peut-être trop grand pour identifier l'ensemble des coefficients d'interaction. D'autres études se basent sur la dynamique des dislocations pour évaluer ces coefficients. Les travaux de Devincre et al. (Devincre et al., 2006) ou Madec et al. (Madec et al., 2003) par exemple permettent d'estimer, au plus proche du phénomène physique modélisé, les coefficients d'interaction entre les systèmes de glissement. Néanmoins, ces coefficients d'interaction issus de simulations souffrent d'une absence de validation expérimentale.

L'essai de nanoindentation Berkovich est sélectionné pour atteindre l'objectif de cette thèse. Ce choix est guidé par les résultats de Renner et al. (Renner et al., 2016), qui montrent que cet essai active l'ensemble des systèmes de glissement. Cette activation de l'ensemble des systèmes de glissement est causée par un grand nombre de dislocations nucléées sous la pointe, qui lors de leurs déplacement et multiplication engendrent un grand nombre d'interactions, comme illustré aux Figure I.2 *e*) et *d*). La nanoindentation permet également de solliciter directement les grains et ne nécessite donc pas de transition d'échelles pour interpréter les résultats. Ces éléments font de la nanoindentation un essai très intéressant pour quantifier les interactions entre les systèmes de glissement.

Toutefois, l'identification de paramètres plastiques par nanoindentation en utilisant la méthode FEMU présente des difficultés, largement soulignées par la littérature. Le doute a été soulevé quant à la possibilité d'identifier ne serait-ce que deux paramètres plastiques à partir d'une courbe d'indentation dans les années 2000. Ainsi les travaux de Cheng et Cheng (Cheng and Cheng, 1999), illustrés aux Figure I.4 a) et b) montrent la non unicité de la solution : trois matériaux ayant des comportements en traction bien distincts peuvent posséder des courbes d'indentation très semblables. La richesse de l'information contenue dans la courbe d'indentation est donc largement remise en cause, même pour un modèle de comportement très simple comme celui utilisé dans l'étude (une loi d'écroutissement de type puissance).

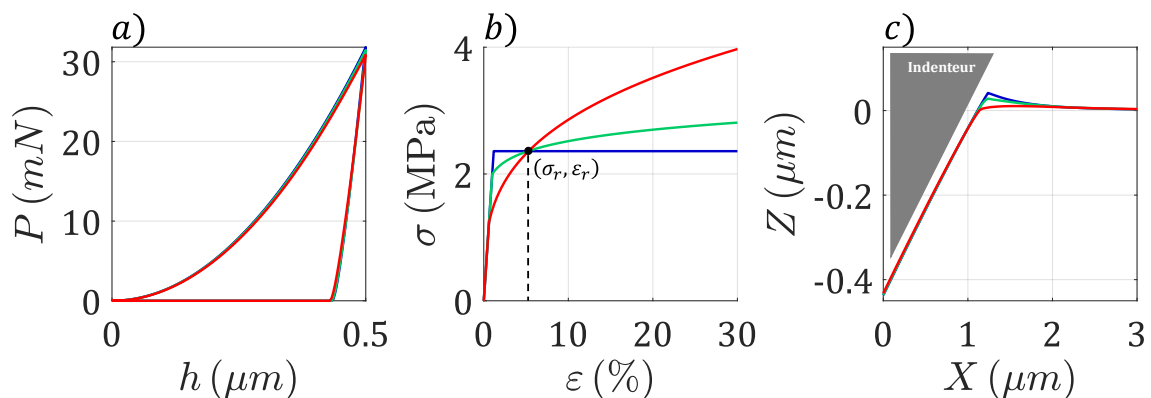


Figure I.4 : Illustration de la non-unicité de la solution du problème inverse d'identification de 2 paramètres plastiques $\{\theta\} = \{\sigma_y, n\}$, σ_y la limite élastique et n l'exposant d'une loi d'écroutissement de type puissance, à partir d'une courbe d'indentation conique par Cheng et al. (Cheng and Cheng, 1999). Les 3 matériaux possèdent le même comportement élastique ($E = 200$ GPa, $\nu = 0.3$). En bleu, un matériau parfaitement plastique $\theta_1 = \{2.36$ GPa, $0\}$, en vert un matériau avec un faible écroutissement $\theta_2 = \{2$ GPa, $0.1\}$ et en rouge un matériau avec un écroutissement élevé $\theta_3 = \{1.24$ GPa, $0.3\}$. En a) sont représentées les courbes d'indentation, en b) les courbes de traction qui se coupent en un point et en c) les profils des empreintes pour les trois matériaux.

Dans les années suivantes, plusieurs techniques ont permis de surmonter ces problèmes, comme la double indentation (Bucaille et al., 2003; Chollacoop et al., 2003; Heinrich et al., 2009; Le, 2011, 2008). Appliquée à la caractérisation d'une couche mince et de son substrat par Fauvel et al. (Fauvel et al., 2022), ils exploitent la complémentarité de courbes d'indentation issues de deux essais à différentes profondeurs d'indentation et géométries de pointes. L'analyse d'identifiabilité réalisée montre que la combinaison de deux courbes de nanoindentation peut permettre de bien poser le problème inverse.

L'identification visée par cette thèse des 10 paramètres plastiques de la loi de Méric-Cailletaud, effectuée par nanoindentation en utilisant la méthode FEMU, a nécessité d'intégrer la vérification du bon conditionnement du problème inverse. Ce conditionnement sera quantifié via un indice d'identifiabilité (Pac et al., 2014; Richard et al., 2013). Cet indice d'identifiabilité permet de guider la conception d'un modèle d'expérience pour poser a priori un problème inverse bien conditionné. Ce type d'approche est de plus en plus utilisé, voir par exemple l'étude de Gonçalves et al. (Gonçalves et al., 2024), qui présente une méthode pour la sélection de la meilleure géométrie d'éprouvettes d'essais de traction. La sélection des géométries optimales

est guidée par l'identifiabilité et l'hétérogénéité des champs de déformations. La sélection des données issues d'essais à utiliser est également fondamentale, comme le montrent Ma et al. (Z. S. Ma et al., 2012a). Ils reprennent les travaux entrepris par Cheng et Cheng (Cheng and Cheng, 1999), en apportant une réponse au problème qu'ils avaient posé. Comme illustré à la Figure I.4 c), ils montrent que les matériaux de Cheng et Cheng peuvent être distingués grâce au profil de l'empreinte.

L'étude de Ma et al. (Z. S. Ma et al., 2012a) fait écho avec celle de Chang et al. (Chang et al., 2010), révélant la richesse de l'information contenue dans l'empreinte de nanoindentation. Les travaux de Bolzon et al. (Bolzon et al., 2004) font partie des travaux pionniers quant à la mise en avant de l'intérêt des profils d'empreintes d'indentation pour l'identification de paramètres plastiques. Le modèle matériau utilisé est une loi de type d'Armstrong-Frederick à 3 paramètres plastiques. C'est la première étude, à notre connaissance, à faire de l'identification par méthode inverse de paramètres plastiques à partir de profils résiduels et de courbes d'indentation. Celle-ci montre également qu'utiliser le profil permet de mieux poser le problème inverse. Comme suggéré par la littérature (Bocciarelli et al., 2005; Bolzon et al., 2004; Cheng and Cheng, 1999; Z. S. Ma et al., 2012a), les empreintes issues des essais de nanoindentation sont ainsi incluses dans le processus d'identification paramétrique. Celles-ci ne sont pas directement disponibles à la suite d'un essai de nanoindentation. Il est nécessaire d'effectuer des mesures par microscopie à force atomique (AFM) de la surface pour en récupérer les topographies.

C'est en 2012 que la première identification de paramètres plastiques d'une loi de plasticité cristalline, en utilisant la méthode FEMU à partir de topographies expérimentales et des forces maximales issues d'essais de nanoindentation conique, est réalisée par Zambaldi et al. (Zambaldi et al., 2012). Le matériau étudié est un alliage à base de titane. Ils fixent les coefficients d'interaction à une valeur de 1 mais ne les identifient pas : cela correspond à la définition de Taylor (Taylor, 1938), considérant le durcissement identique pour tous les systèmes de glissement. Ils identifient six paramètres, les trois contraintes projetées critiques et celles des saturations pour les dislocations de types prismatique, basal et pyramidal.

Les travaux de Renner et al. (Renner, 2016; Renner et al., 2020, 2016) sont les fondations des travaux que je présente dans la suite du manuscrit. Renner et al. (Renner et al., 2016) montrent que la topographie est sensible aux coefficients d'interaction. La richesse de l'information contenue dans l'empreinte de nanoindentation est discutée plus tôt dans les travaux des auteurs (Chang et al., 2010; Z. S. Ma et al., 2012a; Zambaldi et al., 2012) pour des géométries de pointes possédant une symétrie de révolution. Ceux de Renner et al. (Renner et al., 2020) ont permis de les confirmer via une étude d'identifiabilité réalisée sur des « matériaux virtuels », en utilisant une pointe de type Berkovich. Cette étude montre que l'identification des coefficients d'interaction entre les systèmes de glissement est envisageable, et confirme ainsi le choix de l'essai de nanoindentation Berkovich comme excellent candidat pour les quantifier.

Le sujet de cette thèse concerne la quantification simultanée de 10 paramètres plastiques, dont 7 coefficients d'interaction, basée sur des essais de nanoindentation

modélisés dans le cadre de la mécanique des milieux continus. À partir d'une base de données expérimentales, constituée de courbes d'indentation et de topographies d'empreintes Berkovich, un design numérique de l'expérience optimale sera établi, guidé par l'identifiabilité. Il consiste à sélectionner les données expérimentales les plus pertinentes à utiliser pour l'identification. Une estimation des 10 paramètres plastiques, dont les 7 coefficients d'interaction, sera effectuée en utilisant la méthode FEMU.

Pour atteindre cet objectif, nous introduirons tout d'abord dans le premier chapitre les mécanismes de plasticité du matériau de l'étude, le nickel. Les 7 coefficients d'interactions entre les systèmes de glissement pris en compte (Franciosi et al., 1980; Madec and Kubin, 2017), la convention adoptée (Schmid and Boas, 1968). Nous présenterons dans ce chapitre la loi de comportement monocristalline utilisée, inspirée de celle de Méric-Cailletaud (Méric et al., 1991a). Un total de 10 paramètres plastiques pilote l'écroissage de cette loi de comportement monocristalline, que cette thèse vise à quantifier.

Dans le deuxième chapitre la base de données expérimentales est construite à partir d'essais effectués sur un échantillon polycristallin de nickel. Elle est construite à partir de données obtenues à partir de deux essais (nanoindentation Berkovich et traction) et de deux techniques de mesures expérimentales (diffraction d'électrons rétrodiffusés EBSD, microscope à force atomique AFM). Concernant l'essai de nanoindentation, une zone dans l'échantillon a été choisie pour y effectuer les indents et a été imagée par diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD). Les essais de nanoindentation sont réalisés par la suite dans les différents grains. Ces grains sont sélectionnés pour couvrir au maximum la plage d'orientations du secteur fondamental du cristal. Finalement des mesures de la topographie (AFM) autour des empreintes résiduelles des différents indents ont été réalisées.

Dans le troisième chapitre est présentée la méthodologie établie et appliquée pour déterminer les coefficients d'interaction entre les systèmes de glissement. Les outils de quantification du caractère bien posé du problème inverse seront introduits dans ce chapitre, en particulier l'indice d'identifiabilité a priori (pour guider la conception de l'expérience optimale) et a posteriori (pour vérifier la stabilité de la solution FEMU vis-à-vis des erreurs de mesures). La modélisation de l'essai de nanoindentation dans le cadre de la mécanique des milieux continus sera finalement décrite. L'élaboration des points de départ, dont une partie des paramètres est issue de la littérature, et une autre partie des paramètres est identifiée à partir d'un essai de traction en utilisant la méthode FEMU, sera présentée.

Dans le dernier chapitre est présentée le design numérique de l'expérience optimale à partir de la base de données expérimentales, d'après une exploration complète de celle-ci. Cette expérience optimale sera par la suite utilisée pour identifier par la méthode FEMU les coefficients d'interaction entre les systèmes de glissement. Un jeu de coefficients d'interaction sera finalement proposé à la fin de ce chapitre.

Chapitre 1

Plasticité cristalline du nickel

Sont introduits dans ce chapitre les mécanismes irréversibles de déformation considérés dans le modèle de comportement à l'échelle du cristal CFC de l'échantillon de nickel étudié. Lorsque l'échantillon est déformé au-delà de sa limite élastique (irréversiblement), des défauts se forment, se déplacent et s'accumulent dans l'échantillon, venant s'ajouter à ceux initialement présents. Cette création et accumulation de défauts est un mécanisme clé dans la plastification subie par les matériaux métalliques comme le nickel.

Sommaire

1.1. Avant-propos.....	10
1.2. Mécanismes de la plasticité	11
1.2.1. Défauts cristallins et écrouissage.....	11
1.2.2. Interprétation géométrique des défauts linéiques.....	14
1.2.3. Systèmes de glissement du nickel.....	16
1.2.4. Interactions entre systèmes de glissement	23
1.3. Loi monocristalline de Méric-Cailletaud.....	29
1.3.1. Formulation en petites perturbations.....	30
1.3.1.1. Lois d'état.....	30
1.3.1.2. Direction d'écoulement.....	32
1.3.1.3. Intensité de l'écoulement.....	33
1.3.1.4. Bilan de l'équilibre matériel en petites perturbations.....	34
1.3.2. Formulation en transformations finies	35
1.3.2.1. Formalisme en transformations finies.....	36
1.3.2.2. Loi d'état.....	39
1.3.2.3. Direction d'écoulement.....	40
1.3.2.4. Intensité d'écoulement.....	41
1.3.2.5. Bilan de l'équilibre matériel en transformations finies.....	41
1.3.3. Paramètres de la loi de comportement	42
1.3.3.1. Elasticité.....	42
1.3.3.2. Viscosité.....	43
1.3.3.3. Ecrouissage.....	44
1.3.3.4. Matrice d'interaction.....	45
1.3.4. Comparaison des hypothèses de description de la loi.....	47
1.4. Conclusions	48

1.1. Avant-propos

L'explication des mécanismes de plasticité des métaux et alliages trouve son origine au début du XX^{ème} siècle, d'après les travaux du mathématicien Vito Volterra en 1907 (Volterra, 1907). Ces travaux portent sur l'étude de l'équilibre des corps élastiques. Il montre qu'un corps élastique peut conserver la déformation, et ce même à l'état d'équilibre. Il obtient ces états d'équilibre en intégrant dans le matériau ce qu'il appelle alors des distorsions. Celles-ci seront observées pour la première fois 50 ans plus tard par Hirsch et al. (Hirsch et al., 1956).

Par la suite Taylor (Taylor, 1934a, 1934b) introduit les premiers éléments de la modélisation du comportement plastique. Ces travaux se concentrent notamment sur l'étude des lignes qui apparaissent lors de la déformation plastique des monocristaux. Il observe que ces lignes sont orientées de manière particulière. Il postule alors que la déformation s'initie dans des plans spécifiques, prévisibles à partir de la connaissance de la microstructure. Il fait le lien entre ces travaux et ceux de Volterra, et donne un nom aux distorsions introduites à l'origine par Volterra : les dislocations. En parallèle, Schmid et Boas (Schmid and Boas, 1968) initient les premiers modèles permettant la description du glissement et du maclage à partir de relations géométriques basées sur la microstructure. Ils font notamment le lien entre la contrainte de Cauchy et celles intervenant dans les plans spécifiques définis par la microstructure.

Ces pionniers vont assembler les premières briques de la description de la plastification des métaux et alliages. De nos jours, ces briques font encore partie intégrante de beaucoup de modèles décrivant l'écoulement plastique. Mais à l'époque, des problèmes théoriques freinent l'élaboration de modèle permettant de définir des mécanismes de déformations multiples indépendants. Ainsi deux décennies plus tard, après des travaux comme ceux de Koiter (Koiter, 1960), Mandel (Mandel 1965) généralise les mécanismes d'écoulements par glissements non indépendants, levant un premier verrou. L'existence d'un potentiel plastique est ensuite définie quelques années plus tard par Rice (Rice, 1970), et sera étendue au cas de la viscoplasticité par Zarka (Zarka, 1972). Ce potentiel plastique multiple en viscoplasticité décrit le glissement progressif de défauts qui se trouvent dans le cristal, les principaux défauts étant les dislocations.

Les premiers modèles voient le jour peu après les années 1980, avec des modèles comme celui de Peirce et al. (Peirce et al., 1983, 1982). Il existe aujourd'hui un grand nombre de modèles qui décrivent différents phénomènes liés à la plastification des métaux et alliages à l'échelle du cristal. Un bon nombre sont recensés dans un article de synthèse de Roters et al. (Roters et al., 2010).

Dans la partie 1.2 seront introduits les mécanismes de plasticité considérés dans la modélisation du comportement plastique du nickel. La loi de comportement (Méric et al., 1991a) utilisée pour ces travaux de thèse sera introduite dans la partie 1.3, en petites perturbations, puis en transformations finies. Cette loi de comportement voit le jour dix ans après les premiers modèles de plasticité cristalline.

1.2. Mécanismes de la plasticité

La plasticité est une propriété intrinsèque aux matériaux étudiés. Les conséquences de la plasticité peuvent être observées de l'échelle atomique à l'échelle macroscopique. Les matériaux peuvent être distingués en deux catégories générales : les matériaux cristallins et amorphes. La première catégorie de matériaux est caractérisée par un arrangement atomique périodique. La plupart des métaux, comme le nickel, sont inclus dans cette catégorie. L'arrangement cristallin particulier des atomes est au cœur de la description du comportement élastique comme plastique. Cette section décrit les différents mécanismes de plasticité résultant de l'arrangement particulier des matériaux cristallins.

1.2.1. Défauts cristallins et écrouissage

Les défauts sont présents naturellement dans les matériaux cristallins. Trois familles de défauts distinguent une structure cristalline idéale d'une structure réelle : les défauts ponctuels, surfaciques et linéiques.

Les défauts ponctuels distordent localement la structure cristallographique (Lemaitre et al., 2009). Plusieurs types de défauts ponctuels sont répertoriés comme illustré à la Figure 1.1 *a*). En fonction de leurs densités, ils peuvent exercer une influence plus ou moins prépondérante sur la déformation plastique.

Les défauts surfaciques et linéiques impactent la structure cristalline à une échelle supérieure. Un des défauts surfaciques les plus courants est le joint de grains. Idéalement, c'est une frontière 2D qui délimite deux grains. Un grain est un volume dans lequel les atomes sont orientés de manière similaire. Sont illustrés à la Figure 1.1 *b*) deux cristaux orientés différemment, délimités par une frontière en rouge pointillée représentant le joint de grains. Les défauts surfaciques sont naturellement présents dans le matériau et peuvent être également engendrés par des mécanismes de déformation en réponse à une sollicitation. Le changement de phase est un mécanisme de déformation qui induit des défauts de type surfacique dans le matériau. Le maclage est un autre mécanisme de déformation qui génère également des défauts surfaciques, qui sont caractérisés par une réorganisation symétrique du réseau cristallin de part et d'autre du plan dit de maclage.

Les défauts linéiques sont naturellement présents dans les métaux, mais ils sont aussi créés lors de l'écrouissage d'un matériau. Tout comme le maclage, qui est un mécanisme de déformation plastique des matériaux, ils permettent à la structure cristalline d'accommoder les déformations plastiques. Ces défauts linéiques, nommées dislocations, permettent une réorganisation des atomes au sein du réseau cristallin lorsque le matériau subit des déformations irréversibles. Une dislocation est caractérisée par un vecteur de Burgers \vec{b} et une direction de ligne $\vec{\xi}$. Une dislocation est illustrée à la Figure 1.1 *c*). On distingue les dislocations parfaites, qui ont un vecteur de Burgers qui correspond à un vecteur de la maille, des dislocations partielles. Les dislocations parfaites réorganisent la structure cristallographique par

distorsion en se propageant dans la matière, sans introduire de défaut dans celle-ci, contrairement aux dislocations partielles qui introduisent des défauts d'empilement.

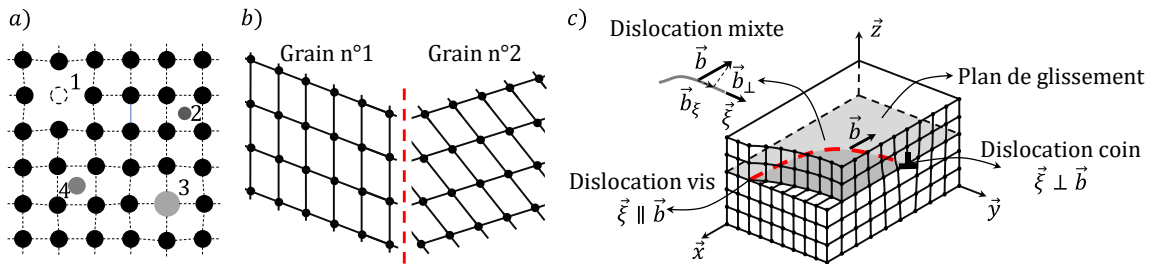


Figure 1.1 : Exemple de défauts cristallins. a) défauts ponctuels : 1-lacune, 2-atome étranger interstitiel, 3-atome étranger en substitution, 4- auto-interstitiel. b) défaut surfacique : joint de grains en pointillé rouge. c) défaut linéique : une dislocation (rouge pointillé). En gris foncé la zone en glissement dans le plan, et en gris clair la zone où il n'y a pas (encore) de glissement. Le vecteur de Burgers est noté \vec{b} , la direction de ligne est notée $\vec{\xi}$, les vecteurs \vec{b}_ξ et \vec{b}_\perp représentent la projection du vecteur de Burgers sur la direction de la ligne et la perpendiculaire à cette projection respectivement. Inspiré de (Hirth and Lothe, 1968; Hull and Bacon, 2011).

Les défauts linéiques et surfaciques peuvent être introduits dans la modélisation via trois mécanismes de déformations : le maillage, le changement de phase et la nucléation / multiplication de dislocations (mécanisme de Franck-Read). Dans le cas du nickel pur, celui-ci possède une seule phase et donc n'est pas sujet aux déformations par changement de phase. Concernant le maillage, il intervient généralement pour de grandes vitesses de déformation (Follansbee et al., 1984; Lemaitre et al., 2009), mais aussi pour des matériaux qui ont une faible énergie de faute d'empilement. Une étude menée par Werner et al. (Werner et al., 2023) montre que le nickel a une énergie de faute d'empilement très élevée ($133 \text{ mJ} \cdot \text{m}^{-2}$) par comparaison avec d'autres matériaux CFC. Werner et al. montrent que les énergies de faute d'empilement de l'argent, de l'or, du cuivre et de l'aluminium sont plus faibles que celle du nickel, jusqu'à 7 fois plus faible pour l'argent, et 3 fois plus faible pour le cuivre. On peut ainsi conclure que le maillage, dans le cas du nickel, n'est pas un mécanisme de déformation prépondérant à basse vitesse de déformation.

Ainsi, le mécanisme de déformation plastique dominant dans le nickel pur, sollicité à température ambiante et faible vitesse, est piloté par le mouvement de dislocations. Il y a deux catégories de mouvement : le glissement et la montée. La montée de dislocations est liée à la diffusion, induite notamment par la présence de défauts ponctuels. Comme les défauts ponctuels sont relativement peu présents dans le nickel pur, la montée de dislocations n'est pas un mécanisme pilotant le déplacement des dislocations, tout du moins à température ambiante. C'est ainsi le mouvement des dislocations au travers des plans de glissement qui va piloter le durcissement du nickel observé à l'échelle macroscopique : l'écrouissage. Une dislocation se déplace dans un plan qui contient sa direction de ligne $\vec{\xi}$ et son vecteur de Burgers \vec{b} illustré à la Figure 1.1 c). On voit apparaître dans cette figure le plan dans lequel se déplace la dislocation avec deux zones : une zone de non-glissement (gris clair) et une zone de glissement (gris foncé). Une dislocation est ainsi une frontière distinguant les atomes qui se sont déplacés de ceux qui ne se sont pas déplacés. La force liée au déplacement d'une dislocation a été introduite par Peach et Koehler (Peach and Koehler, 1950).

Cette force \vec{F}^{PK} par unité de longueur est perpendiculaire à la ligne de dislocation, mais n'est pas forcément contenue dans le plan sur lequel elle se déplace (Durocher, 2018; Hirth and Lothe, 1968; Madec, 2001):

$$\vec{F}^{PK} = (\vec{b} \cdot \bar{\sigma}) \wedge \vec{\xi}. \quad (1.1)$$

Ici $\bar{\sigma}$ est le tenseur des contraintes de Cauchy. L'écroissage trouve donc son origine dans la multiplication et le mouvement des dislocations lors de la déformation du matériau. Au cours d'une sollicitation, le mécanisme de Franck-Read pilote la multiplication des dislocations à partir d'un segment de dislocation unique ancré en deux points. Par la suite, une dislocation va interagir avec le réseau cristallin de plusieurs manières. Trois interactions sont prépondérantes dans le cas d'un matériau sollicité à des faibles vitesses de déformation et à température ambiante :

- l'interaction entre le réseau cristallin et les dislocations, définie par Peierls-Nabarro (Hirth and Lothe, 1968; Hull and Bacon, 2011), pilote la friction nécessaire au déplacement d'une dislocation. Une fois la contrainte locale supérieure à la friction, la dislocation entre en mouvement.
- l'interaction entre une dislocation en mouvement et les arbres de la forêt. Ces interactions sont définies par la rencontre entre une dislocation en mouvement dans un plan cristallin avec les dislocations qui percent ce plan. Elles sont responsables de l'écroissage latent.
- l'empilement des dislocations qui est défini par des dislocations contenues dans même plan de glissement et qui se déplace dans la même direction. Celles-ci se poussent entre elles.

Ainsi, pour entrer en mouvement, une dislocation doit tout d'abord passer outre la friction du réseau, le premier type d'interaction énuméré. Cette interaction exprime la force nécessaire au déplacement d'une dislocation au sein du réseau. Une fois la dislocation en mouvement, celle-ci peut également rencontrer d'autres dislocations qui n'appartiennent pas au plan dans lequel elle se déplace. Dans ce cas c'est le deuxième type d'interaction énuméré, responsable de l'écroissage latent, et les dislocations rencontrées sont dénommées « arbres de la forêt ». Lorsque les dislocations rencontrées appartiennent au même plan et se déplacent dans la même direction, on parle ici d'empilement de dislocations : les dislocations en mouvement se poussent entre elles. La multiplication des dislocations s'effectue par le mécanisme de Franck-Read. Ce mécanisme nécessite des points d'ancrage, qui peuvent se former lors de l'écroissage latent.

De manière générale, l'état d'écroissage du matériau est majoritairement relié à la densité de dislocations présentes en son sein. L'interprétation géométrique de ces dislocations va être introduite dans la partie suivante. C'est cette interprétation qui permet d'estimer une densité de dislocations. Cette densité est une information quantitative de l'état d'écroissage du matériau, et c'est aussi un paramètre utilisé dans les modélisations dites physiques (Kocks and Mecking, 2003).

1.2.2. Interprétation géométrique des défauts linéiques

En fonction de son état d'écrouissage et des traitements thermiques qu'il a subi, la longueur totale de toutes les dislocations contenues dans un 1 cm^3 de matière peut varier entre 10 km et 10^7 km (Lemaitre et al., 2009). On parle dans ce cas de densité de dislocations, généralement exprimées en m^{-2} . On distingue les dislocations géométriquement nécessaires (GND) des dislocations statistiquement stockées (SSD). Lors de la déformation plastique, les dislocations sont de deux types : celles qui contribuent directement à la déformation plastique et celles qui y contribuent indirectement. Les GND sont les dislocations qui contribuent directement à l'accommodation de la déformation plastique (Ashby, 1970; Nye, 1953). Ce sont les dislocations nécessaires à l'obtention d'une déformation plastique. Les SSD sont également créées lors de la sollicitation, mais restent au cœur du matériau et n'atteignent pas la surface de celui-ci. En indentation par exemple, les GND sont celles qui induisent la forme de l'empreinte et les SSD sont celles stockées sous la surface de l'empreinte.

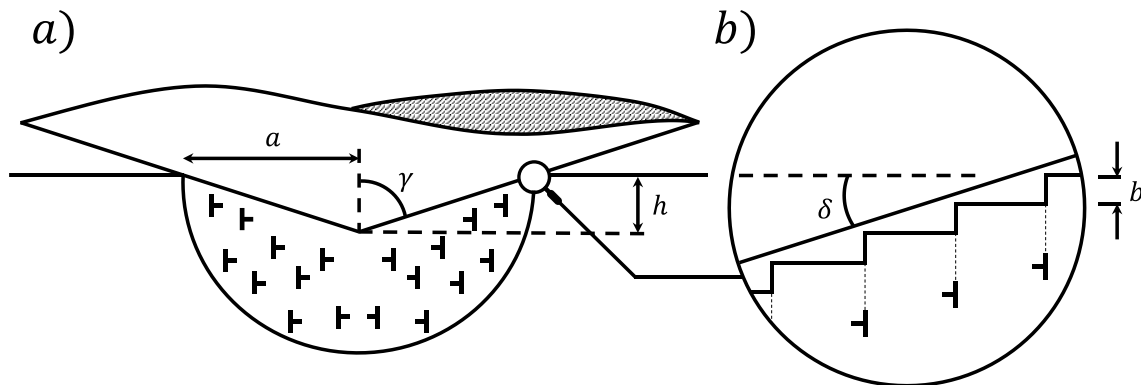


Figure 1.2 : Représentation des GND dans le cas d'une indentation conique par Nix et Gao (Nix and Gao, 1998). Ici γ est le demi-angle d'ouverture de l'indenteur, a le rayon de contact, h la profondeur d'indentation, b la norme du vecteur de Burgers et δ l'angle entre la surface du matériau indenté et la face latérale du cône.

Dans le cas de l'indentation conique, Nix et Gao (Nix and Gao, 1998) proposent une estimation simple de la densité des GND notée ρ_{GND} . Cette estimation est déterminée pour un indenteur de forme conique. Il est également pris pour hypothèse que les dislocations sont réparties dans un volume V hémisphérique sous l'indenteur. L'estimation est basée sur le demi-angle d'ouverture de l'indenteur γ , la profondeur d'indentation h et la norme du vecteur de Burgers b illustré à la Figure 1.2. Dans cette estimation, le vecteur de Burgers est supposé perpendiculaire à la surface indentée :

$$\rho_{GND} = \frac{\lambda}{V} = \frac{3h}{2ba^2}. \quad (1.2)$$

Ici λ est la longueur totale des dislocations présentes dans le volume V . La densité de dislocations ρ_{GND} calculée à l'équation (1.2) est celle qui permet au réseau de se déformer pour épouser la forme de l'indenteur par la création de boucles de dislocations. Ce modèle permet d'estimer à l'échelle submicrométrique la densité de dislocations.

Néanmoins ce modèle ne permet pas d'estimer correctement la densité de dislocations lorsque les indentations sont faites pour des profondeurs nanométriques (Huang et al., 2006; Voyiadjis and Yaghoobi, 2017). En effet, pour de faibles profondeurs d'indentation, le modèle de Nix et Gao surestime la densité de dislocations, comme montré par Varillas (Varillas, 2019). L'étude est menée sur un monocristal d'aluminium indenté dans la direction [111], l'indentation est modélisée par dynamique moléculaire. Dans ce cas le modèle de Nix et Gao surestime la densité de dislocations de deux ordres de grandeur. En effet ce modèle simplifié ne prend pas en compte l'arrondi de pointe de l'indenteur ou encore les interactions entre les systèmes de glissement, qui affectent grandement l'évolution de la densité de dislocations. Le modèle de Nix et Gao apporte néanmoins une première approximation de la densité de dislocations.

La courbure du réseau cristallin, introduite par Nye (Nye, 1953) est un autre outil de calcul d'une densité de dislocations. Nye exprime un tenseur des dislocations α qui traduit « l'état de dislocations » dans une région étudiée. C'est ensuite Kröner et Teodosiu (Kröner and Teodosiu, 1974) qui reprennent ces travaux en considérant l'influence des déformations élastiques qui viennent se soustraire à la courbure calculée par Nye. Cette méthode sera présentée plus en détail dans la partie 2.2.5.

Dans les modèles physiques, la description du seuil de déclenchement de l'écoulement plastique dépend explicitement de la densité de dislocations. Un des premiers modèles est celui de Taylor (Taylor, 1938) qui exprime la contrainte projetée τ en fonction de la densité de dislocation totale ρ_T :

$$\tau = \alpha \mu b \sqrt{\rho_T} = \alpha \mu b \sqrt{\rho_{GND} + \rho_{SSD}}. \quad (1.3)$$

Dans cette formule μ est le coefficient de cisaillement, b est la norme du vecteur de Burgers. La densité de dislocation totale ρ_T , est la somme des dislocations statistiquement stockées, notée ρ_{SSD} , avec celle des dislocations géométriquement nécessaires, notée ρ_{GND} . Le coefficient α est inférieur à l'unité. Dans le cas de l'étude menée par Tabourot et al. (Tabourot et al., 1997) α vaut 0,3. Pour le cuivre à température ambiante, les auteurs (Mecking and Kocks, 1981) ont trouvé deux valeurs pour ce coefficient qui sont 0,5 et 1 pour du cuivre. La première valeur correspond à la densité de dislocations mesurée par TEM et la seconde par etch-pit (attaque chimique).

Dans leur étude Tabourot et al. généralisent les travaux des auteurs Estrin et Mecking (Estrin and Mecking, 1984). Ils lient l'évolution de la densité de dislocations dans l'équation (1.3) avec celle du glissement noté $\dot{\gamma}^s$ afin de pouvoir simuler le comportement monocristallin. L'évolution de la densité de dislocations, notée $\dot{\rho}_T$, s'exprime par :

$$\dot{\rho}_T = \sum_{s=1}^N \dot{\rho}^s = \frac{1}{bK} \sum_{s=1}^N \left(\sqrt{\sum_r a^{sr} \rho^r} - 2y_c K \rho^s \right) |\dot{\gamma}^s|. \quad (1.4)$$

Ici s correspond au numéro du système de glissement, $\dot{\gamma}^s$ est la vitesse de déformation plastique en cisaillement du système considéré. La distance d'annihilation entre dislocations est nommée y_c et les coefficients d'interaction entre les systèmes de glissement sont contenus dans la matrice a . Le dernier paramètre de cette description de l'évolution de la densité de dislocations est K le nombre moyen d'obstacles franchis avant arrêt.

Les dislocations sont ainsi au cœur de la description de l'érouissage par des modèles physiques, pilotant directement la contrainte projetée sur chaque système de glissement. Dans les modèles semi-physiques, la description de l'érouissage est basée sur une projection du tenseur des contraintes sur les systèmes de glissement dans lesquels sont contenus les dislocations. Leur description va être introduite dans la prochaine partie.

1.2.3. Systèmes de glissement du nickel

Le nickel a une structure CFC, tout comme le cuivre ou l'or. Dans le cas d'un matériau CFC, la maille est un cube de longueur d'arrêtes a . Comme illustré aux Figure 1.3 a) et b), les atomes sont situés aux sommets de la maille cubique et aux centres des faces. Le rayon de covalence du nickel est $r = 0.124$ nm, qui est la moitié de la distance séparant deux centres atomiques. À partir du rayon de covalence, le paramètre de maille est calculé par $a = 2\sqrt{2}r$.

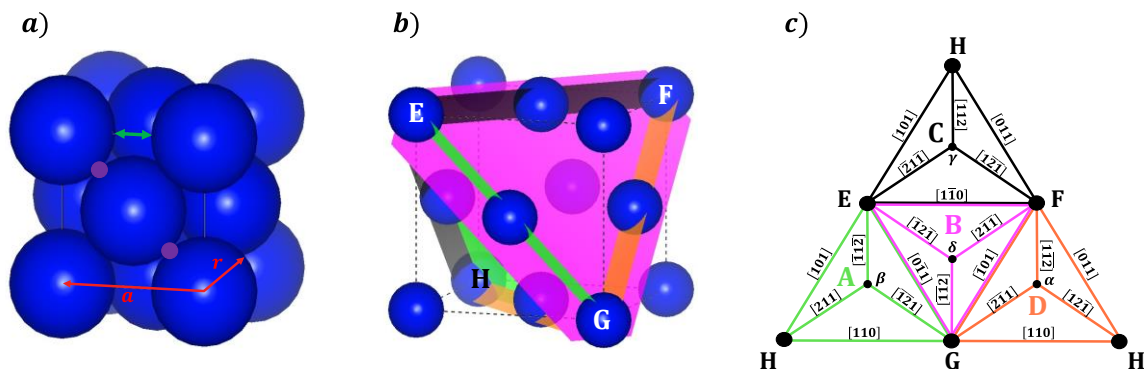


Figure 1.3 : Schémas d'un CFC a) maille compacte CFC du nickel. Ici le rayon de covalence $r = 0.124$ nm et le paramètre de maille $a = 0.351$ nm. En b) maille non compacte du nickel avec les plans de glissement primaires (denses). Les atomes aux intersections des plans de glissement sont notés E, F, G et H. La notation est ensuite reportée sur le schéma c) tétraèdre de Thompson (Thompson, 1953) avec les systèmes de glissement de la convention de Schmid et Boas (Schmid and Boas, 1968).

Comme pour toute maille, certains atomes sont **en contact** au sein de la maille, deux exemples sont représentés par des points violets sur la Figure 1.3 a). Les atomes en contact se trouvent le long d'une famille de directions de type $\langle 110 \rangle$. D'autres atomes sont **distants**, comme ceux dont la distance est représentée par une double flèche verte sur la Figure 1.3 a). Ces atomes distants se trouvent le long d'une famille de directions de type $\langle 100 \rangle$. Cet agencement particulier des atomes au sein de la maille engendre des directions préférentielles d'écoulement de la matière (Hirth and Lothe, 1968; Hull and Bacon, 2011). On peut voir sur la Figure 1.3 a) que les atomes qui se touchent forment 4 plans, appelés plans de glissements (plans denses). Ces 4 plans

denses sont représentés sur la Figure 1.3 b), et sont superposés à une maille non compacte avec différentes couleurs (A : $(\bar{1}11)$, B : (111) , C : $(11\bar{1})$ et D : $(1\bar{1}\bar{1})$). Les atomes aux intersections des plans sont notés E, F, G et H. Les intersections des différents plans au sein de la maille sont représentées dans le tétraèdre de Thompson (Hirth, 1961; Thompson, 1953). Ce tétraèdre formé par les différents plans de glissement (Figure 1.3 b)) est ensuite ouvert (Figure 1.3 c)), faisant apparaître l'ensemble des 12 directions de glissements possibles. Les dislocations dites parfaites relient les points {E, F, G, H} entre eux, tandis que les dislocations partielles relient les points {E, F, G, H} et $\{\alpha, \beta, \gamma, \delta\}$, comme illustré sur la Figure 1.3 c).

Plans de glissement \vec{n}^s	Directions de glissement \vec{l}^s	Systèmes de glissement s
(111)	$[0\bar{1}1]$	1 : B2
	$[\bar{1}01]$	2 : B4
	$[1\bar{1}0]$	3 : B5
$(11\bar{1})$	$[011]$	4 : C1
	$[101]$	5 : C3
	$[1\bar{1}0]$	6 : C5
$(\bar{1}11)$	$[01\bar{1}]$	7 : A2
	$[101]$	8 : A3
	$[110]$	9 : A6
$(1\bar{1}\bar{1})$	$[011]$	10 : D1
	$[\bar{1}01]$	11 : D4
	$[110]$	12 : D6

Tableau 1.1 : Liste des systèmes de glissement. Les couleurs correspondent à celles des Figure 1.3 b) et c). La dénomination alphanumérique est celle de Schmid et Boas (Schmid and Boas, 1968).

Les dislocations les plus probables d'être activées par sollicitation mécanique sont celles qui demandent le moins d'énergie à leur création et/ou leurs déplacements. L'énergie d'une dislocation est proportionnelle au carré du vecteur de Burgers. Pour cette raison les dislocations parfaites de type $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ sont plus favorablement activées que les dislocations parfaites de type $\langle 100 \rangle$, car deux fois moins coûteuses énergétiquement (Hull and Bacon, 2011). Les dislocations parfaites de type $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ peuvent être dissociées en deux dislocations partielles de Shockley $\frac{1}{6}\langle 112 \rangle$. Cette dissociation en deux dislocations partielles peut apparaître car elle est moins

couteuse en énergie (3 fois moins) qu'une dislocation parfaite. La dissociation d'une dislocation parfaite en dislocation partielle dépend de l'énergie de faute d'empilement du matériau. Dans le cas d'un matériau à haute énergie de faute d'empilement, la dissociation d'une dislocation est moins favorable énergétiquement que pour un matériau à faible énergie de faute d'empilement (Hirth and Lothe, 1968; Hull and Bacon, 2011; Varillas, 2019).

Dans notre étude nous retiendrons ainsi que la déformation plastique est pilotée uniquement par des dislocations parfaites qui se déplacent dans des plans et directions denses de la maille du cristal. Dans le cas d'un cristal de type CFC, la famille de plans de type $\{111\}$ contient les dislocations, et celles-ci se déplacent dans les directions de la famille $\langle 110 \rangle$. On parle ainsi de famille de systèmes de glissement de type $\{111\}\langle 110 \rangle$ pour une maille de type CFC. Au cours de leurs déplacements, ces dislocations vont interagir avec le réseau cristallin. Plus particulièrement deux aspects de l'interaction réseau cristallin/dislocation sont retenus : la force nécessaire au déplacement de la dislocation dans son plan de glissement ainsi que l'interaction entre la dislocation en mouvement et les « arbres de la forêt ».

La famille de plans $\{111\}$ contient 4 plans de glissement indépendants (non parallèles), contenant chacun 3 directions de glissement non colinéaires de type $\langle 110 \rangle$. On obtient ainsi un total de 12 systèmes de glissement pour un matériau CFC. Ils sont illustrés aux Figure 1.3 b) et c). Les systèmes de glissement selon la convention de Schmid et Boas (Schmid and Boas, 1968) sont listés dans le Tableau 1.1. Afin de prendre en compte les systèmes de glissement dans la modélisation, le tenseur de Schmid $\bar{\bar{N}}^s$ est utilisé. Celui-ci permet de projeter le tenseur des contraintes $\bar{\sigma}$ sur les différents systèmes de glissement du cristal en une contrainte projetée τ^s :

$$\tau^s = \bar{\sigma} : (\vec{l}^s \otimes \vec{n}^s) = \bar{\sigma} : \bar{\bar{N}}^s \quad (1.5)$$

Le tenseur de Schmid est construit à partir des directions de glissement \vec{l}^s et des normales aux plans de glissement \vec{n}^s des différents systèmes de glissement s du cristal. Pour les petites perturbations, la partie symétrique du tenseur de Schmid (noté $\bar{\bar{m}}^s = (\bar{\bar{N}}^s)^{sym}$) est utilisée, alors que pour les transformations finies c'est le tenseur asymétrique $\bar{\bar{N}}^s$ qui est utilisé (Han, 2012; Helfer et al., 2020; Roters et al., 2019). Cette distinction est faite car en transformations finies le tenseur projeté est asymétrique, alors qu'en petites perturbations c'est le tenseur des contraintes $\bar{\sigma}$ qui est projeté, qui lui est symétrique. La projection du tenseur des contraintes en fonction de l'axe de sollicitation est illustrée sur la Figure 1.4. La contrainte projetée τ^s , définie pour chaque système de glissement, va piloter le déclenchement du glissement des dislocations par comparaison à la contrainte critique τ_0 . Ainsi τ_0 est analogue à la force de Peierls-Nabarro pilotant le déclenchement du glissement des dislocations dans les différents systèmes de glissement.

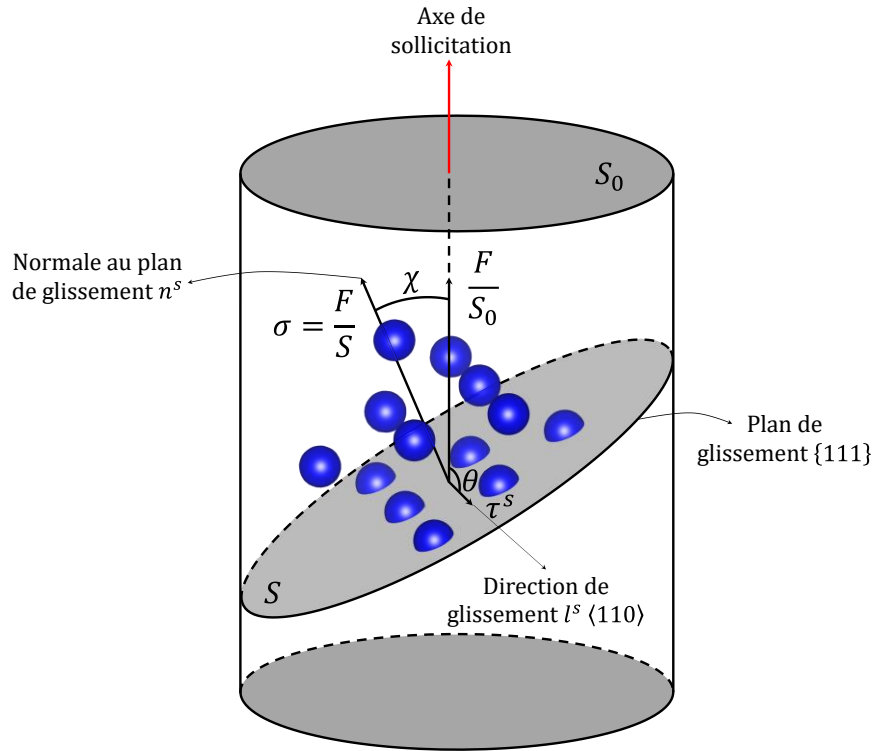


Figure 1.4 : Illustration de la loi de Schmid pour un cristal CFC soumis à une sollicitation axiale.

Le facteur de Schmid f_{Schmid}^s pour chaque système de glissement s , dans le cas d'une traction uniaxiale appliquée dans la direction \vec{t} , est défini par l'équation :

$$f_{Schmid}^s = \frac{\tau^s}{\sigma} = (\vec{n}^s \cdot \vec{t})(\vec{l}^s \cdot \vec{t}). \quad (1.6)$$

Ici σ est la contrainte uniaxiale dans la direction de l'essai de traction. Par variation du vecteur \vec{t} dans toutes les directions de l'espace, il est possible de faire apparaître des directions de sollicitations qui vont induire des activations préférentielles de certains systèmes. De telles projections apparaissent dans la littérature comme dans les travaux de (Franciosi et al., 1980; Han, 2012; Havner, 2008). Ils utilisent ces projections pour choisir des directions de traction qui favorisent le déclenchement de certains systèmes de glissement. On parle dans ce cas de glissement simple.

Ces systèmes de glissement préférentiellement activés sont illustrés graphiquement sur la Figure 1.5 au travers de différentes projections stéréographiques dans la direction $[100]$. La projection stéréographique au centre de la Figure 1.5 illustre la valeur maximale de la valeur absolue du facteur de Schmid $|f_{Schmid}^s|$ pour l'ensemble des systèmes de glissement. Les autres projections stéréographiques représentent la valeur absolue du facteur de Schmid $|f_{Schmid}^s|$ pour chaque système de glissement. On utilise ici la valeur absolue pour ne pas faire la distinction entre le système $B4$ et le système de glissement avec une direction opposée $B\bar{4}$. Sur la figure centrale les systèmes de glissement définis actifs dans ces directions de sollicitations en traction sont également reportés (Franciosi et al., 1980; Han, 2012; Havner, 2008). Le système de glissement possédant le facteur de Schmid le plus élevé pour une orientation donnée est le plus susceptible d'être activé lors d'une sollicitation en traction dans cette direction.

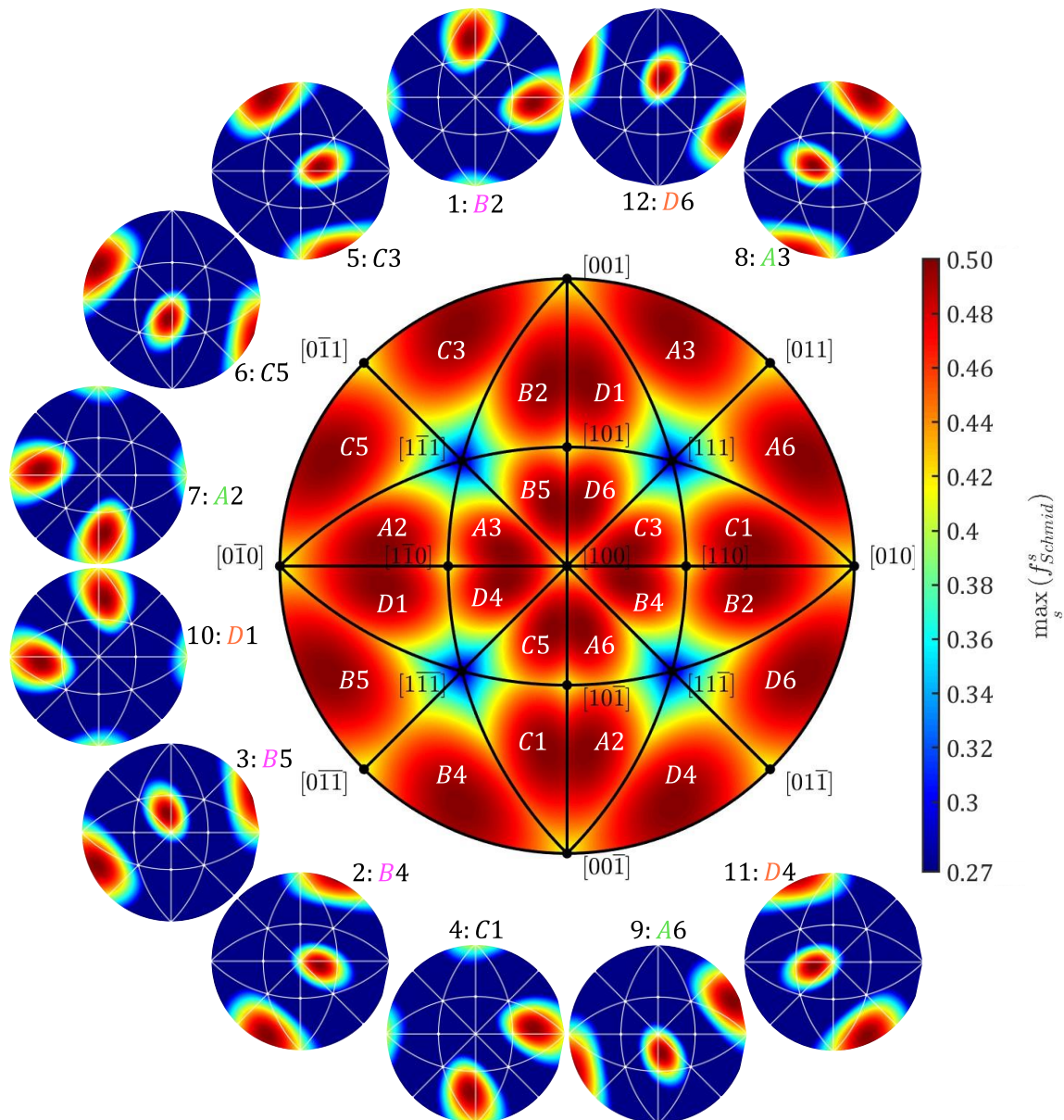


Figure 1.5 : Projections stéréographiques centrées en $[100]$ du facteur de Schmid dans le cas d'une traction uniaxiale. Au centre la projection de la valeur maximale des facteurs de Schmid de l'ensemble des systèmes de glissement. Les systèmes de glissement uniquement supposés actifs sont représentés pour chaque section de la projection. Autour est représentée la projection de la valeur absolue du facteur de Schmid $|f_{Schmid}^s|$ pour chaque système de glissement, la numérotation des systèmes correspond au Tableau 1.1. Le même code couleur est appliqué à l'ensemble des projections.

On observe ainsi que les systèmes de glissement définis actifs dans les différentes portions de la projection stéréographique sont ceux qui sont principalement actifs, mais ne sont pas les seuls systèmes de glissement actifs. L'hypothèse d'un seul système de glissement actif est particulièrement vraie au centre de ces portions de la projection stéréographique. Les directions de sollicitations en traction qui sont orientées selon les axes de symétrie du cristal activent plusieurs systèmes de glissement. Par exemple, pour la ligne reliant la direction $[100]$ à la direction $[111]$, les systèmes $D6$ et $C3$ sont principalement actifs. On parle dans ce cas de glissement multiple. La famille de direction $\langle 100 \rangle$ de sollicitations déclenche un maximum de 8 systèmes de glissement qui sont $A3, B5, D6, C3, B4, A6, C5$ et $D4$. De manière analogue,

la famille $\langle 111 \rangle$ active 6 systèmes de glissement et la famille $\langle 110 \rangle$ active 4 systèmes de glissement. Il est également aisé de voir sur cette figure que l'activation d'un unique système de glissement est difficile, même pour un essai simple comme la traction uniaxiale. Il faut donc bien sélectionner l'orientation cristallographique pour être sûr d'avoir le facteur de Schmid du système de glissement que l'on souhaite activer très grand devant tous les autres.

Pour ces travaux nous allons utiliser des essais d'indentation, qui sollicitent de manière multiaxiale le matériau. Le facteur de Schmid en indentation S_{ind} a été introduit par Li et al. (Li et al., 2011) :

$$S_{ind} = \frac{\max \tau^s}{p_0}. \quad (1.7)$$

Ici τ^s représente la contrainte projetée obtenue (numériquement) pour chaque système de glissement. La pression p_0 est la pression de contact maximale dans l'aire de contact projetée. Elle est calculée analytiquement, à partir de la solution du contact entre deux solides élastiques de Hertz, exprimée en fonction de la force appliquée par l'indenteur.

Dans leurs travaux Zhang et al. (Zhang et al., 2017) ont reporté les valeurs maximales des facteurs de Schmid en indentation sphérique sur une figure des pôles inverses. Ils ont considéré le cas où l'élasticité est isotrope et anisotrope associés avec un comportement monocristallin du nickel. Les représentations du facteur de Schmid maximal en indentation sont reportées dans les Figure 1.6 a) et c) au côté de la représentation du facteur de Schmid en traction uniaxiale (Figure 1.6 b)). La représentation à la Figure 1.6 b) est obtenue à partir de l'équation (1.6) et est représentée par une grille de 500×500 points discrétisant la figure inverse des pôles. La Figure 1.6 a) illustre le facteur de Schmid en indentation sphérique pour le nickel monocristallin avec un comportement élastique isotrope en fonction de l'orientation cristallographique. On remarque que l'amplitude de variation du facteur de Schmid en fonction de l'orientation est réduite en indentation sphérique : entre les Figure 1.6 a) et b), l'ensemble des valeurs maximales du facteur de Schmid diminuent de plus de 0.1. Sur la Figure 1.6 c), dans le cas où le comportement élastique du nickel est anisotrope, on observe de nouveau une diminution de l'amplitude des valeurs du facteur de Schmid maximal. En indentation sphérique, la multiaxialité de l'essai couplée à l'anisotropie du matériau fait baisser l'amplitude de variation du facteur de Schmid maximal ainsi que ses valeurs en fonction de l'orientation. Il suit globalement la même variation avec l'orientation cristallographique pour un essai de traction et d'indentation. L'orientation possédant le facteur de Schmid maximal en traction à la Figure 1.6 b) semble rester la même en indentation aux Figure 1.6 a) et c).

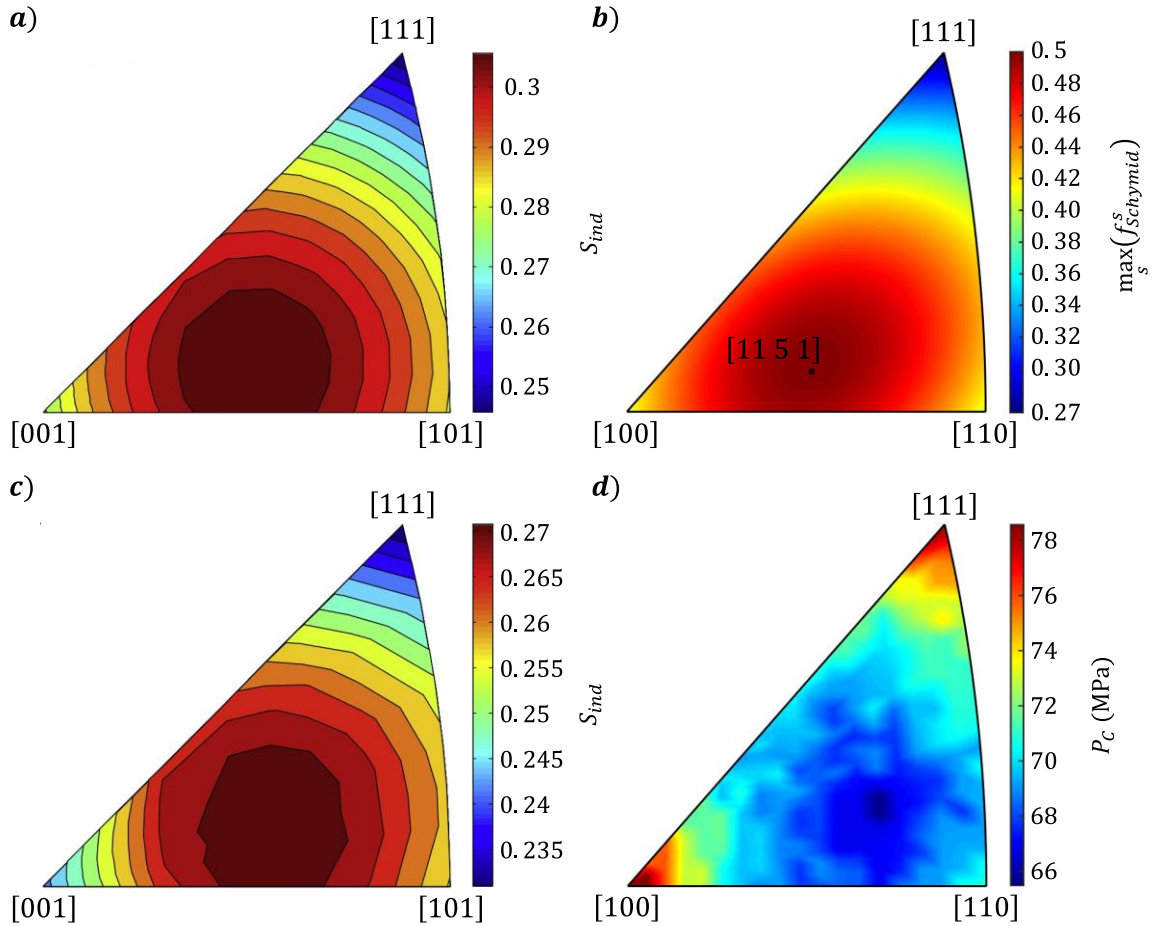


Figure 1.6 : Comparaison de facteurs de Schmid reportés dans des figures des pôles inverses. *a*) facteur de Schmid en indentation du nickel monocristallin (élasticité isotrope, $\nu = 0.3$) (Zhang et al., 2017). *b*) facteur de Schmid maximal du nickel monocristallin en traction uniaxiale avec élasticité anisotrope, l'orientation pour la valeur maximale est reportée en *c*) facteur de Schmid en indentation du nickel monocristallin avec élasticité anisotrope (Zhang et al., 2017). *d*) Pression de contact P_c au déclenchement de la plasticité.

De manière analogue, la pression de contact P_c au déclenchement de la plasticité est reportée à la Figure 1.6 *d*) dans une figure des pôles inverses. Pour cette dernière, chaque point de la figure des pôles inverses est obtenu par comparaison de deux essais d'indentation : un essai d'indentation élastique anisotrope et un essai d'indentation avec le comportement monocristallin du nickel (pour chaque orientation cristallographique investiguée, pour un total de 208 indentations). Lorsque la différence de la courbe force en fonction du déplacement des deux essais simulés (élastique et inélastique) pour une orientation est non nulle, la valeur de la force indentée à laquelle les courbes diffèrent P_* est reportée. La pression de contact P_c est calculée puis reportée sur la figure des pôles inverses. Celle-ci s'exprime par :

$$P_c = \frac{P_*}{A_c}, \quad (1.8)$$

avec A_c l'aire de contact. Pour de faibles charges, l'aire de contact est considérée très proche de l'aire projetée. Une comparaison sera apportée entre la pression de contact au déclenchement de la plasticité et la limite élastique en traction à la partie

1.3.3.3. Il sera également abordé dans la partie 2.3.5.1 l'anisotropie élastique obtenue expérimentalement par indentation.

Un essai de traction permet de faire du glissement simple, au centre des triangles de symétrie du cristal, et du glissement multiple sur les axes de symétrie du cristal. Jusqu'à huit systèmes de glissement peuvent être sollicités simultanément par un essai de traction. L'essai d'indentation sollicite de manière multiaxiale la matière, ce qui a pour effet de réduire l'anisotropie apparente du matériau en sollicitant une multitude de systèmes de glissement. La variation du facteur de Schmid en fonction de l'orientation en indentation est similaire à celle observée en traction. En revanche l'amplitude de variation est largement diminuée. Du fait de la multiaxialité, l'ensemble des systèmes de glissement sont sollicités en indentation (Renner et al., 2016), offrant ainsi une réponse potentiellement très riche en information sur les systèmes de glissement du cristal. Encore faut-il pouvoir exploiter et interpréter cette potentielle richesse de l'information.

L'activation de l'ensemble des systèmes de glissement entraîne aussi bien la multiplication de dislocations que le glissement de dislocations préexistantes au sein du matériau (Chang et al., 2010; Varillas, 2019). Comme introduit dans la partie 1.2.1, les dislocations interagissent avec le réseau cristallin, et plus particulièrement celles-ci vont interagir entre elles. Ce mécanisme est critique afin d'avoir une description fidèle de l'érouissage de la matière depuis l'échelle microscopique jusqu'à l'échelle macroscopique. La partie suivante introduit ces interactions et la façon dont celles-ci sont prises en compte dans les modèles de mécanique des milieux continus qui permettront ensuite de simuler les essais d'indentation.

1.2.4. Interactions entre systèmes de glissement

Le durcissement à l'échelle microscopique est anisotrope (Bassani and Wu, 1997; Franciosi, 1985; Wu et al., 1997). Cette anisotropie trouve son origine dans le durcissement dit latent. Pour le démontrer, ces auteurs sollicitent un système de glissement sur un premier échantillon avec un essai de traction. À partir de cet échantillon, un deuxième est redécoupé, orienté cette fois-ci de manière à venir solliciter un second système de glissement qui est sécant au premier activé. Ils mesurent ainsi le pouvoir durcissant associé à l'interaction de deux systèmes de glissement comme le rapport en deux contraintes projetées (Franciosi et al., 1980). La contrainte projetée du second système τ^r divisée par la contrainte projetée du système initialement sollicité τ^s donne le ratio d'érouissage latent :

$$h^{sr} = \frac{\tau^r}{\tau^s}. \quad (1.9)$$

Ce ratio est calculé pour l'ensemble des systèmes de glissement et mis sous la forme d'une matrice : la matrice des coefficients d'interaction entre les systèmes de glissement h . Les indices de la matrice sont nommés s et r : l'indice s pour décrire le système que l'on considère, et l'indice r pour le système avec lequel le système s interagit. Ces coefficients d'interaction dépendent directement des relations

géométriques entre les systèmes de glissement considérés, eux-mêmes dépendant de la structure cristallographique du matériau. L'ensemble des coefficients de la matrice ne sont donc pas indépendants et doivent être définis à partir des relations entre les plans de glissement de la maille considérée.

Un exemple d'interaction entre deux systèmes de glissement est illustré sur la Figure 1.7. Deux mailles CFC sont représentées, et dans chacune d'entre elles sont représentés le plan d'un système de glissement, sa normale et sa direction de glissement. La maille de droite correspond au système de glissement $B4$, qui est le deuxième système de glissement de la liste des systèmes répertoriés dans le Tableau 1.1 ($s = 2$). Dans cette illustration, le système s_2 interagit avec le système r_5 , qui correspond au système de glissement $C3$. Les normales aux plans \vec{n}^5 et \vec{n}^2 sont différentes, les directions de glissement possèdent la particularité d'être perpendiculaires : $\vec{l}^5 \cdot \vec{l}^2 = 0$. Ces deux caractéristiques géométriques définissent le verrou de Hirth. Une liste des caractéristiques géométriques entre les normales aux plans et directions de glissement des différents systèmes est présentée dans le Tableau 1.2.

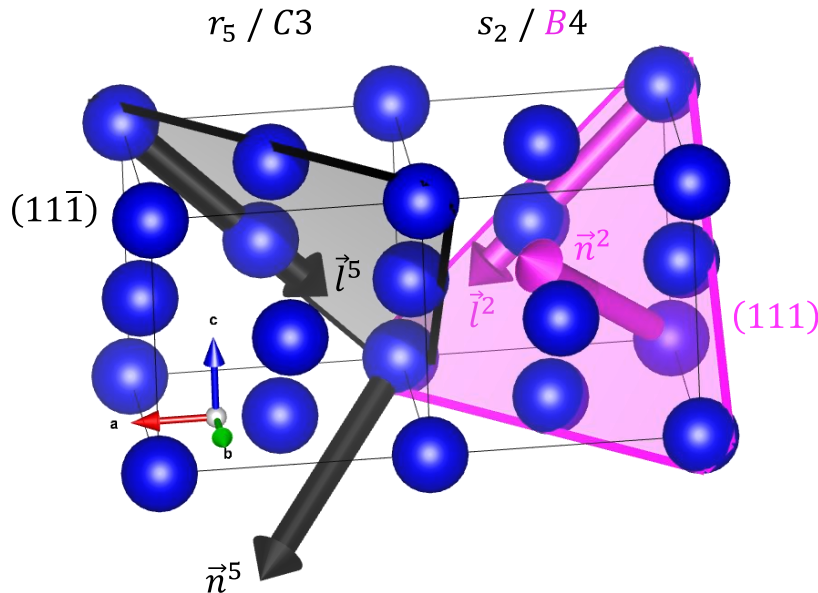


Figure 1.7 : Illustration du verrou de Hirth : représentation des plans, normales et directions des deux systèmes de glissement qui interagissent ($B4/C3$) avec le repère des mailles du schéma.

La dénomination des coefficients de la matrice d'interaction en fonction de la relation géométrique entre des normales et directions de glissement a déjà été définie dans la littérature (Bassani and Wu, 1997; Franciosi and Zaoui, 1982; Havner, 2008; Renner et al., 2016). Ces interactions peuvent être distinguées en deux grandes catégories : l'auto-écrouissage (h_1) et les écrouissages latents ($h_{i=\{2,\dots,7\}}$).

L'auto-écrouissage (h_1) correspond aux interactions entre des dislocations qui appartiennent au même système de glissement. Pour de telles dislocations, leurs interactions vont dépendre du signe du vecteur de Burgers. Dans le cas où les vecteurs de Burgers ont le même sens, les dislocations tendent à se repousser. On parle ici d'empilement entre dislocations. Cela provient de l'énergie résultant des deux dislocations proches, qui devient deux fois plus importante quand celles-ci se

rapprochent. Elles s'éloignent pour ainsi diminuer l'énergie résultant de leurs réactions (Hull and Bacon, 2011). Lorsque les vecteurs de Burgers sont de signes opposés, les dislocations tendent à s'annihiler et à reformer un cristal parfait.

Nom	Paramètres	Relations géométriques
Auto-écrouissage	h_1	$\vec{n}^s = \vec{n}^r$ et $\vec{l}^s = \vec{l}^r$
Coplanaire	h_2	$\vec{n}^s = \vec{n}^r$ et $\vec{l}^s \neq \vec{l}^r$
Verrou de Hirth	h_3	$\vec{n}^s \neq \vec{n}^r$ et $\vec{l}^s \cdot \vec{l}^r = \vec{0}$
Colinéaire	h_4	$\vec{n}^s \neq \vec{n}^r$ et $\vec{l}^s = \vec{l}^r$
Jonction glissile G_{60°	h_5	$\vec{n}^s \neq \vec{n}^r, \vec{l}^s \neq \vec{l}^r, \vec{l}^s \cdot \vec{l}^r \neq 0,$ $\cos^{-1}\left(\frac{\vec{l}_j \cdot \vec{l}^s}{\ \vec{l}_j\ \ \vec{l}^s\ }\right) = \frac{\pi}{3}, \vec{l}^s \wedge \vec{l}^r = \begin{cases} \pm \vec{n}^s \\ \text{ou} \\ \pm \vec{n}^r \end{cases}$
Verrou de Lömer	h_6	$\vec{n}^s \neq \vec{n}^r, \vec{l}^s \neq \vec{l}^r, \vec{l}^s \cdot \vec{l}^r \neq 0, \vec{l}^s \wedge \vec{l}^r \neq \begin{cases} \pm \vec{n}^s \\ \text{et} \\ \pm \vec{n}^r \end{cases}$
Jonction glissile G_{0°	h_7	$\vec{n}^s \neq \vec{n}^r, \vec{l}^s \neq \vec{l}^r, \vec{l}^s \cdot \vec{l}^r \neq 0,$ $\cos^{-1}\left(\frac{\vec{l}_j \cdot \vec{l}^s}{\ \vec{l}_j\ \ \vec{l}^s\ }\right) = 0, \vec{l}^s \wedge \vec{l}^r = \begin{cases} \pm \vec{n}^s \\ \text{ou} \\ \pm \vec{n}^r \end{cases}$

Tableau 1.2 : Définition des 7 coefficients formant la matrice d'interaction. Les normales aux plans, respectivement et directions de glissement, du système considéré et du système avec lequel ce dernier interagit sont notées n^s et n^r , respectivement l^s et l^r . l_j représentant les directions des intersections des systèmes de glissement.

Les coefficients ($h_{i=\{2,\dots,7\}}$) sont dit coefficients d'écrouissage latent. Contrairement à l'auto-écrouissage, ces interactions entre dislocations vont engendrer des jonctions, même si les dislocations se déplacent dans un même plan de glissement (cas de h_2 par exemple). Nous avons ainsi sept paramètres dans la matrice d'interaction : un paramètre lié à l'empilement des dislocations (h_1) et six coefficients ($h_{i=\{2,\dots,7\}}$) caractérisant l'écrouissage latent lié aux interactions entre différents systèmes de glissement.

L'écrouissage latent engendre également des interactions entre systèmes de glissement qualifiés de verrous. On parle de verrou dans le cas d'interaction sessile de dislocations, auquel cas elles sont immobilisées. L'intersection de deux dislocations est dite sessile lorsque le vecteur de Burgers résultant de l'intersection n'est pas contenu dans les plans de glissement des dislocations qui interagissent. Deux verrous sont définis : le verrou de Lömer (h_6), et le verrou de Hirth (h_3). En reprenant la Figure 1.7, dans le cas d'un verrou de Hirth, la direction $\vec{l}^s + \vec{l}^r = [001]$ n'est pas

contenue dans le plan B ou C . Le paramètre (h_4) concerne des dislocations qui se déplacent dans la même direction de glissement mais suivant des plans de glissement qui diffèrent : l'interaction colinéaire. Le paramètre (h_2) concerne les dislocations qui se déplacent dans un même plan de glissement, mais qui possèdent des directions de glissement qui diffèrent.

Six coefficients d'interaction sont utilisés dans la littérature, dans les lois semi-physiques comme physiques (Alankar et al., 2011; Breumier et al., 2020; Guery et al., 2016; Tabourot et al., 1997). Les coefficients précédemment introduits (h_1, h_2, h_3, h_4 et h_6) et la jonction dite glissile (h_5) sont utilisés. Un septième coefficient d'interaction (h_7) a été introduit par Madec et Kubin (Madec and Kubin, 2017) au travers de travaux récents de dynamique des dislocations. Nous allons nous attarder quelque peu sur ces travaux qui apportent un éclairage nouveau sur les interactions entre les systèmes de glissement.

Dans leurs travaux Madec et Kubin prennent en compte la dépendance des coefficients d'interaction au coefficient de Poisson ainsi qu'à l'asymétrie de certaines jonctions. La dépendance des coefficients d'interaction à un paramètre matériau montre que les coefficients d'interaction sont des paramètres matériau et ne sont donc pas inhérents uniquement à la structure cristalline.

Le deuxième point concerne l'asymétrie de certaines jonctions entre dislocations. Cette notion, introduite par Madec et Kubin, va ici être introduite au travers de la tension de ligne, notée T . La tension de ligne d'une dislocation est intrinsèquement liée à la configuration entre le vecteur de Burgers et la direction de la ligne de dislocation (deWit and Koehler, 1959; Hirth and Lothe, 1968; Hull and Bacon, 2011). Dans un premier temps on considère l'énergie élastique par unité de longueur W d'une dislocation mixte. L'énergie est ici obtenue en faisant quelques hypothèses fortes : la dislocation est infiniment rectiligne, de forme cylindrique creuse et celle-ci évolue dans un milieu élastique isotrope. L'expression de l'énergie élastique d'une dislocation mixte est obtenue à partir de son caractère coin/vis. Elle peut ainsi être exprimée par (Hirth and Lothe, 1968; Hull and Bacon, 2011) par :

$$W = \frac{Gb^2(1 - \nu \cos^2(\delta))}{4\pi(1 - \nu)} \ln\left(\frac{R}{r_0}\right). \quad (1.10)$$

G est le module de cisaillement, ν le coefficient de Poisson, r_0 le rayon du cœur de la dislocation (creux du cylindre) et $R - r_0$ la distance pour laquelle la dislocation interagit avec la structure cristallographique environnante (dans un rayon R). Il apparait explicitement δ dans l'expression, qui est lié au caractère mixte de la dislocation. L'angle δ dans l'équation (1.10) correspond à l'angle entre la direction de ligne $\vec{\xi}$ et le vecteur de Burgers \vec{b} (qui sont illustrés à la Figure 1.1 c)) :

$$\delta = \cos^{-1}\left(\frac{\vec{\xi} \cdot \vec{b}}{\|\vec{\xi}\| \|\vec{b}\|}\right) = \sin^{-1}\left(\frac{\|\vec{b}_\perp\|}{\|\vec{b}_\xi\|}\right). \quad (1.11)$$

Si $\delta = 0$ modulo π alors la dislocation est de type « vis », et si $\delta = \pi/2$ modulo π alors la dislocation est type « coin ». La tension de ligne T , qui est une énergie par unité de longueur, s'exprime à partir de l'énergie élastique de la dislocation plus un terme résultant du couple de la courbure de la dislocation (Hirth and Lothe, 1968; Hull and Bacon, 2011):

$$T = W + \frac{d^2W}{d^2\delta}. \quad (1.12)$$

Ainsi la tension de ligne d'une dislocation T dépend de l'angle entre le vecteur de Burgers \vec{b} et la direction de la ligne $\vec{\xi}$. Ce changement dans la tension de ligne affecte directement le coefficient d'interaction de la jonction considérée. On parle d'asymétrie de l'interaction, car la tension de ligne d'un système s qui interagit avec le système r n'est pas la même que dans le cas où le système r interagit avec le système s . Pour les matériaux CFC, cela affecte uniquement la jonction glissile. Cette asymétrie est représentée du point de vue de l'interaction des systèmes de glissement sur la Figure 1.8 a) et du point de vue de la jonction des dislocations sur la Figure 1.8 b). Sur ces Figure 1.8 a) et b) est représenté le cas particulier de l'interaction du système B4 avec le système D1. Sur la Figure 1.8 b), les angles entre la jonction des dislocations et les directions de glissement sont représentés. La même interaction est représentée à la Figure 1.8 a) sur deux mailles de cristal pour illustrer le point de vue de l'interaction entre systèmes de glissement.

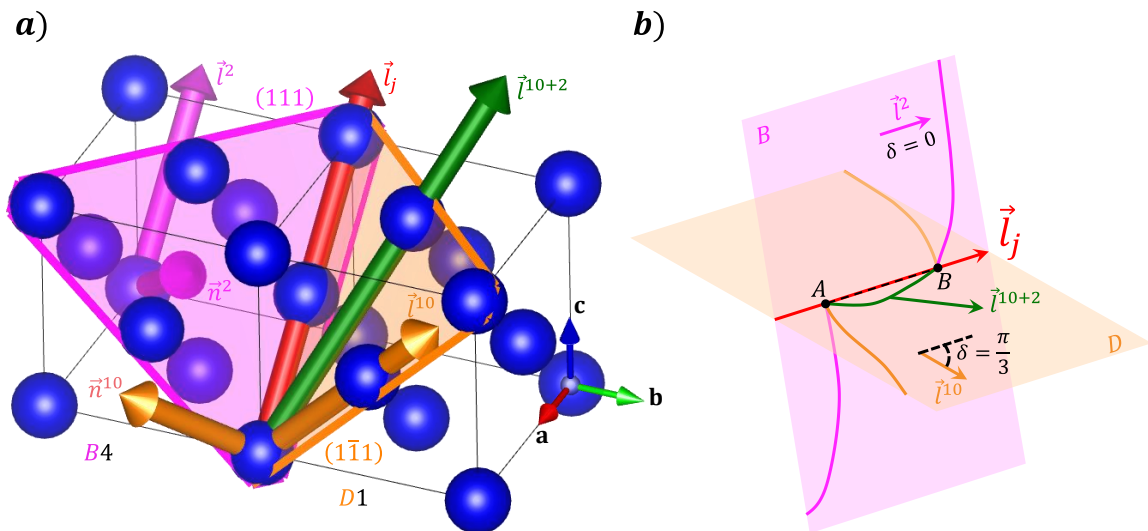


Figure 1.8 : Illustration de l'interaction glissile entre les systèmes de glissement B4 et D1. En a) est illustré l'interaction entre ces systèmes de glissement sur deux mailles côte-à-côte. L'intersection entre les plans de glissement est notée \vec{l}_j , la direction résultante de l'interaction est notée \vec{l}^{10+2} . En b) une illustration de l'intersection de deux dislocations de type glissile inspirée de (Varillas, 2019). En pointillé noir, la jonction entre les dislocations, épinglée en A et B. En vert une dislocation créée à partir de la source de Frank-Read de la jonction glissile dans le plan D.

Sur les deux illustrations est représentée \vec{l}_j , la direction de l'intersection entre les systèmes de glissement (la direction est choisie arbitrairement). Comme les angles δ entre l'intersection \vec{l}_j et les directions de glissement sont différents, la tension de ligne résultante ne sera pas la même. Ainsi l'asymétrie de la jonction amène une asymétrie

de l'interaction entre les systèmes de glissement B4/D1. L'asymétrie de certaines jonctions induit finalement une asymétrie de la matrice d'interaction avec $h^{sr} \neq h^{rs}$.

Nous introduisons ainsi deux coefficients d'interaction pour la jonction glissile : h_5 et h_7 , qui distinguent des systèmes de glissement qui forment un angle de 60° et 0° avec \vec{l}_j respectivement (voir le Tableau 1.2).

Ces interactions sont essentielles pour décrire la propagation des dislocations, qui caractérisent le processus d'écroutissage du matériau. Dans beaucoup d'observations expérimentales, il est remarqué l'accumulation des dislocations (Hirth, 1961; Hull and Bacon, 2011; Tromas, 2013). Du point de vue numérique, les simulations de dynamique des dislocations, tout comme celles de dynamique moléculaire, montrent que dans le cas d'essais de nanoindentation de nombreuses dislocations sous l'indenteur sont formées et déplacées (Alcala et al., 2008; Bai et al., 2022; Chang et al., 2010; Mishra et al., 2019; Van Vliet et al., 2003; Varillas, 2019; N. Zhou et al., 2020). Cette accumulation de dislocations localement sous l'indenteur favorise les interactions entre dislocations. Les interactions sont ainsi au cœur de la réponse matérielle en nanoindentation. En dynamique moléculaire, seuls les premiers nanomètres indentés peuvent être simulés. Ces simulations à l'échelle atomique permettent une description très détaillée des mécanismes complexes liés à l'initiation de la plasticité, pour des essais de nanoindentation (Varillas, 2019) ou lors de la compression de micro-piliers (Alcalá et al., 2020) par exemple. La dynamique des dislocations peut modéliser l'écroutissage jusqu'à une centaine de nanomètres (Chang et al., 2010; N. Zhou et al., 2020).

Pour résumer, le lien entre une empreinte d'indentation et les dislocations est introduit dans cette partie. Les dislocations sont ainsi présentées comme une explication à la formation de l'empreinte sous l'indenteur obtenue après indentation. Un exemple de modèle dit semi-physique est également introduit. Ces modèles sont caractérisés par une description de l'écroutissage du matériau via l'évolution de la quantité de dislocations. La plasticité du nickel est introduite dans cette partie, avec les hypothèses faites pour la décrire. La première hypothèse est que la plasticité est principalement due au mécanisme de déformation par glissement, ainsi les autres mécanismes de déformation sont négligés. Les systèmes de glissement pour la maille CFC du nickel sont présentés dans la convention de Schmid et Boas (Schmid and Boas, 1968). Le déclenchement de la plasticité via la contrainte projetée sur les différents systèmes de glissement est introduit. Finalement les 6 coefficients d'interaction entre les systèmes de glissement sont introduits, ainsi que le coefficient lié à l'auto-écroutissage. Dans les modèles semi-physiques comme physiques, les interactions entre les systèmes de glissement sont au cœur de la description de l'écroutissage des matériaux par glissement. La séparation du coefficient d'interaction lié à la jonction glissile en deux coefficients est introduite, à partir de travaux récents réalisés en dynamique des dislocations (Madec and Kubin, 2017).

Nous allons par la suite présenter la loi de comportement utilisée pour modéliser via la mécanique des milieux continus la plasticité pilotée par les systèmes de glissement.

1.3. Loi monocristalline de Méric-Cailletaud

La loi de Méric-Cailletaud s'inscrit dans le cadre général de la thermodynamique des processus irréversibles (Cailletaud, 2009; Méric et al., 1991a; Méric and Cailletaud, 1991). L'activation du mécanisme de plasticité est dirigée par la contrainte projetée τ^s sur les systèmes de glissement du cristal considéré, s étant le numéro du dit système de glissement. En revanche les variables d'écroissage (r^s et x^s) de ce modèle sont les mêmes que celles que l'on retrouve dans un modèle phénoménologique. A titre de comparaison, les modèles semi-physiques décrivent la vitesse de glissement à partir de la densité de dislocation ρ^s et de son évolution $\dot{\rho}^s$ au cours de l'écroissage (Estrin and Mecking, 1984; Kocks and Mecking, 2003; Roters et al., 2010; Tabourot et al., 1997; Taylor, 1938; Teodosiu, 1975; Teodosiu et al., 1993).

Cette loi de comportement dérive de plusieurs potentiels : un potentiel thermodynamique ψ , un potentiel ω^s qui fixe la direction d'écoulement ainsi qu'un potentiel viscoplastique Ψ^s qui module l'intensité d'écoulement. Afin de décrire le comportement d'un matériau par la méthode de l'état local, l'introduction de variables d'état est nécessaire. Cette méthode décrit l'état thermodynamique du matériau via la connaissance de variables d'état (Lemaitre et al., 2009). Le Tableau 1.3 liste les variables d'état utilisées et leurs variables associées.

Phénomène	Variables d'état (internes)	Variables associées
Élasticité	$\bar{\varepsilon}^e, \bar{E}^e$	$\bar{\sigma}, \bar{S}$
Écroissage isotrope	ζ^s	β^s
Écroissage cinématique	α^s	x^s

Tableau 1.3 : Liste des variables d'états (internes) et variables associées du modèle.

Deux types d'écroissage peuvent être introduits : isotrope et cinématique. L'écroissage isotrope est représenté par la variable d'état ζ^s et l'écroissage cinématique par α^s . L'écroissage isotrope modélise la dilatation du domaine élastique et l'écroissage cinématique sa translation. Ces deux types d'écroissage définissent l'évolution du domaine d'élasticité de chaque système de glissement s . Les lois d'états définissent le lien entre les variables associées x^s, β^s et $\bar{\sigma}$ avec les variables d'état, respectivement α^s, ζ^s et $\bar{\varepsilon}^e$. En transformations finies, le tenseur des contraintes de Cauchy $\bar{\sigma}$ est remplacé par le tenseur de Piola-Kirchhoff II \bar{S} . De manière analogue, le tenseur des déformations élastique $\bar{\varepsilon}^e$ est remplacé par le tenseur de Green-Lagrange \bar{E}^e .

La viscosité est également prise en compte via le potentiel Ψ^s . Celle-ci définit la dépendance de la réponse du matériau à la vitesse de sollicitation. Ce phénomène peut être observé en relaxation (déformation imposée) ou bien en fluage (contrainte imposée).

Indépendamment des hypothèses faites pour la description du comportement du matériau, l'inégalité de Clausius-Duhem permet de vérifier si les phénomènes introduits sont thermodynamiquement admissibles (Lemaitre et al., 2009):

$$\frac{1}{\rho} \bar{\sigma} : \bar{D} - \dot{\psi} \geq 0, \quad (1.13)$$

avec \bar{D} le taux de déformation et ψ l'énergie libre spécifique.

En petites perturbations comme en transformations finies, la loi de comportement a été implémentée dans l'outil de génération de codes pour l'intégration MFront (Helfer, 2014; Helfer et al., 2015). La méthode d'intégration de la loi de comportement réalisée avec MFront est présentée en annexe A.1.

1.3.1. Formulation en petites perturbations

Cette section est consacrée à la description de la loi de Méric et Cailletaud dans l'hypothèse des petites perturbations.

L'hypothèse des petites perturbations (HPP) peut être considérée dans le cas de petits déplacements et petites rotations. La conséquence de cette hypothèse sur le calcul est que matériau est considéré comme assez peu déformé pour que le calcul des contraintes soit fait sans prendre en compte l'actualisation de la géométrie au cours de la déformation. Dans ce cas la description lagrangienne (configuration initiale) et la description eulérienne (configuration courante) sont équivalentes. À titre quantitatif, cette hypothèse est valable pour des valeurs absolues de déformations comprises entre 2% et 5% (Lemaitre et al., 2009).

1.3.1.1. Lois d'état

L'hypothèse d'additivité des déformations est considérée en HPP. Le tenseur des déformations $\bar{\epsilon}$ s'exprime comme la somme d'une contribution élastique $\bar{\epsilon}^e$ (réversible et instantanée) et d'une contribution viscoplastique $\bar{\epsilon}^{vp}$ (irréversible et retardée) :

$$\bar{\epsilon} = \bar{\epsilon}^e + \bar{\epsilon}^{vp}. \quad (1.14)$$

En HPP, le taux de déformation est égal à la vitesse de déformation totale :

$$\bar{D} = \dot{\bar{\epsilon}} \quad (1.15)$$

Dans la loi de Méric-Cailletaud, la vitesse de déformation viscoplastique macroscopique est décrite par une somme de déformations viscoplastiques sur chaque système de glissement. La partie scalaire, le glissement $\dot{\gamma}^s$, détermine la

vitesse de glissement des atomes d'un point de vue microscopique pour chaque système de glissement. La composante tensorielle est définie par le tenseur de Schmid (1.5) du système de glissement s . La vitesse de déformation viscoplastique macroscopique est définie comme la somme des contributions des glissements microscopiques des s systèmes de glissement (Mandel, 1965):

$$\dot{\bar{\varepsilon}}^{vp} = \sum_s \dot{\gamma}^s \bar{m}^s. \quad (1.16)$$

L'énergie libre spécifique est introduite comme une fonction des variables d'état, avec une partition additive des contributions élastique et viscoplastique :

$$\psi(\bar{\varepsilon}^e, \alpha^s, \zeta^s) = \psi^e(\bar{\varepsilon}^e) + \psi^{vp}(\alpha^s, \zeta^s). \quad (1.17)$$

La dérivée temporelle est ensuite déterminée par :

$$\dot{\psi} = \frac{\partial \psi^e}{\partial \bar{\varepsilon}^e} : \dot{\bar{\varepsilon}}^e + \frac{\partial \psi^{vp}}{\partial \alpha^s} \dot{\alpha}^s + \frac{\partial \psi^{vp}}{\partial \zeta^s} \dot{\zeta}^s. \quad (1.18)$$

En introduisant (1.18) dans (1.13), on en déduit :

$$\left(\bar{\sigma} - \rho \frac{\partial \psi}{\partial \bar{\varepsilon}^e} \right) : \dot{\bar{\varepsilon}}^e + \bar{\sigma} : \dot{\bar{\varepsilon}}^{vp} \geq \rho \left(\frac{\partial \psi^{vp}}{\partial \alpha^s} \dot{\alpha}^s + \frac{\partial \psi^{vp}}{\partial \zeta^s} \dot{\zeta}^s \right) \quad (1.19)$$

On peut obtenir les lois d'état en dérivant ψ par rapport aux variables internes en faisant l'hypothèse d'une déformation uniquement élastique. On en déduit la partie réversible de l'énergie libre spécifique et la loi d'état de l'élasticité linéaire :

$$\psi^e = \frac{1}{2\rho} \bar{\varepsilon}^e : \bar{\bar{C}} : \bar{\varepsilon}^e, \quad (1.20)$$

$$\sigma = \rho \frac{\partial \psi}{\partial \bar{\varepsilon}^e} = \bar{\bar{C}} : \bar{\varepsilon}^e. \quad (1.21)$$

Avec $\bar{\bar{C}}$ le tenseur des rigidités. Pour la dissipation, la loi d'état est donnée par Méric et Cailletaud (Méric et al., 1991a) :

$$\psi^{vp} = \frac{1}{2\rho} \left[\sum_s c^s (\alpha^s)^2 + \sum_s b^s Q^s (\zeta^s)^2 \right] \quad (1.22)$$

$$x^s = \rho \frac{\partial \psi}{\partial \alpha^s} = c^s \alpha^s \quad (1.23)$$

$$\beta^s = \rho \frac{\partial \psi}{\partial \zeta^s} = b^s Q^s \zeta^s \quad (1.24)$$

Les paramètres Q^s , b^s et c^s sont des paramètres matériau définis pour chaque système de glissement. Dans le cadre de la thermodynamique, l'évolution des variables internes est déterminée par le potentiel de dissipation qui est défini dans la section suivante.

1.3.1.2. Direction d'écoulement

Dans le cadre de la thermodynamique des processus irréversibles, il est postulé l'existence d'un potentiel de dissipation Ω duquel dérivent les lois d'évolution (Rice, 1971, 1970). Dans la loi de Méric-Cailletaud, ce potentiel est défini comme une somme de potentiels Ω_s défini pour chaque système de glissement s :

$$\Omega = \sum_s \Omega_s(\omega^s), \quad (1.25)$$

avec (Méric et al., 1991a):

$$\omega^s = |\tau^s - x^s| - \beta^s + \frac{d^s}{2c^s} (x^s)^2 + \frac{1}{2Q^s} (\beta^s)^2. \quad (1.26)$$

La formulation est définie dans le cadre des potentiels de dissipation à mécanisme d'écoulement multiple. Ces formulations ont été généralisées par Mandel (Mandel, 1965) en 1965. Elles permettent une description à l'échelle macroscopique de l'érouissage au travers d'un ensemble de mécanismes d'origine microscopique (dislocation) non indépendant (interaction). Les paramètres matériau introduits par Méric et al. (Méric et al., 1991a; Méric et al., 1991b), tels que d^s et c^s pour l'érouissage cinématique ou Q^s et b^s pour l'érouissage isotrope, sont définis pour chaque système de glissement. Il a été choisi dans le cadre cette de thèse de les considérer égaux pour tous les systèmes de glissement ($Q^s = Q, \forall s$), afin de se concentrer uniquement sur les interactions entre les systèmes de glissement. Le potentiel Ω indique la direction de l'écoulement par sa dérivation par rapport aux variables associées :

$$\dot{\bar{\epsilon}}^{vp} = \sum_s \dot{\lambda}^s \frac{\partial \omega_s}{\partial \bar{\sigma}} = \sum_s \dot{\lambda}^s \eta^s \bar{m}^s, \quad (1.27)$$

$$\dot{\alpha}^s = -\dot{\lambda}^s \frac{\partial \omega_s}{\partial x^s} = \dot{\lambda}^s \left(\eta^s - \frac{d}{c} x^s \right), \quad (1.28)$$

$$\dot{\zeta}^s = -\dot{\lambda}^s \frac{\partial \omega_s}{\partial \beta^s} = \dot{\lambda}^s \left(1 - \frac{\beta^s}{Q} \right), \quad (1.29)$$

avec $\eta^s = \text{signe}(\tau^s - x^s)$. D'après (1.16) et (1.27), on peut exprimer le lien entre l'intensité d'écoulement $\dot{\lambda}^s$ et la vitesse de glissement $\dot{\gamma}^s$:

$$\dot{\gamma}^s = \dot{\lambda}^s \eta^s. \quad (1.30)$$

Ainsi l'intensité d'écoulement est une fonction du glissement microscopique. L'intensité du glissement sur chaque système de glissement s dérive d'un autre potentiel Ψ^s . D'après ce potentiel l'expression du glissement sera explicitée dans la section suivante.

1.3.1.3. Intensité de l'écoulement

Dans la loi de Méric-Cailletaud, l'intensité de l'écoulement $\dot{\lambda}^s$ est définie pour chaque système de glissement s et dérive d'un potentiel. Ce potentiel est introduit sous la forme d'une loi puissance de type Norton et contient deux paramètres, K et n , qui pilotent le caractère visqueux de la réponse matérielle. Il s'exprime :

$$\Psi^s(f^s) = \frac{K}{n+1} \left\langle \frac{f^s}{K} \right\rangle^{n+1}, \langle x \rangle = \max(0, x), \quad (1.31)$$

avec (Méric et al., 1991a) :

$$f^s = |\tau^s - x^s| - \tau_0 - \sum_r h^{sr} \beta^r, \quad (1.32)$$

Ainsi, l'intensité d'écoulement s'exprime :

$$\dot{\lambda}^s = \frac{\partial \Psi^s}{\partial f^s} = \left\langle \frac{f^s}{K} \right\rangle^n \quad (1.33)$$

Ainsi à partir des équations (1.23), (1.28) et (1.30) l'écroûissage cinématique se formule :

$$\dot{x}^s = c\dot{\gamma}^s - d x^s \dot{\lambda}^s. \quad (1.34)$$

On reconnaît l'expression de l'écroûissage cinématique d'Armstrong-Frederick (Lemaitre et al., 2009). De manière analogue, l'écroûissage isotrope est défini d'après (1.23) et (1.24) par :

$$\dot{\beta}^s = b(Q - \beta^s)\dot{\lambda}^s. \quad (1.35)$$

On reconnaît l'expression de l'écroûissage isotrope de Voce (Lemaitre et al., 2009). On peut également faire un lien avec la définition de l'évolution de la densité de dislocation décrite à l'équation (1.4). Ainsi la variable $\dot{\beta}^s$ s'apparente à l'évolution de la densité de dislocation $\dot{\rho}_T$ et fait le lien entre la description semi-physique présentée et physique du comportement monocristallin (M. Fivel and Forest, 2004). En supposant par exemple le matériau non-écroui initialement ($\beta^s(\lambda = 0) = 0$), l'équation différentielle (1.35) s'intègre simplement :

$$\beta^s(\lambda^s) = Q(1 - e^{-b\lambda^s}), \text{ avec } \lambda^s = \int_{t_0}^t \dot{\lambda}^s dt. \quad (1.36)$$

C'est une hypothèse forte, d'autant plus que β^s fait référence à la densité de dislocation initiale pour un système de glissement. Il est clair que celle-ci n'est jamais nulle. On introduit finalement la variable de l'écroutissage isotrope R^s définie sur chaque système de glissement :

$$R^s = \sum_r h^{sr} \beta^r. \quad (1.37)$$

Cette expression fait apparaître le choix de Méric et Cailletaud de modéliser dans l'écroutissage isotrope R^s les interactions h^{sr} entre les systèmes de glissement. Ainsi dans cette loi de comportement, l'écroutissage est caractérisé par une somme d'interactions de chacun des systèmes avec l'ensemble des autres systèmes de glissement.

1.3.1.4. Bilan de l'équilibre matériel en petites perturbations

Les équations principales qui permettent ensuite l'implémentation du modèle sont résumées ici :

$$\begin{aligned} \bar{\sigma} &= \bar{C} : (\bar{\varepsilon} - \bar{\varepsilon}^{vp}), \\ \tau^s &= \bar{\sigma} : \bar{m}^s, \\ \dot{\lambda}^s &= \left\langle \frac{|\tau^s - x^s| - R^s - \tau_0}{K} \right\rangle^n \\ \dot{\gamma}^s &= \dot{\lambda}^s \eta^s \\ \dot{\bar{\varepsilon}}^{vp} &= \sum_s \dot{\gamma}^s \bar{m}^s \\ R^s &= Q \sum_r h^{sr} (1 - e^{-b\lambda^r}) \\ \dot{x}^s &= c(\dot{\gamma}^s - d x^s \dot{\lambda}^s) \end{aligned} \quad (1.38)$$

1.3.2. Formulation en transformations finies

Cette section se consacre à la description de la loi de Méric et Cailletaud via le formalisme des transformations finies. Le formalisme en transformations finies nécessite l'introduction de notions géométriques afin de décrire les grandeurs usuelles dans différentes configurations. Les configurations utilisées pour la description matérielle en transformations finies sont illustrées à la Figure 1.9. La configuration initiale (non déformée) \mathcal{C}_0 représente le milieu avant sollicitation, à l'instant t_0 . La configuration courante \mathcal{C}_t caractérise l'état actuel (déformé) du milieu à l'instant t . Une troisième configuration intermédiaire $\overline{\mathcal{C}}_r$ est également introduite. Cette configuration est dite relâchée, car exempte de toute contrainte par définition.

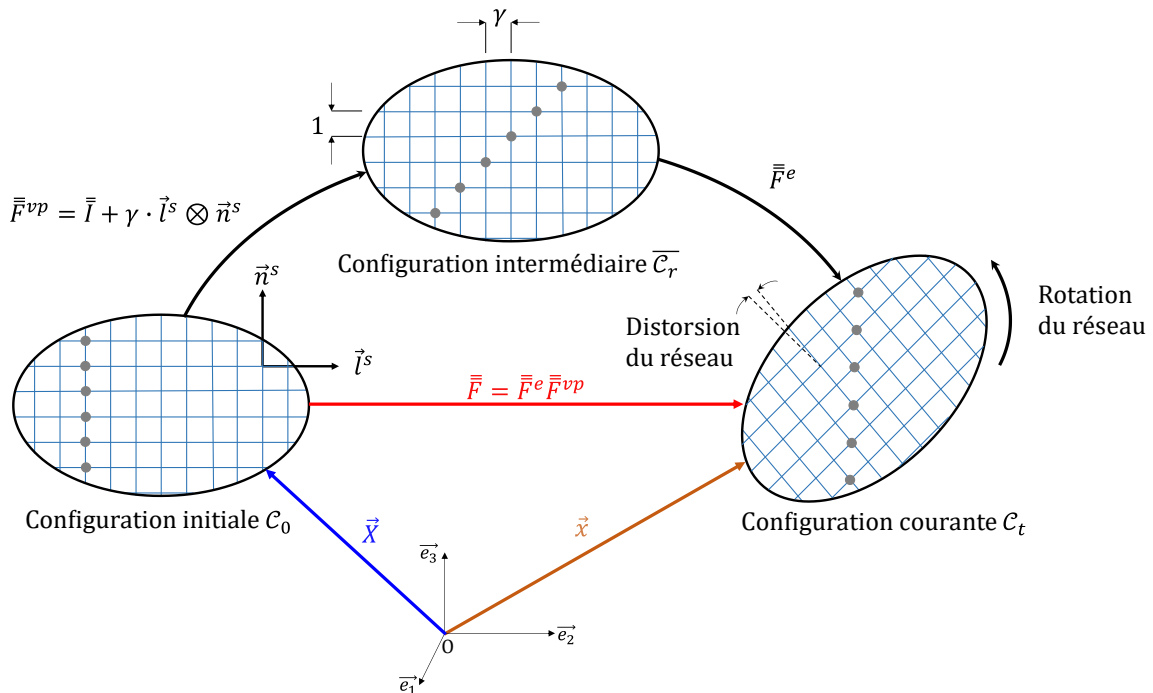


Figure 1.9 : Illustration de la décomposition multiplicative du tenseur gradient de la déformation. Inspiré de (de Souza Neto et al., 2011).

Dans le cas de l'essai d'indentation, des déformations supérieures à 200% peuvent être engendrées localement juste sous l'indenteur. L'hypothèse des petites perturbations n'est donc pas adaptée à la simulation d'un tel essai. En effet, celle-ci postule que l'état initial et final du matériau sont assez proches, ce qui n'est pas le cas en indentation. La notion de configuration permet de décrire l'actualisation de la géométrie au cours de la sollicitation de son état initial vers son état final. Les variables calculées vont être exprimées par rapport à une configuration dite de référence. Plusieurs choix se présentent, quelques-uns sont listés ici :

- Lagrangien total : la configuration de référence est définie par la configuration initiale tout au long du calcul. L'ensemble des variables est ainsi exprimé dans la configuration initiale. Cette méthode permet d'exprimer directement des grandeurs objectives. Le principe d'objectivité (ou d'indifférence matérielle) stipule que les grandeurs des lois de comportements sont identiques peu importe le repère dans lequel elles sont exprimées.

- Lagrangien actualisé : la configuration de référence est celle à l'incrément précédent. Cette méthode permet de garder les formulations en petites perturbations, en faisant les mêmes hypothèses de faible changement de forme mais cette fois-ci d'un incrément de calcul à l'autre. Cette méthode sous-entend de faibles incréments de calcul.
- Eulérienne : la configuration de référence est la configuration déformée. L'ensemble des variables sont exprimées dans la configuration à l'incrément actuel. La difficulté de cette méthode réside dans le respect du principe d'objectivité.

Comme abordé en annexe A.1.2, les outils intégrés dans MFront pour les transformations finies ont été utilisés. C'est dans la configuration intermédiaire que l'ensemble des variables sont exprimées. Celle-ci sont ensuite transportées si nécessaire dans d'autres configurations (Han, 2012; Helfer and Ling, 2013).

1.3.2.1. Formalisme en transformations finies

Dans le cas général, la description du mouvement entre \mathcal{C}_0 et \mathcal{C}_t est une application définie tel que $\vec{x} = \vec{\chi}(\vec{X}, t)$. Le déplacement d'une particule matérielle est défini de la manière suivante :

$$\vec{x} = \vec{\chi}(\vec{X}, t) = \vec{X} + \vec{u}(\vec{X}, t). \quad (1.39)$$

Dans cette relation \vec{x} est la position de la particule dans \mathcal{C}_t au temps t , \vec{X} la position de cette même particule matérielle dans \mathcal{C}_0 et \vec{u} le déplacement de la particule au temps t . La notion de configuration est au cœur de la description du déplacement, et elle l'est également dans celle des grandeurs usuelles en mécanique. Par exemple, le tenseur de Cauchy est par nature Eulérien, il est ainsi défini dans \mathcal{C}_t . Il est donc nécessaire d'introduire le transport de grandeurs entre les configurations, qui se fait par le biais de l'utilisation de tenseurs. Du point de vue des déplacements, il est utilisé le tenseur gradient de la transformation $\bar{\bar{F}}$ qui lie le vecteur matériel $\partial\vec{x}$ dans la configuration \mathcal{C}_t au vecteur matériel $\partial\vec{X}$ dans la configuration \mathcal{C}_0 . Le tenseur gradient de la transformation est défini comme une transformation linéaire tangente qui permet de relier la variation de \vec{x} dans \mathcal{C}_t à \vec{X} dans \mathcal{C}_0 :

$$\bar{\bar{F}} = \frac{\partial\vec{x}}{\partial\vec{X}} = \bar{\bar{I}} + \frac{\partial\vec{u}}{\partial\vec{X}}. \quad (1.40)$$

Le tenseur gradient de la transformation permet un transport différentiel de la position d'une particule matérielle de la configuration initiale \mathcal{C}_0 à la configuration courante \mathcal{C}_t . Le tenseur $\bar{\bar{F}}$ est mixte entre les configurations \mathcal{C}_0 et \mathcal{C}_t . La décomposition polaire peut être appliquée au tenseur $\bar{\bar{F}}$:

$$\bar{\bar{F}} = \bar{\bar{R}} \cdot \bar{\bar{U}} = \bar{\bar{V}} \cdot \bar{\bar{R}}. \quad (1.41)$$

Cette décomposition met en avant le passage en deux étapes de la configuration \mathcal{C}_0 à \mathcal{C}_t . En utilisant la décomposition $\bar{\bar{R}} \cdot \bar{\bar{U}}$, une première élongation $\bar{\bar{U}}$ est appliquée suivie d'une rotation $\bar{\bar{R}}$. Cette décomposition permet de dissocier les rotations matérielles des élongations matérielles. Cette décomposition polaire n'est pas unique, on peut également appliquer une rotation $\bar{\bar{R}}$ suivie d'une élongation $\bar{\bar{V}}$. Comme le tenseur $\bar{\bar{U}}$ est défini dans la configuration initiale, il est lagrangien. Le tenseur $\bar{\bar{V}}$ est quant à lui eulérien car il est défini dans un référentiel auquel est appliqué une première rotation $\bar{\bar{R}}$. Dans les deux cas, la rotation $\bar{\bar{R}}$ est identique.

À partir de $\bar{\bar{F}}$ il est possible de déterminer la variation d'un élément de volume V entre la configuration \mathcal{C}_0 transformé en v dans \mathcal{C}_t . On considère deux vecteurs d'un élément de surface $\bar{d}\bar{X}$ et $\bar{d}\bar{X}'$, avec \bar{n}_0 la normale à cette surface. La variation de volume J peut être exprimée de la manière suivante :

$$J = \frac{dv}{dV} = \frac{(\bar{\bar{F}} \cdot \bar{d}\bar{X} \wedge \bar{\bar{F}} \cdot \bar{d}\bar{X}') \cdot \bar{\bar{F}} \cdot \bar{n}_0}{(\bar{d}\bar{X} \wedge \bar{d}\bar{X}') \cdot \bar{n}_0} = \det(\bar{\bar{F}}). \quad (1.42)$$

Cette information sur la variation de volume contenue dans $\bar{\bar{F}}$ permet d'introduire une autre décomposition de celui-ci en une partie isochore $\bar{\bar{F}}_{iso}$ et une partie volumétrique $\bar{\bar{F}}_v = \sqrt[3]{J}$. Cette décomposition, qui est valable pour n'importe quelle déformation (de Souza Neto et al. 2011), est à la base de formulation des éléments finis de type *F-bar* (de Souza Neto et al. 1996). La partie isochore de $\bar{\bar{F}}$ est donnée par :

$$\bar{\bar{F}}_{iso} = \frac{1}{\sqrt[3]{J}} \bar{\bar{F}}. \quad (1.43)$$

Pour la mesure des déformations en formulation Lagrangienne, la mesure de Green-Lagrange $\bar{\bar{E}}$ est utilisée. Celle-ci correspond à la différence de projection des vecteurs d'une surface initiale et déformée $d\vec{x} \cdot d\vec{x}' - d\bar{X} \cdot d\bar{X}'$ dans \mathcal{C}_0 :

$$\bar{\bar{E}} = \frac{1}{2} (\bar{\bar{F}}^T \bar{\bar{F}} - \bar{\bar{I}}) \quad (1.44)$$

Les mesures de la déformation sont exprimées à partir de deux tenseurs qui définissent l'élongation d'une fibre matérielle :

$$\begin{cases} \bar{\bar{U}}^2 = \bar{\bar{C}} = \bar{\bar{F}}^T \bar{\bar{F}} \\ \bar{\bar{V}}^2 = \bar{\bar{B}} = \bar{\bar{F}} \bar{\bar{F}}^T \end{cases} \quad (1.45)$$

Dans cette expression sont introduits les tenseurs des dilatation $\bar{\bar{C}}$ et $\bar{\bar{B}}$. Cette mesure des déformations n'est pas la seule à être utilisée. L'ensemble des définitions de déformations peuvent être résumées en deux grandes familles qui sont les mesures Eulérienne \bar{e}_α ($\alpha \leq 0$) et Lagrangienne \bar{l}_α ($\alpha \geq 0$) de la déformation :

$$\begin{cases} \bar{e}_\alpha = \frac{1}{\alpha} (\bar{V}^\alpha - \bar{I}) \text{ si } \alpha < 0, \text{ si } \alpha = 0 \text{ alors } \bar{e}_0 = \ln(\bar{V}) \\ \bar{l}_\alpha = \frac{1}{\alpha} (\bar{U}^\alpha - \bar{I}) \text{ si } \alpha > 0, \text{ si } \alpha = 0 \text{ alors } \bar{l}_0 = \ln(\bar{U}) \end{cases} \quad (1.46)$$

Pour chaque famille de mesures, il existe différentes formulations de la déformation. Celles-ci peuvent être exprimées en faisant varier les valeurs de α dans l'équation (1.46). Le choix de la mesure des déformations en transformations finies est arbitraire (de Souza Neto et al., 2011). Pour comparer les différentes mesures de la déformation, nous supposerons ici une extension simple de notre matériau :

$$\begin{cases} x_1 = X_1(1 + \lambda) \\ x_2 = X_2 \\ x_3 = X_3 \end{cases} \quad (1.47)$$

Avec x_i les composantes du vecteur de la position courante \vec{x} , et X_i les composantes du vecteur de la position initiale \vec{X} . La composante première du gradient de la transformation est dans ce cas $F_{11} = \frac{l}{l_0}$, avec l la longueur courante de l'éprouvette dans la direction 1 et l_0 sa longueur initiale. Quelques définitions de la mesure de la déformation sont représentées à la Figure 1.10, avec en ordonnée la valeur prise par la déformation.

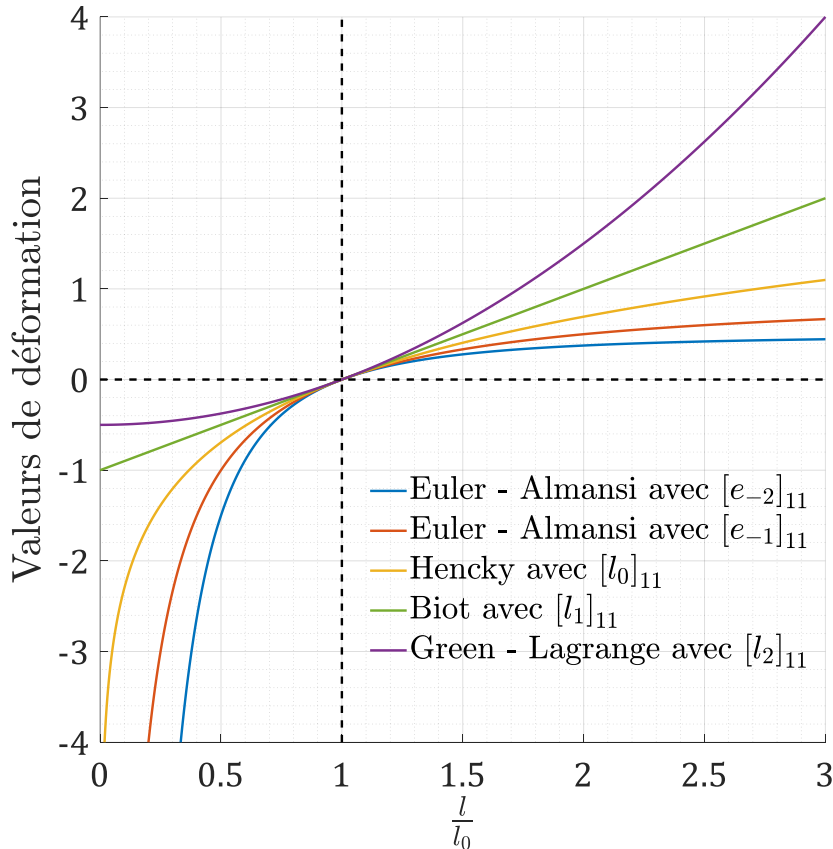


Figure 1.10 : Exemples de mesures de la déformation.

Dans la partie suivante nous introduirons la loi de Méric-Cailletaud, exprimée via le formalisme des transformations finies.

1.3.2.2. Loi d'état

Une partition multiplicative est appliquée sur le tenseur gradient de la transformation $\bar{\bar{F}}$. Cette formulation a été introduite par E. H. Lee (Lee, 1969), qui décompose la gradient de la transformation en une partie thermomécanique et une autre contenant l'ensemble des phénomènes à caractères irréversible et dissipatif. Dans notre cas la thermoélasticité sera réduite à de l'élasticité, la partie inélastique sera quant à elle gouvernée par le glissement. La partie élastique sera notée $\bar{\bar{F}}^e$ et la partie viscoplastique $\bar{\bar{F}}^{vp}$:

$$\bar{\bar{F}} = \bar{\bar{F}}^e \bar{\bar{F}}^{vp}. \quad (1.48)$$

Comme illustrée à la Figure 1.9 cette décomposition multiplicative représente une première transformation de la configuration initiale \mathcal{C}_0 dans la configuration $\bar{\mathcal{C}}_r$ via $\bar{\bar{F}}^{vp}$ puis dans \mathcal{C}_t via $\bar{\bar{F}}^e$. Le tenseur gradient des vitesses peut être réexprimé avec la décomposition appliquée à $\bar{\bar{L}}$:

$$\bar{\bar{L}} = \bar{\bar{L}}^e + \bar{\bar{F}}^e \cdot \bar{\bar{L}}^{vp} \cdot \bar{\bar{F}}^e{}^{-1}. \quad (1.49)$$

Respectivement $\bar{\bar{L}}^e = \dot{\bar{\bar{F}}}^e \bar{\bar{F}}^e{}^{-1}$ et $\bar{\bar{L}}^{vp} = \dot{\bar{\bar{F}}}^{vp} \bar{\bar{F}}^{vp}{}^{-1}$ sont les tenseurs gradients des vitesses élastique et viscoplastique. Le tenseur $\bar{\bar{L}}^{vp}$ appartient à la configuration $\bar{\mathcal{C}}_r$ par définition. On peut remarquer dans cette expression le transport de $\bar{\bar{L}}^{vp}$ de $\bar{\mathcal{C}}_r$ dans \mathcal{C}_t par $\bar{\bar{F}}^e$. Dans le cas des transformations finies, le taux de déformations $\bar{\bar{D}}$ de l'équation (1.13) est déterminé comme étant la partie symétrique du gradient des vitesses $\bar{\bar{L}}$. Le taux de rotation $\bar{\bar{W}}$ est quant à lui piloté par la partie antisymétrique de $\bar{\bar{D}}$. Il faut ainsi réécrire la puissance des efforts intérieurs en transformations finies, qui fait intervenir le tenseur de Mandel $\bar{\bar{M}}$ (Mandel, 1973). L'ensemble de la démonstration est présentée dans les travaux de Han (Han, 2012). Le calcul de la puissance des efforts intérieurs est rapporté dans $\bar{\mathcal{C}}_r$:

$$\frac{1}{\rho} \bar{\sigma} : \bar{\bar{D}} = \frac{1}{\bar{\rho}_r} \left(\bar{\bar{S}} : \dot{\bar{\bar{F}}}^e + \bar{\bar{M}} : \bar{\bar{L}}^{vp} \right) \quad (1.50)$$

Ici ρ et $\bar{\rho}_r$ est la masse volumique respectivement dans \mathcal{C}_t et $\bar{\mathcal{C}}_r$. Il est souvent utilisé la notation introduisant $J_e = \det(\bar{\bar{F}}^e) = \frac{\bar{\rho}_r}{\rho}$. Dans cette équation, $\bar{\bar{S}}$ et $\dot{\bar{\bar{F}}}^e$ correspondent au second tenseur des contraintes de Piola-Kirchhoff et au tenseur des déformations de Green-Lagrange respectivement. Le tenseur de Green-Lagrange est ici calculé à partir du gradient de la déformation élastique $\bar{\bar{F}}^e$:

$$\bar{\bar{E}}^e = \frac{1}{2} \left(\bar{\bar{F}}^e{}^T \bar{\bar{F}}^e - \bar{\bar{I}} \right) = \frac{1}{2} \left(\bar{\bar{C}}^e - \bar{\bar{I}} \right). \quad (1.51)$$

De manière analogue à l'expression (1.18), l'énergie libre de Helmholtz s'exprime en transformations finies de la manière suivante :

$$\dot{\psi} = \frac{\partial \psi^e}{\partial \bar{E}^e} : \dot{\bar{E}}^e + \frac{\partial \psi^{vp}}{\partial \alpha^s} \dot{\alpha}^s + \frac{\partial \psi^{vp}}{\partial \zeta^s} \dot{\zeta}^s. \quad (1.52)$$

L'inégalité de Clausius-Duhem prend également une forme analogue à celle en petites perturbations (1.19) :

$$\left(\bar{S} - \bar{\rho}_r \frac{\partial \psi^e}{\partial \bar{E}^e} \right) : \dot{\bar{E}}^e + \bar{M} : \bar{L}^{vp} \geq \bar{\rho}_r \left(\frac{\partial \psi^{vp}}{\partial \alpha^s} \cdot \dot{\alpha}^s + \frac{\partial \psi^{vp}}{\partial \zeta^s} \cdot \dot{\zeta}^s \right). \quad (1.53)$$

On peut donc obtenir les lois d'état en dérivant ψ par rapport aux variables internes. Ainsi les lois d'état de l'élasticité linéaire en transformations finies dérivent de l'énergie :

$$\psi^e = \frac{1}{2\bar{\rho}_r} \bar{E}^e : \bar{C} : \bar{E}^e. \quad (1.54)$$

$$\bar{S} = \bar{\rho}_r \frac{\partial \psi^e}{\partial \bar{E}^e} = \bar{C} : \bar{E}^e \quad (1.55)$$

On retrouve ici la formulation hyper-élastique de St. Venant-Kirchhoff pour la description de l'élasticité (Abatour et al., 2021). La partie viscoplastique de l'énergie libre ψ^{vp} reste la même que celle définie pour les petites perturbations. Les relations (1.22)-(1.24),(1.26) et (1.30) restent ainsi valables. Dans ces équations, uniquement la définition de la contrainte projetée τ^s , le tenseur gradient de vitesse viscoplastique \bar{L}^{vp} et le multiplicateur plastique $\dot{\lambda}$ restent à déterminer.

1.3.2.3. Direction d'écoulement

Le potentiel de dissipation Ω introduit en petites perturbations est également utilisé pour décrire la direction d'écoulement en transformations finies. En petites perturbations, cette direction d'écoulement pilote la vitesse de déformation plastique. De manière analogue, en transformations finies, celle-ci pilote la partie viscoplastique du tenseur gradient des vitesses \bar{L}^{vp} introduite à l'équation (1.49). Néanmoins, en transformations finies il est utilisé le tenseur de Schmid \bar{N}^s (Han, 2012; Helfer et al., 2020). Le tenseur introduit en petites perturbations est la partie symétrique de ce tenseur ($\bar{m}^s = (\bar{N}^s)^{sym}$). La formulation introduite est analogue à celle en petites perturbations, déterminée à partir de (1.27):

$$\bar{L}^{vp} = \sum_s \dot{\lambda}^s \frac{\partial \omega_s}{\partial \bar{M}} = \sum_s \dot{\lambda}^s \eta^s \bar{N}^s. \quad (1.56)$$

Pour être précis, les normales aux plans et directions de glissement sont définies dans la configuration \mathcal{C}_0 . Il faut donc normalement les transporter via \bar{F}^{vp} dans la configuration courante $\bar{\mathcal{C}}_r$. Or les normales aux plans et directions de glissement sont

invariante par la transformation \bar{F}^{vp} (Schwartz, 2011). Il n'est donc pas nécessaire de les transporter dans la configuration intermédiaire le tenseur \bar{N}^s .

1.3.2.4. Intensité d'écoulement

Il reste à définir la contrainte projetée τ^s pour définir complètement $\dot{\lambda}^s$. Elle peut être identifiée à partir de la direction d'écoulement suivie par le tenseur gradient des vitesses viscoplastique \bar{L}^{vp} , ainsi que l'expression de la puissance des efforts intérieurs introduite équation (1.53). On identifie que :

$$\bar{M} : \bar{L}^{vp} = \sum_s \dot{\gamma}^s \bar{M} : \bar{N}^s = \sum_s \dot{\gamma}^s \tau^s. \quad (1.57)$$

L'expression de la contrainte projetée τ^s est déterminée par le tenseur de Mandel dans la configuration intermédiaire. Ce tenseur peut être exprimé en fonction du second tenseur de Piola-Kirchhoff :

$$\bar{M} = \det(\bar{F}^e) \bar{F}^{eT} \bar{\sigma} \bar{F}^e = \bar{C}^e \bar{S}. \quad (1.58)$$

Ici \bar{C}^e est le tenseur des dilatations, introduit à l'équation (1.51), calculé avec le tenseur \bar{F}^e .

1.3.2.5. Bilan de l'équilibre matériel en transformations finies

On peut ainsi résumer l'ensemble des équations constitutives du modèle en transformations finies :

$$\begin{aligned} \bar{S} &= \bar{C} : \bar{E}^e \\ \bar{\sigma} &= \det(\bar{F})^{-1} \bar{F} \bar{S} \bar{F}^T \\ \tau^s &= \bar{M} : \bar{N}^s \\ \dot{\lambda}^s &= \left\langle \frac{|\tau^s - x^s| - R^s - \tau_0}{K} \right\rangle^n \\ \dot{\gamma}^s &= \dot{\lambda}^s \eta^s \\ \bar{L}^{vp} &= \sum_s \dot{\gamma}^s \bar{N}^s \\ \dot{x}^s &= c(\dot{\gamma}^s - d x^s \dot{\lambda}^s) \\ R^s &= Q \sum_r h^{sr} (1 - e^{-b\lambda^r}) \end{aligned} \quad (1.59)$$

1.3.3. Paramètres de la loi de comportement

Dans cette section va être introduit l'ensemble des paramètres constituant la loi de Méric-Cailletaud. On tient à préciser que les paramètres en lien avec l'écouissage cinématique ne sont pas présentés car ce phénomène n'est pas pris en compte dans ces travaux. Dans les simulations, les deux paramètres pilotant l'écouissage cinématique sont fixés à zéro. Les paramètres pilotant le comportement élastique, visqueux, l'écouissage isotrope et les interactions seront présentés.

1.3.3.1. Elasticité

Le tenseur d'ordre 4 pilotant la rigidité $\bar{\bar{C}}$ possède 81 termes au total. Via la notation de Voigt, le tenseur est contracté sur ses indices en une matrice 6×6 dont les 21 termes de la partie triangulaire supérieure sont indépendants dans le cas d'une maille triclinique. Dans le cas d'un matériau CFC, le nombre de termes indépendants est réduit à 3.

La symétrie du cristal étant de type cubique, la contraction de ce tenseur d'ordre 4, $\bar{\bar{C}}$, selon la notation de Voigt est de la forme suivante :

$$[C] = \begin{bmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{12} & 0 & 0 & 0 \\ c_{12} & c_{11} & c_{12} & 0 & 0 & 0 \\ c_{12} & c_{12} & c_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & c_{44} \end{bmatrix}. \quad (1.60)$$

Pour le nickel, les valeurs des trois termes indépendants sont $c_{11} = 248 \text{ GPa}$, $c_{12} = 153 \text{ GPa}$ et $c_{44} = 116 \text{ GPa}$ (Delobelle et al., 2011). La caractéristique de cette anisotropie réside dans l'impossibilité de distinguer les trois axes principaux qui donnent les mêmes valeurs de module. C'est en bon accord avec des valeurs trouvées dans la littérature (Hirth and Lothe, 1968; Madec and Kubin, 2017). Différents quantificateurs de l'anisotropie existent, tel que le ratio d'anisotropie A qui pour le nickel est :

$$A = \frac{2c_{44}}{c_{11} - c_{12}} = 2.44, \quad (1.61)$$

Un ratio d'anisotropie $A = 1$ correspond à un matériau qui a un comportement isotrope, comme le tungstène par exemple. Les valeurs ici présentées pour le nickel sont en bon accord avec la littérature $c_{11} = 246.5 \text{ GPa}$, $c_{12} = 147.3 \text{ GPa}$, $c_{44} = 124.7 \text{ GPa}$, $A = 2.52$ (Hirth and Lothe, 1968).

Cette anisotropie peut être représentée graphiquement. Une première représentation à la Figure 1.11 a) permet d'avoir une visualisation en 3D du module d'élasticité pour toutes les orientations de l'espace. Ici la distance entre l'origine et la surface d'anisotropie correspond à la valeur du module d'élasticité, surface colorée avec les différentes valeurs de module d'élasticité. Pour le cas d'une symétrie cubique, une petite portion du module en fonction de l'orientation est suffisante pour décrire

l'ensemble de l'anisotropie. Il est également représenté le coefficient de Poisson moyen en fonction de l'orientation à la Figure 1.11 b).

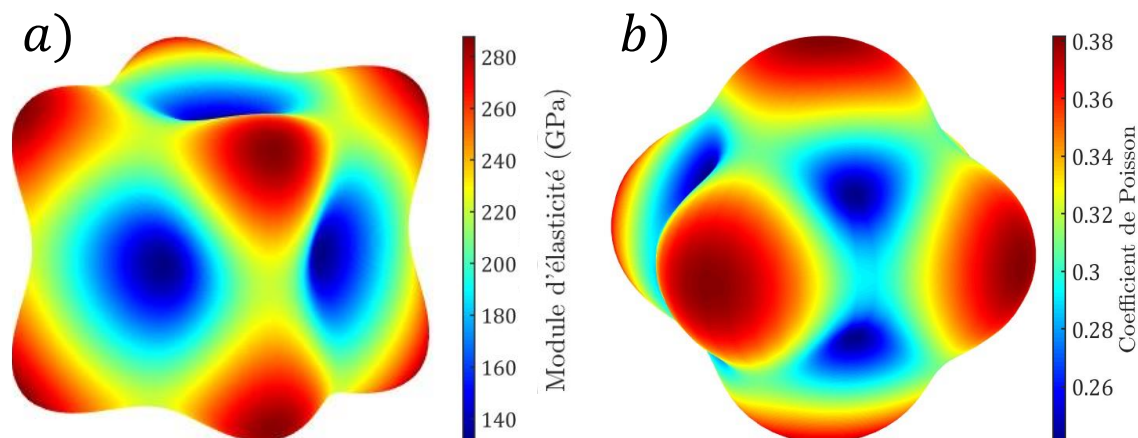


Figure 1.11 : Anisotropie élastique du nickel. En a) le module d'élasticité en fonction de l'orientation et en b) le coefficient de Poisson moyen.

1.3.3.2. Viscosité

Dans cette section sont introduits les paramètres K et n , qui pilotent la viscosité. Ils sont introduits dans le potentiel Ψ^s à l'équation (1.31).

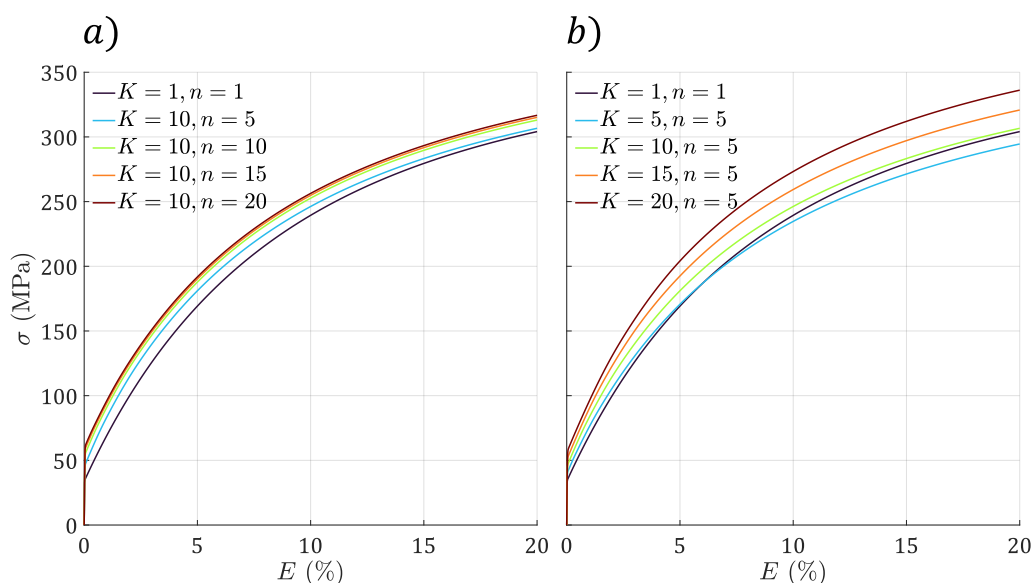


Figure 1.12 : Influence de K et n sur la courbe $\sigma - E$ jusqu'à 20% en 30s pour toutes les courbes. Les déformations de Green-Lagrange E , sont celles utilisées en abscisse et la contrainte de Cauchy σ en ordonnée. En a) le paramètre K varie et b) le paramètre n .

L'influence des paramètres visqueux sur la courbe contraintes-déformations est illustrée sur la Figure 1.12. Les valeurs de l'exposant plastique n sont généralement comprises entre 3 et 20 (Lemaitre et al., 2009). On peut également observer sur la Figure 1.12 que la courbe contraintes-déformations n'évolue presque plus entre $n = 10$ et $n = 20$. Le paramètre n joue peu sur la valeur de la contrainte observée à 20% de déformation : il fait varier la contrainte de 304,1 MPa à 316,7 MPa sur l'ensemble

de sa plage de variation. Une augmentation du paramètre K augmente le durcissement du matériau. On peut observer que changer ces deux valeurs influe sur la courbure de la courbe $\sigma - E$. La viscosité influe ainsi sur la vitesse de saturation de l'érouissage, la limite élastique macroscopique σ_y de la courbe $\sigma - E$ ainsi que sur la valeur de la saturation finale de l'érouissage.

Les paramètres utilisés pour cette étude sont $K = 8 \text{ MPa} \cdot \text{s}^{1/n}$ et $n = 7$. Ils ont été introduits par Renner et al. (Renner, 2016; Renner et al., 2016). Ces paramètres influencent la courbe contraintes-déformations par une variation de 3 MPa pour une variation de la vitesse de déformation de 10^3 s^{-1} , en bon accord avec les travaux de Rao et Varma (Rao and Varma, 1993). Ces paramètres seront vérifiés pour un essai de relaxation en nanoindentation en annexe A.5.

1.3.3.3. Erouissage

Le paramètre τ_0 est la contrainte projetée critique. Celui-ci pilote le déclenchement du glissement pour tous les systèmes de glissement. Du point de vue de la courbe contraintes-déformations, ce paramètre pilote la limite élastique σ_y observée en fonction de l'orientation cristallographique. Ce paramètre étant comparé à la contrainte projetée, la limite élastique observée est ainsi dépendante de l'orientation cristallographique. Il a été observé par Schmid et Boas (Schmid and Boas, 1968) la variation de la limite élastique σ_y en fonction de l'orientation pour un cristal CFC d'aluminium, celle-ci est reportée sur la Figure 1.13 a).

Il est également reporté à la Figure 1.13 b) et c) la limite élastique obtenue à partir d'essais de traction sur un point matériel avec la loi de Méric-Cailletaud. La figure des pôles inverses permet de comparer la limite élastique en traction à la pression de contact au déclenchement de la plasticité en indentation illustrée à la Figure 1.6 d). On observe également une diminution de la variation de la limite élastique entre la traction uniaxiale (Figure 1.13 c)) et celle obtenue par indentation illustrée à la Figure 1.6 d). Ces résultats concordent avec ceux obtenus par Zhang et al. (Zhang et al., 2017).

Le modèle de Méric-Cailletaud prend en compte une anisotropie plastique, qui est pilotée par la projection du tenseur des contraintes τ^s sur les différents systèmes de glissement du cristal. Cette projection est obtenue avec le tenseur de Schmid (Schmid and Boas, 1968), elle est détaillée à l'équation (1.5), en considérant la famille de systèmes de glissement $\{111\}\langle 110 \rangle$ conventionnelle d'un CFC reporté dans le Tableau 1.1.

Le paramètre Q quant à lui pilote en partie la saturation de l'érouissage. Du fait de la dépendance du déclenchement de la plasticité à l'orientation cristallographique, celui-ci varie en fonction de l'orientation cristallographique considérée. Le paramètre b pilote la rapidité de stabilisation de l'érouissage. Pour de grandes valeurs de b , le matériau va saturer assez rapidement. Pour de faibles valeurs de b le matériau saturera tardivement en déformation.

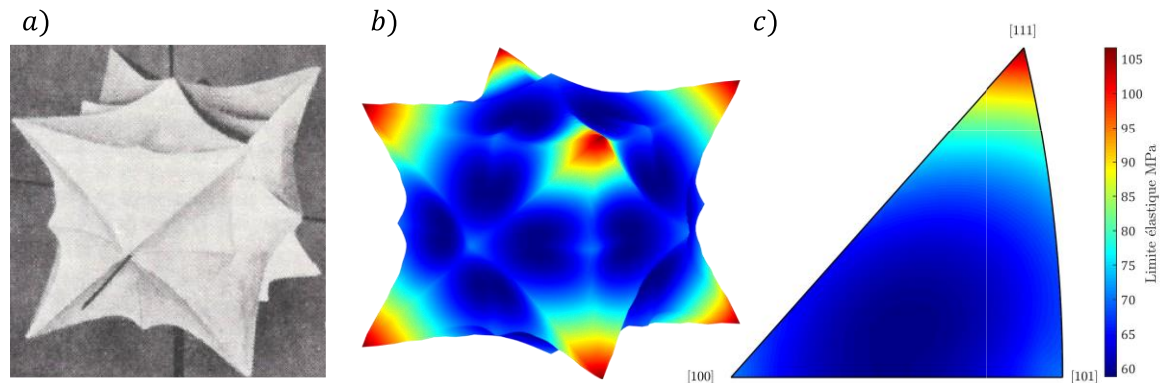


Figure 1.13 : Limite élastique en fonction de l'orientation. En *a*) la forme obtenue expérimentalement via des essais de tractions par (Schmid and Boas, 1968) pour de l'aluminium. En *b*) la limite élastique en fonction de l'orientation obtenue à partir de simulations d'essai de traction sur un point matériel avec la loi de Méric-Cailletaud. En *c*) la projection stéréographique de la limite élastique représentée en *b*).

1.3.3.4. Matrice d'interaction

Dans la loi de Méric-Cailletaud, les interactions entre les systèmes de glissement interviennent dans l'écroutissage isotrope R^s à l'équation (1.38) par le biais de la matrice d'interaction $[h]$. Pour chaque système de glissement, l'écroutissage est déterminé par une accumulation des interactions avec d'autres systèmes de glissement ($s \neq r$) ou lui-même ($s = r$). Dans les lois semi-physiques comme celle de Kocks et Mecking (Kocks and Mecking, 2003; Mecking and Kocks, 1981; Mecking and Lücke, 1970) il est introduit deux matrices liées aux dislocations, notée $[a]$ et $[d]$. La première matrice $[a]$ correspond aux coefficients d'interaction entre systèmes de glissement, elle est présente dans l'expression de l'évolution de la densité de dislocation ρ^s . La matrice $[d]$ prend en compte l'effet de chaque densité de dislocation sur l'écroutissage du matériau. Elle est présente dans l'actualisation de la limite de la contrainte projetée τ_μ^s (Tabourot et al., 1997).

La matrice des coefficients d'interaction entre les systèmes de glissement $[h]$ s'assimile à la matrice $[a]$ des travaux de Tabourot (Tabourot et al., 1997). Comme introduit précédemment, celle-ci est incorporée dans l'écroutissage R^s via la variable β^s , qui correspond à l'évolution ρ_T dans le modèle de Tabourot (Tabourot et al., 1997). Les travaux de Gérard et al. (Gérard et al., 2013) utilisent cette relation entre les coefficients d'interaction pour les comparer.

Il est important de préciser que la matrice d'interaction s'adapte aux familles de glissement prises en compte lors de la modélisation du comportement du matériau. En effet dans le cas d'un alliage AM1 (superalliage à base de nickel), Méric et Cailletaud (Méric et al., 1991a) ont présenté la prise en compte de deux familles de systèmes de glissement dans la matrice d'interaction : $\{111\}\langle 011 \rangle$ pour les systèmes de glissement d'un CFC et $\{001\}\langle 011 \rangle$ pour les systèmes de glissement cubique supplémentaires.

Lors de la construction de la matrice d'interaction, l'auto-écrouissage $h^{ss} = h_1$ est placé sur la diagonale, et les autres interactions sont les termes extra-diagonaux

$h^{s \neq r} = h_{i, i \neq 1}$. C'est le point commun entre les différentes matrices d'interaction de la littérature (Bassani and Wu, 1997; Franciosi, 1985; Méric et al., 1991a). Les composantes extra-diagonales de la matrice dépendent ensuite de la convention choisie pour l'ordre des systèmes de glissement lors de l'écriture de la matrice d'interaction. Par exemple, pour une famille de systèmes de glissement CFC $\{111\}\langle 110 \rangle$, la convention choisie par Bassani et Wu est (2,3,1,4,6,5,11,10,12,8,9,7) en fonction de l'ordre utilisé dans le Tableau 1.1. Dans les travaux de Franciosi et Zaoui (Franciosi and Zaoui, 1982), la matrice d'interaction est ordonnée suivant (7,8,9,1,2,3,4,5,6,10,11,12). Cela amène à l'écriture d'une matrice d'interaction qui a ses lignes et colonnes permutées. L'écriture des systèmes de glissement contenant un même plan de glissement successivement pour les lignes et les colonnes fait apparaître dans la matrice d'interaction des sous-matrices \mathcal{H} . Celles-ci sont composées de termes extra diagonaux correspondant à l'écroissage coplanaire et de termes diagonaux correspondant à l'auto-écrouissage :

$$h^{sr} = \begin{bmatrix} \mathcal{H} & \cdot & \cdot & \cdot \\ \cdot & \mathcal{H} & \cdot & \cdot \\ \cdot & \cdot & \mathcal{H} & \cdot \\ \cdot & \cdot & \cdot & \mathcal{H} \end{bmatrix}, \mathcal{H} = \begin{bmatrix} h_1 & h_2 & h_2 \\ h_2 & h_1 & h_2 \\ h_2 & h_2 & h_1 \end{bmatrix}. \quad (1.62)$$

Dans le cadre de cette thèse nous avons utilisé la matrice d'interaction présentée équation (1.63), pour laquelle l'ordre des systèmes de glissement est précisé à partir de la convention de Schmid et Boas (Schmid and Boas, 1968) :

$$[h] = \begin{matrix} B2 \\ B4 \\ B5 \\ C1 \\ C3 \\ C5 \\ A2 \\ A3 \\ A6 \\ D1 \\ D4 \\ D6 \end{matrix} \begin{bmatrix} h_1 & h_2 & h_2 & h_3 & h_6 & h_5 & h_4 & h_7 & h_7 & h_3 & h_5 & h_6 \\ h_2 & h_1 & h_2 & h_6 & h_3 & h_5 & h_5 & h_3 & h_6 & h_7 & h_4 & h_7 \\ h_2 & h_2 & h_1 & h_7 & h_7 & h_4 & h_5 & h_6 & h_3 & h_6 & h_5 & h_3 \\ h_3 & h_6 & h_5 & h_1 & h_2 & h_2 & h_3 & h_5 & h_6 & h_4 & h_7 & h_7 \\ h_6 & h_3 & h_5 & h_2 & h_1 & h_2 & h_7 & h_4 & h_7 & h_5 & h_3 & h_6 \\ h_7 & h_7 & h_4 & h_2 & h_2 & h_1 & h_6 & h_5 & h_3 & h_5 & h_6 & h_3 \\ h_4 & h_7 & h_7 & h_3 & h_5 & h_6 & h_1 & h_2 & h_2 & h_3 & h_6 & h_5 \\ h_5 & h_3 & h_6 & h_7 & h_4 & h_7 & h_2 & h_1 & h_2 & h_6 & h_3 & h_5 \\ h_5 & h_6 & h_3 & h_6 & h_5 & h_3 & h_2 & h_2 & h_1 & h_7 & h_7 & h_4 \\ h_3 & h_5 & h_6 & h_4 & h_7 & h_7 & h_3 & h_6 & h_5 & h_1 & h_2 & h_2 \\ h_7 & h_4 & h_7 & h_5 & h_3 & h_6 & h_6 & h_3 & h_5 & h_2 & h_1 & h_2 \\ h_6 & h_5 & h_3 & h_5 & h_6 & h_3 & h_7 & h_7 & h_4 & h_2 & h_2 & h_1 \end{bmatrix} \quad (1.63)$$

L'ordre des systèmes de glissement suit le classement numérique présenté dans le Tableau 1.1. Les coefficients d'interaction sont ceux listés dans le Tableau 1.2.

1.3.4. Comparaison des hypothèses de description de la loi

Nous avons sélectionné dans la littérature des paramètres afin de quantifier l'influence de l'hypothèse des petites perturbations sur une courbe d'extension simple, par rapport aux transformations finies.

Paramètre	c_{11} (GPa)	c_{12} (GPa)	c_{44} (GPa)	K (MPa. s ^{1/n})	n (-)	Q (MPa)	b (-)	τ_0 (MPa)
Valeur	159.3	122	81	5	10	6	15	10

Tableau 1.4 : Valeur des paramètres obtenus dans la littérature (Breumier et al., 2020; Méric et al., 1994a).

Pour tous les paramètres nous avons utilisé les paramètres des travaux de Breumier et al. (Breumier et al., 2020). Dans cette étude, ils utilisent les coefficients d'interaction de Méric-Cailletaud (Méric et al. 1994). Les paramètres utilisés (hormis les coefficients d'interaction entre systèmes de glissement) sont listés dans le Tableau 1.4, le jeu de coefficients d'interaction θ_{MC} est listé plus tard dans le Tableau 3.1.

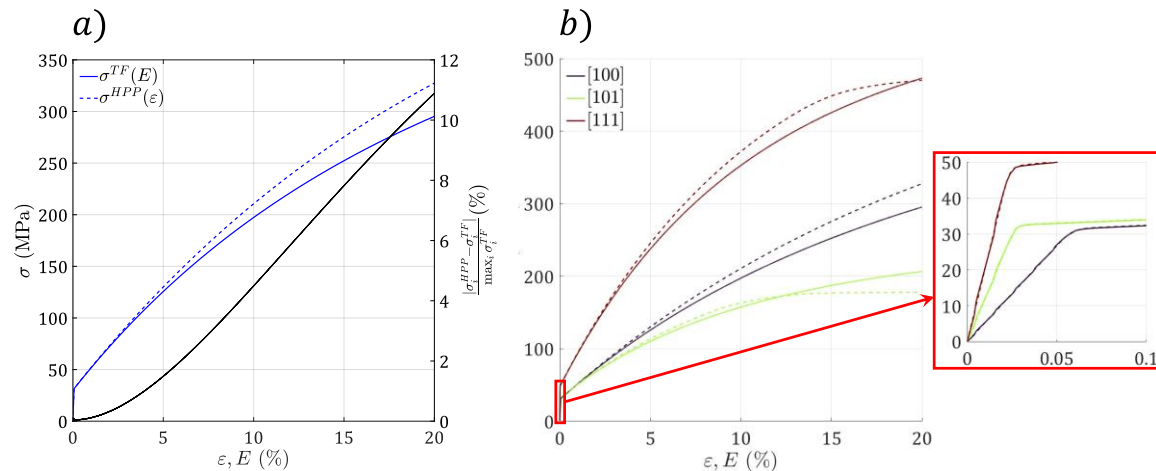


Figure 1.14 : Comparaison entre les hypothèses de petites perturbations (HPP) et transformations finies (TF). En *a*) la courbe pour l'orientation [100] avec calcul de l'erreur. En *b*) avec plusieurs orientations, en pointillé la courbe avec l'hypothèse HPP et trait continu l'hypothèse de TF. Un zoom sur la partie élastique de la courbe est montré. En abscisse, pour les transformations finies, ce sont les mesures de Green-Lagrange qui sont utilisées. En ordonnées ce sont les contraintes de Cauchy.

Les courbes sont obtenues à partir de simulations d'un essai d'extension simple sur un point matériel, présenté à l'équation (1.47). Sous l'hypothèse des grandes transformations, le tenseur des contraintes de Cauchy est obtenu à partir du second tenseur des contraintes de Piola-Kirchhoff en utilisant la seconde équation de (1.59). On peut constater sur la Figure 1.14 *a*) qu'une différence notable ($>2\%$) commence à partir de 6% de déformation. La Figure 1.14 *b*) montre que l'erreur commise avec l'hypothèse des petites perturbations dépend de l'orientation sélectionnée. On observe néanmoins, peu importe l'orientation, que la partie élastique et l'initiation de la plasticité sont parfaitement superposées entre les deux hypothèses. Dans le cadre de cette thèse nous allons modéliser des essais de nanoindentation, où les déformations sous l'indenteur sont de l'ordre de 200%. L'hypothèse des transformations finies a été retenue pour la modélisation des essais de traction

polycristallin et les essais de nanoindentation. L'implémentation de la loi de comportement est présentée en annexe A.1 pour les deux descriptions de la loi de comportement.

1.4. Conclusions

Dans ce chapitre ont été introduits les mécanismes de déformation plastique du nickel. Nous avons rappelé que les défauts cristallins sont inhérents aux mécanismes de plastification des métaux et alliages cristallins. La haute énergie de faute d'empilement du nickel suggère que le maclage n'est pas nécessaire pour décrire son comportement. L'échantillon indenté est constitué de nickel pur, ayant une seule phase. L'unique mécanisme de déformation pris en compte dans ces travaux est le glissement des dislocations, car c'est le mécanisme de déformation prépondérant. Ce sont les interactions entre ces défauts, lors de leurs glissements sur des systèmes de glissement, qui décrivent l'écroutissement du matériau.

La loi de Méric-Cailletaud (Méric et al., 1991a) permet de décrire le comportement plastique par glissements de dislocations, ainsi que leurs interactions à travers les interactions entre les systèmes de glissement. Les différents paramètres d'écroutissement, dont les coefficients d'interaction sont présentés. Comme dans l'ensemble des modèles de plasticité cristalline, le déclenchement de l'écroutissement est piloté par la projection du tenseur des contraintes sur les différents systèmes de glissement du matériau considéré. Il est classé dans les modèles semi-physiques car l'écroutissement n'est pas décrit par l'évolution de la densité de dislocations (Roters et al., 2010; Tabourot et al., 1997), mais par l'évolution de variables internes.

La matrice d'interaction asymétrique utilisée pour ces travaux est présentée, ainsi que l'origine de cette asymétrie proposée d'après les travaux de Madec (Madec and Kubin, 2017) en dynamique des dislocations ($h_5 \neq h_7$). Cette asymétrie ajoute un coefficient d'interaction à identifier. Les 10 paramètres plastiques de la loi de Méric-Cailletaud à identifier sont donc $(Q, b, \tau_0, h_1, h_2, h_3, h_4, h_5, h_6, h_7)$. Nous présenterons par la suite la campagne d'essais de nanoindentation effectuée pour identifier ces paramètres.

Chapitre 2

Essais et mesures pour la caractérisation du nickel

Ce chapitre présente les différents essais et mesures effectués sur l'échantillon de nickel, constituant la base de données expérimentales. Coupé en deux, une partie de l'échantillon a subi l'ensemble des essais de nanoindentation, tandis que l'autre a été sollicitée en traction. Pour enrichir les données collectées sur le matériau via les essais d'indentation, une cartographie des orientations cristallographiques ainsi que des relevés topographiques autour des empreintes ont été effectués. Quelques analyses préliminaires de la base de données sont présentées tout au long du chapitre.

Sommaire

2.1. Avant-propos	50
2.2. Mesures par diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD)	51
2.2.1. Introduction	51
2.2.2. Import des données	52
2.2.3. Cartographies EBSD	53
2.2.4. Taille de grains et désorientation intragranulaire locale	56
2.2.5. Densité de dislocations intragranulaire	60
2.3. Essais de nanoindentation	63
2.3.1. Dispositif expérimental	63
2.3.2. Protocole d'indentation	65
2.3.3. Pointes d'indentation	67
2.3.3.1. Pointe de type Berkovich	67
2.3.3.2. Pointe de type Conique	69
2.3.3.3. Azimut	70
2.3.4. Propriétés extraites à partir d'une analyse des courbes $P - h$	71
2.3.5. Analyse de l'échantillon de nickel par les courbes $P - h$	76
2.3.5.1. Elasticité	76
2.3.5.2. Dureté et effet d'échelle	81
2.4. Mesures par microscopie à force atomique (AFM)	87
2.4.1. Défaut de planéité	88
2.4.2. Mise à niveau et traitement des artéfacts	90
2.5. Essai de traction	94
2.6. Conclusions	95

2.1. Avant-propos

Dans ce chapitre est introduit l'ensemble des essais et mesures expérimentales utilisés dans ces travaux. L'échantillon de nickel a été coupé en deux parties pour réaliser ces essais, une partie étant étudiée à l'échelle microscopique et l'autre à l'échelle macroscopique.

La partie de l'échantillon étudiée à l'échelle microscopique a été sollicitée par nanoindentation. Une base de données expérimentales large est créée, afin de collecter une quantité suffisante d'informations concernant les interactions entre les systèmes de glissement du nickel. À notre connaissance, les seules informations dans la littérature concernant l'identifiabilité de coefficients d'interaction à partir de topographies sont établies par Renner et al. (Renner, 2016; Renner et al., 2020). Celles-ci suggèrent de coupler des orientations différentes afin d'avoir une bonne identifiabilité. Nous avons donc réalisé des empreintes d'indentation dans des grains dont les orientations sont aléatoirement réparties dans la figure des pôles inverses. Afin d'enrichir ces données matériau, des mesures EBSD (diffraction d'électrons rétrodiffusés) ont été effectuées pour mesurer l'orientation cristallographique locale de la surface de l'échantillon. De plus des mesures AFM (microscopie à force atomique) ont été effectuées afin de visualiser la topographie expérimentale après la sollicitation en nanoindentation. Cet essai et ces mesures constituent ainsi la base expérimentale de données nécessaires à l'identification des coefficients d'interaction entre les systèmes de glissement. Quelques analyses classiques de l'essai d'indentation complètent ce chapitre, apportant des informations complémentaires pour notre étude sur l'échantillon de nickel.

La partie étudiée à l'échelle macroscopique a été sollicitée en traction. Cet essai permet de faire un calibrage des paramètres plastiques Q , b et τ_0 de la loi de Méric-Cailletaud. L'objectif est d'élaborer des points de départ pour l'identification des coefficients d'interaction entre les systèmes de glissement.

Nous introduirons tout d'abord le post-traitement des données EBSD effectué avec l'outil MTEX (Bachmann et al., 2011; Hielscher et al., 2022; Nolze and Hielscher, 2016). Seront ensuite présentés les essais de nanoindentation effectués sur l'échantillon de nickel. À la suite de ces essais, les mesures des topographies résiduelles obtenues par AFM seront présentées. Finalement l'essai de traction sera introduit, ce qui conclut la base de données expérimentales de ces travaux.

2.2. Mesures par diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD)

2.2.1. Introduction

La première méthode utilisée pour connaître l'orientation cristallographique au sein d'un grain est l'attaque chimique (Repoux et al., 2008). La Figure 2.1 illustre une attaque chimique sur un matériau cubique centré pour différentes orientations. Ces attaques chimiques permettent de faire apparaître des formes géométriques à la surface de l'échantillon (piqûres d'attaques) qui sont caractéristiques de l'orientation cristallographique. Cette apparition de formes géométriques est due à une attaque préférentielle des plans de faibles indices (Repoux et al., 2008).

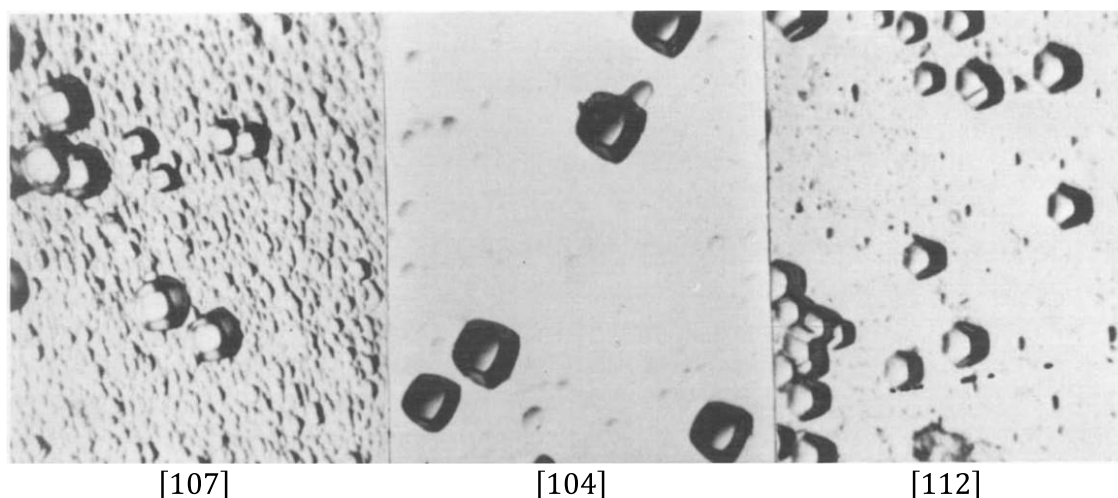


Figure 2.1 : Exemple de formes géométriques obtenues après attaque chimique pour trois orientations différentes dans du Niobium (CC) (Baranova and Fionova, 1980).

S. Kikuchi, en 1928, fait apparaître en utilisant un MET (Microscope Electronique en Transmission), des lignes remarquables résultant de la diffraction d'électrons. Celles-ci sont obtenues après le bombardement d'un cristal de mica (Kikuchi, 1928; Nishikawa and Kikuchi, 1928). Ce n'est que quelques années plus tard que l'observation de la diffraction des électrons a pu être faite en utilisant un MEB (microscope électronique à balayage) (Dingley, 2000).

Plusieurs méthodes ont été développées afin de caractériser les orientations et la texture des matériaux, basées sur la diffraction des rayons X (DRX) où celle des électrons des électrons rétrodiffusés (EBSD).

La première cartographie EBSD a été obtenue par les auteurs (Wright and Adams, 1992) en 1992. Celle-ci n'est pas présentée dans l'article cité, mais elle est illustrée dans (Repoux et al., 2008). Aujourd'hui c'est une technique couramment utilisée pour déterminer l'orientation cristallographique au sein de grains, déterminer les phases, estimer les rotations locales d'un cristal, calculer des déformations élastiques et plastiques...

2.2.2. Import des données

Expérimentalement, un MEB JEOL JSM 7600F a été utilisé pour la caractérisation des textures de notre échantillon de nickel couplé un système Ametek EDAX DigiView 5 piloté par le logiciel OIM8. À ce stade, l'orientation cristallographique d'un point de la surface de l'échantillon est définie par trois angles d'Euler et à la position x et y du point de mesure dans le plan de l'échantillon. Le post-traitement de ces données avec un logiciel (OIM8 pour les données EBSD de référence puis MTEX) permet ensuite de remonter par exemple aux orientations des différents grains présents dans le matériau et d'en faire des cartographies. Ces données peuvent être ensuite exportées dans différents formats pour être post-traitées (.ang, .ctf, .osc, ...).

Le principe de fonctionnement d'un MEB est présenté à la Figure 2.2 : le faisceau d'électrons est envoyé par le MEB sur l'échantillon puis celui-ci est diffracté (suivant un cône de diffraction) vers le détecteur EBSD. Cela fait apparaître un schéma de lignes de Kikuchi, qui est ensuite post-traité afin d'en déduire l'orientation cristallographique du pixel considéré. Le repère de l'échantillon, noté $\mathcal{R}_{(0,\vec{x},\vec{y},\vec{z})}$, est fixé à l'échantillon et détermine la position de chaque pixel étudié par rapport à la surface de l'échantillon. La base des angles d'Euler, noté $\mathcal{B}_{(\vec{A}_1,\vec{A}_2,\vec{A}_3)}$, n'est pas rattachée à l'échantillon, mais au détecteur EBSD. En nanoindentation avec un indenteur Berkovich, une compréhension correcte du lien entre les deux bases expérimentales issues de la mesure EBSD et celle du modèle éléments finis est essentielle pour faire correspondre simulations et expériences. L'import des données EBSD et la correcte correspondance des trois repères (en incluant le repère du modèle éléments finis) est présentée en annexe A.2.

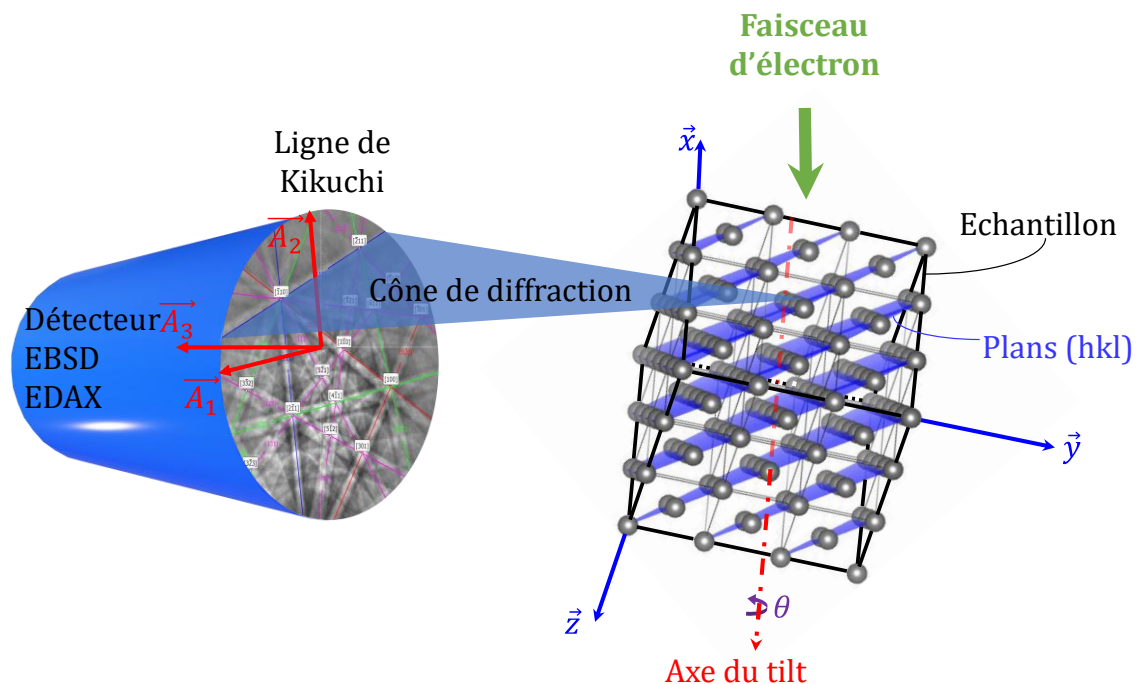


Figure 2.2 : Présentation d'un couplage EDAX système / MEB. Inspirée de (Repoux et al., 2008).

2.2.3. Cartographies EBSD

L'importation des données étant vérifiée, nous avons ensuite procédé au post-traitement de ces données. Un fichier exporté d'un essai EBSD porte un entête décrivant le matériau, ses symétries ainsi que les familles de plans du cristal. Dans ce fichier, les données sont sous la forme d'un tableau contenant 1485157×15 informations. Ce tableau traduit la cartographie EBSD, présentée sur la Figure 2.3, qui est composée de 1485157 pixels et 15 données sont associées à chacun d'eux. Il y a les 3 angles d'Euler (ϕ_1, ψ, ϕ_2), les coordonnées x et y, l'indice de qualité de l'image (ci), le numéro du pixel considéré, l'attribution de symétrie et de phase. Les données avec un indice de qualité inférieur à 0.1 sont retirées pour le post-traitement. Des logiciels comme OIM8 ou MTEX permettent de reconstruire à partir de ce tableau la microstructure de la surface de l'échantillon.

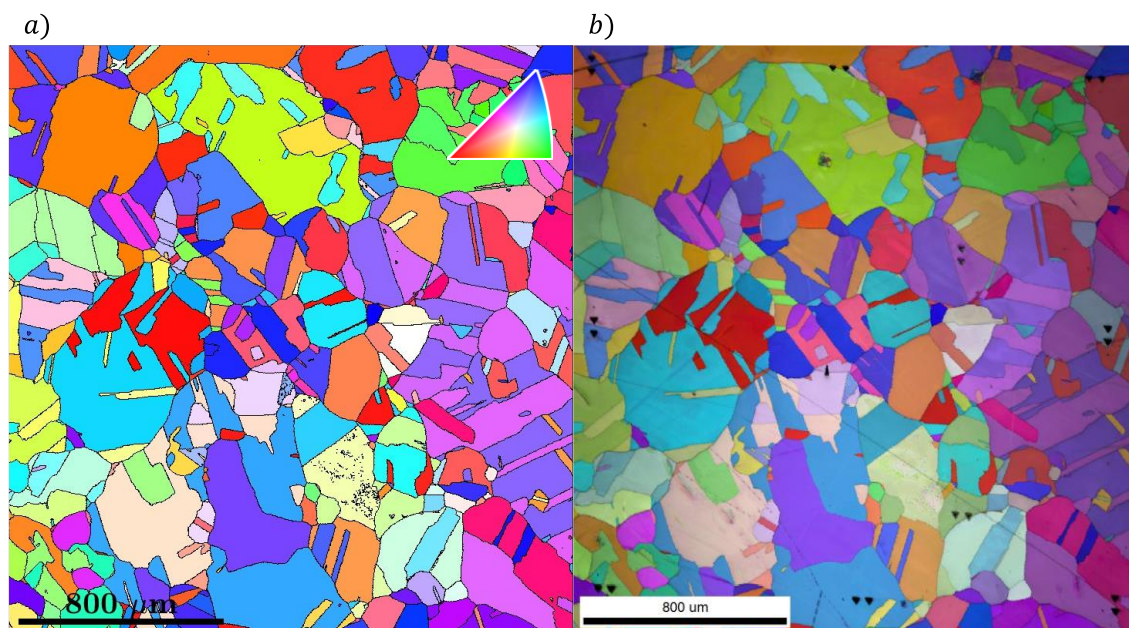


Figure 2.3 : Comparaison de deux cartographies. En *a*) la cartographie obtenue avec MTEX et le code couleur TSL correspondant sur la cartographie. En *b*) la cartographie EBSD obtenue avec OIM8 avec une superposition de l'image obtenue par MEB. Les triangles noirs correspondent aux marques de repérage de la zone.

Pour reconstruire les cartographies EBSD, MTEX reconstruit les grains grâce à un algorithme qui lui est propre (Bachmann et al., 2011; Hielscher et al., 2022) et leur attribue une couleur (Nolze and Hielscher, 2016) en fonction de l'orientation cristallographique. Dans le logiciel MTEX, il est utilisé la décomposition de Voronoï pour créer les frontières du grain. Chaque cellule de Voronoï est un polyèdre qui couvre la totalité de la surface du grain. Un grain est défini à partir d'une désorientation seuil entre des pixels. Lorsque la désorientation entre ces pixels dépasse ce seuil, il définit une frontière de grain. L'orientation d'un grain est donnée avec les angles d'Euler mais celle-ci est manipulée à partir de quaternions, qui ont la particularité d'être moins coûteux en stockage mémoire (4 composantes pour un quaternion et 9 composantes pour une matrice de rotation quelconque). Dans notre cas, la cartographie de référence à laquelle nous avons eu accès comportait une désorientation seuil entre deux grains de 5° . En utilisant cette donnée nous avons

ainsi comparé la cartographie obtenue par MTEX (Figure 2.3 a) et celle obtenue avec OIM8 (Figure 2.3 b). On peut observer que la correspondance entre les deux cartographies est excellente.

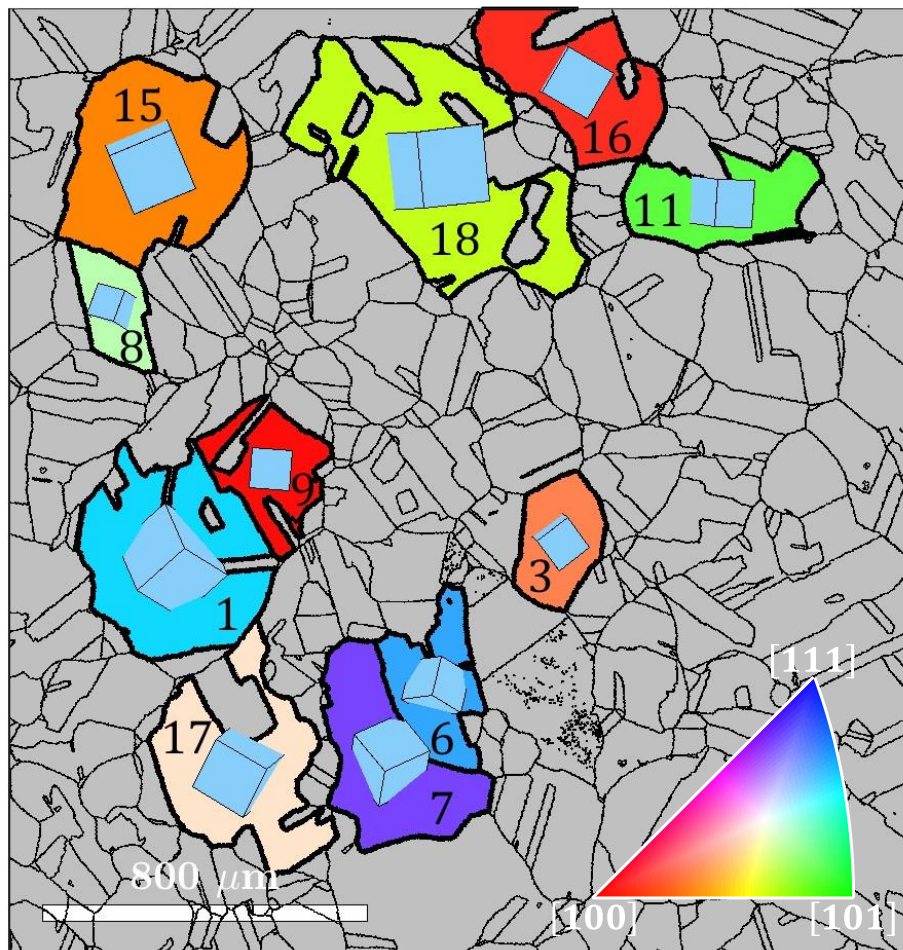


Figure 2.4 : Cartographie EBSD des grains indentés traitée avec MTEX. Seuls les grains indentés sont colorés avec le code couleur TSL. Il est superposé sur la cartographie des cubes représentant l'orientation cristallographique de chaque grain.

La cartographie de la Figure 2.3 b) fait apparaître également les 16 empreintes d'indentation qui ont été utilisées pour le repérage de la zone, elles forment un carré au bord de l'image. Il est superposé à la Figure 2.3 b), par-dessus l'image EBSD, une image obtenue au microscope électronique de la surface de l'échantillon. On peut également voir apparaître quelques traces sur la surface qui sont observées avec le microscope. Les couleurs sont attribuées en fonction de la direction d'un des axes de la base du cristal par rapport à la surface de l'échantillon. Par convention, c'est l'axe \bar{z} de la base du cristal qui est utilisé. La colorisation TSL habituelle (dans les codes commerciaux) permet de visualiser les orientations des plans en fonction d'une couleur, représentée sur la Figure 2.3 a) en haut à droite ou sur la Figure 2.4 en bas à droite. Sur la cartographie de la Figure 2.4, sont isolés les grains sélectionnés pour construire la base de données expérimentales. La couleur est homogène dans les grains car celle-ci correspond à leur orientation moyenne.

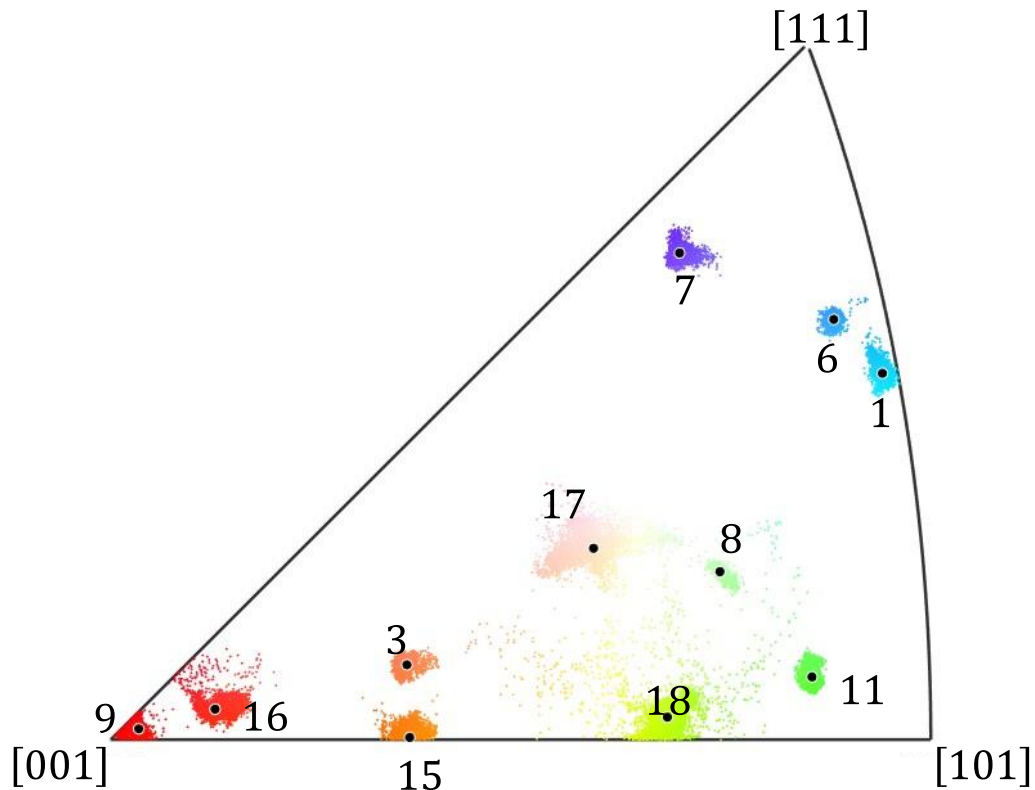


Figure 2.5 : Représentation de l'orientation de tous les pixels pour tous les grains sur une figure inverse des pôles. L'orientation moyenne du grain est indiquée par un point noir.

MTEX permet une multitude de post-traitements afin d'obtenir de plus amples informations sur l'échantillon. À la Figure 2.4, nous représentons uniquement les grains de l'étude par la couleur associée à leur orientation moyenne. Les autres grains de l'échantillon sont laissés en gris. Nous avons numéroté arbitrairement les zones d'études de 1 jusqu'à 18 afin de les repérer. Certaines zones sont écartées (2,4,5,10,12,13,14), car elles résultent par exemple d'une indentation réalisée sur un joint de grain, comme le grain n°2. Sont également représentés sur la Figure 2.4 des cubes qui sont orientés en fonction de l'orientation cristallographique des grains. Ces cubes permettent de visualiser, plus instinctivement qu'avec le code couleurs TSL, l'orientation cristallographique des grains. Avec ces cubes, il est aisé de voir que les grains qui sont en coloris rouge ont leur plan (100) parallèle à la surface de l'échantillon. C'est le cas pour les grains 16 et 9 de notre étude par exemple. En revanche, avec la coloration seule, il est impossible de se rendre compte de l'orientation dans le plan du cristal. La colorisation ne tenant compte que de l'axe \vec{z} du cristal, les cubes apportent ainsi une information supplémentaire concernant l'orientation du cube dans le plan de l'échantillon. Une autre manière de représenter l'orientation dans les grains est de reporter l'orientation de chaque pixel dans le grain ainsi que l'orientation moyenne de celui-ci dans une figure inverse de pôles, comme illustré à la Figure 2.5. Cette représentation permet de se rendre compte de la dispersion de l'orientation dans certains grains. La frontière du grain étant faible, fixée à 5° , cette représentation permet de se rendre compte de l'écart possible entre certains pixels du grain et l'orientation moyenne de celui-ci.

Nous avons reporté dans le Tableau 2.1 les angles d'Euler ainsi que les indices de Miller de chaque grain dans la base $\mathcal{B}_{(\vec{A}_1, \vec{A}_2, \vec{A}_3)}$. Les angles d'Euler sont ici reportés

dans la convention Bunge : une première rotation autour de l'axe \vec{z} du cristal notée ϕ_1 , une rotation autour de l'axe \vec{x} notée ψ et enfin une rotation autour de l'axe \vec{z} notée ϕ_2 .

Grains	Angles d'Euler			Indices de Miller					
	$\phi_1(^{\circ})$	$\psi(^{\circ})$	$\phi_2(^{\circ})$	(hkl)			$[uvw]$		
1	293.48	47.00	115.42	-11	-5	11	12	-11	7
3	141.71	163.60	284.19	3	1	11	9	-7	-2
6	188.06	134.05	30.19	-5	9	10	9	4	1
7	203.68	64.79	123.35	-6	5	9	11	-6	11
8	345.57	57.09	79.71	1	-4	6	9	2	3
9	65.12	1.60	201.09	0	0	1	12	1	0
11	358.60	128.18	94.04	1	8	10	12	0	-1
15	292.56	106.04	269.88	2	0	7	7	-3	-2
16	59.45	91.63	5.58	0	1	10	12	7	0
17	63.75	64.07	348.88	5	-2	10	8	5	-3
18	183.84	149.86	357.68	0	7	12	10	-1	0

Tableau 2.1 : Angles d'Euler et indices de Miller des grains dans la base $\mathcal{B}_{(\overline{A}_1, \overline{A}_2, \overline{A}_3)}$.

2.2.4. Taille de grains et désorientation intragranulaire locale

Les grains sélectionnés pour être indentés font partie des grains les plus larges de la cartographie, ce qui laisse assez de place pour faire plusieurs indentations au sein d'un même grain. Cela permet également de négliger l'influence des joints de grain sur la réponse du matériau. C'est une hypothèse forte, puisque n'ayant aucune information en profondeur, on suppose ici qu'en profondeur les joints de grain sont également loin de la surface. Comme ceux-ci font office d'obstacles au déplacement des dislocations, l'impact sur les mesures serait non négligeable.

La cartographie EBSD met en évidence une forte disparité de la taille des grains au sein de l'échantillon. Au total il y a $N_g = 1243$ grains indexés dans notre traitement avec MTEX sur la cartographie, pour une surface de 5.14 mm^2 . La surface moyenne des grains A_m peut être exprimée de la manière suivante :

$$A_m = \frac{1}{N_g} \sum_{i=1}^{N_g} A_i = 4142 \text{ } \mu\text{m}^2. \quad (2.1)$$

Dans cette formule A_i représente l'aire de chaque grain calculée avec MTEX. On peut également estimer le nombre de grains dans l'échantillon à partir de cette cartographie EBSD. La première étape de l'estimation du nombre de grains dans l'échantillon est de calculer le rayon d'un cercle équivalent r_{eq} pour chaque grain à partir de la moyenne des aires des grains A_m tel que $r_{eq} = \sqrt{A_m/\pi}$. On peut ensuite extraire le rayon moyen d'un grain sur l'ensemble de la cartographie. Avec ce rayon

moyen on peut estimer le volume moyen d'un grain V_g et ainsi avoir un ordre de grandeur pour le nombre de grains N_E au sein de l'échantillon d'un volume V_E .

$$N_E = \frac{V_E}{V_g} = \frac{3V_E}{4\pi r_{eq}^3}. \quad (2.2)$$

On trouve ainsi dans un volume de 1cm^3 approximativement $N_E \approx 5 \times 10^6$ grains. Cette approximation permet d'appréhender la difficulté de modéliser l'échantillon dans son intégralité. Pour les essais de traction polycristallin réalisés dans cette thèse, et présentés par la suite, l'option de la modélisation complète de l'échantillon a tout de suite été écartée.

Pour modéliser le comportement à l'indentation d'un grain, nous avons utilisé l'orientation moyenne du grain. Localement, celle-ci peut avoir une désorientation allant jusqu'à 5° par rapport à l'orientation moyenne du grain, comme nous l'avons paramétré pour la génération des grains. Il est donc intéressant de regarder avec plus ample précision quelle est la dispersion au sein d'un grain par rapport à l'orientation moyenne. Ayant sélectionné les grains avec la plus grande surface apparente, afin de procéder à plusieurs indentations par grain et négliger les effets de bords, nous avons aussi sélectionné les grains les moins susceptibles d'avoir une forte dispersion de l'orientation en leurs seins.

Dans MTEX il existe plusieurs méthodes pour étudier la dispersion au sein d'un grain. La première méthode est appelée GROD (Grain Reference Orientation Deviation). Celle-ci calcule pour chaque pixel de la cartographie la désorientation qu'il existe entre ce pixel et l'orientation moyenne au sein du grain auquel ce pixel est rattaché. La désorientation est exprimée par une matrice de désorientation O_d de la manière suivante :

$$[O^d] = [O^g]^{-1} \cdot [O^p]. \quad (2.3)$$

Dans cette équation $[O^d]$ désigne la matrice de désorientation entre la matrice de rotation moyenne au sein du grain $[O^g]$ et celle du pixel considéré $[O^p]$. Cette matrice $[O^d]$ permet de transformer les coordonnées exprimées dans la base de l'orientation moyenne du grain vers celle de l'orientation du pixel. Afin d'avoir une représentation graphique sur la cartographie de la désorientation, le calcul d'un angle équivalent d'une matrice de rotation est souvent utilisé. Ainsi, directement à partir de la matrice $[O^d]$, un angle représentatif de cette matrice est calculé puis superposé à l'image de microstructure. Cet angle représentatif est une manière de représenter une matrice d'orientation (ou de désorientation) en un scalaire. C'est une information quantitative qui est exprimée de la manière suivante :

$$\theta_r = \cos^{-1} \left(\frac{\text{trace}([O^d]) - 1}{2} \right). \quad (2.4)$$

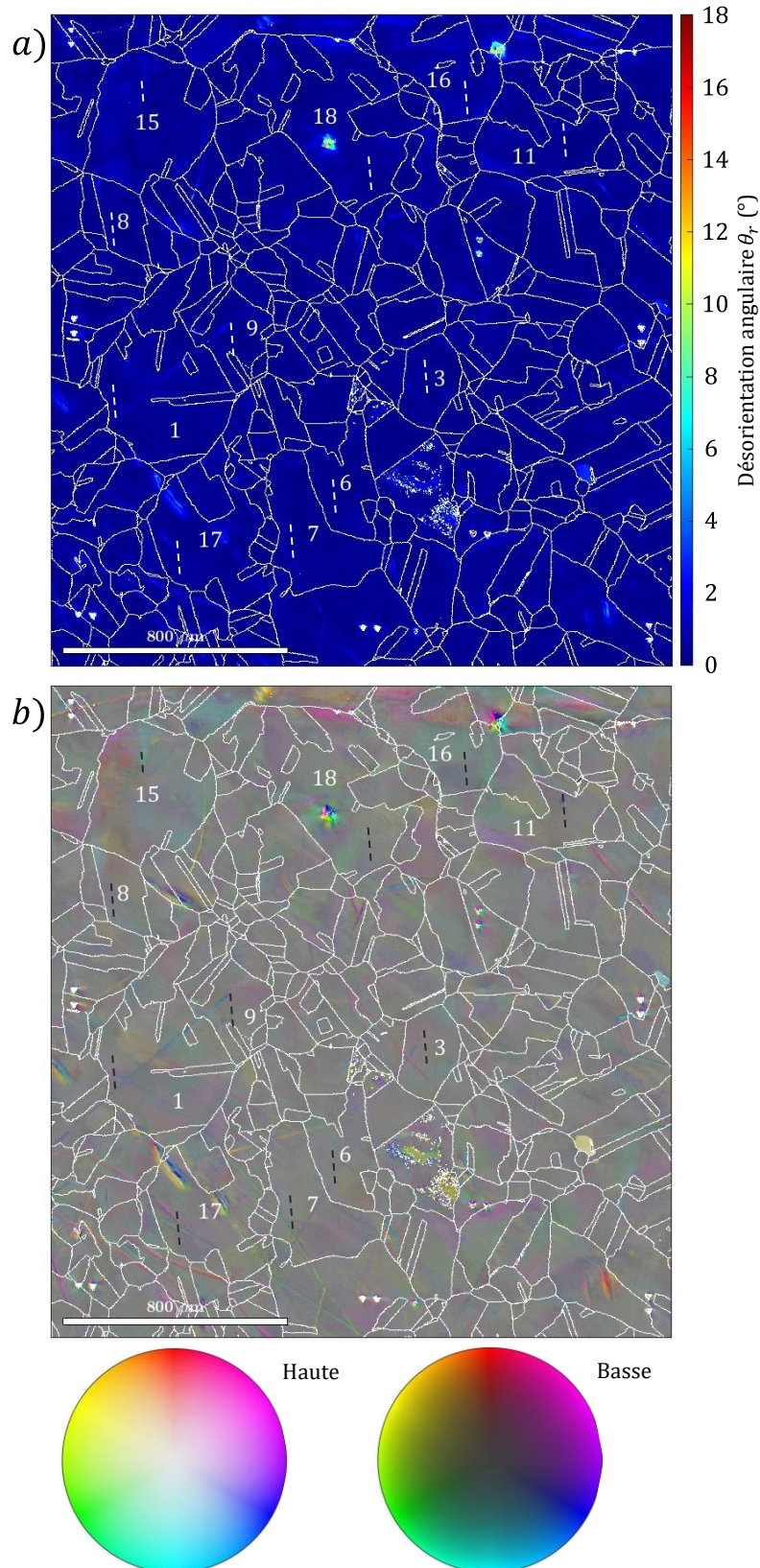


Figure 2.6 : En a) la cartographie de désorientation angulaire des pixels par rapport à l'orientation moyenne des grains auxquels ils appartiennent. L'outil de mesure de la désorientation est l'angle représentatif présenté équation (2.4). En b) la désorientation axiale colorée avec la sphère de couleur représentée en deux disques. Sur chaque image sont représentées les zones d'indentation en traits pointillés.

Son expression est obtenue à partir d'une matrice de rotation des angles d'Euler. En effet, peu importe l'axe de rotation avec laquelle la matrice d'orientation est obtenue, la trace est une constante. Pour un angle de rotation ξ autour de n'importe quel axe de la base, la trace de $[M]$ d'une matrice des angles d'Euler vaut :

$$\text{trace}([M]) = 2 \cos(\xi) + 1. \quad (2.5)$$

En inversant cette relation on obtient l'équation (2.4). Cet outil permet ainsi de quantifier en un scalaire la désorientation entre l'orientation moyenne d'un grain et celle des pixels appartenant à ce grain. La Figure 2.6 a) montre la valeur de l'angle représentatif de la désorientation angulaire $\theta_r([O^d])$ pour chaque pixel sur la cartographie EBSD. On voit apparaître toutes les empreintes de repérage en blanc, car elles ne sont pas prises en compte dans le calcul de l'orientation moyenne des grains.

Les symétries du cristal sont prises en compte dans le calcul de la désorientation avec MTEX. Ainsi, l'angle θ_r est toujours le minimum des angles possibles entre toutes les combinaisons d'orientations équivalentes. À la Figure 2.6 des traces d'indentation antérieure dans le grain n°18 et proche du grain n°16 apparaissent. La zone dans laquelle les indentations ont été effectuées pour ces grains est éloignée de ces zones de forte désorientation. L'influence d'une telle désorientation sur la topographie est non négligeable, auquel cas celles-ci auraient été retirées de la base de données. La valeur moyenne de désorientation sur la cartographie entière est de 0.4° . Pour les grains sélectionnés dans notre étude, on remarque que la désorientation peut être supérieure à 10° pour le grain n°18.

L'angle θ_r est une information quantitative, mais il n'est pas indiqué dans quelle direction se sont désorientés les pixels considérés. Afin d'avoir accès à cette information, un autre outil de mesure de la désorientation consiste à colorer les pixels en fonction de l'angle et de la direction de désorientation du pixel considéré (Thomsen et al., 2017). L'angle de désorientation maximale utilisé pour la colorisation est de 5° par rapport à l'orientation moyenne du grain (qui est aussi le seuil de définition d'un grain). Cette représentation de la désorientation permet de mieux faire apparaître ce qui est supposé être des lignes de polissage présentes dans les grains. À la Figure 2.6 b), le gris représente un axe du pixel proche de l'axe de l'orientation moyenne du grain. Par superposition des zones d'indentation sur les cartographies des désorientations présentées sur la Figure 2.6 b), on peut remarquer que certaines indentations sont réalisées dans des zones où il y a une désorientation locale. Par exemple pour le grain n° 17, la ligne où ont été effectuées les indentations passe par deux lignes de désorientation. En dehors des indentations antérieures à ces travaux mises en avant par la désorientation, la désorientation angulaire θ_r illustrée à la Figure 2.6 a) dépasse peu les 5° fixés par la définition des grains.

Comme attendu, les grains que nous avons sélectionnés pour faire notre étude diffèrent du comportement monocristallin supposé par le modèle de Méric-Cailletaud. Les désorientations étant locales, le choix de l'orientation moyenne des grains est raisonnable mais n'est certainement pas le meilleur. Une prise en compte de l'orientation locale ou de la variation de l'orientation locale serait plus judicieuse.

Avec MTEX, il est possible d'estimer la densité de dislocations à partir de la désorientation d'un pixel par rapport à ses voisins. Intrinsèquement liée à la désorientation intragranulaire, celle-ci permet de calculer la valeur de densité de dislocation initiale dans les différents grains. Le modèle ne prenant pas en compte cette variation, l'idéal serait qu'elle soit égale dans tous les grains.

2.2.5. Densité de dislocations intragranulaire

D'après les mesures EBSD, il est également possible d'avoir une estimation de la densité de dislocations présente dans notre échantillon. L'estimation est basée sur le lien entre les courbures locales de l'orientation cristallographique et la densité de dislocations recherchée. Les courbures locales sont définies à partir de la désorientation locale de l'orientation des cristaux qui, dans le cas d'une mesure EBSD, est disponible pour chaque pixel.

Les deux relations suivantes sont établies par Nye (Nye, 1953). Tout d'abord le lien entre le tenseur des courbures $\bar{\kappa}$ et le vecteur des rotations locales $\vec{\phi}$:

$$\kappa_{ij} = \frac{\partial \phi_i}{\partial x_j}. \quad (2.6)$$

Les indices i et j représentent ici les 3 directions de l'espace. Le tenseur des courbures est directement lié au tenseur densité de dislocations $\bar{\alpha}$. La relation introduite par Nye est purement géométrique :

$$\alpha_{ij} = \kappa_{ji} - \delta_{ji} \kappa_{kk}. \quad (2.7)$$

Dans le cas de mesures EBSD, la variation de l'orientation cristallographique est comprise dans un plan : l'intégralité du tenseur des courbures n'est pas accessible (qui prend en compte la courbe du réseau dans les trois dimensions). Les variations de l'orientation ne sont également pas continues mais discrétisées. En fonction du nombre de pixels que la résolution de la caméra EBSD possède, les résultats peuvent être différents (Wilkinson et al., 2006).

À partir de l'équation (2.3) la matrice de désorientation discrétisée pour chaque pixel est obtenue à partir des matrices d'orientations des angles d'Euler des pixels considérés. Dans le cas d'une discrétisation spatiale (2D) de la variation de l'orientation obtenue avec la mesure EBSD, le tenseur des courbures s'exprime :

$$\kappa_{ij} = \frac{\partial \phi_i}{\partial x_j} \approx \frac{\Delta \phi_i}{\Delta x_j} = -\epsilon_{ikl} \frac{\Delta O_{kl}^d}{\Delta x_j} \frac{\theta_r([O^d])}{2 \sin(\theta_r([O^d]))}. \quad (2.8)$$

ϵ_{ijk} est le symbole de permutation de Levi-Civita. La matrice de désorientation des angles d'Euler entre deux pixels $[O^d]$ est calculée à partir de pixels qui se trouvent le long de la direction x_j considérée. L'expression $\theta_r([O^d])$ représente le calcul de l'angle représentatif à partir de la matrice de désorientation $[O^d]$ comme indiqué équation (2.4). Les x_j obtenus par EBSD sont compris dans un plan ($j = 1,2$), ainsi toutes les

composantes κ_{i3} sont inaccessibles. D'après une mesure EBSD 2D classique, seulement les six composantes κ_{i1} et κ_{i2} ($i = \{1,2,3\}$) peuvent être obtenues. Les 5 composantes du tenseur des dislocations $\bar{\alpha}$ suivantes sont directement estimables, ainsi que la différence de deux composantes du tenseur :

$$\begin{cases} \alpha_{12} = \kappa_{21} \\ \alpha_{13} = \kappa_{31} \\ \alpha_{21} = \kappa_{12} \\ \alpha_{23} = \kappa_{32} \\ \alpha_{33} = -\kappa_{11} - \kappa_{22} \\ \alpha_{11} - \alpha_{22} = \kappa_{11} - \kappa_{22} \end{cases} \quad (2.9)$$

Les quatre composantes manquantes du tenseur des dislocations dépendent des κ_{i3} et ne peuvent être exprimées par un calcul direct. En plus des 5 composantes directement accessibles, la différence de deux composantes est également accessible.

Pantleon (Pantleon, 2008) propose une méthode de reconstruction du tenseur des courbures à partir de 5 composantes qui sont accessibles par la mesure EBSD ainsi que de la différence de deux composantes. Celle-ci est basée sur la minimisation de la somme des densités de dislocations pondérées par l'énergie élastique de chaque dislocation (Pantleon, 2008). L'équation (1.10) introduit l'énergie d'une dislocation mixte, qui peut être utilisée dans ce cas avec $\delta = 0$ modulo π pour une dislocation « vis », et $\delta = \pi/2$ modulo π pour une dislocation « coin ». Avec MTEX, une toolbox est utilisée afin de résoudre le problème de minimisation posé par Pantleon (Pantleon, 2008). Cette toolbox se base sur une méthode du simplexe généralisée pour la résolution de problème linéaire (Dantzig et al., 1955). La résolution du problème de minimisation introduit par Pantleon permet de compléter le tenseur des dislocations $\bar{\alpha}$. La méthode de calcul des densités de dislocations élaborée par Pantleon est mise à l'épreuve par différents auteurs (Ruggles et al., 2016). Au travers de leurs travaux ils montrent que cette méthode permet de retrouver la quasi-totalité des densités de dislocations correspondant à chaque type de dislocation. Dans leur étude ces auteurs ont utilisé un HREBSD (High Resolution Electron BackScatter Diffraction). Nous avons utilisé une mesure EBSD traditionnelle pour ces travaux, la densité de dislocations quantifiée est donc sans doute sous-estimée (Pantleon, 2008).

En appliquant cette méthode à nos données EBSD nous obtenons la Figure 2.7, révélant la variation de densité de dislocations de l'échantillon. La densité de dislocations moyenne au sein de l'échantillon est $\rho_m = 3.6 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-2}$. On peut voir apparaître sur la Figure 2.7 les empreintes de repérage de la cartographie. Dans ces empreintes la densité de dislocations est 10^4 fois supérieure à la densité moyenne de la cartographie. Ces dislocations sont localisées dans et autour des empreintes, favorisant ainsi les interactions entre elles. On peut également remarquer que les supposées lignes de polissage, préalablement révélées par la désorientation locale, génèrent une densité de dislocations locale 100 fois supérieure à la densité moyenne de la cartographie ρ_m . On constate que la densité de dislocations varie non seulement d'un grain à l'autre, mais aussi à l'intérieur même d'un grain.

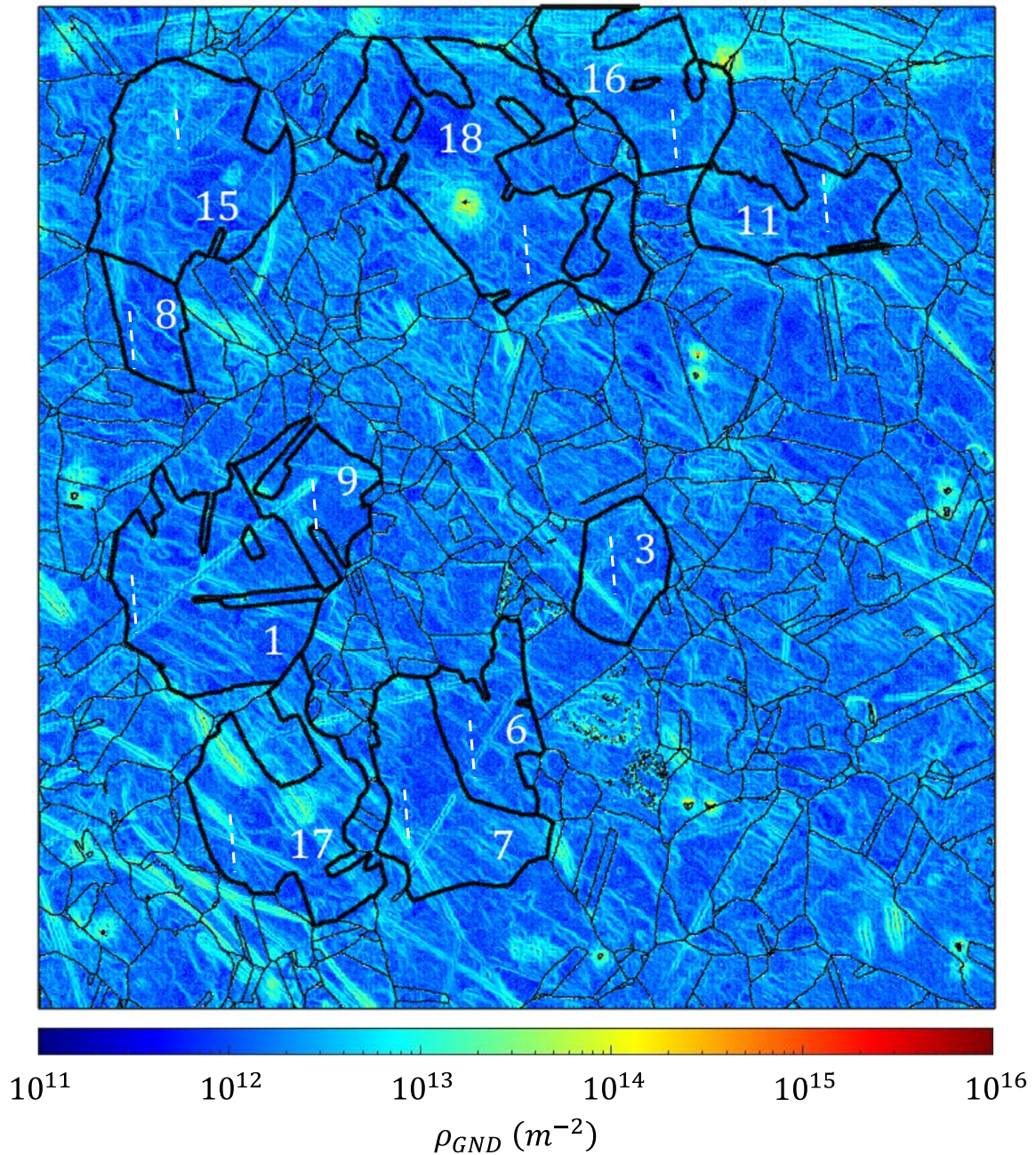


Figure 2.7 : Densité de dislocations ρ_{GND} estimée à partir de la cartographie EBSD en suivant la méthode proposée par Pantleon (Pantleon, 2008) implémentée dans MTEX. Les lignes pointillées représentent les zones où les indentations ont été effectuées dans les différents grains.

L'inspection de l'échantillon par EBSD présentée, nous introduisons dans la prochaine partie les essais d'indentation réalisés dans les différents grains sélectionnés.

2.3. Essais de nanoindentation

À l'instar des essais Vickers (HV), Brinell (BR) ou Rockwell (HR), l'essai d'indentation est un essai de dureté (Arunkumar, 2018). La dureté caractérise la résistance à l'enfoncement d'un matériau. La dureté d'indentation H est calculée à partir de la force maximale appliquée P_{max} divisée par une aire projetée A_p dans le plan d'indentation :

$$H = \frac{P_{max}}{A_p}. \quad (2.10)$$

Elle exprime la pression de contact en Pascal à force maximale. La détermination de l'aire projetée A_p est critique pour quantifier la dureté, mais cette valeur n'est pas directement mesurable expérimentalement (contrairement à la force maximale appliquée ou au déplacement de la pointe). Initialement, elle était estimée à partir de l'empreinte résiduelle. Elle peut être évaluée à partir de la géométrie de l'indenteur et de l'enfoncement de la ligne de contact par rapport à la surface de référence. La connaissance de la géométrie de l'indenteur est une première étape permettant de remonter à l'aire projetée.

Mais la connaissance de la géométrie seule n'est pas suffisante, celle-ci étant soumise à l'usure, il faut la mettre à jour au fil du temps. En fonction du matériau indenté, le phénomène de bourrelets ou d'enfoncement de la matière autour de l'indenteur influence également la valeur de l'aire projetée déterminée expérimentalement ou analytiquement.

Plus généralement, l'essai d'indentation instrumentée consiste à piloter et mesurer la manière dont s'enfonce l'indenteur dans la matière. Il permet de décrire la force appliquée P en fonction de la profondeur d'indentation h au cours de l'essai et offre la possibilité de faire différents types de chargements. La nanoindentation se distingue de l'indentation du fait de l'échelle de sollicitation des matériaux : une profondeur d'indentation comprise entre [1nm ; 10 μ m] avec une force mesurée comprise entre [1 μ N ; 100mN].

2.3.1. Dispositif expérimental

Toutes les indentations répertoriées dans ce manuscrit ont été obtenues avec un nanoindenteur Anton Paar (Randall and Consiglio, 2000). Les essais peuvent être réalisés en pilotant l'indenteur en force ou bien en déplacement. L'indenteur est équipé de deux têtes d'indentation qui permettent d'avoir accès à deux gammes de forces et de déplacements. Les spécifications en amplitude de chacune des deux têtes d'indentation sont données dans le Tableau 2.2.

La première tête, NHT (Nano Hardness Tester), permet de faire des tests avec la plus grande plage de force / déplacement appliquée à l'échantillon. La seconde tête d'indentation, UNHT (Ultra Nano Hardness Tester), permet de faire des indentations avec une plus grande résolution mais sur une plage de force plus restreinte.

Tête	Chargement			Déplacement		
	Max	Résolution	Bruit	Max	Résolution	Bruit
NHT	500(mN)	0.02 μ N	< 1 μ N	200 μ m	0.01 nm	< 0.3nm
UNHT	50(mN)	0.003 μ N	< 0.1 μ N	40 μ m	0.003 nm	< 0.03nm

Tableau 2.2 : Spécification des têtes de l'indenteur Anton Paar (Barick, 2020).

Pour la tête NHT, l'indenteur est fixé à l'extrémité d'une colonne qui est illustrée en vert sur la Figure 2.8. Celle-ci est maintenue par deux lames flexibles qui jouent le rôle de ressort. La force d'indentation P est appliquée par le biais d'un courant traversant une bobine qui est située autour de la colonne d'indentation. La force est directement mesurée en fonction du courant qui traverse la bobine. Quant au déplacement, il est mesuré par des capteurs capacitifs C situés entre la tête de mesure et la colonne d'indentation. L'application de la force via un champ magnétique pose des problèmes de dérives thermiques qui sont minimisées par la référence de surface qui est passive (bague en saphir).

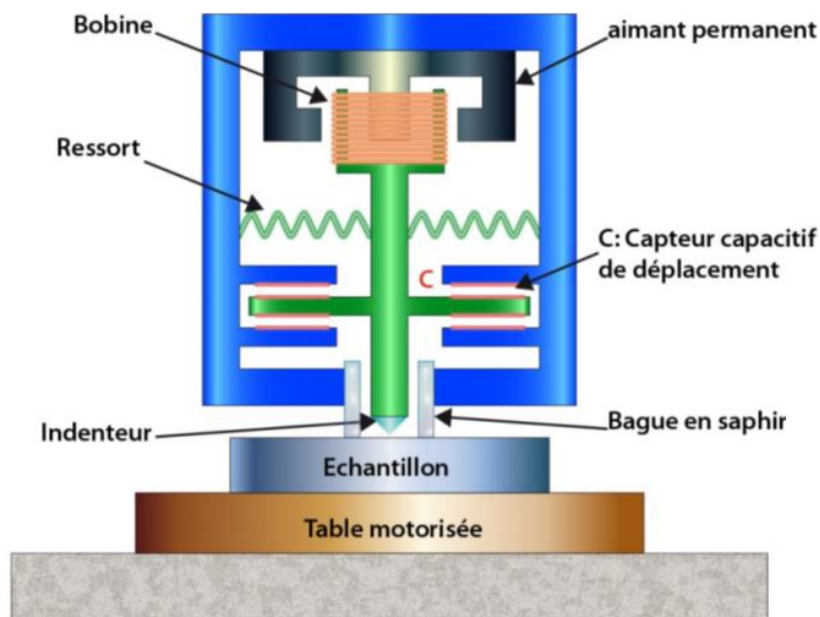


Figure 2.8 : Schéma d'un nanoindenteur NHT (Tromas, 2013).

La tête d'indentation UNHT nécessite l'utilisation d'une référence active (en bleu Figure 2.9). Lors d'un essai, la référence est également asservie en force au contact de la surface par un actionneur piézoélectrique (tout comme la tête d'indentation). Un capteur capacitif de la cellule de force de la référence permet de détecter le contact avec la surface (C_3). La mesure de la force pour l'indenteur est obtenue à partir d'un capteur capacitif (C_1). Le déplacement est obtenu à partir d'une mesure capacitive différentielle entre la référence et l'indenteur (C_2) (Tromas, 2013). Les actionneurs piézoélectriques ont l'avantage de ne pas induire de dérive thermique.

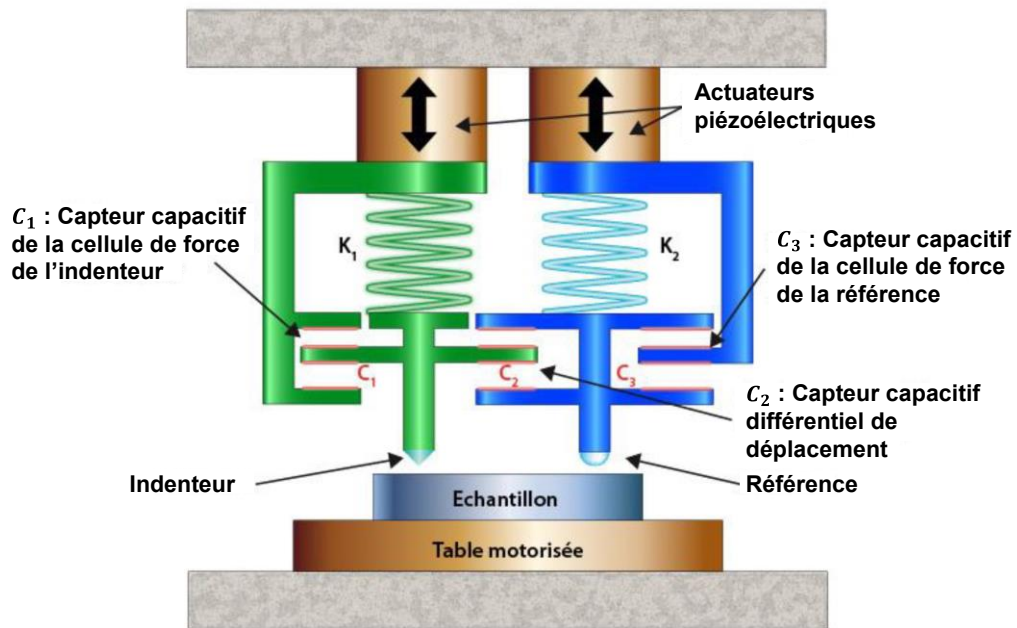


Figure 2.9 : Schéma d'un nanoindenteur UNHT (Tromas, 2013).

Le dispositif est également équipé d'une table motorisée qui permet de déplacer l'échantillon avec précision. L'indenteur est équipé d'un microscope, ce qui permet de sélectionner les zones dans lesquelles faire les essais.

2.3.2. Protocole d'indentation

Le même protocole d'indentation a été utilisé pour chacune des zones. La Figure 2.10 présente les courbes obtenues pour le grain n°3, les autres courbes sont présentées en annexe A.3.

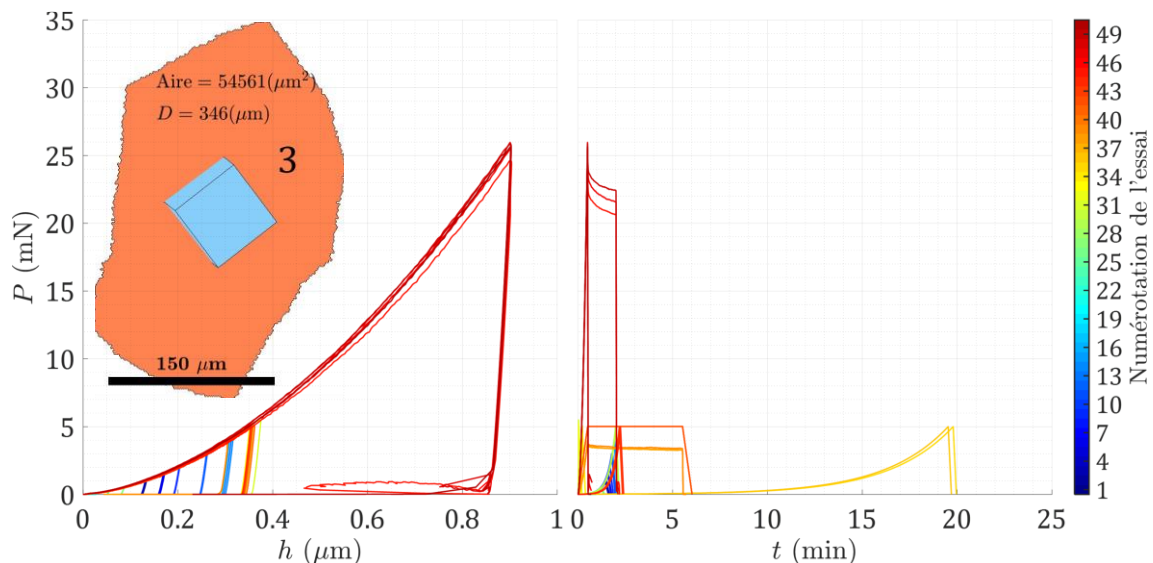


Figure 2.10 : Ensemble d'essais réalisés dans le grain n° 3. En a) les courbes force-déplacement des différents essais. Les différents essais exhibent une même courbe enveloppe. En b) les courbes force en fonction du temps des différents essais de relaxation et de fluage.

La surface de l'échantillon indenté et observé au microscope optique est présentée à la Figure 2.11. Les marques de repérage en blanc forment un carré autour des différents grains indentés. La numérotation des zones correspond à la numérotation des grains précédemment indexés (Tableau 2.1 et Figure 2.5). Le protocole suivant a été appliqué pour chaque grain indenté :

1. Des indentations (charge-décharge) à vitesse de chargement en effort $\frac{\dot{P}}{P} = 0,05 \text{ s}^{-1}$ constante pour différentes charges maximales. Les charges maximales retenues sont $P_{max} \in \{0,05; 0,1; 0,25; 0,5; 1; 1,5; 2; 3; 4; 5\}$ mN. Les essais sont reproduits trois fois. Ils constituent la base expérimentale pour la détermination de la dépendance de la dureté à la profondeur d'indentation. Ils sont également utilisés pour caractériser le comportement élastique de notre matériau. Ils constituent les essais numérotés de 1 à 30 sur la Figure 2.10.
2. Des indentations, à charge maximale constante de 5mN, sont effectuées à différentes vitesses de chargement en effort $\frac{\dot{P}}{P} \in \{0,05; 5; 0,5; 0.005\} \text{ s}^{-1}$. Les essais sont reproduits deux fois. Ces essais permettent de quantifier la dépendance à la vitesse de chargement de la dureté à charge maximale. Ils sont numérotés de 29 à 36 sur la Figure 2.10.
3. Des indentations multicycles (50 cycles) avec une charge croissante quadratique jusqu'à une charge maximale $P_{max} = 5 \text{ mN}$. Les essais sont reproduits deux fois. Elles seront représentées à la Figure 2.18.
4. Des essais de relaxation en indentation avec un pilotage en déplacement sont effectués. L'indenteur est conduit jusqu'à une profondeur maximale de 300 nm. Cette profondeur est maintenue durant 300 s. La force correspondante est mesurée au cours de l'essai. Les essais sont reproduits trois fois. Sur la Figure 2.10, les courbes sont numérotées de 37 à 39.
5. Des essais de fluage imposés en force sont effectués jusqu'à une charge maximale $P_{max} = 5 \text{ mN}$ maintenue pendant 300 s. L'acquisition du déplacement est faite au cours de l'essai. Les essais sont reproduits trois fois. Sur la Figure 2.10 les courbes sont numérotées de 40 à 42.
6. Des essais avec force oscillante ont été réalisés afin de caractériser l'évolution des propriétés mécaniques en fonction de la profondeur d'indentation. Les essais sont reproduits deux fois. Sur la Figure 2.10, ils sont numérotés 43 et 44.
7. Des essais contrôlés en déplacement jusqu'à une profondeur maximale de 900nm sont effectués. Les topographies résiduelles de ces indentations sont imagées par AFM et constituent la base expérimentale pour l'identification des coefficients d'interaction. Les essais sont reproduits trois fois. Sur la Figure 2.10, ils sont numérotés 46, 48 et 50.
8. Des essais de relaxation, avec une profondeur maximale de 900nm et avec un maintien de 90s sont représentés sur la Figure 2.10 (courbes 45, 47 et 49).

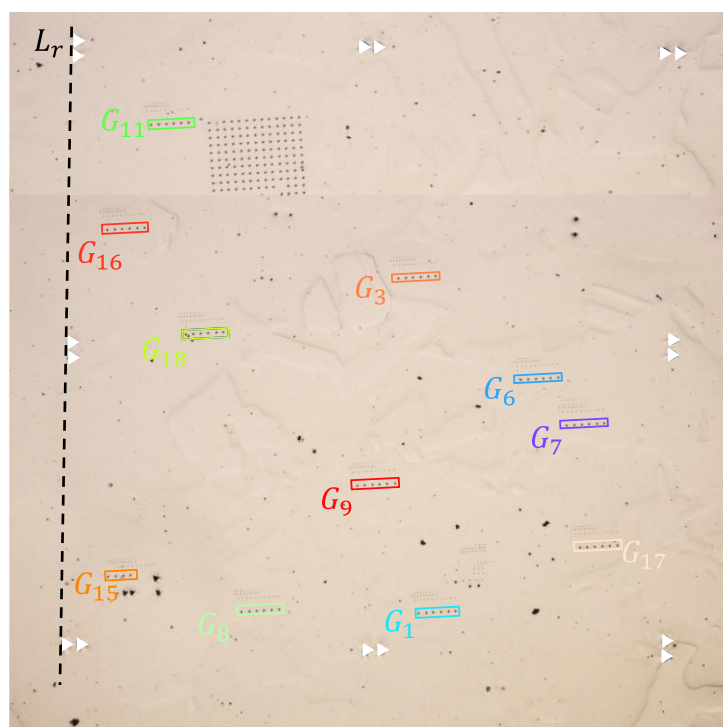


Figure 2.11 : Zone d'étude pour les essais d'indentations avec la numérotation des différentes zones. La colorisation des zones est faite en respectant le code couleur TSL présenté à la Figure 2.4. Les marques de repérage sont présentées en blanc. La ligne en pointillé L_r est une référence pour repérer l'orientation de l'indenteur.

La zone de l'échantillon étudiée par EBSD a été imagée à la Figure 2.11 par microscopie optique. Les zones des empreintes effectuées dans les différents grains sont représentées sur cette figure. La ligne L_r est utilisée pour orienter l'indenteur Berkovich par rapport à la cartographie EBSD.

2.3.3. Pointes d'indentation

Il existe différentes géométries de pointe pour un indenteur : sphérique, conique, pyramidal à base triangulaire (Berkovich), carrée (Vickers) ou losange (Knoop). Le choix de l'indenteur à utiliser se fait en fonction de ce que l'on souhaite mesurer/observer. L'outil de comparaison entre les géométries autosimilaires est le demi-angle d'ouverture, qui correspond à l'angle entre la direction d'indentation et une face de l'indenteur (ou la surface latérale pour les géométries de révolution). Leurs géométries différentes induisent également des réponses différentes du matériau en termes de déformation représentative, passage ou non par un stade de déformation élastique pure... Les indenteurs utilisés sont en diamant, pour lequel le module de Young et le coefficient de Poisson sont respectivement égaux à 1141 GPa et 0.07 (Oliver and Pharr, 1992).

2.3.3.1. Pointe de type Berkovich

Un indenteur Berkovich (Berkovich, 1951) a été utilisé pour la majeure partie des indentations effectuées pour ces travaux. Il est construit à partir d'une géométrie

pyramidale avec une base triangulaire équilatérale avec un demi-angle d'ouverture $\theta = 65.3^\circ$. Les arêtes de la pyramide étant à une distance angulaire de 120° , il présente une symétrie d'ordre six : un axe de symétrie d'ordre 3 (perpendiculaire au plan de la feuille et passant par le point P de la Figure 2.12) ainsi que trois miroirs qui passent par chacune des arêtes de la pyramide. Contrairement à un indenteur axisymétrique, la rotation de l'indenteur sur lui-même dans la direction d'indentation peut influencer les mesurables obtenus par indentation (Renner, 2016). L'orientation expérimentale de l'indenteur dans les différentes zones indentées est représentée sur la Figure 2.12 c). Cette orientation est définie par rapport à la ligne L_r , verticale, et elle permet de faire des simulations dans la même configuration que la configuration expérimentale. C'est cette orientation de l'empreinte que l'on retrouvera sur toutes les images AFM présentées dans la suite de ce chapitre.

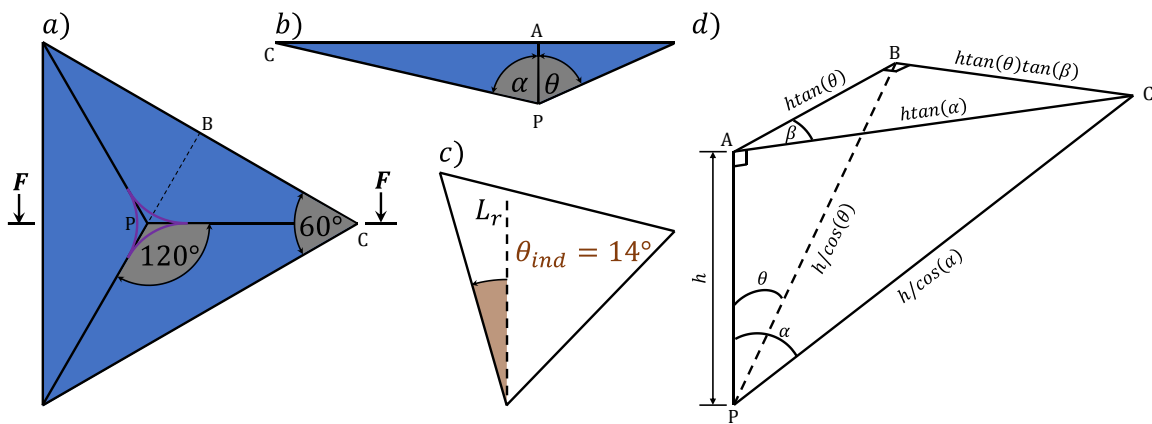


Figure 2.12 : Représentation d'un indenteur Berkovich en a) avec la courbure de la pointe en violet. La coupe transversale $F - F$ de l'indenteur est illustrée en b) ainsi que le demi-angle d'ouverture θ . En c) est représentée en vue de dessus l'orientation d'une arête de l'indenteur par rapport à la ligne L_r introduite à la Figure 2.11. En d) est représenté $1/6^{\text{ème}}$ de l'indenteur paramétré en fonction de la hauteur h de l'indenteur.

Dans le but de faire un modèle éléments finis paramétré, nous avons décrit géométriquement l'indenteur en fonction de la hauteur h . Sur la Figure 2.12 d) l'angle β est égal à la moitié de la distance angulaire entre deux arêtes : $\beta = 60^\circ$. Un lien entre les trois angles permet d'obtenir la valeur de l'angle α et ainsi de paramétrer la géométrie l'indenteur :

$$\alpha = \tan^{-1} \left(\frac{\tan(\theta)}{\cos(\beta)} \right). \quad (2.11)$$

L'aire projetée de l'indenteur peut être également estimée de manière purement géométrique. Elle représente l'aire de la base triangulaire de la pyramide à une certaine profondeur h , ce qui permet d'exprimer l'aire projetée en fonction de la profondeur indentée :

$$A_p = 3h^2 \tan^2 \theta \tan \beta. \quad (2.12)$$

Avec un demi-angle d'ouverture $\theta = 65.3^\circ$ (et $\beta = 60^\circ$) on retrouve ainsi le coefficient couramment utilisé $A_p = 24.56h^2$ (Doerner and Nix, 1986).

2.3.3.2. Pointe de type Conique

Un indenteur conique est axisymétrique, contrairement à l'indenteur Berkovich. Ainsi la rotation de l'indenteur sur lui-même n'influence pas les topographies résiduelles. Il est également plus aisé en plasticité cristalline de faire des simulations avec un indenteur conique car l'orientation dans le plan entre le cristal et l'indenteur n'est pas à considérer.

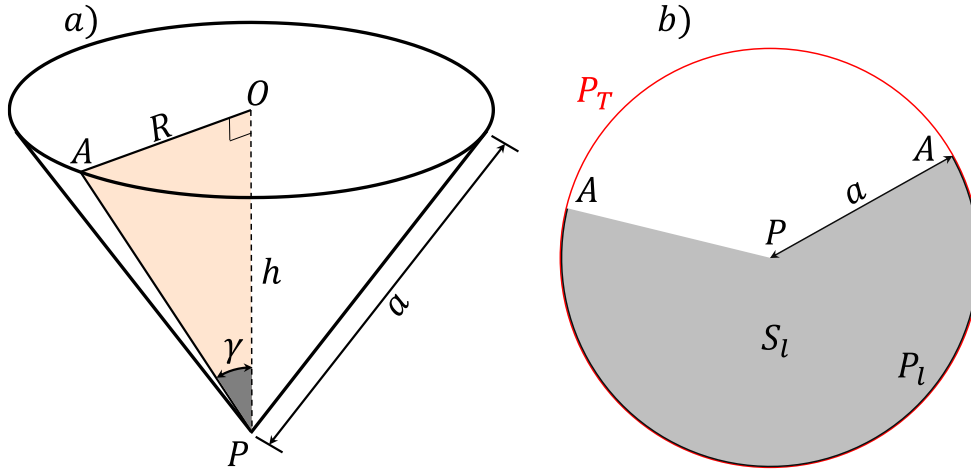


Figure 2.13 : Représentation d'un indenteur conique en a) avec son demi-angle d'ouverture γ . En b) est représenté un cercle de rayon a . P_T indique le périmètre complet du cercle de rayon a (en rouge). P_l Indique le périmètre du cercle de rayon R . La surface grisée S_l est la surface latérale du cône illustré en a).

L'indenteur Berkovich n'étant pas axisymétrique, on utilise souvent une équivalence avec un indenteur conique lors de modélisation. L'équivalence est faite via l'aire projetée des deux indenteurs, supposée égale. Dans le cas d'un indenteur conique cette aire projetée $A_p = \pi R^2$ est la surface supérieure du cône représenté à la Figure 2.13 a). Ainsi l'aire projetée pour une hauteur h donnée d'un cône en fonction de la profondeur d'indentation peut être estimée par :

$$A_p = \pi h^2 \tan^2 \gamma. \quad (2.13)$$

Une équivalence peut être faite entre l'aire projetée A_p et la surface S_l latérale l'indenteur conique, ce qui permet d'avoir une estimation de l'aire de contact entre le matériau et l'indenteur :

$$S_l = \frac{A_p}{\sin(\gamma)}. \quad (2.14)$$

Ce résultat s'obtient notamment à partir de la Figure 2.13 b). Numériquement il est uniquement possible d'obtenir l'aire de contact S_l^{num} . Via l'équation (2.14) il est possible de remonter à l'aire projetée A_p^{num} à partir d'une aire de contact numérique S_l^{num} , en considérant un indenteur indéformable.

Dans le cas d'une indentation Berkovich modélisée en 2D, on utilise fréquemment un indenteur conique avec une aire projetée équivalente (Barick et al., 2020; Capehart and Cheng, 2003; Chen et al., 2007; Fauvel et al., 2022; Z. S. Ma et al., 2012a). Un lien

peut être trouvé entre l'angle d'ouverture d'une forme pyramidale θ et l'angle d'ouverture d'un cône γ :

$$\gamma = \tan^{-1} \sqrt{\frac{3\sqrt{3} \tan^2 \theta}{\pi}}. \quad (2.15)$$

Dans le cas d'un indenteur Berkovich avec un angle d'ouverture $\theta = 65.3^\circ$ on retrouve un demi-angle d'ouverture d'un indenteur conique $\gamma = 70.3^\circ$. Cette relation est obtenue par l'égalité des deux équations (2.12) et (2.13).

2.3.3.3. Azimut

Comme introduit précédemment, les grains indentés ont des orientations propres qui sont listées dans le Tableau 2.1. Renner et al. (Renner et al., 2016) ont étudié l'influence de l'orientation relative entre l'indenteur Berkovich et le cristal. Il est montré que la hauteur relative, la forme et la hauteur des bourrelets sont impactées par cette orientation relative. Cet effet est ainsi à prendre en compte dans le cas où l'indenteur n'est pas axisymétrique (comme l'indenteur Berkovich, à la différence de l'indenteur conique ou sphérique). Nous avons ici choisi de représenter cette orientation relative entre l'indenteur et le grain par un angle, nommé azimut. Nous avons défini cet angle entre un des axes de symétrie de l'indenteur \vec{X}_{ind} et la projection de l'axe [100] du cristal dans le plan indenté. Cette définition est illustrée à la Figure 2.14.

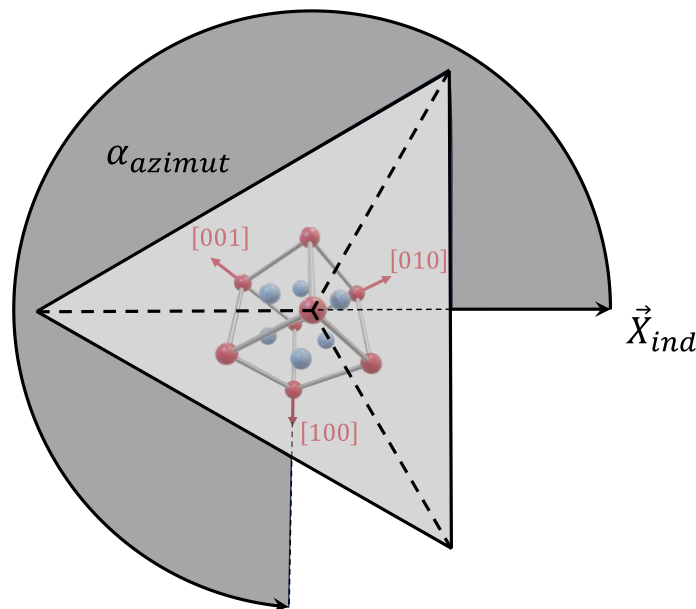


Figure 2.14 : Représentation de l'azimut qui définit la relation entre l'orientation de l'indenteur autour de l'axe d'indentation et l'orientation cristallographique.

2.3.4. Propriétés extraites à partir d'une analyse des courbes $P - h$

La forme générale d'une courbe d'indentation est présentée à la Figure 2.15, avec les grandeurs caractéristiques utilisées dans ce manuscrit pour la décrire. L'essai d'indentation est divisé en deux parties : la charge et la décharge. La phase de charge intervient lorsque l'indenteur pénètre dans le matériau, alors que la phase de décharge est définie par le retrait de l'indenteur.

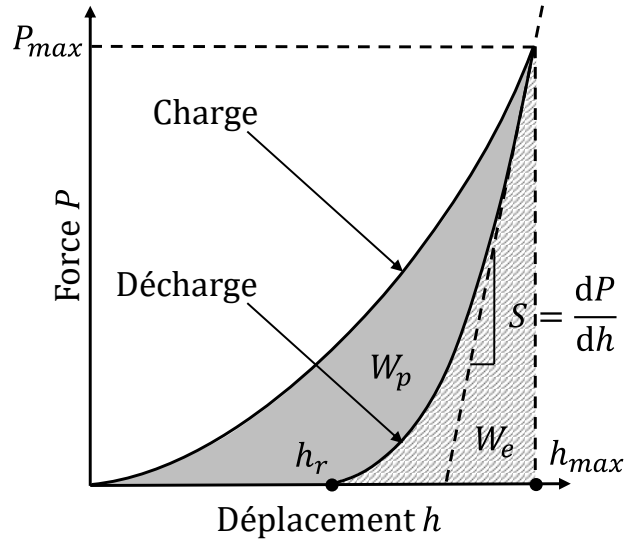


Figure 2.15 : Schéma d'une courbe $P - h$ d'un essai d'indentation classique [30], [33]. Les grandeurs usuelles décrivant la courbe sont annotées sur la courbe. L'aire hachurée en gris clair correspond au travail élastique W_e , l'aire grisée au travail plastique W_p . La profondeur maximale est notée h_{max} et la profondeur résiduelle h_r .

L'indentation résulte d'un contact entre deux solides. Il a historiquement été théorisé par Hertz (Hertz, 1881), dans le cas de solides élastiques isotropes en contact normal sans friction ni adhésion. Hertz introduit la notion de module élastique équivalent M_{eq} entre deux solides élastiques et isotropes en contact. Il fait l'hypothèse que l'échantillon et l'indenteur interagissent de manière équivalente à deux ressorts en série :

$$\frac{1}{M_{eq}} = \frac{1}{M_{iso}} + \frac{1}{M_{iso}^{ind}} = \frac{1 - \nu_{ech}^2}{E_{IT}} + \frac{1 - \nu_{ind}^2}{E_{ind}}. \quad (2.16)$$

Dans cette équation E_i et ν_i représentent respectivement les modules d'Young et coefficients de Poisson des deux solides en contact. Le module d'indentation est appelé M_{iso} , celui-ci étant calculé en supposant le matériau isotrope. Dans le cas d'un essai d'indentation, les solides en contact sont l'indenteur (E_{ind}, ν_{ind}) et l'échantillon (E_{IT}, ν_{ech}). Le module d'indentation (ou module réduit) de l'indenteur est appelé M_{iso}^{ind} .

Les auteurs (Harding and Sneddon, 1945; Sneddon, 1965) étendent la théorie de Hertz pour différentes géométries d'indenteur, qui sont considérés rigides dans ces

études. Dans cet article est présentée une méthodologie qui permet d'obtenir le champ de contraintes, la pression totale et le travail pour différentes géométries d'indenteur. Par la suite, Sneddon (Sneddon, 1965) exprime la déformée de la ligne de contact ainsi que le champ de contraintes présent dans le matériau. Pour le calcul de la dureté, l'enfoncement de la ligne de contact est une donnée essentielle afin d'avoir accès à l'aire de contact projetée A_p . C'est un premier verrou levé pour la quantification de la dureté par indentation.

Une décennie plus tard, les auteurs (Bulychev et al., 1975) observent que la décharge en indentation est purement élastique. Par la suite, Bulychev et al. (Bulychev et al., 1976) relie la raideur de contact à la décharge S , calculée à charge maximale, au module équivalent M_{eq} et à l'aire de contact projetée A_p par l'équation :

$$S = \left. \frac{dP}{dh} \right|_{h_{max}} = 2M_{eq} \sqrt{\frac{A_p}{\pi}}. \quad (2.17)$$

Cette relation est obtenue pour un indenteur sphérique. Ils libèrent ainsi un second verrou qui permet par la suite la caractérisation élastique de matériaux à partir de la décharge de la courbe d'indentation. Pharr, Oliver et Brotzen (Pharr et al., 1992) montrent que cette relation est valable pour tous les paraboloides de révolution. Ce n'est pas le cas pour un indenteur à base pyramidale, pour lesquels un terme correctif sera ensuite apporté par King (King, 1987).

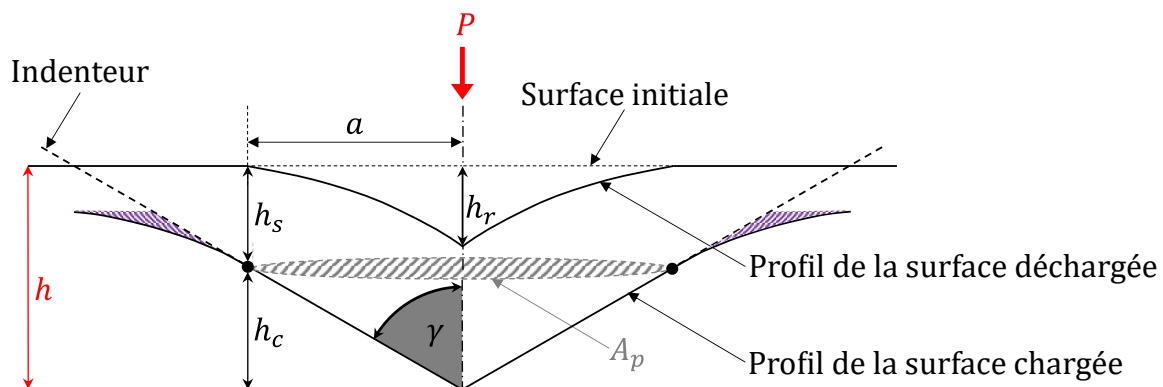


Figure 2.16 : Représentation des différents paramètres introduits par Oliver et Pharr (Oliver and Pharr, 1992; W.C. Oliver and Pharr, 2004) pour décrire la géométrie du contact indenteur/échantillon sur un schéma en coupe de l'empreinte.

Doerner et Nix (Doerner and Nix, 1986) proposent d'exprimer de manière géométrique A_p . Ces aires sont définies par les équations (2.12) et (2.13), pour un indenteur Berkovich et conique respectivement. Ces formules géométriques postulent qu'il y a contact entre l'indenteur et l'échantillon, pour toute la surface latérale de l'indenteur, sur une hauteur égale à la profondeur d'indentation. Cette hypothèse s'est avérée fautive. En effet, en fonction de l'échantillon, celui-ci peut s'enfoncer autour de l'indenteur ou créer des bourrelets. La déflexion de la surface vient également s'ajouter à l'erreur faite sur l'estimation de l'aire de contact. Cette déflexion est un mélange entre retour élastique, déformation plastique et effets visqueux. La profondeur à prendre en compte pour le calcul ne doit pas être la

profondeur indentée à charge maximale, mais la profondeur de contact h_c (illustrée à la Figure 2.16).

Par la suite King (King, 1987) propose une adaptation de la relation (2.17) pour des indenteurs à base pyramidale. Il introduit un facteur de correction géométrique β , qui permet de prendre en compte l'asymétrie axiale des indenteurs à base pyramidale ou carrée. Le paramètre β est estimé à 1,167 pour une base triangulaire, à 1,142 pour une base carrée et à 1,129 pour une base circulaire (King, 1987).

Cette formulation est reprise par Pharr et al. (Pharr et al., 1992) et est exprimée de la manière suivante :

$$S = \left. \frac{dP}{dh} \right|_{h_{max}} = 2\beta M_{eq} \sqrt{\frac{A_p}{\pi}}. \quad (2.18)$$

Les valeurs de β sont obtenues à partir de celles de King, en fixant β à l'unité pour un indenteur à base circulaire. Ils fixent ainsi une valeur de $\beta = 1$ pour un indenteur à base circulaire et calculent les autres coefficients à partir de celui-ci. Pour une base triangulaire $\beta = \frac{1.167}{1.129} = 1.0337$ et pour une base carrée $\beta = \frac{1.142}{1.129} = 1.0115$. Ces travaux sont néanmoins obtenus à partir d'une étude éléments finis et restent donc dépendants à la loi de comportement matériau utilisée.

Sur la base de ces travaux, Oliver et Pharr (Oliver and Pharr, 1992) proposent une méthode d'estimation de l'aire de contact qui tient compte de la déflexion de la surface. Ils estiment donc l'enfoncement de la ligne de contact, h_s , à partir des travaux de Sneddon (Sneddon, 1965) menés sur des indentations élastiques faites avec des indenteurs coniques. Ils en déduisent la profondeur de contact h_c , en négligeant l'effet d'éventuels bourrelets :

$$h_c = h_{max} - h_s = h_{max} - \epsilon \frac{P_{max}}{S}. \quad (2.19)$$

Le paramètre ϵ dépend de la géométrie de l'indenteur, qui vaut 1 pour un poinçon plat, 0,72 pour un indenteur conique et 0.75 pour un paraboléide de révolution (Oliver and Pharr, 1992). Ce paramètre est déterminé à partir des relations de Sneddon (Sneddon, 1965). À la Figure 2.16, les paramètres sont reportés sur le schéma d'une indentation avec la ligne de contact représentée à charge maximale et relaxée. Les méthodes conventionnelles de microdureté Vickers par exemple, se basent sur la taille de l'empreinte résiduelle, libérée de toute déflexion élastique. Cela a pour effet d'augmenter la dureté mesurée en comparaison avec des résultats obtenus avec cette méthode.

Pour la mesure de la pente à la décharge, Oliver et Pharr (Oliver and Pharr, 1992) utilisent la formule suivante :

$$P = \alpha(h - h_r)^m. \quad (2.20)$$

Ici α et m sont des coefficients qui dépendent du matériau et sont identifiés à partir de la décharge. Dans cette publication, ils utilisent l'expression (2.17) pour calculer la pente à la décharge. L'aire de contact est exprimée en fonction de la profondeur de contact h_c :

$$A_p = 24.56h_c^2 + \sum_{i=1}^8 C_i(h_c)^{1/i^2}. \quad (2.21)$$

Le premier terme du polynôme provient du calcul de l'aire géométrique équation (2.12). Les termes suivants sont des termes de correction qui permettent de prendre en compte l'arrondi de pointe, qu'il est nécessaire de calibrer en fonction de l'usure de l'indenteur. La calibration de la fonction d'aire permet de déterminer les coefficients C_i , réalisée pour un matériau dont le module élastique est connu, généralement de la silice fondue (W.C. Oliver and Pharr, 2004).

Concernant le paramètre β introduit par King, des travaux par les auteurs Hay et al. (Hay et al., 1999) ont permis de prendre en compte l'asymétrie axiale d'un indenteur. Son expression est décrite par :

$$\beta = \pi \frac{\frac{\pi}{4} + 0.1548 \cot(\gamma) \frac{1-2\nu}{4(1-\nu)}}{\left(\frac{\pi}{2} + 0.8312 \cot(\gamma) \frac{1-2\nu}{4(1-\nu)}\right)^2}. \quad (2.22)$$

Comme mentionné précédemment ce paramètre dépend du coefficient de Poisson ν de l'indenteur, mais aussi de son demi-angle d'ouverture. Pour un indenteur conique avec un demi-angle d'ouverture $\gamma = 70.3^\circ$, qui a une aire projetée équivalente à celle d'un indenteur Berkovich, ainsi que $\nu = 0.3$, on trouve β vaut 1.0671 pour un indenteur Berkovich (W.C. Oliver and Pharr, 2004).

Pharr et Bolshakov (Pharr and Bolshakov, 2002) expriment le principe du poinçon équivalent. Ce principe est introduit pour prendre en compte l'effet des déformations plastiques générées pendant la phase de charge, qui influencent la ligne de contact. Ils définissent ainsi un indenteur qui a une forme permettant de retrouver le même déplacement de la ligne de contact obtenu avec les déformations plastiques, mais en considérant uniquement l'élasticité. Ainsi le problème devient une indentation avec un indenteur de géométrie complexe qui indente une surface avec une géométrie simple. Sneddon (Sneddon, 1965) avait déjà formulé une solution pour ce type de géométrie d'indenteur : des paraboloides de révolution. Pharr et Bolshakov estiment ainsi que la courbe de décharge obtenue lors d'une indentation élastoplastique réalisée avec un poinçon conique est équivalente à la courbe de charge-décharge obtenue lors d'une indentation élastique réalisée avec un paraboloïde de révolution équivalent.

Finalement, la méthode la plus couramment utilisée en indentation est celle présentée par Oliver et Pharr (Oliver et Pharr 2004). Ils réintroduisent les concepts présentés par les différents auteurs précédents. La valeur de ϵ est déterminée à partir des travaux de Woïrgard et Dargenton (Woïrgard and Dargenton, 1997). Cela permet

d'appliquer le principe du poinçon équivalent (Pharr and Bolshakov, 2002). La relation (2.18) de King (King, 1987) est utilisée pour calculer la pente à la décharge, avec le module équivalent M_{eq} de l'équation (2.16) introduit par Hertz (Hertz, 1881).

Ainsi à partir des équations (2.16) et (2.18) à (2.22) il est possible de déterminer le module d'indentation E_{IT} ainsi que la dureté H du matériau en considérant le coefficient de Poisson connu. Ces différentes études ont abouti à un lien entre l'aire de contact A_p , la pente à la décharge S et la réponse élastique du matériau en indentation E_{IT} . La mesure de l'aire de contact après indentation est devenue désuète, car celle-ci ne prend pas en compte la déflexion de la surface. Le module d'indentation est déterminé en utilisant uniquement la décharge de la courbe d'indentation. Il est important de préciser qu'en présence de phénomènes visqueux, la profondeur maximale indentée ne correspond pas à la profondeur sous charge maximale, mais s'observe plus tard lors de la décharge (Barick, 2020). La réponse élastique intervient peu de temps après la charge maximale. Il est également important de préciser que la présence de bourrelets n'est pas prise en compte dans cette méthode.

Il est brièvement introduit plus tôt, qu'à contrario de la décharge, la charge induit des déformations élastiques et plastiques (déflexion élastique influençant la ligne de contact lors de la charge, les déformations plastiques pilotent la formation de l'empreinte). Une courbe d'indentation correspondant à une sollicitation uniquement élastique se distinguerait par une charge et décharge confondues. Un échantillon qui serait sollicité uniquement plastiquement voit sa décharge devenir une droite verticale ($S = +\infty$ et $h_r = h_{max}$). Le travail de la partie plastique W_p est l'aire à l'intérieur de la courbe. Le travail élastique W_e est l'aire hachurée à la Figure 2.15. Comme illustré à la Figure 2.17, les premiers nanomètres indentés peuvent, dans certains cas, solliciter élastiquement le matériau.

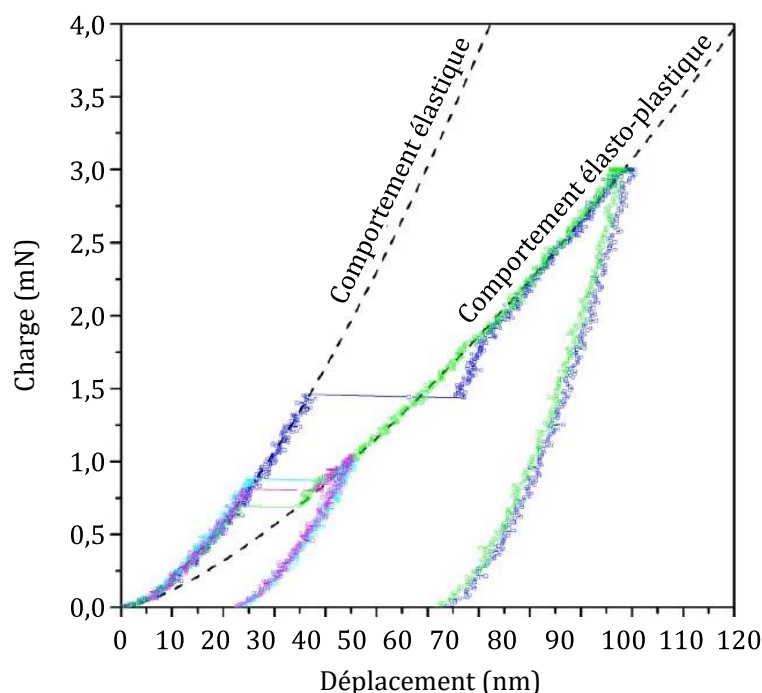


Figure 2.17 : Superposition de courbes de nanoindentation dans de l'oxyde de magnésium (CFC) effectuées avec un indenteur Berkovich (Tromas, 2013). Le saut en déplacement à charge constante est dénommé pop-in.

La transition entre la sollicitation élastique et élastoplastique est généralement accompagnée d'un pop-in : discontinuité de la force observée sur la Figure 2.17. Ce phénomène est caractéristique de la nucléation de dislocations (Alcalá et al., 2020; Tromas, 2013; Varillas, 2019). Comme introduit par Varillas (Varillas, 2019), les pop-in sont le fruit d'une relaxation élastique au cours de la nucléation de dislocations, visible lors d'un pilotage en déplacement de l'indenteur. La courbe force-déplacement contient des informations cruciales sur le comportement élastique, l'initiation de la plasticité ainsi l'écoulement plastique du matériau.

Les analyses des courbes d'indentation effectuées dans les différents grains de notre échantillon dans la section suivante se basent sur l'ensemble des travaux présentés dans cette section.

2.3.5. Analyse de l'échantillon de nickel par les courbes $P - h$

Cette section décrit les méthodes d'analyses classiques des courbes d'indentation réalisées dans les différents grains de l'échantillon de la base de données expérimentales introduite à la section 2.3.2. Les informations obtenues sur le comportement via des analyses des courbes d'indentation, comme la dureté ou le module d'indentation, apportent un éclairage essentiel sur le comportement de notre échantillon.

2.3.5.1. Elasticité

Comme introduit précédemment, la pente à la décharge permet de remonter au module élastique en indentation E_{IT} . Deux types d'essais ont été utilisés pour caractériser E_{IT} en fonction de la profondeur d'indentation. On se propose de quantifier la dépendance de E_{IT} à la profondeur d'indentation au travers d'essais multicycles (point 3 du protocole 2.3.2) et dans un second temps via des essais d'indentation à différentes charges maximales (point 1 du protocole 2.3.2).

Pour ces deux études, le module élastique E_{IT} est retrouvé en postulant un coefficient de Poisson $\nu = 0.3$. Adapté par Hashin et Shtrikman (Hashin and Shtrikman, 1962), la méthode de calcul de Voigt-Reuss-Hill permet d'estimer une valeur du coefficient de Poisson pour des polycristaux. Celui-ci est calculé par Delobelle et al. (Delobelle et al., 2011) dans le cas du nickel, la valeur du coefficient de Poisson calculée est de $\nu = 0.307$. La valeur postulée est en bon accord avec la valeur polycristalline du coefficient de Poisson pour le nickel.

La Figure 2.18 a) montre deux essais cycliques réalisés dans le grain n°3. Chaque branche de décharge est utilisée pour déterminer E_{IT} . On observe que les branches lors des multiples cycles se superposent pour les deux essais.

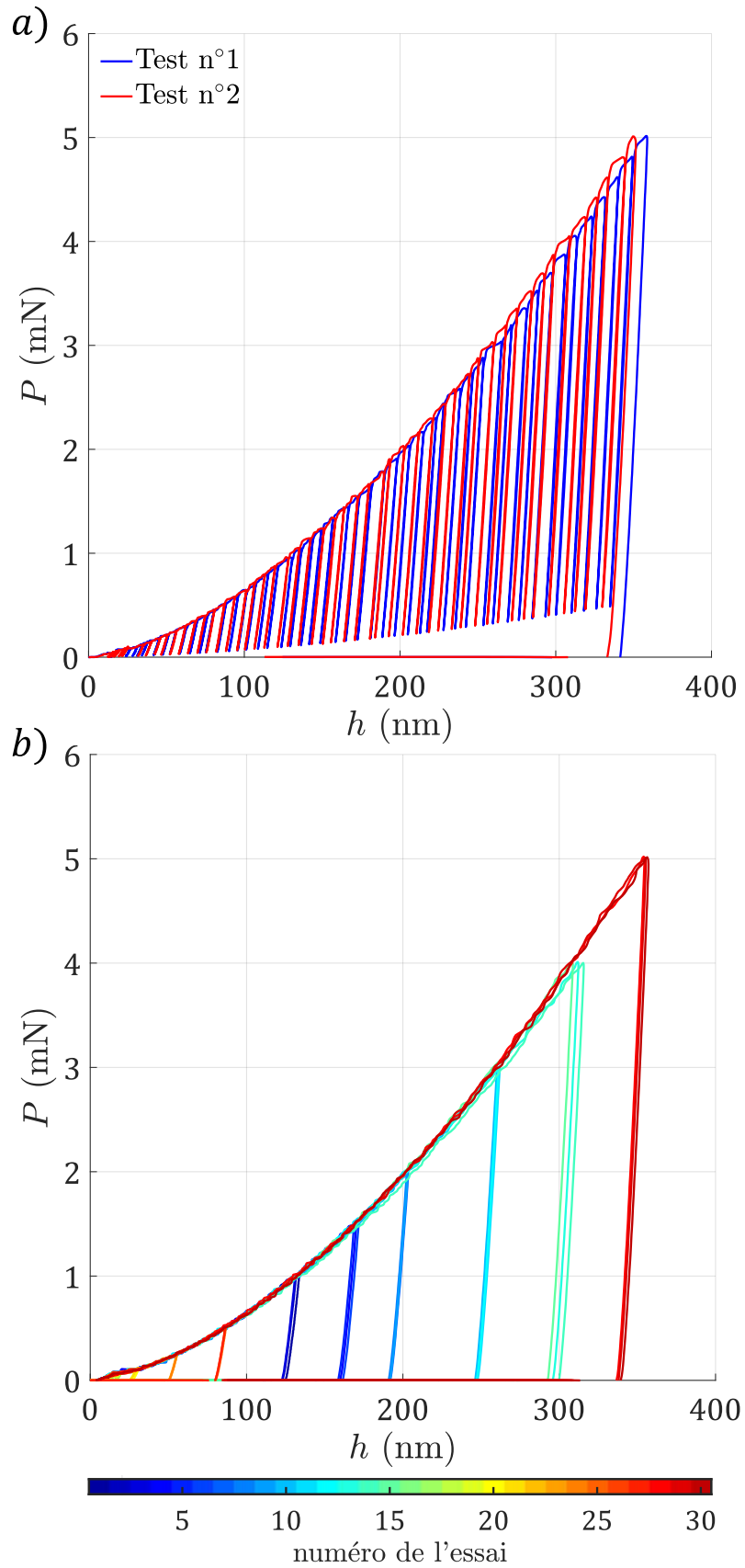


Figure 2.18 : En a) un exemple de deux indentations cycliques réalisées dans le grain n°3. En b) des essais d'indentations simples réalisés à différents endroits et à différentes charges maximales du grain n°3.

Comme montré dans l'étude de Idriss et al. (Idriss et al., 2021), la modélisation du comportement par un écrouissage purement cinématique montre des hystérésis lors des différents cycles décharge-recharge réalisés en indentation, alors que pour un écrouissage purement isotrope les hystérésis sont beaucoup plus faibles. La modélisation du comportement plastique par un écrouissage purement isotrope peut donc être envisagée. Non présentée ici, cette observation est faite pour l'ensemble des grains indentés.

Les essais d'indentations à différentes charges maximales sont présentés à la Figure 2.18 b). Comme pour les essais cycliques, chaque branche de décharge est utilisée pour le calcul de E_{IT} . Pour les essais cycliques comme pour les essais d'indentation simple, la profondeur à charge maximale est presque la même. La sollicitation cyclique du matériau influence très peu la courbe d'indentation.

Comme on peut le constater sur la Figure 2.19, la variation du module élastique en fonction de la profondeur d'indentation est similaire pour les deux types d'essais. Les effets de fatigue ainsi que les effets cinématiques n'influencent pas l'évolution du module élastique. Le deuxième élément mis en avant d'après la Figure 2.19 concerne la faible dépendance du module élastique à la profondeur indentée. Ce deuxième constat nous a permis de conclure que l'on peut ainsi considérer que le module est constant en fonction de la profondeur d'indentation. Les autres orientations ne sont pas présentées, mais cette tendance s'applique à tous les grains.

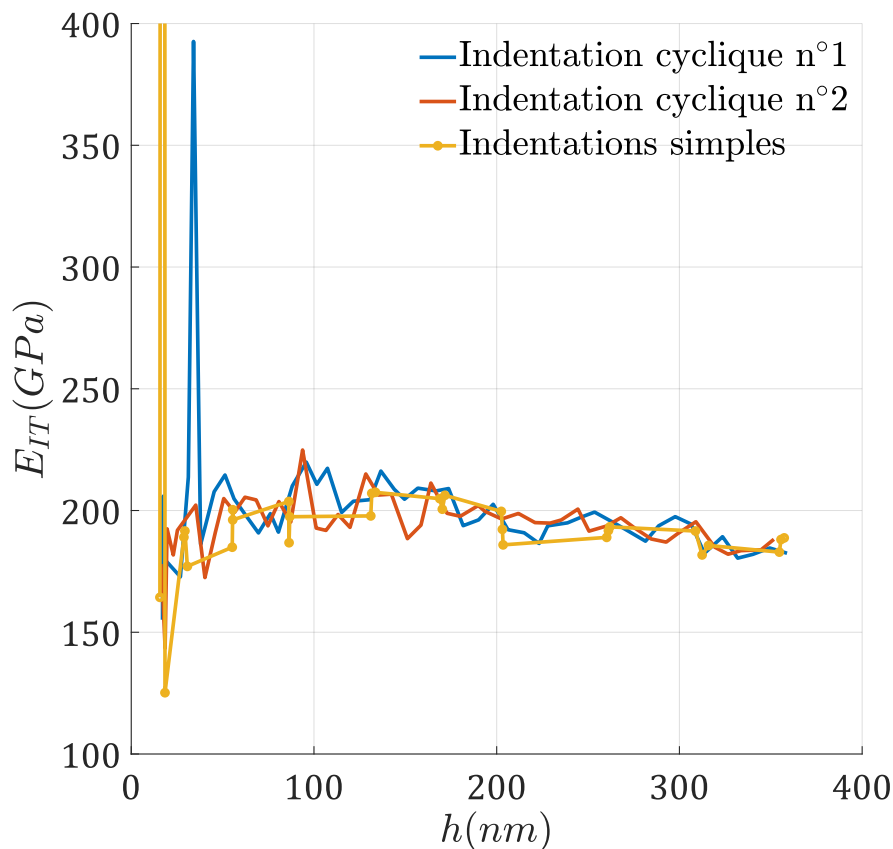


Figure 2.19 : Evolution du module élastique en indentation E_{IT} en fonction de la profondeur indentée pour les essais cycliques ainsi que pour les indentations simples. Les essais présentés sont effectués dans le grain n°3.

La valeur du module d'indentation M_{iso} est reportée dans le Tableau 2.3 pour chaque grain. Elle est calculée à partir de l'équation (2.16) avec les valeurs de module élastique E_{IT} reportées dans le Tableau 2.3. Le module E_{IT} reporté est le module élastique moyen, calculé en omettant les valeurs de module élastique perturbées.

Numération	Grain			E_{IT} (GPa)	M_{iso} (GPa)
	(hkl)				
1	-11	-5	11	217.0	238.5
3	3	1	11	196.7	216.1
6	-5	9	10	212.9	234.0
7	-6	5	9	210.3	231.1
8	1	-4	6	210.0	230.8
9	0	0	1	194.5	213.8
11	1	8	10	217.8	239.4
15	2	0	7	197.8	217.4
16	0	1	10	201.0	220.9
17	5	-2	10	200.8	220.7
18	0	7	12	204.0	224.2

Tableau 2.3 : Module d'Young en indentation E_{IT} et module d'indentation M_{iso} calculés dans chaque grain.

Avec les hypothèses faites sur le calcul du module d'indentation, pour le nickel recuit à une profondeur d'indentation $h_{max} = 900 \text{ nm}$, il est reporté par les auteurs (Renner et al., 2016) que le module $M_{\langle 100 \rangle}$ avoisine 214 GPa. La méthode d'Oliver et Pharr donne un résultat similaire pour la valeur du module équivalent, $M_{iso} = 213.8 \text{ GPa}$ pour le grain n°9, listé dans le Tableau 2.3. Les résultats sont donc en très bon accord. Les auteurs ont également corrigé l'influence des bourrelets sur l'aire de contact. Ils observent une diminution du module d'indentation dans leurs résultats de l'ordre de 3 à 5% par cette correction.

Il existe des modèles permettant de déterminer le module d'indentation en tenant compte de l'anisotropie du matériau. Dans les travaux des auteurs (Vlassak and Nix, 1994, 1993), il est défini le module équivalent pour un monocristal orienté par rapport à la surface par les cosinus directeur α_i , à l'équation (2.23) :

$$M_{\langle hkl \rangle} = 16\pi^2 \left[\int_0^{2\pi} \alpha_m B_{km}^{-1}(C_{ij}, \gamma) \alpha_k d\gamma \right], \quad (2.23)$$

Le cosinus directeur est exprimé entre la normale à la surface (direction d'indentation) et la normale au plan du cristal. Cette formule est obtenue pour un contact entre un indenteur avec une géométrie de type poinçon plat et un demi-espace pourvu d'une élasticité anisotrope. La matrice $[B]$ est une fonction des constantes élastiques C_{ij} et de l'angle γ . Cet angle γ représente l'orientation du cristal par rapport à la direction d'indentation. À l'équation (2.24), M_{iso} est exprimé à partir de l'équation (2.16). Pour chaque grain, à partir des valeurs de module élastique E_{IT} et d'un coefficient $\nu = 0.3$, les valeurs de module d'indentation en fonction de l'orientation sont déterminées par :

$$M_{iso} = \frac{E_{IT}}{1 - \nu^2}. \quad (2.24)$$

La comparaison entre $M_{\langle hkl \rangle}$ et M_{iso} est reportée à la Figure 2.20. On observe à la Figure 2.20 a) la valeur du module $M_{\langle hkl \rangle}$ en fonction de l'orientation du cristal par rapport à la direction d'indentation, rapportée dans une figure des pôles inverses. L'anisotropie observée est bien moindre par rapport à celle du cristal, illustrée à la Figure 1.11. La Figure 2.20 b) diffère tout de même du modèle. Les valeurs de module d'indentation dans les grains 6 et 7 sont faibles par rapport au modèle, et celle obtenue dans le grain 11 trop élevée par rapport au modèle. L'extrapolation des données dans les directions $[1\ 0\ 1]$ et $[1\ 1\ 1]$ est ainsi erronée. Le modèle proposé par Vlassak et Nix (Vlassak and Nix, 1994, 1993) est également déterminé pour une géométrie d'indenteur de type poinçon plat. Or expérimentalement il est utilisé un indenteur Berkovich. L'origine de cet écart entre modèle et expérience est très certainement due à un manque de données expérimentales.

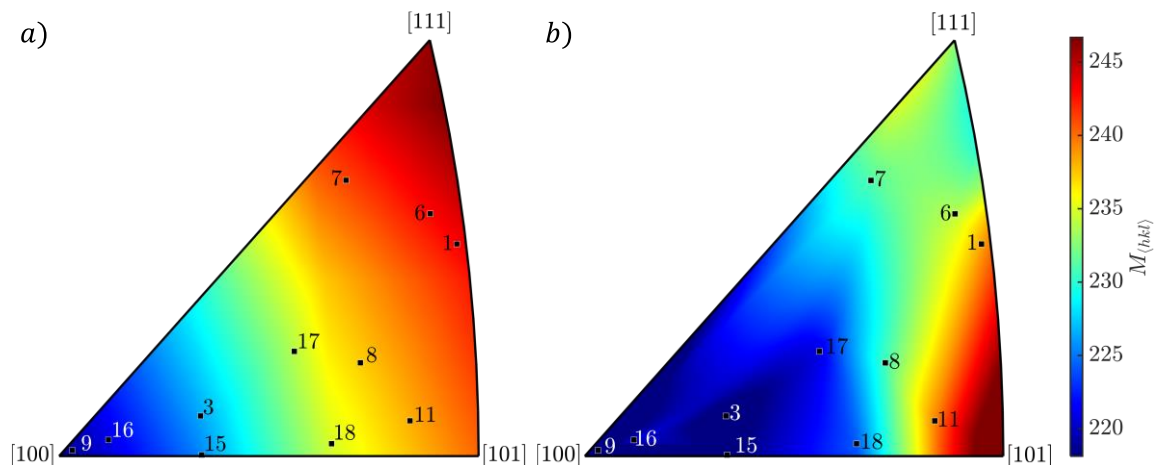


Figure 2.20 : Anisotropie du module d'indentation $M_{\langle hkl \rangle}$ en fonction de l'orientation du cristal. a) module d'indentation décrit avec le modèle Vlassak et Nix (Vlassak and Nix, 1994, 1993) présenté à l'équation (2.23). b) module d'indentation expérimental calculé à partir de l'équation (2.24).

À la section 1.2.3, nous avons fait remarquer la réduction de l'amplitude de variation du facteur de Schmid en fonction de l'orientation du fait de la multiaxialité de l'essai d'indentation. On observe ici le même effet sur l'anisotropie élastique : la plage de variation des valeurs du module élastique E_{IT} est diminuée en fonction de l'orientation, cependant la répartition en fonction de l'orientation cristallographique est très similaire à celle du monocristal en traction. L'amplitude des valeurs passe

d'un facteur 2.19 entre valeurs maximale et minimale pour de la traction, à un facteur 1.13 pour de l'indentation.

L'analyse de l'élasticité anisotrope du nickel par nanoindentation a été effectuée dans cette section. La prochaine section s'intéressera à des caractérisations du comportement plastique du nickel par nanoindentation.

2.3.5.2. Dureté et effet d'échelle

La dureté d'indentation H_{IT} a été étudiée en fonction de la profondeur d'indentation. Comme pour l'élasticité, les essais d'indentation simples ainsi que les essais cycliques ont été utilisés pour la quantifier.

Quelques exemples d'indentations simples utilisées pour les calculs de la dureté sont représentés à la Figure 2.21 pour les grains n°7, 9, 11 et 17. On remarque que ces courbes à différentes profondeurs d'indentation suivent une même courbe enveloppe. Les courbes $P - h$ semblent être très similaires, malgré la disparité des orientations dans les différents grains présentés.

On peut également voir apparaître des pop-in en début de chargement pour chaque courbe. Ces pop-in marquent la transition entre un comportement purement élastique et un comportement élastoplastique. Les pop-in se déclenchent tous pour une force inférieure à 0.2 mN. Dans la bibliographie, on peut distinguer deux mécanismes de déclenchement des pop-in. Ils sont répertoriés par Zhou et al. (N. Zhou et al., 2020) : pop-in simple (un grand saut en déplacement) et pop-in successifs (successions de petits sauts en déplacement). On observe sur la Figure 2.21 que pour le grain n°7, c'est un pop-in simple, pour les autres grains ce sont des pop-in successifs. Proche de l'orientation [111], cela correspond aux observations faites par Cordill et al. (Cordill et al., 2006) sur des monocristaux de nickel. Ils montrent dans leur étude que la vitesse de chargement ainsi que la géométrie de l'indenteur influent sur la largeur du pop-in observé. Pour une orientation [100] du nickel, Xia et al. (Xia et al., 2016) montrent, dans le cas d'une indentation sphérique, que le rayon de l'indenteur influe sur le type de pop-in observé. Pour un faible rayon de 220 nm ils observent des pop-in successifs et pour un rayon de 580 nm ils observent un pop-in simple. Nous observons deux types de pop-in pour le nickel. Leur apparition est dépendante de l'orientation du cristal, de la géométrie de l'indenteur ainsi que la vitesse de chargement.

Les pop-in observés influent uniquement sur le début de la courbe, dans la transition entre le régime élastique et le régime élastoplastique. Ils ne sont ainsi pas déterminants pour le calcul de la dureté, exprimé à charge maximale. Ces pop-in ne font pas l'objet ici d'une étude plus approfondie. On comprend néanmoins d'après cette investigation que le début de la courbe d'indentation est piloté par le comportement élastique du matériau, suivi par la nucléation de dislocations.

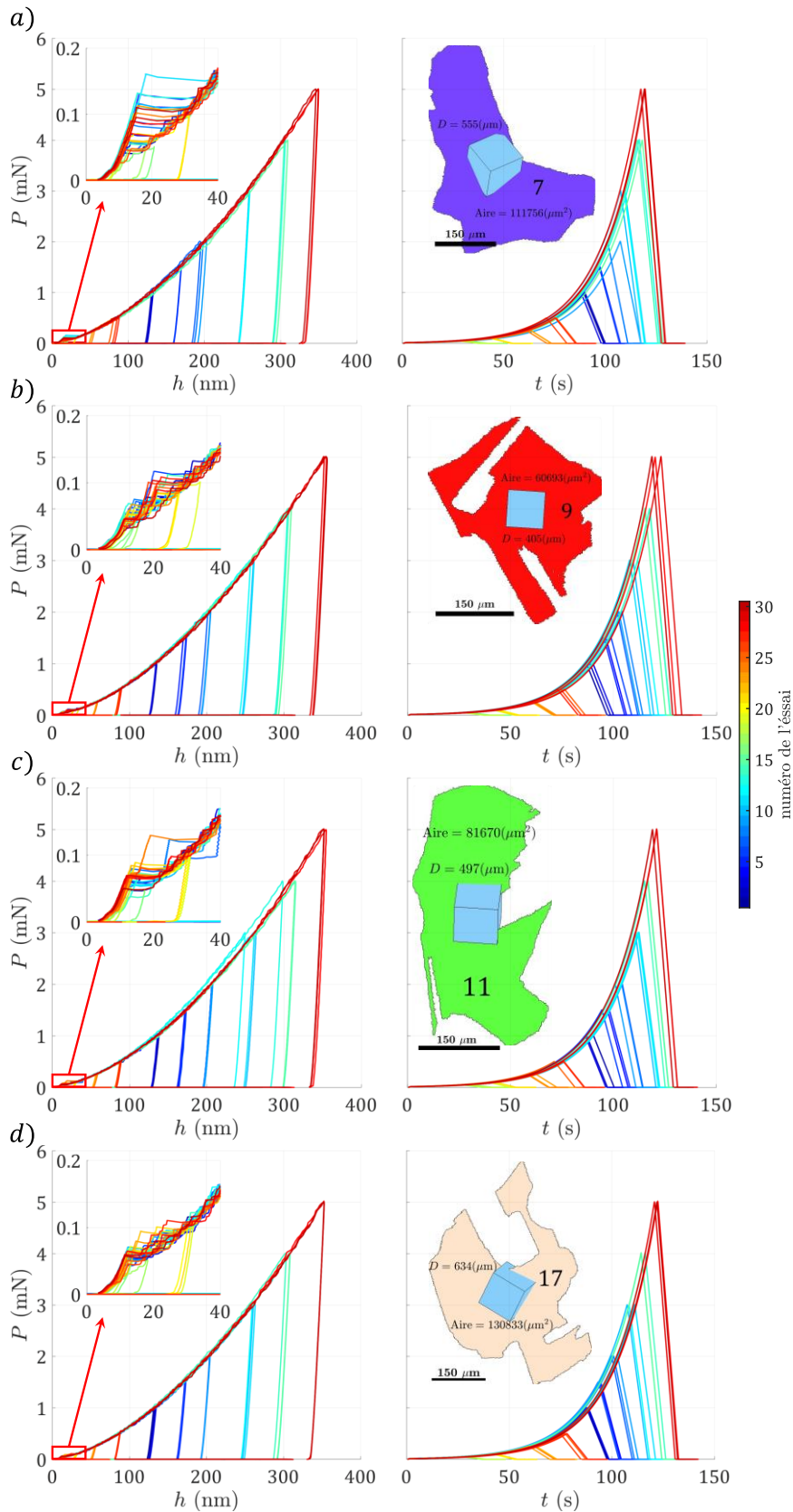


Figure 2.21 : Quelques courbes d'indentations réalisées dans les grains n°7, 9, 11 et 17 sont respectivement représentées en a), b), c) et d). Les courbes $P - h$ ainsi que les courbes $P(t)$ sont représentées pour les indentations effectuées dans chaque grain (les axes des abscisses sont les mêmes). La couleur de la courbe représente le numéro de l'essai. L'échelle de la force est la même pour toutes les images. Chaque grain est représenté avec le code couleur TSL, ainsi qu'un cube illustrant l'orientation du cristal.

Une méthode alternative utilisée pour déterminer la dureté est introduite dans les années 90 par Joslin et Oliver (Joslin and Oliver, 1990). L'aire de contact étant difficile à quantifier, ils proposent un indicateur qui permet de s'en soustraire. À partir des équations (2.10) et (2.17), ils introduisent le quantificateur H_{IT}/M_{eq}^2 :

$$\frac{H}{M_{eq}^2} = \frac{4\beta^2 P_{max}}{\pi S^2}. \quad (2.25)$$

On remarque dans l'expression la relation de proportionnalité $H_{IT}/M_{eq}^2 \propto P_{max}/S^2$. Cet indicateur permet de quantifier la résistance du matériau à la déformation plastique. Dans cet article initiateur de la méthode, le facteur correctif β de King en fonction de la géométrie n'est pas introduit. Par la suite, Oliver et Pharr (W C Oliver and Pharr, 2004) reprennent ces travaux et introduisent le facteur β dans l'expression (2.25) afin d'adapter ce quantificateur aux différentes géométries d'indenteur.

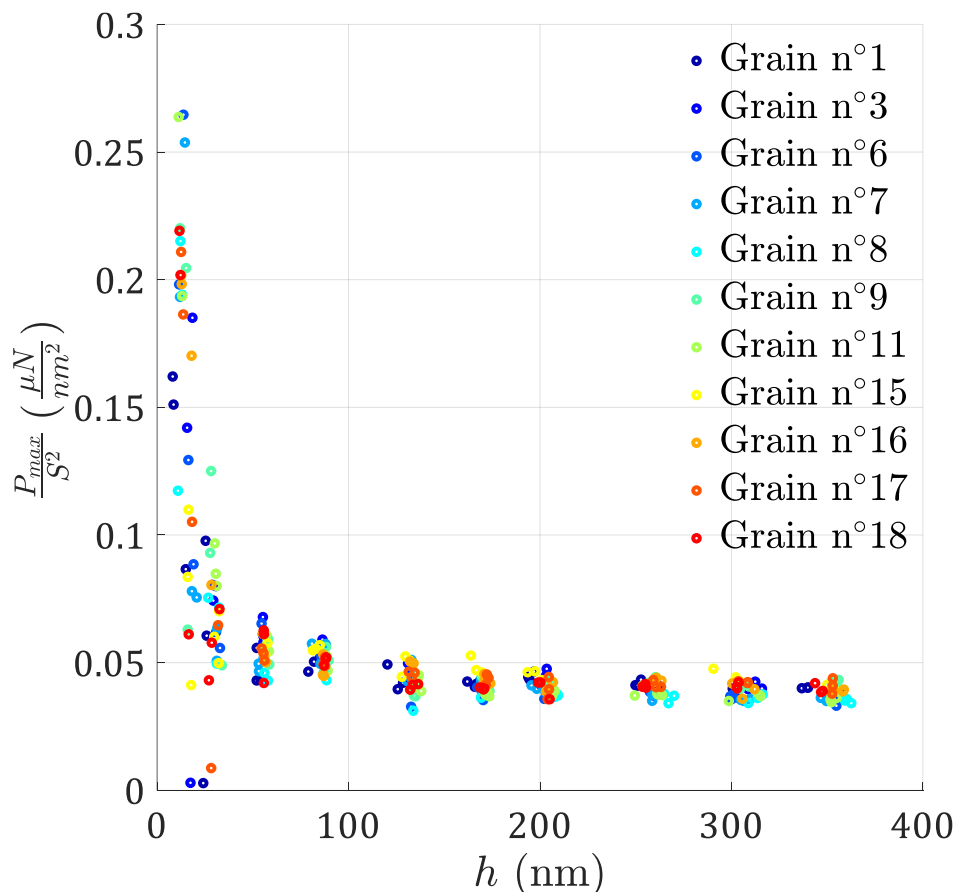


Figure 2.22 : La quantité P_{max}/S^2 tracée en fonction de la profondeur indentée pour l'ensemble des grains étudiés. Ici apparaît l'effet d'échelle qui caractérise le nickel.

Pour toutes les zones on peut remarquer à la Figure 2.22 une tendance décroissante de la quantité P_{max}/S^2 jusqu'à une profondeur d'environ 150 nm. Cela indique la présence d'un effet d'échelle dans le matériau. L'effet d'échelle est généralement résumé simplement par : « smaller is harder ». Cela se traduit par une dureté plus importante à de faibles profondeurs d'indentation. Cet effet est observé par Nix et Gao (Nix and Gao, 1998) pour du cuivre et de l'argent. Ils observent un début de

stabilisation de la dureté à une profondeur indentée de $2\mu\text{m}$ pour le cuivre. À la Figure 2.22, le palier de stabilisation de l'évolution de la dureté en fonction de la profondeur d'indentation apparaît indépendant de l'orientation cristallographique. On distingue une influence uniquement lors des 50 premiers nanomètres indentés.

Une explication possible de cette évolution de la dureté en fonction de la profondeur indentée est illustrée par Van Vliet et *al.* (Van Vliet et al., 2003). Ces auteurs montrent dans leur étude que la nucléation d'une dislocation nécessite des contraintes locales de l'ordre du Gigapascal, alors que la multiplication de celles-ci à partir de dislocations préexistantes nécessite des contraintes locales de l'ordre du Mégapascal. Ainsi, dans la première centaine de nanomètres indentés, la nucléation des dislocations pilote la déformation de la matière et engendre une dureté importante. Par la suite celles-ci interagissent entre elles, processus qui rigidifie la matière, et par lequel elle s'écrouie. Une fois la matière plus rigide dans une zone sous l'indenteur, les dislocations commencent à se déplacer plus loin dans la matière. La zone plastique engendrée par l'essai augmente. La réponse matérielle est majoritairement pilotée par la multiplication (mécanisme de Frank-Read), même si la nucléation de dislocations continue, elle n'est plus prédominante. La dureté décroît, car la contrainte locale nécessaire à la multiplication des dislocations est moindre par rapport à celle de la nucléation de dislocations. Cela se traduit, pour un indenteur autosimilaire, par une stabilisation de la quantité P_{max}/S^2 en fonction de la profondeur d'indentation.

Nix et Gao (Nix and Gao, 1998) proposent un modèle pour caractériser l'évolution de la dureté en fonction de la profondeur d'indentation :

$$\frac{H}{H_0} = \sqrt{1 + \frac{h^*}{h}}. \quad (2.26)$$

Dans cette équation, H_0 est l'asymptote de la dureté pour de grandes profondeurs indentées. Les paramètres H_0 et h^* sont déterminés à partir de l'équation (2.26) par recalage sur l'ensemble des données expérimentales. Sur la Figure 2.23 est représentée la dureté H calculée avec les valeurs de M_{iso} prises pour chaque grain (Tableau 2.3).

Les données expérimentales utilisées pour le recalage $H(h)$ sont présentées à la Figure 2.23, avec les valeurs des deux paramètres déterminés. L'expression de H_0 est définie à partir de l'équation par Nix et Gao (Nix and Gao, 1998) :

$$H_0 = 3\sqrt{3}\alpha\mu b\sqrt{\rho_{SSD}}. \quad (2.27)$$

Dans l'équation (2.26), h^* représente la profondeur d'indentation à partir de laquelle la dureté n'est plus sensible à l'effet d'échelle. Ainsi plus h^* est grand, plus le palier H_0 est atteint pour de grandes profondeurs indentées (Nix and Gao, 1998) :

$$h^* = \frac{81b\alpha^2\mu^2 \tan^2 \theta}{2H_0^2}. \quad (2.28)$$

Pour l'ensemble des grains testés, nous avons caractérisé l'évolution de la dureté en fonction de la profondeur d'indentation. La profondeur à partir de laquelle l'effet d'échelle n'est plus influent sur le matériau est $h^* = 94$ nm.

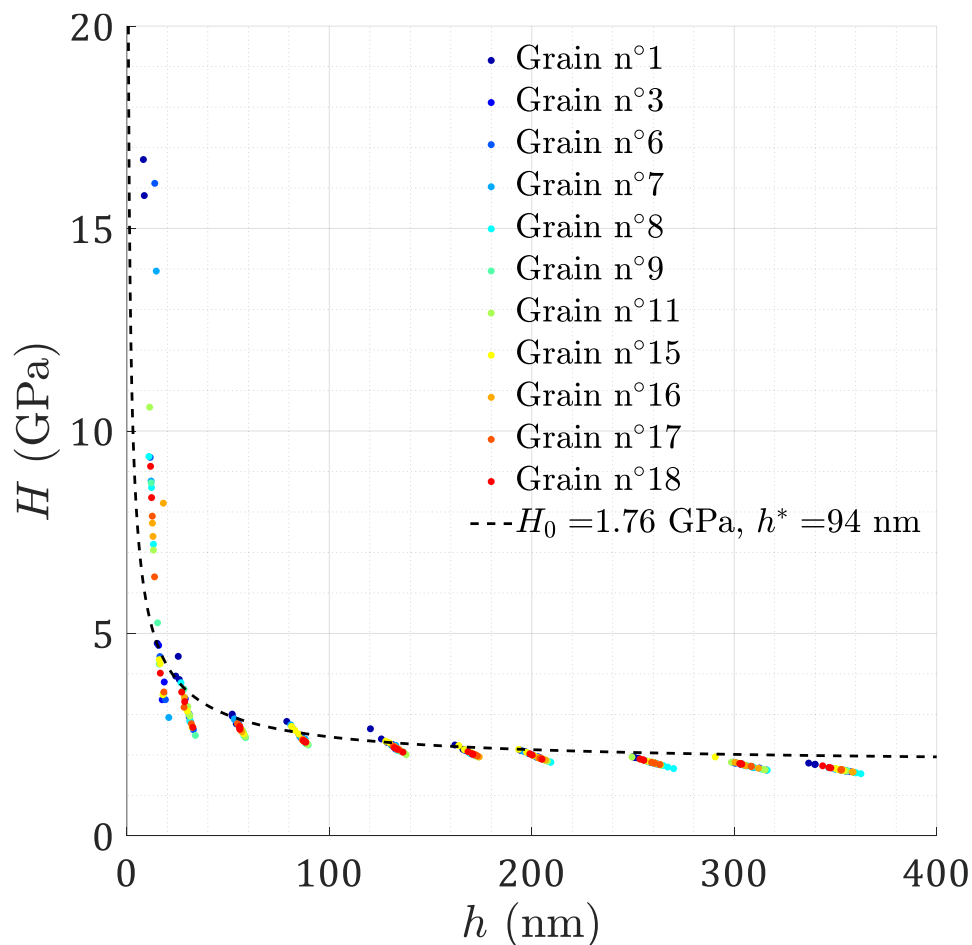


Figure 2.23 : Evolution de la dureté (calculée à partir de la formule (2.25)) pour tous les grains en fonction de la profondeur d'indentation. Les paramètres du modèle de Nix et Gao (Nix and Gao, 1998) de l'équation (2.26) sont obtenus par un recalage sur l'ensemble des données. Le modèle est représenté en trait noir pointillé.

Cet effet d'échelle que l'on peut constater sur les Figure 2.22 et Figure 2.23 n'est pas pris en compte dans le modèle de Méric-Cailletaud. Les topographies utilisées pour l'identification des coefficients d'interaction sont effectuées à une profondeur d'indentation de 900nm. À cette profondeur, les paramètres d'écroutissage ne sont plus soumis à une dépendance à la profondeur d'indentation. La détermination de h^* nous permet ainsi de définir à partir de quelle profondeur d'indentation les paramètres d'écroutissage seront stables. La plasticité à gradient, qui permet de traduire un gradient de comportement du matériau, est un exemple de loi introduit également par Nix et Gao (Nix and Gao, 1998) qui permet de tenir compte de cet effet d'échelle. Dans cet exemple, ils introduisent une plasticité à gradient dans laquelle h^* est un paramètre. Des modèles similaires de plasticité à gradient ont été utilisés par les auteurs (Lewandowski and Stupkiewicz, 2018; Qu et al., 2006) pour prendre en compte l'effet d'échelle dans le matériau. Ils montrent entre autres que la dureté obtenue par simulation a une tendance décroissante comme sur la Figure 2.23.

L'étude des courbes d'indentations apporte plusieurs éclairages quant à la procédure à suivre pour simuler le comportement du nickel en indentation. D'après les essais cycliques, il est possible de simuler le nickel uniquement à partir d'un écrouissage isotrope. L'étude de l'évolution de la dureté en fonction de la profondeur indentée montre la nécessité de modéliser le nickel avec une longueur interne, non prise en compte dans le modèle de Méric-Cailletaud. Cette longueur interne affecte les paramètres matériau, les rendant dépendants à la profondeur d'indentation. En se plaçant à une profondeur supérieure à celle de l'effet d'échelle, les paramètres ne sont plus soumis à l'influence de l'effet d'échelle. Leur détermination est néanmoins effectuée en occultant l'influence de la première centaine de nanomètres indentés. Le comportement viscoplastique du nickel est également mis en avant en annexe A.5.

L'analyse de la plasticité anisotrope du nickel par nanoindentation a été effectuée dans cette section. Dans la prochaine section, les mesures par microscopie à force atomique, permettant de récupérer la topographie aux abords de l'empreinte sont présentées.

2.4. Mesures par microscopie à force atomique (AFM)

Après avoir effectué les indentations dans les différents grains, nous avons imagé les différentes topographies résiduelles dans les grains indentés. Celles-ci seront ensuite utilisées pour identifier les paramètres qui pilotent les interactions entre les systèmes de glissement. Ces images sont réalisées par microscopie à force atomique (AFM). Le modèle utilisé au laboratoire est un PSIA XE-150. C'est une méthode de caractérisation de surface qui a vu le jour dans la deuxième moitié des années 1980 (Binnig et al., 1986). C'est une méthode hybride entre la microscopie à effet tunnel et la profilométrie. Contrairement à la microscopie à effet tunnel, cette méthode n'a pas besoin que l'échantillon soit conducteur ou semi-conducteur. L'AFM utilisé pour évaluer les topographies de ces travaux à une résolution théorique de 1.5 nm latéralement et 0.05 nm verticalement. En pratique, ces résolutions sont grandement perturbées par de nombreux phénomènes de dérives, thermiques principalement.

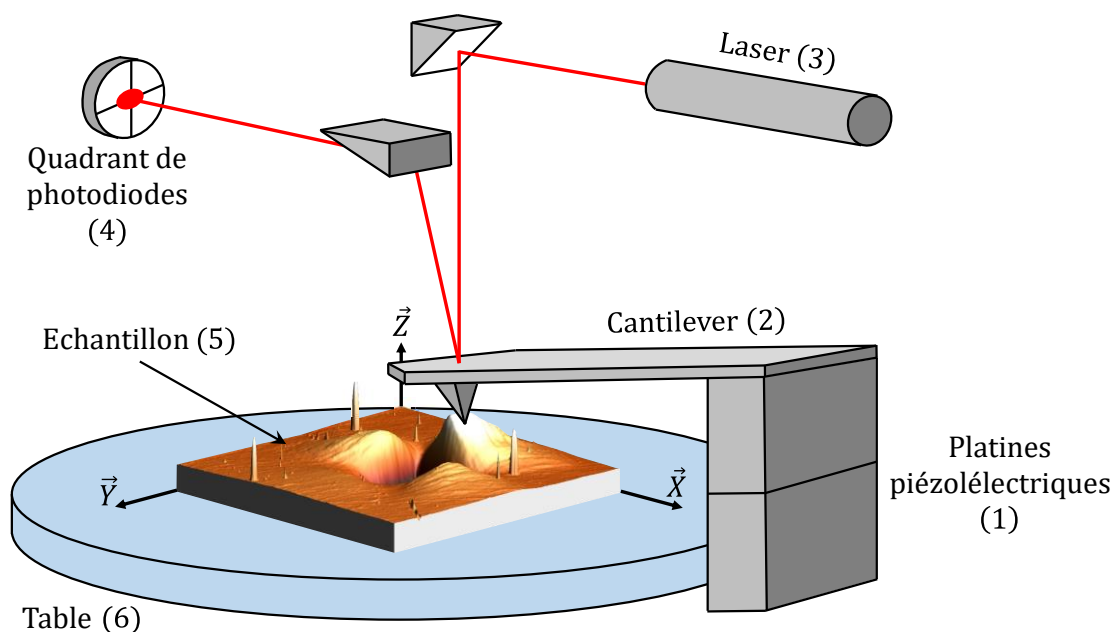


Figure 2.24 : Schéma du principe de fonctionnement d'un microscope à force atomique. Une représentation 3D d'une empreinte résiduelle du grain n°3 est placée au centre comme échantillon pour l'illustration.

La Figure 2.24 illustre le fonctionnement d'un AFM. Les parties colorées en gris (1), (2), (3) et (4) se déplacent ensemble latéralement (X-Y). Ce déplacement est piloté par des platines piézoélectriques (1). La pointe de l'AFM, en contact avec l'échantillon, est disposée à l'extrémité du bras de levier (2). Cette pointe possède un arrondi qui est de l'ordre de quelques nanomètres, et elle va être déplacée le long de la surface de l'échantillon, par l'intermédiaire d'un tube piézoélectrique, afin de scanner sa topographie. L'arrondi de la pointe définit en partie la précision latérale de l'AFM. L'échantillon est placé sur une table motorisée qui permet de déplacer la tête de mesure vers les zones indentées.

En fonctionnement, un faisceau laser (2) est réfléchi sur le bras de levier vers un quadrant de photodiodes (4). Pendant le criblage de la surface par la pointe, la position du faisceau sur le quadrant change en fonction des reliefs de la surface. En

mode contact lorsque la pointe rencontre un relief, la platine piézo-électrique en Z modifie aussitôt, par l'intermédiaire d'une boucle d'asservissement, la position en hauteur de la pointe afin de la ramener à un niveau médian. Ainsi on obtient une image dérivée de la topographie. Après traitement de l'information, une image en mode hauteur est obtenue, qui décrit la topographie résiduelle après indentation.

Il est illustré sur la Figure 2.24 des artéfacts de mesures qui peuvent apparaître. Nous avons donc établi une procédure de post-traitement des topographies expérimentales afin de les comparer avec les topographies numériques. Elle est effectuée avec le logiciel WSxM (Horcas et al., 2007) puis avec le logiciel Matlab. Le premier traitement par WSxM permet de traiter les défauts de planéité des surfaces. Quant à celui effectué avec Matlab, il permet de s'affranchir des artéfacts de mesure observés sur les topographies résiduelles et également de trouver un niveau zéro de la topographie. Le niveau zéro est le niveau de la surface avant indentation, qui est une inconnue. L'AFM permet d'obtenir la topographie, mais l'altitude est définie à partir du point le plus bas, qui est définie comme le zéro de la mesure.

2.4.1. Défaut de planéité

Les topographies résiduelles après traitement AFM sont rangées dans deux fichiers, le premier correspondant à la topographie et le second au signal d'erreur. Dans ces fichiers est stocké l'ensemble des données recueillies par l'AFM. Le post-traitement avec le logiciel WSxM permet de faire un traitement de la planéité de la surface grâce à plusieurs fonctionnalités. Dans le traitement des topographies présentées dans cette thèse, trois de ces fonctionnalités ont été utilisées. L'objectif de ce premier post-traitement avec WSXM est d'aplanir les topographies, pour correspondre avec les simulations qui sont planes.

La première fonctionnalité utilisée est l'aplanissement global. Cette fonctionnalité permet de retirer un plan moyen sur l'ensemble des points décrivant la topographie. Les artéfacts étant pris en compte dans le calcul du plan moyen retiré de la topographie, cela affecte l'aplanissement de la topographie. Ces artéfacts s'avèrent être de l'ordre de grandeur des bourrelets, voir plus grands. La différence entre la topographie initiale et celle obtenue après aplanissement global est montrée entre la Figure 2.25 *a)* et *b)*. Le défaut de planéité du coin supérieur gauche au coin inférieur droit est d'une hauteur qui avoisine 270nm. En prenant en compte la diagonale, cela représente une inclinaison de 0.5° de la surface.

Une seconde fonctionnalité permet un autre type d'aplanissement qui met au même niveau moyen les lignes parcourues par l'AFM pour décrire la topographie. Cette mise au niveau moyen peut se faire en sélectionnant des parties de la topographie. La plastification observée autour de l'empreinte est localisée dans des bourrelets et enfoncements proches du cœur de l'empreinte, mais de manière générale la surface autour de l'empreinte se soulève et se creuse. Refaire un aplanissement en ne prenant en compte que les zones éloignées de l'empreinte est une manière de s'affranchir de ce problème. On peut voir à la Figure 2.25 *c)* que l'ensemble des bourrelets est fortement affecté par cet aplanissement.

La dernière fonctionnalité utilisée applique le même type d'aplanissement mais à des lignes particulières. Cette dernière fonctionnalité permet de supprimer les quelques sauts que l'on observe sur la topographie, après l'aplanissement ou causés par un artefact, comme illustré à la Figure 2.25 *d*). Une fois les erreurs de lignes traitées, les topographies sont reportées pour l'ensemble des grains indentés. Elles sont ensuite exportées pour être finalement traitées avec Matlab.

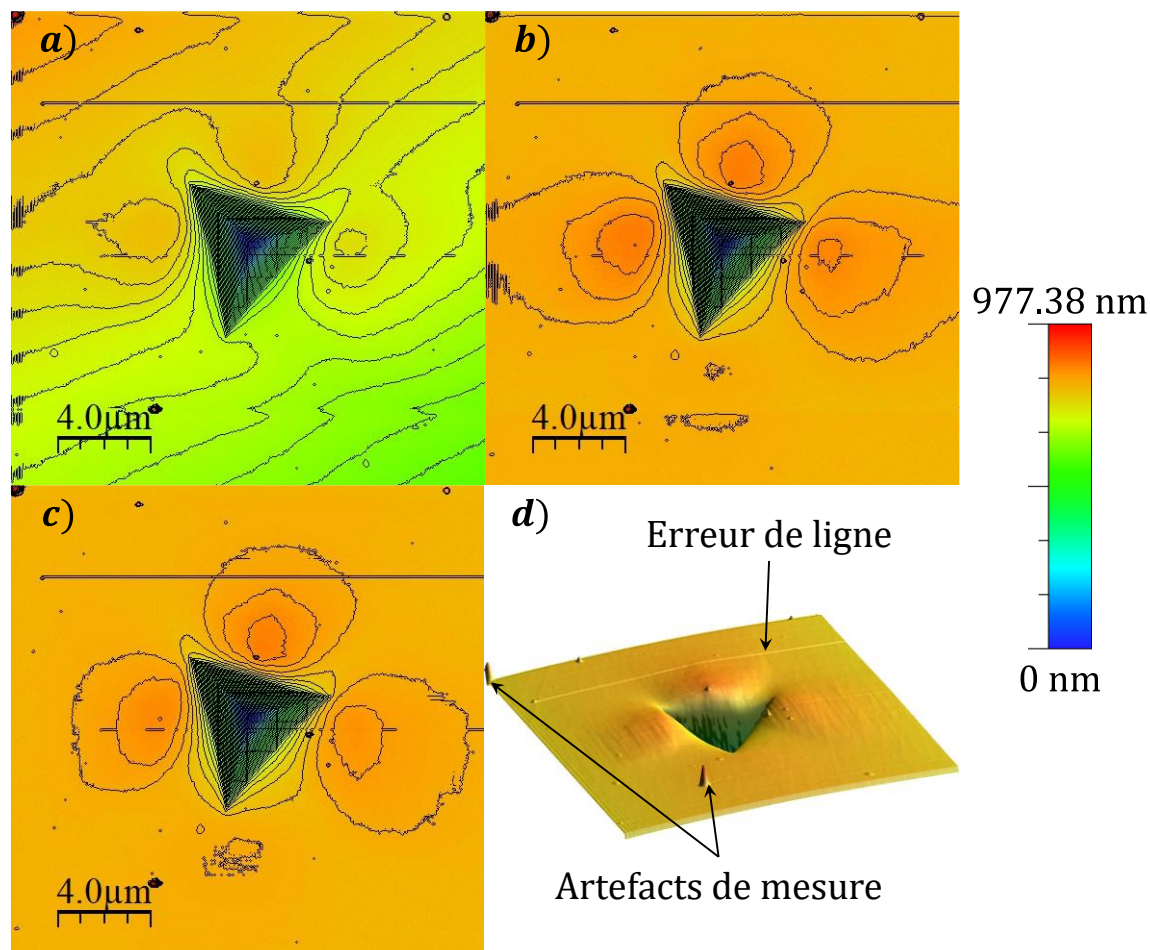


Figure 2.25 : Traitement de la planéité de la topographie avec WSXM de l'empreinte du grain n°3. *a*) topographie brute. *b*) topographie obtenue avec un aplanissement global. *c*) topographie obtenue après un second aplanissement du niveau moyen des lignes, appliqué uniquement à partir des bords de l'empreinte. *d*) représentation des artefacts de mesures et erreurs de lignes sur la topographie. Les contours délimitent des hauteurs de 19nm.

Les dimensions d'acquisition dans le plan d'indentation sont de $20\mu\text{m} \times 20\mu\text{m}$, ce qui représente plus de vingt fois la profondeur indentée. Les topographies ainsi nettoyées des défauts de planéité ne sont pas encore prêtes à être comparées avec les topographies numériques. On peut distinguer à la Figure 2.25 *d*) des artefacts de mesures sur les topographies résiduelles qui nécessitent un post-traitement spécifique, introduit dans la prochaine section. Le niveau zéro de la topographie va être également déterminé dans la prochaine section, afin de pouvoir comparer topographies numérique et expérimentale.

2.4.2. Mise à niveau et traitement des artéfacts

Pour une première comparaison quantitative, les topographies initialement introduites dans le post-traitement sont imagées à la Figure 2.26. Pour ces images, le niveau moyen est calculé à partir de la topographie entière. Un calcul plus adapté du niveau moyen sera effectué lors du post-traitement présenté par la suite.

La Figure 2.26 illustre la relation entre l'orientation cristallographique des grains et la répartition des bourrelets. La forme du cœur de l'empreinte n'est presque jamais de la forme de l'indenteur. On observe ainsi des zones d'enfoncement proches de l'indenteur et des bourrelets un peu plus loin du cœur de l'empreinte. Pour le grain numéro 15, la forme de l'empreinte est presque celle de l'indenteur. D'après ces images, on remarque que les zones d'enfoncement et les bourrelets vont pour la plupart jusqu'au bord de la topographie.

Le bourrelet le plus important est dans le grain n°1, à mi-latitude entre l'orientation [111] et l'orientation [101] dans la figure des pôles inverses. Le nombre de bourrelets varie de 4 à 6. Comme montré par les auteurs dans (Renner et al., 2016), les indentations pour le nickel recuit pour l'orientation [111] possèdent 3 bourrelets et 4 pour les orientations [101] et [100]. Pour le même nickel recuit ces auteurs ont fait des indentations avec des rotations de l'indenteur sur lui-même de 60° et 90° pour l'orientation [111]. Ces indentations présentent un nombre de bourrelets de 5 et 6 respectivement, résultats assez proches de la topographie obtenue dans le grain n°7, orientée de manière similaire. L'indentation réalisée dans le grain n°9 possède les enfoncements autour de l'empreinte les plus importants et le grain n°15 les enfoncements les plus faibles. On peut également voir apparaître les artéfacts qui doivent être post-traités. On voit que les hauteurs des artéfacts sont de l'ordre de grandeur des bourrelets, voire plus importants. Ceux-ci sont caractérisés par un brusque changement d'amplitude, et donc un fort gradient local.

Un traitement par le gradient de la hauteur est adapté à de telles caractéristiques des artéfacts, afin de les sélectionner automatiquement sur les topographies. Le cœur de l'empreinte possède également un fort gradient, celui-ci doit donc être exclu lors du traitement par le gradient. Un patch de la forme d'un triangle équilatéral est utilisé afin de cacher le cœur de l'empreinte, laissant apparaître uniquement la topographie en dehors du cœur de l'empreinte. Toujours dans l'objectif d'automatiser un maximum le post-traitement, ce patch est dimensionné en fonction de la profondeur indentée. Après expérimentation sur l'ensemble des topographies, la dimension $1.3h_{max}$ est sélectionnée. La topographie avec le cœur de l'empreinte retiré est illustrée à la Figure 2.26 a). À la Figure 2.26 b) sont représentées les mêmes topographies orientées dans le repère EBSD après mise au niveau moyen (l'obtention est détaillée plus loin dans cette section), ainsi que la ligne du niveau zéro, les axes projetés de la base du cristal et ceux du logiciel éléments finis, un cube représentant l'orientation cristallographique en haut à droite et une section de l'indenteur calculé à partir de la profondeur résiduelle.

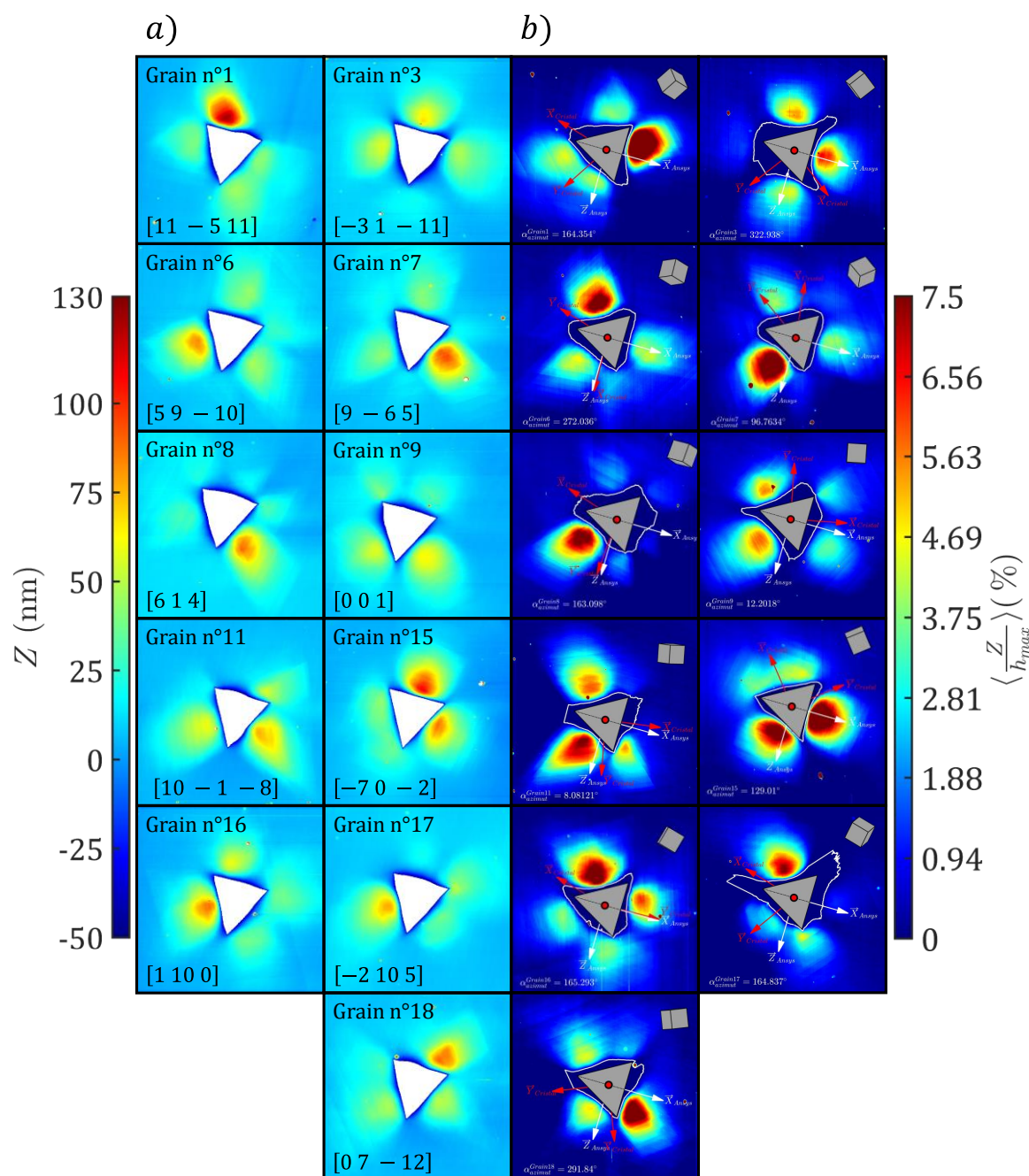


Figure 2.26 : En *a*) les topographies importées de WSxM et tracées avec Matlab dans le référentiel de l'AFM. Le niveau moyen est calculé à partir de la moyenne des hauteurs du bord de l'empreinte. L'échelle est commune à toute les images, elle colore la hauteur Z des topographies. En *b*) les topographies mises au niveau zéro et placées dans le référentiel de comparaison qui est celui de l'EBS. La forme de l'indenteur, la projection de deux axes du cristal dans le plan d'indentation, le référentiel éléments finis, la représentation de l'orientation au travers des cubes (comme dans les cartographies EBSD) et lignes du niveau zéro sont ajoutés.

Le patch est appliqué via deux conditions, mises sous formes d'inéquations. La forme triangulaire équilatérale imposée correspond la face supérieure d'un indenteur Berkovich de hauteur h_{max} :

$$|y| \leq \frac{\tan(\theta) \tan(\beta)}{\tan(\theta) + \tan(\alpha)} x + h_{max} \frac{\tan(\theta) \tan(\beta) \tan(\alpha)}{\tan(\theta) + \tan(\alpha)}, \text{ et } |x| \leq h_{max} \tan(\theta). \quad (2.29)$$

Les angles θ , β et α sont présentés à la Figure 2.12. L'ensemble des points x et y vérifiant les inéquations (2.29) font partie du patch de l'indenteur. Ils ne sont pas traités par le processus de recherche des artéfacts. Un critère est fixé à partir du calcul des gradients, $C_r(x, y)$:

$$C_r(x, y) = \sqrt{\left(\frac{\partial Z(x, y)}{\partial x}\right)^2 + \left(\frac{\partial Z(x, y)}{\partial y}\right)^2}. \quad (2.30)$$

Le gradient est approché par différences finies :

$$\frac{\partial Z(x, y)}{\partial x} = \frac{Z_{i+1, j} - Z_{i-1, j}}{x_{i+1, j} - x_{i-1, j}} \text{ et } \frac{\partial Z(x, y)}{\partial y} = \frac{Z_{i, j+1} - Z_{i, j-1}}{y_{i, j+1} - y_{i, j-1}}. \quad (2.31)$$

Ce critère permet de sélectionner et retirer automatiquement les artéfacts des topographies. La plupart des artéfacts présents sur les topographies sont sélectionnés, comme observé entre la Figure 2.27 a) et c). Les quelques artéfacts non sélectionnés par ce critère ont été traités manuellement (par exemple celui en haut à gauche de la Figure 2.27 c)). À partir de ces deux types de traitement, l'ensemble des topographies ont été traitées.

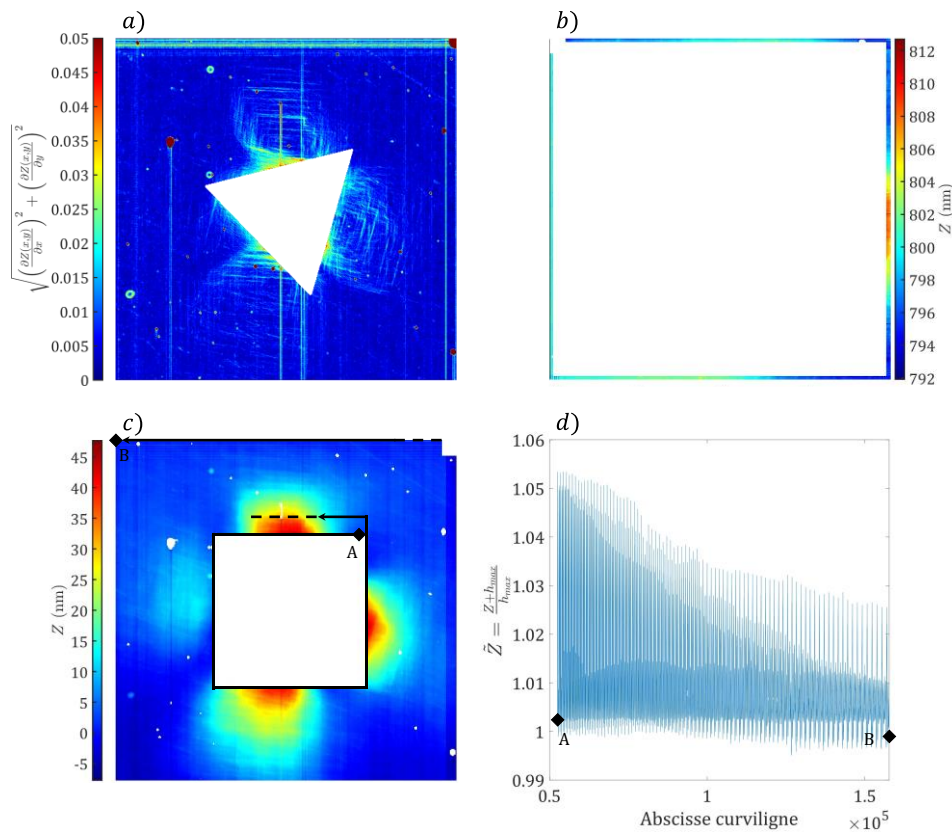


Figure 2.27 : Présentation de quelques étapes du traitement de la topographie obtenue après indentation dans le grain 3. En a) Traitement par la norme du gradient. Les zones colorées en rouge, dont la norme du gradient est supérieure à 0.05, sont retirées de la topographie. En b) la zone prise en compte pour le calcul du niveau zéro. La topographie mise à niveau avec les différents patches appliqués est présentée en c). En d) la topographie avec les différents patches appliqués présentée en fonction de l'abscisse curviligne qui suit le parcours en spirale de la topographie représentée en c).

La valeur de coupe du gradient est fixée à $C_r > 0.05$, définie à l'équation (2.30), après expérimentations sur plusieurs topographies. Cette valeur permet une sélection satisfaisante des artéfacts sur la totalité des topographies. La comparaison avec le modèle numérique peut être ensuite envisagée.

Le niveau moyen est calculé en sélectionnant le bord de la topographie. Une faible bande sur le pourtour de la topographie est sélectionnée, la moyenne de cette zone est utilisée pour définir le niveau moyen. Cette zone est illustrée à la Figure 2.27 b). On peut voir sur cet exemple dans le grain n°3 que les bords de la topographie varient de 20nm.

Pour une bonne concordance avec la topographie numérique, la topographie expérimentale est recentrée par rapport au cœur de l'empreinte. Cette opération sera également appliquée aux topographies numériques afin de faire concorder les emplacements des bourrelets.

Un patch carré est également appliqué au cœur des topographies expérimentales, afin de masquer le cœur de l'empreinte, illustré à la Figure 2.27 c). Les mesures AFM étant perturbées au cœur de l'empreinte, ce patch permet de ne pas prendre en compte les erreurs de mesures expérimentales dans cette partie de la topographie.

Il est finalement choisi d'ordonner la topographie en spirale depuis le point central pour la comparaison avec les topographies numériques, afin de comparer deux vecteurs au lieu de comparer deux matrices. Ainsi les grilles initialement de taille 512×512 sont réorganisées en vecteurs de taille 262144×1 . Une abscisse curviligne est prise pour faire la comparaison au fil du parcours en spirale de la topographie. L'abscisse curviligne démarre au point A et parcourt la topographie en spirale jusqu'au point B, comme illustré à la Figure 2.27 d).

Dans cette section est définie la méthode de post-traitement des empreintes, récupérées a posteriori des essais, via des mesures réalisées avec un AFM. Ceci termine l'exploitation de la première partie de l'échantillon, constituée d'essais de nanoindentation, de mesures EBSD et de mesures AFM. Dans la prochaine section est présenté l'essai de traction, réalisé sur la deuxième partie de l'échantillon de nickel polycristallin.

2.5. Essai de traction

La deuxième partie de l'échantillon a été utilisée pour faire un essai de traction afin d'obtenir les propriétés macroscopiques du matériau. La courbe $\sigma - \varepsilon$ obtenue est présentée à la Figure 2.28 avec le modèle de Voce classiquement utilisé pour modéliser le comportement macroscopique de métaux.

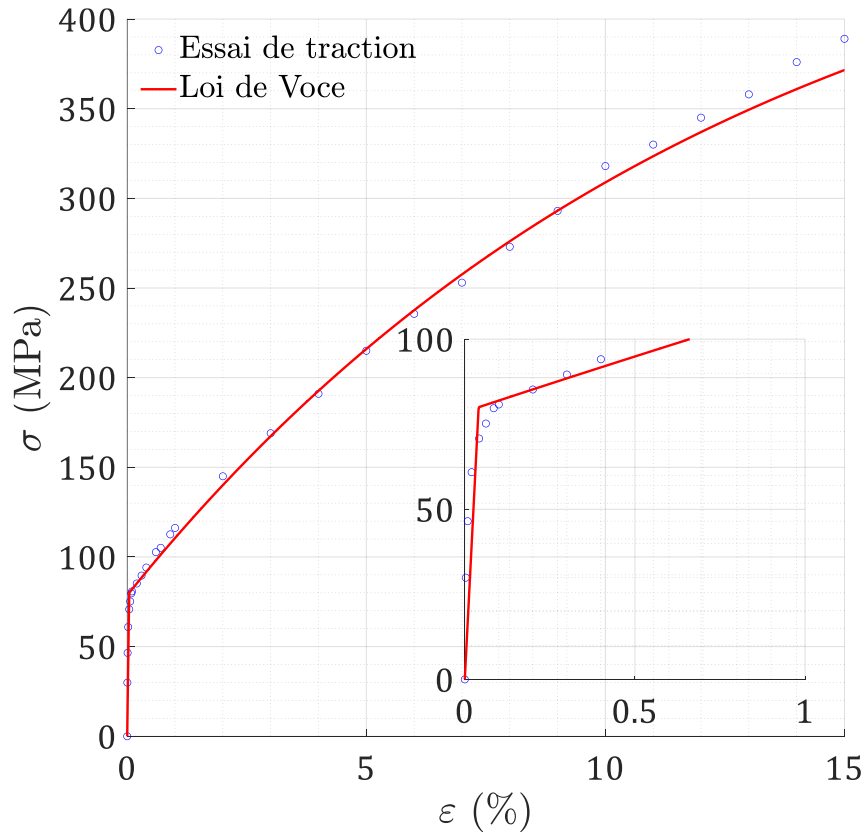


Figure 2.28 : Courbe expérimentale (contrainte de Cauchy-déformation logarithmique) de l'essai de traction sur notre échantillon de nickel (Renner, 2016). Une modélisation avec la loi macroscopique de Voce est représentée. Les paramètres élastiques utilisés sont $E = 196.7$ GPa (module E_{IT} du grain n°3) et $\nu = 0.3$, et les paramètres plastiques sont $Q = 420$ MPa, $b = 8$ et $\sigma_y = 80$ MPa (Renner, 2016).

Celui-ci s'exprime de la manière suivante en traction monotone :

$$\sigma = \sigma_y + Q(1 - e^{-b(\varepsilon - \varepsilon^e)}), \quad (2.32)$$

avec ε la déformation totale et ε^e la déformation élastique. La limite élastique est notée σ_y , Q est la saturation de l'écrouissage et b la rapidité de saturation de l'écrouissage. La saturation de l'écrouissage est atteinte pour $\lim_{\varepsilon \rightarrow \infty} \sigma = \sigma_y + Q$. L'essai de traction effectué jusqu'à 15% de déformation ne permet pas de faire apparaître ce plateau. Il fait apparaître une très faible partie élastique suivie par une partie plastique pendant laquelle le matériau s'écrouit. La limite élastique identifiée avec le modèle est $\sigma_y = 80$ MPa, la saturation de l'écrouissage $Q = 420$ MPa et la rapidité de saturation de l'écrouissage $b = 8$. Ces valeurs sont obtenues à partir des travaux de Renner (Renner, 2016) par recalage entre le modèle analytique et la courbe expérimentale de traction.

2.6. Conclusions

Dans ce chapitre a été introduit l'ensemble des essais et mesures effectués sur l'échantillon : mesures EBSD, essais d'indentation, mesures AFM et essais de traction ont permis de construire une base de données expérimentales. Une partie de l'échantillon a subi le test macroscopique (traction) et l'autre partie le test et les mesures microscopiques (EBSD, AFM et nanoindentation). Quelques analyses de la base de données sont présentées dans ce chapitre, comportant une première caractérisation du comportement élastique, plastique et visqueux du nickel (en annexe A.5).

La mesure EBSD a permis de mettre en évidence la microstructure de l'échantillon. La microstructure est définie par une désorientation maximale de 5° entre les grains, minimisant la désorientation au sein des grains. Celle-ci n'est néanmoins pas inexistante, et est quantifiée dans ce chapitre. Elle est certainement issue du polissage, mais aussi due à certaines traces d'indentation résiduelles antérieures. Ne considérer que l'orientation moyenne d'un grain diffère certainement de l'orientation dans la zone où l'indentation est effectuée, générant un premier écart entre simulation et expérience. Un premier critère de sélection des grains est basé sur la taille des grains, choisie comme étant la plus grande possible, afin d'éviter d'indenter près de joints de grains. Le deuxième critère de sélection des grains est d'obtenir une hétérogénéité des orientations entre les grains la plus large possible. On espère ainsi avoir une base de données des plus riches pour l'identification des coefficients d'interaction entre les systèmes de glissement. La densité de dislocations, révélée à partir des désorientations des pixels, diffère dans l'échantillon d'un facteur 100 entre les zones les moins denses et les plus denses. Le modèle matériau utilisé dans ces travaux ne prenant pas en compte la densité de dislocations, l'idéal pour comparer serait d'avoir la même densité de dislocations dans l'ensemble des grains. Comme montré par Renner et al. (Renner, 2016) par comparaison entre du nickel recuit et écroui, les bourrelets sont fortement impactés par la densité de dislocations initiale. Ces travaux montrent que quand le matériau est recuit, ayant une densité de dislocations moindre par comparaison avec le matériau écroui, il présente une répartition très anisotrope des bourrelets. À l'inverse, le matériau écroui présente une répartition très isotrope des bourrelets et une quasi-insensibilité à la variation de l'angle azimutal. Chang et al. par comparaison entre deux monocristaux de cuivre avec des densités de dislocations initiales différentes (Chang et al. 2010), montrent également que les bourrelets sont beaucoup plus élevés dans le cas de l'échantillon avec une forte densité de dislocations. Dans les deux études la courbe d'indentation est très influencée par la densité de dislocations initialement présente, la force nécessaire est fortement augmentée pour une même profondeur d'indentation. C'est une seconde source d'écart entre les données expérimentales et numériques, s'ajoutant à l'orientation moyenne des grains.

Le dispositif utilisé pour réaliser les essais de nanoindentation est introduit, ainsi que le protocole suivi pour les essais effectués dans les différents grains. L'anisotropie élastique présentée dans les différents essais est comparée avec les modèles analytiques et présente une bonne concordance. Le comportement anisotrope du

monocristal en traction est comparé avec celui observé en indentation. On constate une diminution de l'anisotropie de la réponse du matériau par indentation, certainement liée à la multiaxialité de l'essai. Les courbes d'indentation à différentes profondeurs d'indentation et les courbes d'indentation cyclique, mettent en évidence un effet d'échelle. Nous avons choisi une profondeur d'indentation des essais supérieure à la longueur interne, afin que les paramètres identifiés soient indépendants de cet effet. L'effet de cette longueur interne sur la première centaine de nanomètres indentés sera néanmoins visible sur les courbes d'indentation, qu'il faudra analyser avec prudence. En effet, la loi de Méric-Cailletaud ne prend pas en compte cet effet d'échelle.

Les mesures effectuées avec l'AFM permettent d'imager les topographies des empreintes après nanoindentation. L'anisotropie des bourrelets et enfoncements de la matière autour de l'empreinte est mis en évidence, révélant une forte dépendance du nombre de bourrelets, de leurs formes et de leurs répartitions à l'orientation relative pointe/cristal de la surface indentée. Le post-traitement des données obtenues par AFM est introduit dans ce chapitre, ainsi que le référentiel de comparaison avec les simulations qui est celui de la mesure EBSD. Deux incertitudes sont mises à jour au travers de ces post-traitements : l'incertitude sur le niveau zéro et l'inclinaison de la surface de l'échantillon. L'inclinaison des topographies est directement post-traitée pour les aplanir, pour correspondre avec celle numérique. Il aurait certainement été plus judicieux d'orienter le plan numérique indenté comme expérimentalement, comme dans l'étude de Gallardo-Basile et al. (Gallardo-Basile et al., 2023). L'aplanissement de topographies laissent néanmoins apparaître une amplitude d'altitudes des bords de l'empreinte de 20 nm. Principalement causée par la propagation des bourrelets sur toute la zone imagée par AFM, il aurait également été bénéfique de réaliser de plus larges acquisitions dans le plan, afin de mieux déterminer le niveau zéro.

On dresse un premier bilan quant à la comparaison entre simulations et expériences que l'on s'apprête à faire dans la suite de ces travaux. La base de données pour l'identification des coefficients d'interaction étant introduite, ainsi que la loi de comportement utilisée dans le chapitre précédent, le chapitre suivant va introduire la méthodologie utilisée pour identifier les coefficients d'interaction entre les systèmes de glissement.

Chapitre 3

Méthodologie d'identification

Dans ce chapitre le contexte théorique de l'identification de paramètres matériau de lois constitutives est formulé. La méthode d'identification paramétrique utilisée pour résoudre le problème inverse est introduite. Au cœur de celle-ci, les mesures d'identifiabilité de paramètres à partir d'observables sont présentées. Ces indices d'identifiabilité sont basés sur la sensibilité locale des observables aux paramètres. Par la suite, la stratégie adoptée pour la construction de points de départ, critique lors d'un processus local itératif d'identification, est également abordée. Le dernier élément nécessaire à l'identification, introduit à la fin de ce chapitre, est le modèle éléments finis paramétrique de l'essai de nanoindentation.

Sommaire

3.1. Avant-propos.....	98
3.1.1. Problème inverse.....	98
3.1.2. Identification par méthode inverse à partir d'essais d'indentation	99
3.2. Méthode FEMU pour résoudre un problème inverse	102
3.2.1. Fonction coût.....	104
3.2.2. Problème de minimisation	106
3.3. Identifiabilité paramétrique locale	107
3.3.1. Sensibilité locale d'observables aux paramètres	108
3.3.2. Identifiabilité locale des paramètres à partir d'observables	110
3.4. Construction de points de départ pour la méthode inverse	113
3.4.1. Polycristal sans prise en compte de la morphologie	116
3.4.2. Polycristal avec prise en compte de la morphologie	122
3.4.3. Identification des 3 paramètres d'écrouissage	125
3.4.3.1. Identification sans prise en compte de la morphologie.....	125
3.4.3.2. Avec prise en compte de la morphologie des grains	127
3.4.3.3. Comparaison des modèles de polycristaux.....	129
3.4.4. Points de départ.....	130
3.5. Modèle éléments finis de l'essai de nanoindentation	133
3.5.1. Présentation du modèle éléments finis	133
3.5.2. Influence de la discrétisation spatiale sur les résultats	136
3.5.2.1. Sur la courbe d'indentation et la topographie	137
3.5.2.2. Sur la sensibilité.....	139
3.5.2.3. Sur l'identifiabilité.....	142
3.5.3. Description du contact dans la modélisation l'essai de nanoindentation	146
3.6. Conclusions	149

3.1. Avant-propos

Cet avant-propos traite des deux éléments qui constituent le socle de la méthodologie d'identification présenté dans ce chapitre : le problème inverse et l'identification paramétrique par méthode inverse en indentation.

3.1.1. Problème inverse

Le comportement d'un matériau est décrit par une loi de comportement et des paramètres intrinsèques au matériau. L'estimation de l'ensemble de ces paramètres est une condition nécessaire pour des simulations précises et fidèles. L'identification de paramètres est le processus au cours duquel les valeurs des paramètres sont estimées et validées à partir de données expérimentales (Barick et al., 2020; Fauvel et al., 2022; Guery et al., 2016; Z. S. Ma et al., 2012a; Martins et al., 2018, 2020; Nguyen et al., 2022; Pac et al., 2014; Y. Zhou et al., 2020). Cette approche inverse est utilisée dans de nombreux domaines de la physique, tels que la physique quantique, l'électrodynamique, la radiologie, et bien d'autres (Ramm, 2005).

L'identification paramétrique par méthode inverse nécessite la résolution de deux problèmes. Le premier est le « problème direct ». Il permet la prévision d'un vecteur-observation $\{y\}$, obtenue à partir d'un vecteur-paramètre $\{p\}$ via un modèle d'expérience \mathcal{M} :

$$\{y\} = \mathcal{M}(\{\theta; y_{exp}^s\}). \quad (3.1)$$

Le modèle d'expérience \mathcal{M} intègre le comportement du matériau. Les entrées de \mathcal{M} sont les paramètres matériau $\{\theta\}$ et la sollicitation expérimentale imposée $\{y_{exp}^s\}$. On les regroupe dans un vecteur-paramètres $\{p\} = \{\theta; y_{exp}^s\}$. Les sorties de \mathcal{M} (le vecteur $\{y\}$) sont la réponse numérique $\{y_{num}\}$ et la sollicitation $\{y_{exp}^s\}$.

Le second est le « problème inverse ». Il consiste à ajuster les valeurs des paramètres du matériau $\{\theta\}$, pour assurer l'adéquation entre la réponse numérique $\{y_{num}\}$, avec la réponse expérimentale $\{y_{exp}^s\}$. Le problème inverse, peut s'écrire formellement de manière analogue à l'équation (3.1) :

$$\{\theta\} = \mathcal{M}^{-1}(\{y\}). \quad (3.2)$$

Même si l'on considère que la simulation traduit tous les aspects de la réponse expérimentale, ce qui en pratique est rarement le cas, le problème inverse pour l'identification paramétrique s'avère généralement difficile. Les difficultés principales liées à l'estimation paramétrique sont de bien poser le problème inverse.

C'est une notion établie par Hadamard (Hadamard, 1902), qui définit un problème bien posé par les conditions suivantes :

- **Existence** : $\forall \{y\}, \exists \{\theta\} / \{y\} = \mathcal{M}^{-1}(\{y\})$. Celle-ci relève de la capacité de \mathcal{M} à décrire $\{y\}$. L'existence est vérifiée quand \mathcal{M} permet de rendre compte des effets observés expérimentalement de manière acceptable.

- **Unicité** : $\{y\}_1 = \{y\}_2 \Rightarrow \{\theta\}_1 = \{\theta\}_2$. Celle-ci est très difficile à démontrer dans le cas général.
- **Stabilité** : Cette condition suppose que la solution est peu sensible aux données, c'est à dire qu'une petite variation du vecteur-observable $\{y\}$ n'entraîne qu'une petite variation du vecteur-paramètres $\{\theta\}$.

Dans ce contexte, l'identifiabilité quantifie la capacité à identifier le jeu de paramètres $\{\theta\}$, à partir d'un ensemble de données concaténées dans $\{y\}$, via le modèle d'expérience \mathcal{M} construit. L'identification par méthode inverse à partir d'essais de nanoindentation fait l'objet de la prochaine partie de cet avant-propos.

3.1.2. Identification par méthode inverse à partir d'essais d'indentation

L'utilisation de l'essai d'indentation pour identifier des paramètres matériau par méthode inverse est largement traité dans littérature (Bocciarelli et al., 2005; Bolzon et al., 2004; Constantinescu and Tardieu, 2001; Frydrych et al., 2022; Nguyen et al., 2022; Yin et al., 2023). Étant un essai qui sollicite multi-axialement le matériau, la courbe force-déplacement résultante de l'essai de nanoindentation est considérée révélatrice de la complexité de la sollicitation que le matériau subit. Il est naturel de tenter l'identification de paramètres matériau par méthode inverse à partir d'une ou plusieurs courbes d'indentation.

Les années 2000 marquent un tournant dans l'utilisation des courbes issues d'essais de nanoindentation pour l'identification paramétrique. Un problème lié à l'unicité des paramètres, obtenus par identification paramétrique à partir d'une courbe d'indentation, est mis en avant dans la littérature : (Alkorta et al., 2005; Capehart and Cheng, 2003; Casals and Alcalá, 2005; Tho et al., 2004). Le problème d'unicité de la solution du problème inverse est initialement montré par Cheng et Cheng (Cheng and Cheng, 1999). Leur étude montre que plusieurs jeux de paramètres, générant une réponse en traction différente, mènent à des courbes d'indentation quasi identiques, comme illustré à la Figure 3.1. D'après la définition d'Hadamard introduite partie 3.1, on peut constater que démontrer qu'un problème inverse est bien posé est difficile. En revanche, démontrer qu'un problème inverse est mal posé l'est beaucoup moins. La non-unicité est une condition suffisante pour démontrer qu'un problème inverse est mal posé, pour laquelle trouver deux jeux de paramètres qui permettent de simuler la même courbe d'indentation suffit. Ces jeux de paramètres démontrent ainsi sans ambiguïté la non-unicité de la solution du problème inverse qui serait posé à partir de la courbe d'indentation. Pour pallier à ce problème, une des perspectives des travaux de Cheng et Cheng (Cheng and Cheng, 1999) concerne l'investigation de combinaisons de géométries de pointe pour mieux poser le problème.

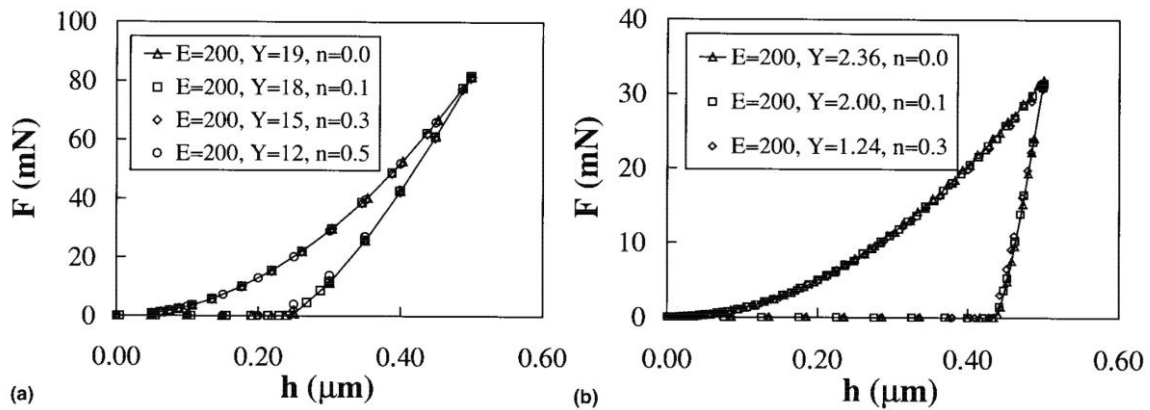


Figure 3.1 : Courbes d'indentation obtenues avec un indenteur conique d'ouverture $\gamma = 68^\circ$ (Cheng and Cheng, 1999). En a) sont représentés plusieurs matériaux avec un comportement fortement élastique et en b) avec un comportement fortement plastique. Ils utilisent une loi d'écroutissage de type puissance, avec E le module élastique en (GPa), Y la limite élastique en (GPa) et n l'exposant plastique.

Cette piste a été exploitée avec succès par la suite dans la littérature (Bucaille et al., 2003; DiCarlo et al., 2003; Futakawa et al., 2001; Luo and Lin, 2007; Swaddiwudhipong et al., 2006). Plus particulièrement Chollacoop et al. (Chollacoop et al., 2003) reprennent les matériaux introduits par Cheng et Cheng (Cheng and Cheng, 1999) et montrent qu'avec une combinaison d'indenteurs ayant différents angles d'ouverture $\gamma = \{70,3^\circ; 60^\circ\}$, il est possible de mieux poser le problème inverse. Ils montrent que pour les 3 matériaux de Cheng et Cheng (Cheng and Cheng, 1999) illustrés à la Figure 3.1 b), les courbes d'indentation sont confondues lorsque $\gamma = 70.3^\circ$ et sont distinctement différenciables lorsque $\gamma = 60^\circ$. Combiner des essais d'indentation, en utilisant des indenteurs avec différents angles d'ouverture, est une première approche proposée dans la littérature pour mieux poser le problème inverse.

Cependant quelques années plus tard, Chen et al. (Chen et al., 2007) étendent le problème initialement introduit par (Cheng and Cheng, 1999) à différentes géométries d'indenteur, résultats qui sont illustrés à la Figure 3.2. Ils utilisent dans leurs études des pointes coniques avec différents angles d'ouverture, et le même modèle matériau (loi d'écroutissage de type puissance) que celui utilisé par Cheng et Cheng. L'utilisation de plusieurs courbes d'indentation, et ce même si celles-ci sont obtenues avec différents angles d'ouverture γ , ne permet pas toujours de mieux poser le problème inverse. En définitive, un problème inverse n'est pas nécessairement mieux posé en augmentant le nombre d'observables. De plus, la complexification du modèle d'expérience \mathcal{M} peut alourdir de manière non négligeable l'identification paramétrique à réaliser. Quantifier la richesse de l'information contenue dans $\{y\}$ s'impose ainsi comme incontournable lors de la caractérisation via des courbes d'indentation.

C'est dans ce contexte que Cao et al. (Cao and Lu, 2004) initient l'évaluation du conditionnement du problème inverse en indentation avec un nombre de conditionnement d'une fonction scalaire. Dans ce cas, le conditionnement optimal, traduisant une faible sensibilité aux erreurs expérimentales (Cao and Lu, 2004), est défini par un nombre de conditionnement égal à 1. Près de dix ans plus tard, Richard

et al. (Richard et al., 2013) introduisent un indice permettant d'évaluer le conditionnement du problème inverse, qui ne s'applique pas uniquement à des fonctions scalaires. Cet indice a été utilisé, par exemple, pour un modèle viscoélastique et viscoplastique (Barick et al., 2020), ou dans le cas d'une application à une couche mince (Fauvel et al., 2022). La même année, Phadikar et al. (Phadikar et al., 2013) montrent que c'est l'extrême sensibilité aux erreurs expérimentales qui induit la non-unicité en indentation.

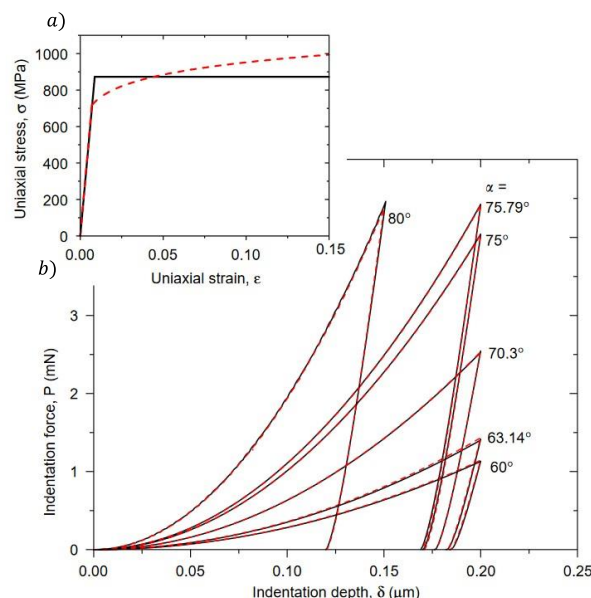


Figure 3.2 : Résultats principaux des travaux de Chen et al. (Chen et al., 2007). *a*) le comportement en traction des deux matériaux de leur étude. *b*) courbes d'indentation conique avec des demi-angles d'ouverture variant de 60° à 80°.

La sélection des données expérimentales, contenues dans $\{y\}$, à utiliser pour l'identification paramétrique est un autre point d'investigation pour bien conditionner le problème inverse. Cela s'est avéré fructueux en indentation. Les travaux de Ma et al. (Z. S. Ma et al., 2012a) utilisent les profils des empreintes d'essai d'indentation en plus des courbes d'indentation, et montrent que ceux-ci permettent de distinguer les matériaux introduits par Cheng et Cheng (Cheng and Cheng, 1999). Les observations expérimentales les plus riches en informations, doivent être sélectionnées et concaténées dans le vecteur-observation $\{y\}$.

Les travaux de thèse de Renner (Renner, 2016) ont montré la sensibilité des topographies aux paramètres (Renner et al., 2016) ainsi que la satisfaisante identifiabilité de 9 paramètres plastiques de la loi de Méric-Cailletaud à partir de trois topographies (Renner et al., 2020). Véritable fondement de cette thèse, ces deux études attestent de la possibilité d'identifier des paramètres plastiques à partir d'empreintes de nanoindentation Berkovich par méthode inverse. Ces deux études montrent également la nécessité de guider par une analyse d'identifiabilité la résolution du problème inverse par méthode FEMU.

L'identification paramétrique à partir d'essais d'indentation est donc délicate, et nécessite de s'assurer du bon conditionnement du problème inverse en amont de l'identification à réaliser. L'analyse d'identifiabilité utilisée dans mes travaux est liée à la stratégie de résolution du problème inverse, décrite à la prochaine section.

3.2. Méthode FEMU pour résoudre un problème inverse

La méthode FEMU (Finite Element Model Updating) est une méthode qui voit le jour dans les années 1970, avec des études pionnières comme celle de (Kavanagh and Clough, 1971) qui présentent la caractérisation de solide élastique (linéaire et non-linéaire) par en utilisant la méthode des éléments finis. La flexibilité dans la construction du modèle d'expérience \mathcal{M} et la possibilité de s'adapter aux conditions expérimentales sont les principales forces de la méthode FEMU. Cette méthode est utilisée dans ce chapitre pour estimer des paramètres à partir d'un essai de traction et dans le prochain chapitre pour estimer les 10 paramètres plastiques de la loi de Méric-Cailletaud (Méric et al., 1991a) à partir d'essais de nanoindentation.

Cette section décrit la méthode FEMU employée dans mes travaux pour l'identification des coefficients d'interaction, à partir d'essais de nanoindentation et de traction. À partir d'un point de départ, la méthode permet l'estimation de paramètres solutions par minimisation d'une fonction coût quantifiant l'écart entre la réponse simulée et la réponse expérimentale. Pour les essais de nanoindentation, la sollicitation est définie par $\{y_{exp}^s\} = \{h(t)\}$, avec $h(t)$ l'évolution de la profondeur indentée h en fonction du temps t . Pour les essais de traction, la sollicitation est définie par $\{y_{exp}^s\} = \{\varepsilon(t)\}$, avec $\varepsilon(t)$ l'évolution de la déformation ε au cours du temps t . Ces sollicitations expérimentales sont utilisées pour imposer le modèle d'expérience \mathcal{M} afin de simuler les réponses. En traction la réponse simulée est $\{y_{num}\} = \{\sigma(t)\}$, avec $\sigma(t)$ l'évolution de la contrainte de Cauchy σ en fonction du temps t . Pour la nanoindentation les réponses simulées sont $\{y_{num}\} = \{P(t); Z(X, Y)\}$, avec $P(t)$ l'évolution de la force mesurée en fonction du temps t et $Z(XY)$ la mesure de la topographie Z (obtenue avec l'AFM) dans le plan d'acquisition XY .

Quelques exemples issus de la littérature mentionnent l'identification des coefficients d'interaction entre les systèmes de glissement par méthode FEMU. Les essais utilisés sont des essais de traction effectués sur des monocristaux (Méric et al., 1994) ou des polycristaux (Gérard et al., 2013; Guery, 2014; Guery et al., 2016). À partir de données expérimentales issues d'essais de traction sur du cuivre (deux directions 0° et 45° , avec et sans précontrainte), Gérard et al. (Gérard et al., 2013) ont estimé les coefficients d'interaction de deux lois de comportement de plasticité cristalline. Les deux lois de comportement utilisées sont la loi présentée section 1.3 dans ce manuscrit et celle introduite par Teodosiu et al. (Teodosiu et al., 1993). L'essai de traction est simulé via une microstructure composée de 200 grains. Les courbes de traction sont par la suite obtenues par transition d'échelle via la règle β (Cailletaud and Pilvin, 1994), qui requiert le calibrage de certains des paramètres d'après une homogénéisation de Berveiller-Zaoui (Berveiller and Zaoui, 1978). Les deux lois de comportement, le modèle éléments finis, la règle β et celle de Berveiller-Zaoui constituent le modèle d'expérience \mathcal{M} dans leur étude. Pour la loi de Méric-Cailletaud, le jeu de paramètres est $\{\theta_1\} = \{K, \tau_0, Q, h_{i=\{1, \dots, 6\}}\}$, avec K et n des paramètres caractérisant la viscosité, τ_0 la contrainte projetée critique, Q la saturation de l'écrouissage et les coefficients d'interaction $h_{i=\{1, \dots, 6\}}$. Pour la loi de Teodosiu et al., le jeu de paramètres est $\{\theta_2\} = \{\rho_0, K, a_{i=\{1, \dots, 5\}}\}$, avec ρ_0 la densité de

dislocations initiale, K le nombre d'obstacles franchis par les dislocations mobiles avant arrêt et $a_{i=\{1,\dots,5\}}$ les coefficients d'interaction. Le problème inverse dans cette étude est défini par un vecteur paramètres $\{p\} = \{\theta_i; \varepsilon(t)\}$ et un vecteur-observation $\{y\} = \{\sigma_{num}^{0^\circ}(t), \sigma_{num}^{45^\circ}(t), \sigma_{P_{num}}^{0^\circ}(t), \sigma_{P_{num}}^{45^\circ}(t); \varepsilon(t)\}$ (σ_P pour les éprouvettes qui sont précontraintes). Le problème inverse est résolu par méthode FEMU, amenant une estimation des coefficients d'interaction entre les systèmes de glissement pour les deux modèles. Il est précisé dans la conclusion des travaux Gérard et al. (Gérard et al., 2013), ainsi que dans ceux de (Méric et al., 1994) dans le cas de bi-cristaux de cuivre, que les essais de traction ne permettent pas de solliciter tous les systèmes de glissement. Comme introduit dans le Chapitre 1, et notamment illustré à la Figure 1.5, seuls certains systèmes de glissement peuvent être activés en traction. L'ensemble des coefficients de la matrice d'interaction n'est donc pas accessible. Pour le vérifier, des analyses d'identifiabilité et de sensibilité auraient été nécessaires.

Par la suite, les travaux de Guery et al. (Guery et al., 2016) posent le problème inverse différemment, en utilisant toujours des essais de traction sur un polycristal d'acier 316LN. Ils utilisent le champ de déplacement de la microstructure, observé sur une partie de la surface de l'échantillon lors de l'essai. Les auteurs récupèrent le champ de déplacement $u(x, y)$ à l'échelle microscopique par corrélation d'images. Les déplacements expérimentaux $u_{bord}(x, y)$, obtenus par corrélation d'images, sont imposés comme conditions aux limites sur les bords de la zone d'intérêt. Le modèle d'expérience \mathcal{M} est un modèle éléments finis 2D de la surface de l'éprouvette, avec prise en compte de la microstructure réelle, obtenue via des images MEB. Les auteurs identifient en amont les paramètres τ_0 , b et Q (de la loi de Méric-Cailletaud) à partir de la courbe traction, obtenue par transition d'échelle via le modèle de Berveiller-Zaoui (Berveiller and Zaoui, 1978). Dans l'étude de Guery et al. (Guery et al., 2016) l'identifiabilité paramétrique est considérée : les auteurs sélectionnent 3 coefficients d'interaction parmi 6, car ce sont les moins corrélés et les plus sensibles à la force. Ils établissent des relations entre les coefficients d'interaction, en conservant ceux pour lesquels le champ de déplacement est le plus sensible. Le jeu de paramètres identifié dans l'étude est $\{\theta\} = \{h_2, h_4, h_5\}$, trois coefficients d'interaction de la loi de Méric-Cailletaud. L'inversion du modèle est effectuée par la méthode FEMU. Dans cette étude le vecteur-observation est composé de la concaténation des différents essais $\{y\} = \{u_{num}(x, y); u_{bord}(x, y)\}$. Le vecteur-paramètre s'exprime dans ce cas par $\{p\} = \{\theta; u_{bord}(x, y)\}$. Malgré cette minutieuse étude pour quantifier les coefficients d'interaction, la fonction coût diminue de 1%, ce qui est relativement faible. La difficulté de l'identification est due à un écart quadratique moyen du champ de déplacement qui est de l'ordre de l'incertitude de mesure (Guery, 2014).

Dans la continuité de ces deux études et sur la base des travaux de Renner et al. (Renner, 2016; Renner et al., 2020, 2016), ma thèse a pour objectif d'identifier 10 paramètres plastiques à partir d'observables d'essais d'indentation par méthode FEMU en tentant de bien poser le problème inverse. Les deux sections suivantes introduisent les éléments constitutifs de la méthode FEMU utilisée : la fonction coût, qui quantifie la distance numérique-expérimentale, et l'algorithme sélectionné pour la minimiser.

3.2.1. Fonction coût

Dans la littérature, la fonction coût est souvent de forme quadratique, comme celles utilisées par les auteurs (Bocciarelli et al., 2005; Bolzon et al., 2004; Breumier et al., 2020; Nguyen et al., 2022; Savage et al., 2021). La forme quadratique permet d'assurer la convexité de la fonction coût dans l'espace des observables. Une forme générale de la fonction coût $V(\{\theta\})$ a été exprimée par Richard (Richard, 2017), celle-ci est présentée à l'équation (3.3), pour des sollicitations $\{y_{exp}^s\}$ fixées. Cette formulation globale permet de concaténer dans une seule fonction V des paramètres matériau $\{\theta\}$, un ensemble de distances simulations-expériences, de natures différentes (force, déplacement, topographies) :

$$V(\{\theta\}) = \frac{1}{M} \sum_{o=1}^M \sum_{k=1}^{N_o} \left(\frac{\{y_{num}(\{\theta\})\}_k^o - \{y_{exp}\}_k^o}{w^o} \right)^2. \quad (3.3)$$

Dans cette équation, on note M le nombre de variables observées de chacun des essais et N_o le nombre de points d'acquisition de ces variables observées. L'expression de la fonction coût générale donnée par l'équation (3.3) accorde un même poids à l'ensemble des variables observées, indépendamment du nombre de variables observées et du nombre de points d'acquisition par variable observée.

L'indice o correspond au numéro de la variable observée et l'indice k représente la k -ième composante du vecteur de la variable observée. Le vecteur $\{y_{num}\}_k^o(\{\theta\})$ correspond à une réponse du modèle éléments finis, pour un jeu de paramètres matériau $\{\theta\}$ fixé, à la sollicitation $\{y_{exp}^s\}$ correspondant à la variable observée. On compare cette réponse à $\{y_{exp}\}_k^o$, qui est la réponse expérimentale mesurée en réaction à cette sollicitation.

Le dénominateur w^o permet de prendre en compte l'incertitude sur les variables et pondère la fonction coût par rapport au nombre de points de ces variables N_o :

$$w^o = \xi \left| \max_k \{y_{exp}\}_k^o \right| \sqrt{N_o}. \quad (3.4)$$

Une pondération par le maximum de la variable considérée est couramment utilisée pour prendre en compte l'incertitude. Dans l'étude de Bocciarelli et al. (Bocciarelli et al., 2005) par exemple, le déplacement maximal est utilisé. Ici ξ est une valeur d'incertitude absolue et constante. Cet adimensionnement du résidu $\{y_{num}(\{\theta\})\}_k^o - \{y_{exp}\}_k^o$ permet de maximiser l'influence des points situés à proximité de $\max_k \{y_{exp}\}_k^o$. Dans le cas d'une courbe d'indentation, cela permet aussi de minimiser l'influence du début de la courbe dans le processus d'identification : les problèmes de convergence numérique et de détection du contact justifient totalement ce choix. Dans le cas de topographies, cela permet de maximiser l'influence des bourrelets devant le fond de l'empreinte (dans le cas où toute la topographie est utilisée). Là encore, cela permet de limiter l'impact des erreurs numériques liées au contact du point de vue

numérique, et celles liées aux erreurs de mesures dues à l'AFM du point de vue expérimental.

À titre d'exemple, écrivons la fonction coût à partir de l'équation (3.3) dans le cas d'un essai d'indentation. Pour cet exemple, considérons une courbe d'indentation et une topographie. Dans ce cas le nombre d'observables est $M = 2$ car il est utilisé deux observables de l'essai : $P(t)$ et $Z(XY)$ ($h(t)$ est imposé dans cet exemple). Pour plus de clarté on notera $N_{o=1} = N_{P(t)}$ le nombre de points de la courbe $P(h)$, avec i l'indice d'un point de la courbe d'indentation. Le nombre de points dans la topographie est $N_{o=2} = N_{Z(XY)}$, l'indice d'un point de la topographie (supposée concaténée en vecteur) est j . Dans ce cas, la fonction coût s'écrit :

$$V(\{\theta\}) = \frac{1}{2} \left[\frac{1}{N_{P(t)}} \sum_{i=1}^{N_{P(t)}} \left(\frac{\{P_{num}\}_i - \{P_{exp}\}_i}{\max_i \{P_{exp}\}_i} \right)^2 + \frac{1}{N_{Z(XY)}} \sum_{j=1}^{N_{Z(XY)}} \left(\frac{\{Z_{num}\}_j - \{Z_{exp}\}_j}{\max_j \{Z_{exp}\}_j} \right)^2 \right]. \quad (3.5)$$

Ces pondérations sont importantes pour donner le même poids à chaque information apportée dans le processus d'identification ($P(t)$, $Z(X, Y)$, $\sigma(t)$, ...). C'est très important pour le nombre de points par exemple. En effet, une topographie qui possède 512×512 pixels est composée de 262144 points. Sans les pondérations introduites dans l'équation (3.22), il faudrait que la courbe d'indentation contienne autant de points pour avoir le même poids que la topographie dans le processus d'identification. Le même raisonnement peut être appliqué sur le nombre de points entre la charge et la décharge au cours de l'essai d'indentation. L'échantillonnage est également important, en discrétisant plus certaines parties d'une réponse numérique, le poids accordé à ces parties et ainsi plus important.

Les identifications effectuées dans cette thèse sont réalisées avec le logiciel MIC2M (Richard, 1999) [mic2m.univ-fcomte.fr], qui est utilisable avec Matlab et Octave. La fonction coût est de la forme suivante :

$$\omega(\{\theta\}) = V(\{\theta\}) \frac{M}{2} = \frac{1}{2} \|\{\bar{y}_{num}(\{\theta\})\} - \{\bar{y}_{exp}\}\|^2 = \frac{1}{2} \|\{\bar{r}\}\|^2. \quad (3.6)$$

Dans cette équation, $\{\bar{y}_{num}(\{\theta\})\}$ et $\{\bar{y}_{exp}\}$ sont une concaténation des différentes réponses numérique $\{y_{num}(\{\theta\})\}_k^o$ et expérimentale $\{y_{exp}\}_k^o$, pondérées par w^o . L'indice de ces vecteurs $\{\bar{y}_{num}(\{\theta\})\}$ et $\{\bar{y}_{exp}\}$ est $i \in \{1, \dots, N\}$, et la dimension de ceux-ci est $N = \sum_{o=1}^M N_o$. Ils peuvent être rassemblés en un seul vecteur-résidu $\{\bar{r}\}$ quantifiant la distance simulation-expérience.

La fonction coût $\omega(\{\theta\})$ étant maintenant définie, la prochaine partie introduit la méthode pour la minimiser.

3.2.2. Problème de minimisation

L'objectif du processus de minimisation est de trouver un jeu de paramètres optimal, qui sera nommé $\{\hat{\theta}\}$, qui minimise la fonction coût $\omega(\{\theta\})$:

$$\{\hat{\theta}\} = \underset{\{\theta\} \in \Theta}{\operatorname{argmin}} \omega(\{\theta\}). \quad (3.7)$$

Dans cette équation, Θ représente l'espace paramétrique dans lequel peuvent varier les paramètres. L'équation (3.7) est une reformulation de l'équation (3.2) dans le cas de la résolution d'un problème inverse par une méthode de minimisation. L'inversion de \mathcal{M} , ou l'estimation des paramètres matériau $\{\hat{\theta}\}$, se traduit par un problème d'optimisation, résolu par un algorithme de minimisation local. Les identifications présentées dans ce manuscrit sont obtenues avec l'algorithme implémenté dans le logiciel MIC2M. Celui-ci est une adaptation de l'algorithme de Levenberg-Marquardt (Levenberg, 1944; Marquardt, 1963) qui permet de prendre en compte les contraintes paramétriques. Il est présenté dans l'annexe 0. Notre choix s'est porté sur cet algorithme car il converge rapidement vers la solution (Richard, 1999). Une caractéristique de cet algorithme réside dans le calcul à chaque itération de la sensibilité de l'observable à chaque paramètre. En fonction du temps de résolution du problème direct et du nombre de paramètres, cette évaluation peut être très coûteuse en temps. Avec cet algorithme, le point de départ sélectionné est important, car il est possible de rester bloqué dans un minimum local, défaut qui est commun aux algorithmes locaux de manière générale. D'autres algorithmes locaux sont utilisés dans la littérature pour identifier des paramètres plastiques en plasticité cristalline : dans les travaux Guery et al. (Guery et al., 2016) mentionnés précédemment, c'est l'algorithme de Newton-Raphson.

Des algorithmes stochastiques, faisant partie des méthodes globales, ont déjà été utilisés pour identifier des paramètres plastiques de loi de plasticité cristalline, principalement des algorithmes génétiques. Ceux-ci permettent un sondage aléatoire de l'espace des solutions dans un premier temps, puis un raffinement par sélection naturelle au fil des générations. On peut citer ici les études de (Frydrych et al., 2022; Nguyen et al., 2022; Savage et al., 2021; Veasna et al., 2023), qui montrent la possibilité grandissante d'identifier des paramètres de plasticité cristalline par cette méthode. Le désavantage de ces algorithmes est qu'ils nécessitent à chaque génération un grand nombre de calculs, raison pour laquelle ils ont été écartés pour ces travaux de thèse. Il existe quelques exemples d'études issues de la littérature, comme celle en indentation conique de Nguyen et al. (Nguyen et al., 2022) et sphérique de Gallardo-Basile et al. (Gallardo-Basile et al., 2023). La méthode hybride, combinaison dans un premier temps d'une méthode stochastique, suivie par une méthode déterministe, peut également être envisagée (Liñán et al., 2024).

Comme introduit au début de ce chapitre, trouver une solution n'est pas suffisant, il est nécessaire d'investiguer l'unicité et la stabilité de la solution obtenue. Les outils pour quantifier le caractère bien posé de ce problème de minimisation seront détaillés dans la section suivante.

3.3. Identifiabilité paramétrique locale

Cette section présente l'approche de l'identifiabilité des paramètres matériau à partir des observations expérimentales utilisées dans cette thèse. L'identifiabilité est dorénavant introduite de plus en plus fréquemment, permettant de vérifier le bon conditionnement du problème inverse afin d'éviter une trop grande sensibilité aux erreurs de mesure (Fauvel et al., 2022; Gonçalves et al., 2024; Han et al., 2022; Hartmann and Gilbert, 2021, 2018, 2018; Renner et al., 2020; Zhang et al., 2022). L'étude d'identifiabilité de ces travaux est locale, car celle-ci est calculée pour un jeu de paramètres matériau $\{\theta\}$ fixé. Celle-ci peut être réalisée en amont (a priori), pour tous les paramètres $\{\theta\}$ appartenant à l'espace paramétrique Θ , ou bien après l'identification (a posteriori), avec les paramètres estimés $\{\hat{\theta}\}$. L'identifiabilité est mesurée par une valeur scalaire, appelé indice d'identifiabilité I (I-index), qui quantifie le conditionnement du problème inverse. Cet indice permet de prendre en compte :

- simultanément des réponses numériques $\{y_{num}\}$ de natures différentes (courbes d'indentation et topographies), échantillonnées différemment (temps, espace) (Barick et al., 2020; Fauvel et al., 2022; Renner et al., 2020),
- des comportements anisotropes (Gonçalves et al., 2024),
- des incertitudes sur les observables et sur les paramètres recherchés (Barick et al., 2020).

Il faut tout d'abord préciser que l'inversion du modèle d'expérience \mathcal{M} , afin d'estimer les paramètres matériau $\{\hat{\theta}\}$, s'apparente à chaque itération du processus de minimisation à l'inversion d'une matrice. L'inversion du modèle d'expérience \mathcal{M} , inaccessible analytiquement, est approximée par la minimisation de $\omega(\{\theta\})$, qui est pilotée par l'algorithme présenté en annexe 0. C'est via l'équation (A.4.37) que l'inversion de \mathcal{M} s'effectue au fil des itérations de l'algorithme. Le lien entre conditionnement de la matrice à inverser et le caractère mal posé du problème inverse doit ainsi être approfondi.

Dans les années 80, l'ouvrage de Belsley et al. (Belsley et al., 1980), ou plus récemment l'ouvrage de Boyd et Vandenberghe (Boyd and Vandenberghe, 2004), traitent des problèmes liés aux inversions de matrice dans les problèmes de minimisations. Deux éléments sont identifiés comme essentiels dans ces ouvrages : la sensibilité des modèles aux paramètres et la multi-colinéarité des vecteurs propres des matrices de projections utilisées. La sensibilité des réponses numériques $\{y_{num}^r\}$ doit donc être étudiée. Pour évaluer la multi-colinéarité, les ouvrages présentent des indicateurs appelés nombre de conditionnement de la matrice à inverser. Différentes définitions de nombre de conditionnement existent dans la littérature (Hartmann and Gilbert, 2021, 2018; Rawlings et al., 1998). Il existe néanmoins peu de bornes à ces indices de conditionnement. Un encadrement a été suggéré par Gujarati (Gujarati, 2003), défini de manière empirique.

Ces éléments constituent le socle de l'indice d'identifiabilité utilisé dans mes travaux. L'indice d'identifiabilité utilisé intègrera la sensibilité des modèles aux paramètres ainsi que leur multi-colinéarité.

3.3.1. Sensibilité locale d'observables aux paramètres

Déterminée pour un jeu de paramètres matériau $\{\theta\}$ fixé, la sensibilité évaluée dans ces travaux est locale. Il est possible de quantifier les sensibilités du vecteur-réponse numérique $\{y_{num}(\{\theta\})\}$ à l'ensemble des paramètres $\{\theta\}$. Cela permet de comparer l'influence des différents paramètres sur la réponse numérique.

Soit $\theta_j \in \{\theta\}$, le $j^{ième}$ paramètre matériau, avec $j \in \{1, \dots, N_\theta\}$, et N_θ le nombre total de paramètres matériau à identifier. Dans le cas d'une réponse numérique $\{y_{num}(\{\theta\})\}^o$, dont le parcours est effectué par l'indice $k \in \{1, \dots, N_o\}$, et N_o le nombre de points contenus dans la réponse numérique de la variable o observée, la sensibilité de $\{y_{num}\}^o$ au paramètre θ_j peut-être exprimée par une dérivée de $\{y_{num}\}^o$ par rapport à θ_j . Ne pouvant être déterminée analytiquement, celle-ci est approchée à l'aide de différence finie au premier ordre :

$$\frac{\partial \{y_{num}(\{\theta\})\}_k^o}{\partial \theta_j} \approx \frac{\{y_{num}^r(\{\theta_1, \dots, \theta_j(1 + \epsilon), \dots, \theta_{N_\theta}\})\}_k^o - \{y_{num}^r(\{\theta\})\}_k^o}{\theta_j \epsilon} \quad (3.8)$$

La perturbation d'un paramètre θ_j est définie par ϵ , dont la valeur a été discutée dans les travaux de Renner (Renner, 2016). Si la valeur est trop faible, la sensibilité calculée devient dépendante de l'erreur machine, dans le cas contraire l'approximation de la dérivée est erronée. Renner montre que la sensibilité devient stable à partir de $\epsilon > 0.1\%$ pour la courbe d'indentation et la topographie, la valeur est ainsi fixée $\epsilon = 0.5\%$ pour ces travaux.

Les réponses numériques sont de natures différentes (courbes d'indentation, topographies), échantillonnées de manière différentes (temps, espace), et les paramètres ont également des unités différentes. Il est donc nécessaire de rendre adimensionnelles les sensibilités, afin de pouvoir les comparer. Dans le cas de la réponse numérique $\{y_{num}(\{\theta\})\}^o$ de la variable o considérée, la sensibilité adimensionnée au paramètre θ_j s'exprime :

$$\bar{S}_{kj}^o = \frac{\partial \{\bar{y}_{num}(\{\theta\})\}_k^o}{\partial \bar{\theta}_j} = \frac{\theta_j}{\max_k \{y_{num}(\{\theta\})\}^o \sqrt{N_o}} \frac{\partial \{y_{num}(\{\theta\})\}_k^o}{\partial \theta_j} \quad (3.9)$$

Avec la notation $[\bar{S}^o]$ pour exprimer que $[S^o]$ est adimensionné. La norme d'un vecteur-sensibilité $\{\bar{S}_j^o\}$, $j^{ième}$ colonne de $[\bar{S}^o]$, est également un bon indicateur sur l'identifiabilité du problème inverse et permet de classer les influences des différents paramètres. La norme du vecteur-sensibilité $\|\{\bar{S}_j^o\}\|_2$, de la réponse numérique $\{\bar{y}_{num}(\{\theta\})\}^o$ au paramètre $\bar{\theta}_j$, de la variable o considérée est exprimée par :

$$\left\| \frac{\partial \{\bar{y}_{num}(\{\theta\})\}_k^o}{\partial \bar{\theta}_j} \right\|_2 = \frac{\theta_j}{\max_k \{y_{num}(\{\theta\})\}^o} \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{k=1}^N \left(\frac{\partial \{y_{num}(\{\theta\})\}_k^o}{\partial \theta_j} \right)^2} \quad (3.10)$$

La concaténation des matrices de sensibilité $[\bar{S}^o]$ doit être effectuée pour chaque variable o prise en compte dans le résidu $\{r\}$ exprimé à l'équation (3.7). Calculée pour l'ensemble des points du vecteur-réponse $i \in \{1, \dots, N\}$ et $j \in \{1, \dots, N_\theta\}$, la matrice de sensibilité $[\bar{S}]$ est de dimension $(N \times N_\theta)$, avec $N = \sum_{o=1}^M N_o$ le nombre total de points d'observations pour l'ensemble des variables o récupérées. Celle-ci peut ensuite être assemblée pour toutes les variables par essai :

$$[\bar{S}] = \frac{1}{M} \begin{bmatrix} \bar{S}_{1,1}^1 & \dots & \bar{S}_{1,j}^1 & \dots & \bar{S}_{1,N_\theta}^1 \\ \vdots & & \vdots & & \vdots \\ \bar{S}_{N_1,1}^1 & \dots & \bar{S}_{N_1,j}^1 & \dots & \bar{S}_{N_1,N_\theta}^1 \\ \bar{S}_{N_1+1,1}^2 & \dots & \bar{S}_{N_1+1,j}^2 & \dots & \bar{S}_{N_1+1,N_\theta}^2 \\ \vdots & & \vdots & & \vdots \\ \bar{S}_{N_1+N_2,1}^2 & \dots & \bar{S}_{N_1+N_2,j}^2 & \dots & \bar{S}_{N_1+N_2,N_\theta}^2 \\ \vdots & & \vdots & & \vdots \\ \bar{S}_{(\sum_{o=1}^{M-1} N_o)+1,1}^M & \dots & \bar{S}_{(\sum_{o=1}^{M-1} N_o)+1,j}^M & \dots & \bar{S}_{(\sum_{o=1}^{M-1} N_o)+1,N_\theta}^M \\ \vdots & & \vdots & & \vdots \\ \bar{S}_{(\sum_{o=1}^M N_o),1}^M & \dots & \bar{S}_{(\sum_{o=1}^M N_o),j}^M & \dots & \bar{S}_{(\sum_{o=1}^M N_o),N_\theta}^M \end{bmatrix}. \quad (3.11)$$

De manière analogue à l'équation (3.10), la norme du vecteur-sensibilité des observables aux paramètres s'écrit $\|\{\bar{S}_j\}\|_2$. Comme introduit plus tôt, l'identifiabilité, ou le conditionnement du problème inverse, est basée sur la possibilité d'inverser une matrice. Le choix porte ici sur $[\bar{G}]$, qui est construite à partir de la matrice $[\bar{S}]$ à l'équation (3.10). Celle-ci s'exprime de la manière suivante :

$$[\bar{G}] = [\bar{S}]^T [\bar{S}]. \quad (3.12)$$

Cette matrice est semblable à celle utilisée pendant le processus d'identification, à la différence près de l'adimensionnement utilisé. Elle est construite à partir de la matrice des sensibilités, adimensionnée de manière adaptée aux diverses unités et natures des réponses numériques en mécanique. Elle contient une information précieuse concernant la sensibilité des paramètres matériau $\{\bar{\theta}\}$ aux observables. La matrice $[\bar{G}]$ utilisée pour calculer l'évolution des paramètres au fil des itérations, exprimée à l'annexe 0 à l'équation (A.4.38), est liée à la matrice $[\bar{G}]$ par l'expression suivante :

$$\bar{G}_{ij} = \theta_i \theta_j \sqrt{G_{ii} G_{jj} \underline{G}_{ij}} \quad (3.13)$$

Comme pour l'équation (A.4.38), il ne faut pas appliquer de sommation sur les indices i et j à l'équation (3.13). La prochaine section traite de l'identifiabilité des paramètres à l'aide de cette matrice, qui intègre l'information sur les sensibilités aux paramètres.

3.3.2. Identifiabilité locale des paramètres à partir d'observables

L'indice d'identifiabilité I (I -index) utilisé dans cette thèse est introduit par Richard et al. (Richard et al., 2013), afin de valider les propriétés viscoélastiques du cartilage humain obtenues par microindentation sphérique. Basé sur le calcul de la sensibilité présenté dans la section précédente, qui est local, l'indice d'identifiabilité l'est également. Une notation logarithmique a par la suite été introduite par Pac et al. (Pac et al., 2014) pour simplifier l'analyse :

$$I = \log_{10} \left(\frac{\lambda_{\max}([\bar{G}])}{\lambda_{\min}([\bar{G}])} \right). \quad (3.14)$$

Avec λ_{\max} et λ_{\min} les valeurs propres maximale et minimale de $[\bar{G}]$ introduite à l'équation (3.12). Il est parfois présenté dans la littérature avec un indice (I_k), k symbolisant le jeux de paramètres étudiés (Gonçalves et al., 2024). Dans cette thèse, il est choisi d'expliciter les jeux de paramètres utilisés (par exemple $I(\theta_1, \theta_2)$).

La multi-colinéarité peut être évaluée uniquement à partir de la valeur propre minimale, comme introduit dans les travaux de Brun et al. (Brun et al., 2001). Cet indice γ_k peut être exprimé, à partir de la matrice $[\underline{G}]$ de l'équation (3.13) par $\gamma_k = 1/\sqrt{\lambda_{\min}([\underline{G}])}$. L'indice γ_k capte l'information liée à la multi-colinéarité à partir de la plus faible des valeurs propres de $[\underline{G}]$ (à noter que la matrice des sensibilités $[S]$ est adimensionnée différemment dans les travaux de Brun et al. (Brun et al., 2001)). Cette information est également incluse par le dénominateur dans l'indice I , intégrant ainsi la multi-colinéarité. Étant calculé à partir de la matrice des sensibilités $[\bar{S}]$, l'indice d'identifiabilité intègre également la sensibilité aux différents paramètres. L'indice I combine les deux aspects critiques de l'identification paramétrique identifiés dans la littérature (Belsley et al., 1980; Boyd and Vandenberghe, 2004).

L'indice exprime la convexité locale de la fonction coût, comme l'a illustré Renner (Renner, 2016). Le lien entre convexité de la fonction et valeur de l'indice est montré dans les travaux de quelques auteurs (Fauvel et al., 2022; Renner, 2016; Renner et al., 2020; Richard, 2017). Pour ce faire, ils réexpriment la fonction coût en fonction des valeurs propres de la quasi-hessienne. Cette expression est obtenue à partir d'un développement limité d'ordre deux de la fonction coût (voir équation (A.4.32) en annexe) au voisinage d'une solution optimale $\{\bar{\theta}\}^*$. Or en $\{\bar{\theta}\}^*$, $\omega(\{\bar{\theta}\}^*)$ ainsi que le gradient $\nabla\omega(\{\bar{\theta}\}^*)$ sont nuls (Boyd and Vandenberghe, 2004). À partir de ces deux conditions, on peut approximer $V(\{\bar{\theta}\})$, pour tout $\{\bar{\theta}\}$ au voisinage de $\{\bar{\theta}\}^*$ (Renner, 2016) :

$$V(\{\bar{\theta}\}) \approx \sum_{j=1}^{N_\theta} \lambda_j x_j^2. \quad (3.15)$$

Les valeurs propres λ_j sont celles de la matrice $[\bar{G}]$ présentée à l'équation (3.12). Les x_j correspondent aux incertitudes paramétriques dans la base principale de l'ellipse. En dimension deux ($N_\theta = 2$), l'équation (3.15) décrit la forme de la fonction coût par l'équation d'une ellipse. Les longueurs du demi grand axe a et du demi petit axe b de cette ellipse s'expriment en fonction des valeurs propres de $[\bar{G}]$ et de la fonction coût :

$$\begin{cases} a = \sqrt{\frac{V(\{\bar{\theta}\})}{\lambda_1}} \\ b = \sqrt{\frac{V(\{\bar{\theta}\})}{\lambda_2}} \end{cases} \quad (3.16)$$

Pour illustrer le lien entre le I -index et la convexité de la fonction coût, la fonction coût approximée par l'équation (3.15) pour différentes valeurs de l'indice I , en dimension 2, est représentée aux Figure 3.3 a) à c).

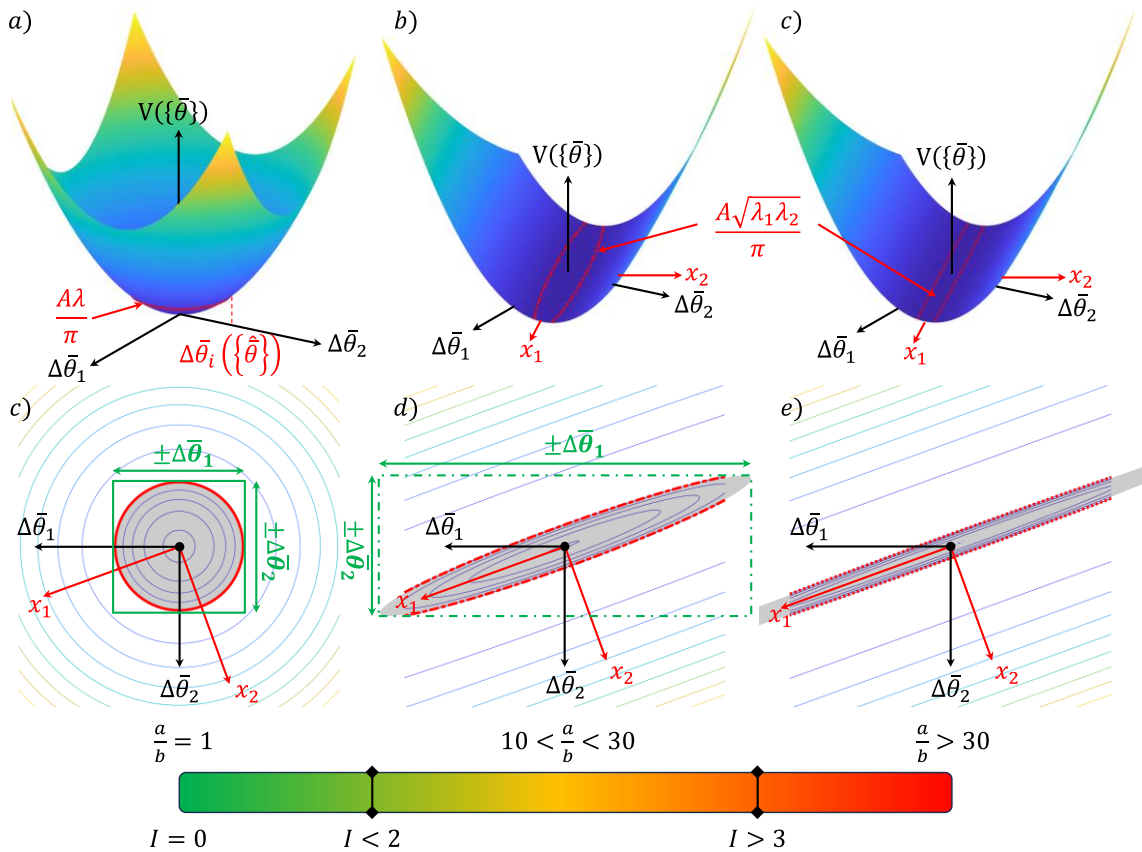


Figure 3.3 : Lien entre indice d'identifiabilité (I -index) et convexité de la fonction coût à aire de l'ellipse fixée, pour 3 valeurs caractéristiques. En a) illustration de la forme de la fonction coût pour le conditionnement optimal ($I = 0$) du problème inverse, en b) acceptable ($I = 2$) et c) mal conditionné ($I = 3$). Les isovaleurs de la fonction coût pour les trois valeurs caractéristiques de I sont représentées respectivement en c), d) et e). Sont représentées sur les images c) à e) les aires des ellipses grisées, de valeur fixée $A = 0.5$.

Ces représentations sont obtenues avec une valeur propre minimale fixée $\lambda_{min} = 1$. Les valeurs de λ_{max} sont calculées à partir des différents cas de figure $I = \{0; 2; 3\}$, à partir de l'équation (3.14). Sur les Figure 3.3 a) à c), les valeurs prises par $V(\{\bar{\theta}\})$ aux abords de $\{\bar{\theta}\}^*$ à l'intérieur des bornes $[-1; 1]$ sont illustrées pour les valeurs d'indices $I = \{0; 2; 3\}$. Pour compléter cette représentation, un angle de 20° est ajouté entre les vecteurs propres et les vecteurs variation des paramètres afin de faciliter la représentation. Nous choisissons ensuite une valeur pour $V(\{\bar{\theta}\})$ (représentée en rouge), sélectionnée pour avoir la même aire de l'ellipse (exprimée par $A = \pi V(\{\bar{\theta}\}) / \sqrt{\lambda_1 \lambda_2}$) pour les trois valeurs de l'indice investiguées. L'aire sélectionnée est $A = 0.5$ pour cette représentation.

Sont également illustrées aux Figure 3.3 c) à d) les incertitudes paramétriques en fonction des valeurs de l'indice, superposées aux isolignes de la fonction coût. Dans le cas général, l'incertitude paramétrique peut être exprimée par :

$$\{\Delta\bar{\theta}(\{\theta\})\}_i = \frac{\{\Delta\theta(\{\theta\})\}_i}{\{\theta\}_i} = \sqrt{V(\{\theta\})[\bar{G}^{-1}]_{ii}}. \quad (3.17)$$

L'incertitude paramétrique $\{\Delta\bar{\theta}\}_i$ est un indicateur d'identifiabilité paramétrique qu'il est intéressant d'utiliser a posteriori de l'identification, à partir de $V(\{\hat{\theta}\})$.

Dans le cas a), la projection de la fonction coût dans le plan $(\Delta\bar{\theta}_1, \Delta\bar{\theta}_2)$ est un cercle : $I = 0$. Le conditionnement est ainsi optimal : aucune vallée de solutions pour les paramètres n'existe, c'est-à-dire que la solution est unique, avec une même faible incertitude pour toutes les valeurs de paramètre. Dans le cas b), la forme circulaire tend vers une forme elliptique. L'identification reste possible mais devient difficile : $I = 2$. Une incertitude plus grande sur les paramètres est montrée en c), dans le cas où l'indice $I = 3$. Cela définit une vallée de solutions : l'incertitude paramétrique est très grande ; des jeux de paramètres très différents amènent au même résultat. Dans ce cas plusieurs solutions sont possibles, le problème inverse est dans ce cas mal posé.

Les bornes introduites par Gujarati (Gujarati, 2003) ont donc été testées de par la convexité de la fonction coût au voisinage de la solution. Dans la notation logarithmique introduite par Pac et al. (Pac et al., 2014), les bornes sélectionnées pour délimiter le conditionnement du problème inverse sont :

- $I > 3$ \Rightarrow mauvais conditionnement, paramètres non indentifiables,
- $3 > I > 2$ \Rightarrow conditionnement moyen, paramètres difficilement identifiables,
- $I < 2$ \Rightarrow bon conditionnement, paramètres potentiellement identifiables.

Dans la prochaine section, la méthode suivie pour l'élaboration de points de départ, cruciaux pour l'algorithme local utilisé, est présentée.

3.4. Construction de points de départ pour la méthode inverse

Nous cherchons à identifier 10 paramètres plastiques de la loi de Méric-Cailletaud par méthode inverse, et plus particulièrement les 7 coefficients d'interaction $\{h_{i=\{1,\dots,7\}}\}$:

$$\{\theta\} = \{Q, b, \tau_0, h_1, h_2, h_3, h_4, h_5, h_6, h_7\}. \quad (3.18)$$

Ceux-ci vont être identifiés à partir d'essai de nanoindentation, mais pour l'élaboration des points de départ dont traite cette section, nous avons choisis de procéder autrement. Comme introduit dans la partie précédente, le problème inverse sera résolu en utilisant la méthode FEMU. La résolution par un algorithme de minimisation déterministe nécessite un point de départ qui n'est pas trop éloigné de la solution. La méthodologie de construction de ces points de départ est en deux étapes :

1. fixer les 7 coefficients d'interaction $\{h_{i=\{1,\dots,7\}}\}$ à des valeurs issues de la littérature, supposément proches de la solution
2. estimer sur un essai de traction les 3 paramètres $\{Q, b, \tau_0\}$, dits macroscopiques, restants.

Connaissant a priori les 7 coefficients d'interaction, l'ensemble des paramètres à identifier est donc réduit au triplet :

$$\{\theta\} = \{Q, b, \tau_0\}. \quad (3.19)$$

Pour estimer ces trois paramètres $\{Q, b, \tau_0\}$ à partir des essais et mesures du Chapitre 2, trois options sont possibles : utiliser des courbes d'indentation, des topographies ou l'essai de traction. La courbe d'indentation, comme présenté au Chapitre 2, est sujette à l'effet d'échelle, qui n'est pas pris en compte dans le modèle. L'identification des paramètres d'écrouissage via la courbe d'indentation induit certainement une mauvaise estimation des paramètres. De plus, comme présenté à l'avant-propos 3.1.2, l'identification de paramètres à partir de la courbe d'indentation est délicate, et ce même pour deux paramètres plastiques d'une loi de type puissance. L'utilisation de la courbe contrainte-déformation issue de l'essai de traction apporte une information supplémentaire sur le comportement macroscopique du matériau vis-à-vis de celui observé en nanoindentation. C'est cette solution qui a été retenue pour identifier le triplet de paramètres $\{Q, b, \tau_0\}$.

Il existe dans la littérature quelques jeux de coefficients d'interaction entre les systèmes de glissement. Une synthèse a été faite par Renner (Renner, 2016). Le Tableau 3.1 présente les coefficients sélectionnés. Ils seront utilisés pour élaborer des points de départ.

Le premier jeu de coefficients utilisé $\{\theta_{MK}\}$ est celui de Madec et Kubin (Madec and Kubin, 2017). À notre connaissance, c'est le seul jeu de coefficients d'interaction du nickel. Il est obtenu via des simulations de dynamique des dislocations, et les paramètres sont estimés par interaction du système B4 avec une densité de dislocations de la forêt fixée à 10^{12}m^{-2} .

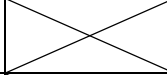
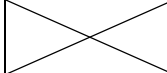
Notation	Références	h_1	h_2	h_3	h_4	h_5	h_6	h_7	Matériau
$\{\theta_{MK}\}$	(Madec and Kubin, 2017) (Madec and Denoual, 2019)	0.35	0.35	0.21	0.82	0.30	0.41	0.32	Nickel
$\{\theta_{MC}\}$	(Méric et al. 1994)	1.00	4.40	4.75	4.75	4.75	5.00	4.75	Cuivre
$\{\theta_{Auto}\}$	(Renner, 2016)	1	0	0	0	0	0	0	
$\{\theta_{h_i=1}\}$	(Taylor, 1938)	1	1	1	1	1	1	1	

Tableau 3.1 : Coefficients d'interaction issus de la littérature.

Sur la plupart des coefficients d'interaction, la densité de dislocation joue peu, sauf sur l'interaction colinéaire (Devincre et al., 2006). Madec et Kubin définissent l'écroissage à partir du modèle de Taylor donné par l'équation (1.3), dans lequel sont introduites les interactions entre les systèmes de glissement (Mecking and Kocks, 1981) :

$$\tau_{\mu}^s = \mu b \sqrt{a^{sr} \rho^r} = \mu b \alpha^{sr} \sqrt{\rho^r}. \quad (3.20)$$

Il existe deux définitions classiques de la matrice d'interaction α^{sr} et a^{sr} , avec $\alpha^{sr} = \sqrt{a^{sr}}$. En remarquant que $Q \approx \mu b$ et $\sqrt{\rho^r} \approx \beta^r$, on peut réécrire l'écroissage en fonction des variables de Méric-Cailletaud $R^s = Q h^{sr} \beta^r$. Cette équivalence entre écroissages, à partir de variables semi-physiques et physiques, permet de supposer que les coefficients d'interaction jouent un rôle similaire dans les deux équations. Les coefficients donnés par Madec et Kubin α^{sr} sont ainsi pris comme étant ceux la matrice d'interaction h^{sr} .

Le deuxième jeu de coefficients $\{\theta_{MC}\}$ est issu de Méric et al. (Méric et al., 1994), identifié en utilisant deux monocristaux de cuivre. Il est obtenu par identification à partir d'essais de traction avec des monocristaux orientés pour du glissement simple (système C3) ou double (les systèmes C3 et B4). Comme les auteurs le précisent dans l'article, ces essais de traction par glissement simple ou double vont permettre d'identifier seulement quelques termes de la matrice d'interaction (Méric et al. 1994). Ce point de départ est intéressant car les coefficients d'interaction ont été obtenus à partir de données expérimentales. Ces coefficients sont obtenus pour du cuivre, qui possède la même structure cristallographique que le nickel. C'est également intéressant de voir si ces coefficients peuvent convenir pour le nickel, et donc si les coefficients d'interaction sont les mêmes pour une structure cristallographique donnée. Cette hypothèse semble plausible d'après les travaux de de Madec et Kubin (Madec and Kubin, 2017), pour ces deux matériaux. Pour ce jeu de coefficients, h_1 vaut 1 : ce qui est cohérent avec la définition des coefficients d'interaction de Franciosi et al. (Franciosi et al., 1980) précédemment introduite au premier chapitre via l'équation (1.9).

Enfin deux autres jeux de coefficients d'interaction sont sélectionnés comme points de comparaison avec ceux de la littérature, $\{\theta_{Auto}\}$ et $\{\theta_{n_i=1}\}$. Le premier met en jeu uniquement l'auto-écrouissage via $\{\theta_{Auto}\}$, et permet d'avoir un point de comparaison au plus proche de l'isotropie plastique. Le second $\{\theta_{n_i=1}\}$ sélectionné ne met en avant aucune interaction, ce qui correspond à l'écrouissage de Taylor (Taylor, 1938), utilisé par exemple par les auteurs (Veasna et al., 2023; Zambaldi et al., 2012).

Concernant la modélisation d'un agrégat polycristallin, il existe différentes méthodes. Dans la littérature, il y a des modélisations avec prise en compte de la morphologie des grains dans la description du Volume Élémentaire Représentatif (VER) (Gérard et al., 2013; Portelette, 2018), et d'autres sans la prise en compte de la morphologie des grains (Kraska et al., 2009; Renner et al., 2016). Lorsque la modélisation prend en compte la morphologie des grains, celle-ci peut être définie à partir la microstructure réelle du matériau (Guery et al., 2016) ou non (Gérard et al., 2013). Lorsque la morphologie des grains est générée, les germes peuvent être paramétrés (Guilhem, 2012) ou non (Gérard et al., 2013).

Les conditions aux limites imposées à l'agrégat polycristallin ainsi que la description de la courbe contrainte-déformation diffèrent également dans la littérature. Il peut par exemple être introduit des conditions aux limites périodiques (M. Fivel and Forest, 2004) pour contraindre le VER. Ces conditions aux limites sont au plus proche de celles que subit un VER isolé de son environnement (Kanit et al., 2003). L'ensemble des nœuds du modèle peuvent également être imposés en déplacement, ou bien uniquement les faces (Kraska et al., 2009). Pour la description de la courbe contrainte-déformation, il peut être utilisé des méthodes d'homogénéisation (Berveiller and Zaoui, 1978; Cailletaud and Pilvin, 1994), qui permettent de passer du comportement macro au micro, et la modélisation éléments finis (EF) au travers d'un VER. Celle-ci peut également être calculée à partir des forces de réaction, dans le cas où des nœuds sont imposés en déplacement dans le modèle (Kraska et al., 2009; Renner et al., 2016).

Pour identifier les paramètres d'écrouissage, nous avons choisi d'étudier deux types de VER : un modèle sans prise en compte de la morphologie des grains, et plusieurs modèles avec prise en compte de la morphologie des grains, où le nombre de grains considérés varie. La loi de comportement de Méric-Cailletaud (Méric et al., 1991a) formulée en grandes transformations est intégrée dans MFront (Helfer et al., 2015) et couplée avec le logiciel éléments finis Ansys, qui l'attribue aux différents éléments. Lorsque la morphologie des grains est prise en compte, celle-ci est générée avec Neper (Quey et al., 2011). Avec ces modèles et la méthode FEMU, les paramètres d'écrouissage restants Q , b et τ_0 sont estimés à partir d'une courbe d'écrouissage $\sigma - \varepsilon$, et les points de départ pour l'identification paramétrique des 10 paramètres plastiques constitués. À la Figure 3.4 sont illustrées les conditions aux limites utilisées pour les VER (avec et sans prise en compte de la morphologie). On peut voir un des modèles éléments finis utilisé. Les éléments sont des SOLID185 linéaires (Ansys) qui possèdent 8 nœuds (C3D8). L'utilisation d'éléments quadratiques semble inutile d'après Kraska et al. (Kraska et al., 2009), en revanche il semble préférable de ne pas utiliser des éléments à intégration réduite (avec moins de points d'intégration).

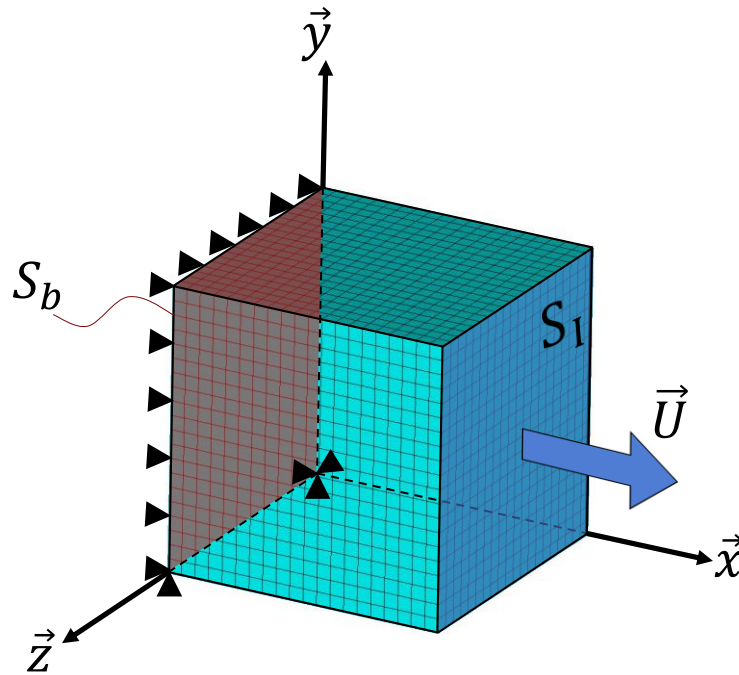


Figure 3.4 : Conditions aux limites pour les VER afin de simuler l'essai de traction. Tous les nœuds de la face S_b sont bloqués dans la direction \vec{x} . Les déplacements du nœud à l'origine sont bloqués. Le déplacement du nœud en $(0,0, z_{max})$ est également bloqué en \vec{y} . Les déplacements des nœuds dans la face S_l sont imposés à $\vec{U} = (U_x, 0, 0)$.

La prochaine section traite des modèles de polycristaux qui ne prennent pas en compte la morphologie des grains.

3.4.1. Polycristal sans prise en compte de la morphologie

Nous avons sélectionné des méthodes permettant efficacement de simuler des courbes contrainte-déformation d'un agrégat polycristallin. Pour les conditions aux limites, les travaux de Kraska et al. (Kraska et al., 2009) montrent que la courbe contrainte-déformation dépend faiblement des conditions aux limites. Lorsqu'un déplacement est assigné à tous les nœuds du modèle éléments finis (hormis ceux de la face S_b qui sont bloqués), la courbe contrainte-déformation est surestimée. Elle l'est un peu moins lorsque le déplacement des nœuds est imposé sur la face S_l et ceux de la face S_b sont bloqués. Ces conditions aux limites surestiment la courbe contrainte-déformation par rapport au cas où des contraintes périodiques sont appliquées. Nous avons sélectionné les conditions aux limites en déplacement sur les faces S_l et S_b de l'agrégat, car c'est facile à mettre en place et les résultats obtenus sont proches du modèle avec conditions aux limites périodiques, au regard de la courbe contrainte-déformation seule (Kraska et al., 2009). Les méthodes d'homogénéisation ont également été écartées au profit des forces de réaction pour quantifier la contrainte, très facile à récupérer et en bonne adéquation avec le type de conditions aux limites utilisées.

La morphologie n'étant pas prise en compte, chaque élément est considéré comme un grain, auquel est assigné une orientation propre. L'orientation d'un grain est générée à partir de 5 nombres obtenus aléatoirement: $x_{i=\{1,2,3\}}$ et $y_{i=\{1,2\}}$. L'obtention

de ces nombres aléatoires se fait par le biais de la fonction RAND de Matlab, qui renvoie une distribution uniforme de nombres compris entre 0 et 1. La dernière composante du vecteur \vec{y} , y_3 , est obtenue par la propriété de d'orthogonalité des vecteurs \vec{x} et \vec{y} de la base du cristal :

$$\vec{x} \cdot \vec{y} = \begin{pmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} y_1 \\ y_2 \\ y_3 \end{pmatrix} = 0 \Rightarrow y_3 = \frac{-(x_1 y_1 + x_2 y_2)}{x_3}. \quad (3.21)$$

Après les avoir normés, on obtient les deux vecteurs de la base du cristal. Le troisième vecteur de la base, bien qu'inutile ici, est obtenu à partir du produit vectoriel entre \vec{x} et \vec{y} .

Tous les nœuds de la face S_l ont leur degré de liberté u_x couplés afin d'imposer le déplacement de l'ensemble de la face S_l selon la direction \vec{x} . L'ensemble des nœuds de la face S_b ont également leur degré de liberté u_x couplés afin de bloquer le déplacement de la face S_b en \vec{x} . Un nœud de la face S_b (à l'origine du repère) voit tous ses degrés de liberté bloqués. Un autre nœud est bloqué dans la direction \vec{y} (celui qui appartient à la face située en z_{max}). Ces 3 restrictions supplémentaires aux degrés de liberté des nœuds de la face S_b permettent de s'assurer que l'ensemble des mouvements de corps rigide ont été écartés. Le modèle est ensuite utilisé pour simuler une réponse du matériau en traction. La courbe utilisée pour la comparaison est une courbe expérimentale exprimée en contrainte et déformation vraie. Ces contraintes et déformations résultent d'une réponse globale de l'ensemble des grains au déplacement imposé $\vec{U} = (U_x, 0, 0)$. Numériquement, les composantes R_x^i des vecteurs forces de réactions \vec{R}^i dans la direction \vec{x} ont été récupérées sur chacun des nœuds de la face S_b et sommées sur l'ensemble des nœuds N_n appartenant à la face pour obtenir la force de réaction R_f .

$$\varepsilon = \ln \left(1 + \frac{U_x}{L_0} \right) \quad (3.22)$$

$$\sigma = -\frac{R_f}{S_0} (1 + \varepsilon) \quad (3.23)$$

$$R_f = \sum_{i=1}^{N_n} R_x^i \quad (3.24)$$

Avec les formules (3.22) et (3.23) on peut obtenir une courbe contrainte-déformation qui peut être comparée avec la courbe expérimentale. Il a été choisi d'utiliser un cube.

Il faut maintenant étudier la discrétisation éléments finis à appliquer au VER, en observant l'influence du nombre d'éléments sur la description de la courbe contrainte-déformation. Pour ce faire nous avons utilisés des paramètres plastiques issus de la littérature. Les coefficients d'interaction entre les systèmes de glissement obtenus par Méric et Cailletaud ont été utilisés (Méric et al., 1994). Pour les

paramètres d'écroutissage, ils ont été fixés à $b = 16$ et $\tau_0 = 26.7$ MPa sur la base des travaux de Renner et al. (Renner et al., 2016). La saturation de l'écroutissage est fixée à $Q = 12$ MPa, valeur proche de celle identifiée par Renner et al. (Renner et al., 2016). Les résultats sont reportés à la Figure 3.5.

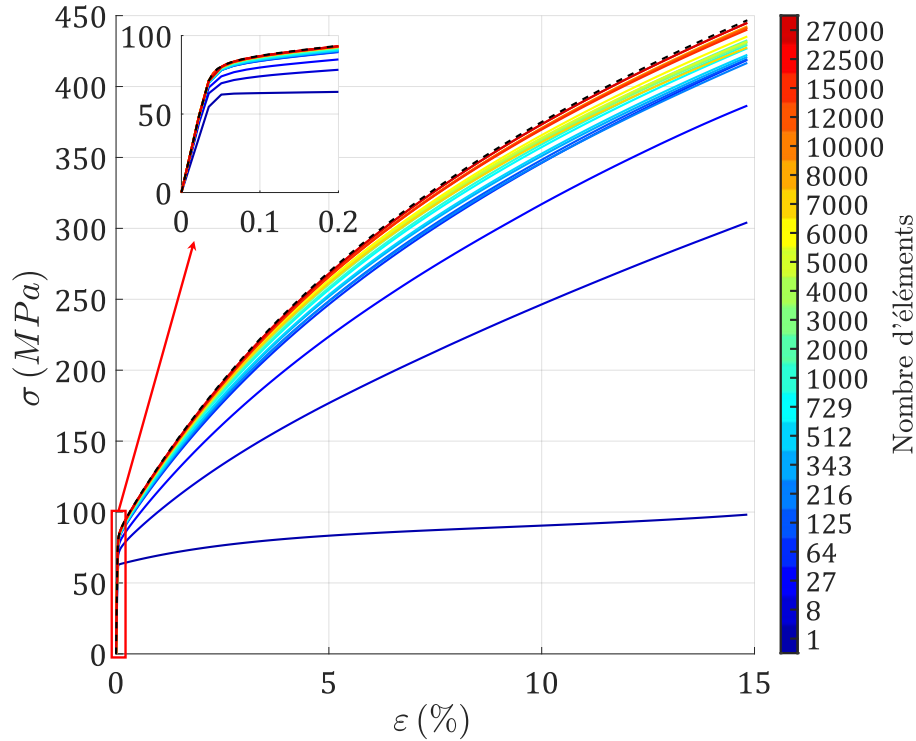


Figure 3.5 : Influence du nombre d'éléments finis sur la courbe $\sigma - \varepsilon$. En noir et trait pointillé, la réponse considérée comme une référence (64000 éléments).

On observe à la Figure 3.5 que le modèle composé de 64000 éléments simule une courbe contrainte-déformation proche de celle du modèle composé de 27000 éléments. La réponse de ce modèle ne semble donc plus être influencée par le nombre de grains. Pour cette raison, il est sélectionné comme modèle de référence dans l'étude de la discrétisation éléments finis du VER.

Afin de sélectionner le meilleur compromis entre description spatiale et temps de calcul, un comparateur a été utilisé pour évaluer la distance entre les différentes courbes $\sigma - \varepsilon$ et la courbe de référence :

$$e_r = \frac{1}{N_p} \sum_{i=1}^{N_p} \frac{|\sigma_{grains}^i - \sigma_{64000\ grains}^i|}{\max_i(\sigma_{64000\ grains}^i)} \quad (3.25)$$

Ici e_r est exprimée sans unité et correspond à la valeur absolue de la distance des courbes à la courbe de référence pondérée par le maximum de la contrainte de la courbe de référence. Cette erreur est moyennée par le nombre de points de la courbe contrainte-déformation $N_p = 1013$. Un compromis doit être fait entre la précision du modèle et le temps de calcul, illustré à la Figure 3.6.

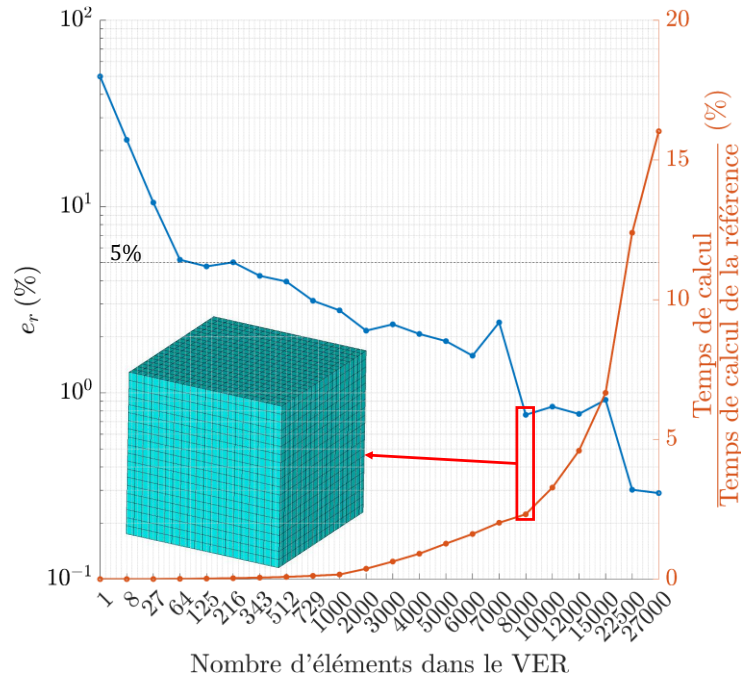


Figure 3.6 : Influence du nombre d'éléments finis dans le VER pour la simulation de la courbe $\sigma - \epsilon$ et le temps de calcul. La distance entre les différentes courbes e_r , définie à l'équation (3.25) est représentée en échelle logarithmique.

On observe à la Figure 3.6 que l'erreur est très vite en dessous de 5%. La solution sélectionnée contient 8000 éléments, comme le VER des travaux de Fivel et Forest (M Fivel and Forest, 2004). La courbe contrainte-déformation simulée avec ce modèle présente une précision élevée, avec une erreur inférieure à 1% par rapport à la simulation de référence. De plus, la courbe contrainte-déformation est obtenue dans un temps raisonnable par rapport au temps de calcul de la simulation effectuée avec le modèle de référence composé 64000 éléments (2%).

La question de l'influence du tirage aléatoire de l'orientation des grains sur la courbe contrainte-déformation s'est également posée. Pour étudier cette influence, 25 tirages ont été réalisés. Chaque tirage aléatoire $\{G_{ori}\}_{ori \in \{1,2,\dots,25\}}$ est composé de 1000 orientations cristallographiques aléatoires obtenues également avec l'équation (3.21). Une simulation est ensuite effectuée pour chaque tirage pour différents niveaux de discrétisation (8 éléments, 125, 512 et 1000 éléments). Le nombre d'éléments finis étant égal au nombre d'orientations, un VER à 8 éléments utilise ainsi 8 orientations parmi les 1000 générés aléatoirement, et ainsi de suite. Les résultats sont reportés à la Figure 3.7.

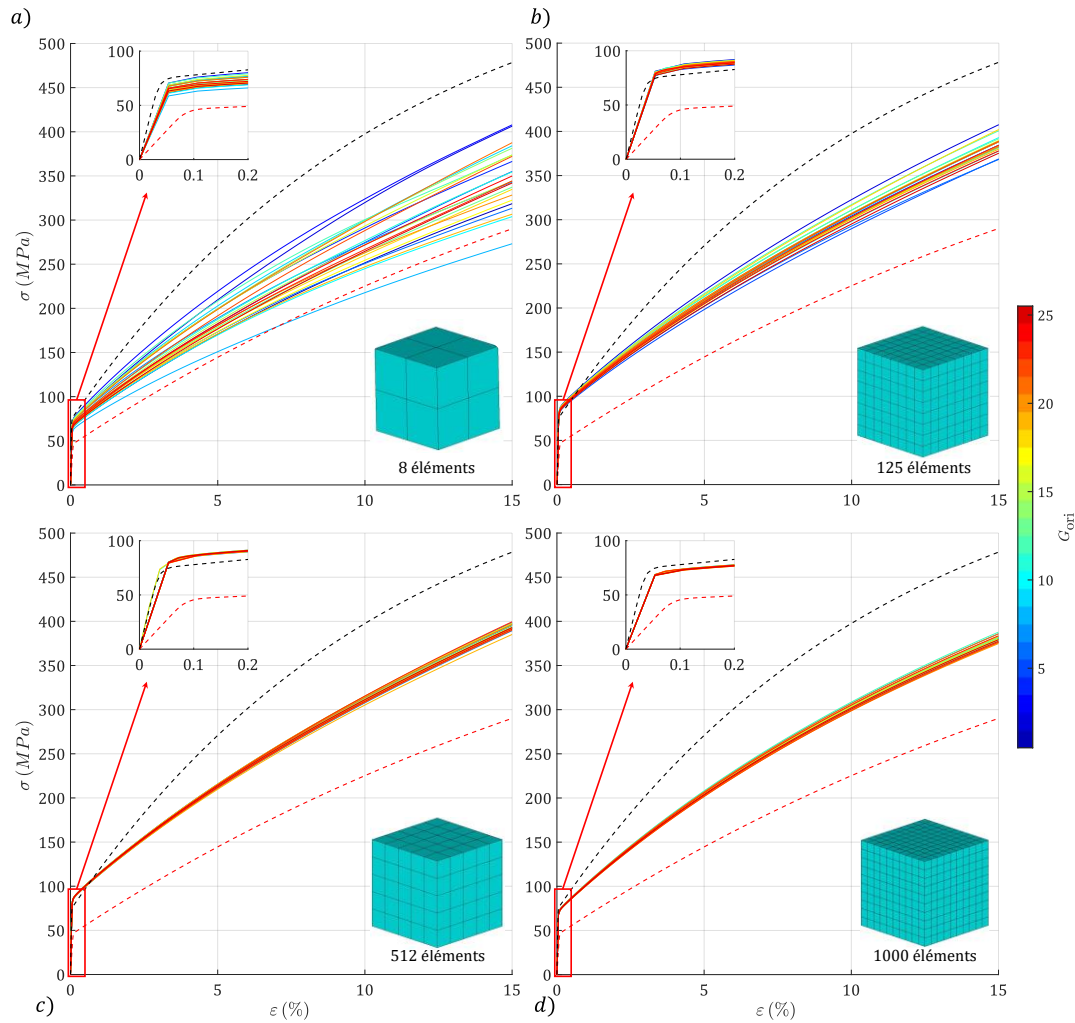


Figure 3.7 : Influence de l'orientation aléatoire sur la courbe $\sigma - \varepsilon$ en fonction du nombre d'éléments dans le VER. Les courbes $\sigma - \varepsilon$ de 25 tirages aléatoires sont présentées pour plusieurs modèles éléments finis en traits fins colorés. En trait rouge pointillé la réponse du monocristal pour l'orientation [100] et en noir la réponse du monocristal pour l'orientation [111].

On peut observer sur la Figure 3.7 que sur ces 4 modèles, l'influence du tirage aléatoire sur la courbe contrainte-déformation diminue rapidement au fur et à mesure que le nombre d'éléments augmente. Pour avoir un point de comparaison avec le modèle monocristallin, deux réponses monocristallines (obtenues sur un point d'intégration) sont représentées à la Figure 3.7. L'orientation [111] est la direction la plus rigide et dure, quant à l'orientation [100] c'est une des réponses la moins rigide et dure du monocristal. Ces deux orientations sont donc choisies pour encadrer la réponse polycristalline. Lorsque la taille des éléments finis diminue, la dispersion des courbes est largement diminuée et elles tendent vers une courbe moyenne, qui se distingue à la Figure 3.7 d). On constate à la Figure 3.7 que l'écroutissement polycristallin simulé est une moyenne de l'écroutissement monocristallin.

Pour quantifier cette dispersion de la réponse polycristalline par rapport à la réponse moyenne des 25 tirages aléatoires, il est utilisé un estimateur afin de mesurer la distance des 25 courbes à la moyenne des réponses pour les différents VER :

$$e_D = \frac{1}{N_{ori}} \sum_{i=1}^{N_{ori}} e_D^i = \frac{1}{N_{ori} N_p} \sum_{i=1}^{N_{ori}} \sum_{j=1}^{N_p} \frac{|\sigma_j^i - \tilde{\sigma}_j|}{\max(\tilde{\sigma}_j)} \quad (3.26)$$

Le nombre d'orientations est $N_{ori} = 25$ et le nombre de points de la courbe contrainte-déformation $N_p = 1013$. Ici $\tilde{\sigma}_j$ est la moyenne au $j^{ième}$ point des courbes contrainte-déformation obtenues pour les différentes orientations. La distance entre les valeurs de la contrainte σ_j^i au point j , et la valeur de la contrainte moyenne des réponses $\tilde{\sigma}_j$ au point j , est prise en valeur absolue et pondérée par la valeur de la contrainte maximale de $\tilde{\sigma}_j$.

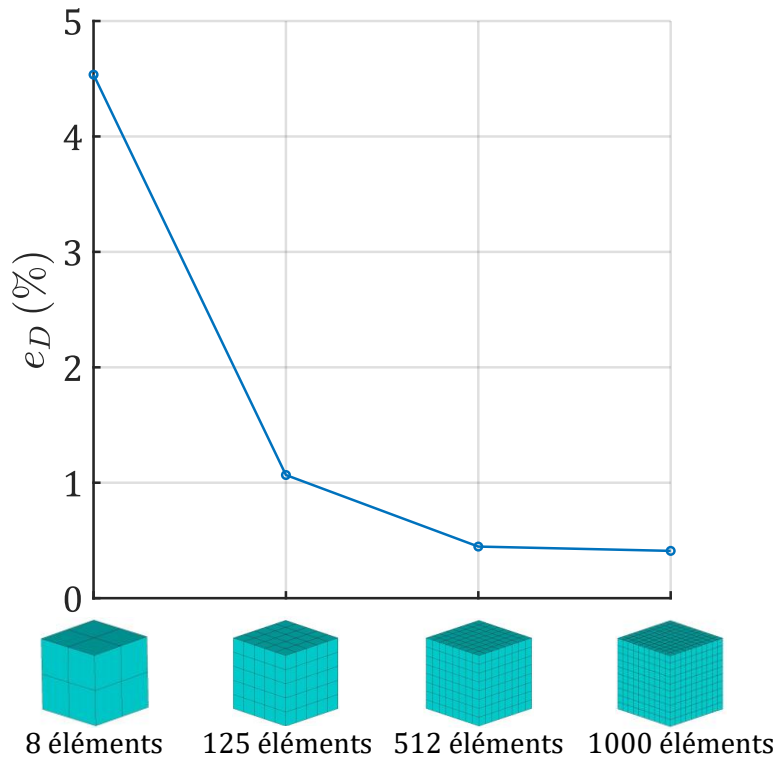


Figure 3.8 : Écart e_D à la courbe moyenne $\tilde{\sigma}$ en fonction du nombre d'éléments finis.

On constate à la Figure 3.8 que la réponse très anisotrope du monocristal devient isotrope et indépendante des orientations présentes dans les éléments quand le nombre d'éléments augmente. Avec plus de 512 éléments finis, la courbe contrainte-déformation simulée avec le VER est indépendante du tirage aléatoire effectué.

Le nombre d'éléments nécessaire pour modéliser le VER a été défini dans cette section. Pour ce VER, aucune morphologie des grains n'est prise en compte et un élément fini représente un grain. Un VER composé de 8000 éléments offre une description précise (<1% d'écart avec la courbe simulée avec le modèle de référence) de la courbe contrainte-déformation, indépendante du tirage aléatoire d'orientation cristallographique (<0.5% d'écart à la moyenne), et ce, dans un temps relativement court par rapport au modèle de référence constitué de 64000 éléments.

Dans la prochaine section, l'effet de la morphologie des grains va être étudié, pour un VER qui sera constitué du même nombre d'éléments finis que celui constitué dans cette section, pour que leur comparaison soit possible.

3.4.2. Polycristal avec prise en compte de la morphologie

Dans cette partie nous présentons les modèles polycristallins du VER en traction avec prise en compte de la morphologie des grains.

Le comportement particulier des joints de grains ne sera pas modélisé dans cette étude. Les joints de grains constituent un obstacle au déplacement des dislocations, augmentant ainsi la capacité d'écroutissage du matériau, et constituent également une source initiale de dislocations. Ces éléments sont difficiles à prendre en compte dans la modélisation et sont du domaine de la recherche à l'heure actuelle.

Pour tenir compte de la morphologie des grains, nous utiliserons une tessellation (génération de la morphologie) de la géométrie des grains via le logiciel Neper (Quey et al., 2018, 2011; Quey and Renversade, 2018). Ce logiciel permet de générer différentes morphologies de grains et ensuite de les mailler avec le logiciel GMSH (Geuzaine and Remacle, 2009). La tessellation choisie est celle de Voronoï, qui permet une bonne approximation de la forme des grains (M. Fivel and Forest, 2004). En se basant sur les résultats de la section précédente, nous générons les modèles polycristallins à grains à l'aide de 8000 éléments hexaédriques linéaires. Cette solution est admise comme étant à la convergence de la méthode éléments finis pour un essai de traction polycristallin sans prise en compte de la morphologie, d'après les résultats de la section 3.4.1. Cela permet également de comparer les réponses des deux types de VER.

D'un point de vue purement numérique, les fichiers GMSH générés par Neper sont interprétés par une fonction créée avec Matlab, qui permet de traduire la géométrie dans un fichier que Ansys peut interpréter. Les nœuds, éléments et numéros de grains sont ainsi importés dans Ansys et la simulation est ensuite effectuée. Les conditions aux limites utilisées sont les mêmes que celles présentées à la Figure 3.4. La seule différence entre le VER présenté précédemment à la section 3.4.1 et ceux introduits dans cette section réside dans la prise en compte de la morphologie des grains.

Néanmoins, la question du nombre de grains à utiliser pour décrire le VER avec prise en compte de la morphologie se pose. Pour comparer avec le modèle sans prise en compte de la morphologie des grains, 5 modèles polycristallins avec grains ont été construits, et sont détaillés dans le Tableau 3.2. Tout comme le modèle sans prise en compte de la morphologie des grains, les orientations cristallographiques données aux grains sont aléatoires et définies par l'équation (3.21).

Dans le Tableau 3.2, E_{min}^G est le nombre minimum d'éléments par grain et E_{max}^G est le nombre maximum d'éléments par grain. Avec un nombre d'éléments fixé, il est normal de voir diminuer le nombre d'éléments par grain, jusqu'à atteindre 1 élément par grain (cas du VER précédent).

Méthodologie d'identification

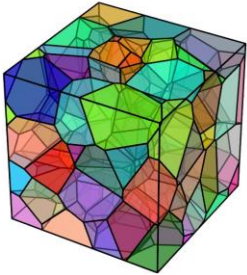
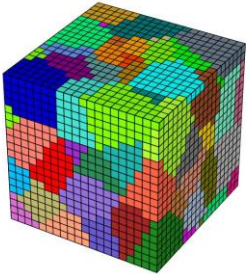
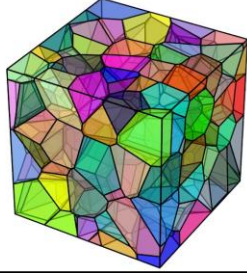
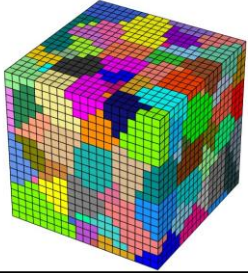
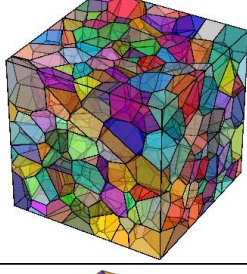
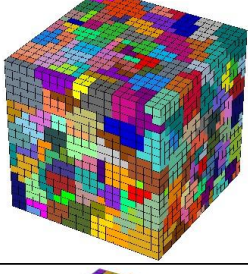
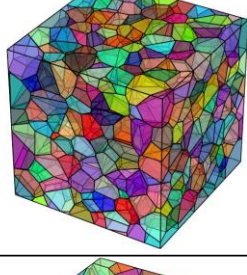
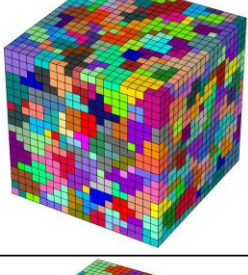
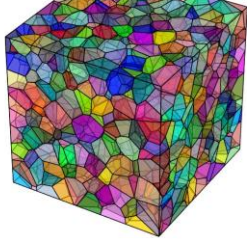
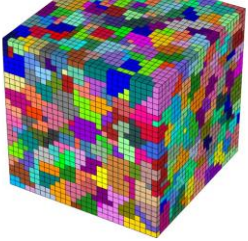
Nombre de grains	Tessellation (Neper)	Maillage (Gmsh)	E_{min}^G	E_{max}^G
100			8	175
200			5	105
500			1	23
1000			1	28
1500			1	17

Tableau 3.2 : Modèles polycristallins avec prise en compte de la morphologie des grains. Le nombre de grains varie de 100 à 1500 grains alors que le nombre d'éléments finis est fixe. E_{min}^G est le nombre minimum d'éléments par grain et E_{max}^G est le nombre maximum d'éléments par grain.

Afin de montrer l'influence de la morphologie des grains et du nombre de grain sur la courbe de traction, un jeu de paramètres d'érouissage le même jeu de paramètres que celui de la section précédente est utilisé. Les paramètres d'érouissage sont $Q = 12$ MPa, $b = 16$ et $\tau_0 = 26.7$ MPa, avec un jeu de coefficients d'interaction $\{\theta_{MC}\}$ listé au Tableau 3.1. Avec le modèle sans prise en compte de la morphologie, présenté dans

la section précédente, et ceux avec morphologie listés dans le Tableau 3.2, l'influence de la morphologie des grains et de leur nombre est illustrée à la Figure 3.9.

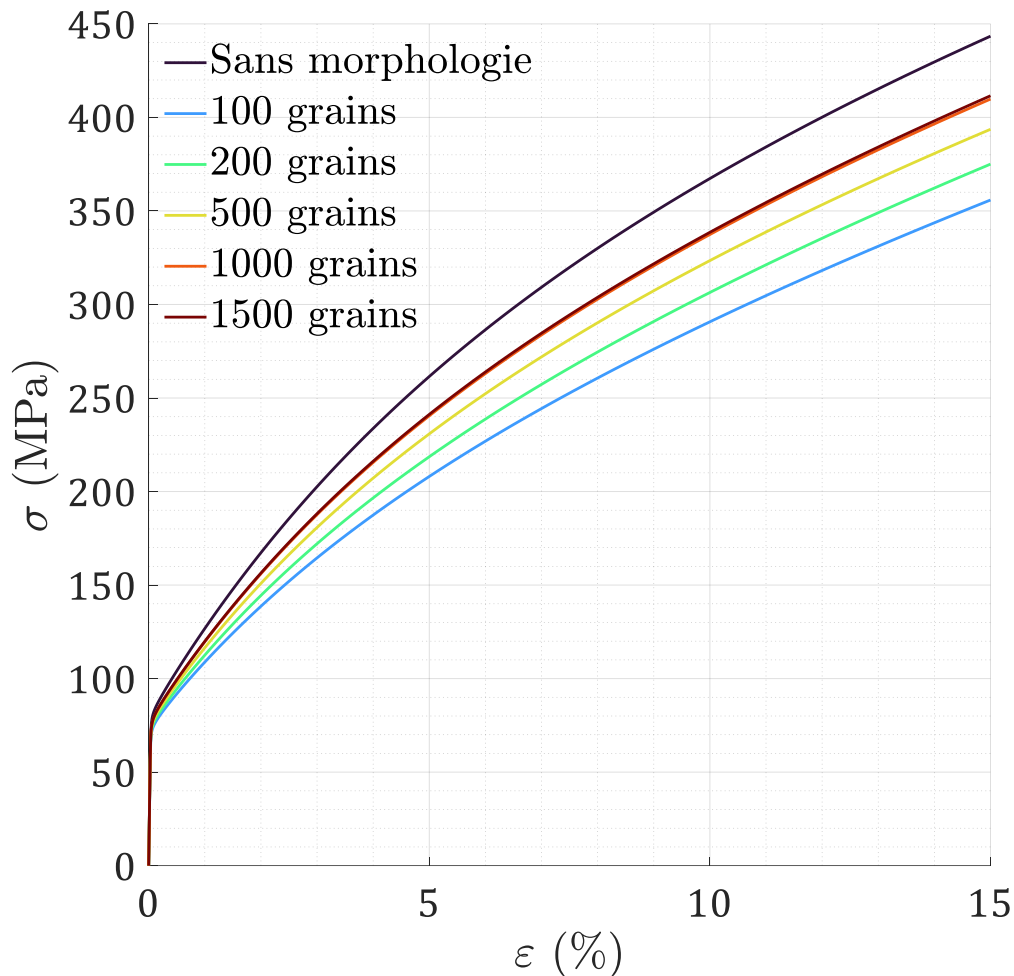


Figure 3.9 : Comparaison des courbes $\sigma - \epsilon$ pour les VER avec et sans prise en compte de la morphologie. Les paramètres d'écroutissage utilisés sont $Q = 12$ MPa, $b = 16$ et $\tau_0 = 26.7$ MPa. Les 7 coefficients d'interaction utilisés $\{\theta_{Mc}\}$ sont listés au Tableau 3.1.

Les réponses diffèrent pour une sollicitation et des paramètres matériau identiques, il est donc évident que lors de l'identification paramétrique sur une courbe de traction expérimentale, ces modèles vont estimer des valeurs de paramètres différentes. L'écroutissage avec le modèle sans prise en compte de la morphologie des grains est plus important qu'avec celui prenant en compte la morphologie. L'écroutissage le moins important est celui obtenu avec le modèle qui comporte le moins de grains. Une tendance se dégage : augmenter le nombre de grains dans le modèle fait globalement augmenter l'écroutissage du matériau (hormis pour les courbes obtenues avec 1000 et 1500 grains).

Maintenant que les VER avec prise en compte de la morphologie ont été définis, la prochaine section traite de l'identification des paramètres $\{Q, b, \tau_0\}$ afin de définir les points de départ qui seront utilisés pour identifier les coefficients d'interaction entre les systèmes de glissement.

3.4.3. Identification des 3 paramètres d'érouissage

L'objectif de cette section est d'identifier, à partir d'un essai de traction, les trois paramètres d'érouissage de la loi de Méric-Cailletaud : $\{\theta\} = \{Q, b, \tau_0\}$. Deux types de VER ont été construits dans les sections 3.4.1 et 3.4.2, pour lesquels uniquement la prise en compte de la morphologie des grains diffère. Dans cette section est étudié l'impact de la prise en compte de la morphologie des grains sur les paramètres d'érouissage obtenus par identification à partir d'une courbe de traction.

3.4.3.1. Identification sans prise en compte de la morphologie

Cette section se concentre sur l'identification des paramètres d'érouissage à partir d'un VER qui ne prend pas en compte la morphologie des grains. Une étude d'identifiabilité des paramètres à partir de la courbe de traction et une étude de la sensibilité de celle-ci aux paramètres sont proposées et illustrées à la Figure 3.10. Les paramètres d'érouissage utilisés sont $Q = 120$ MPa, $b = 16$ et $\tau_0 = 26.7$ MPa (un des points de départ pour l'identification utilisé à la section suivante). Pour les coefficients d'interaction, le jeu de coefficients $\{\theta_{MK}\}$ listés au Tableau 3.1 est utilisé. Cette étude permet d'appliquer les différents concepts introduits à la section 3.3 sur ce cas concret.

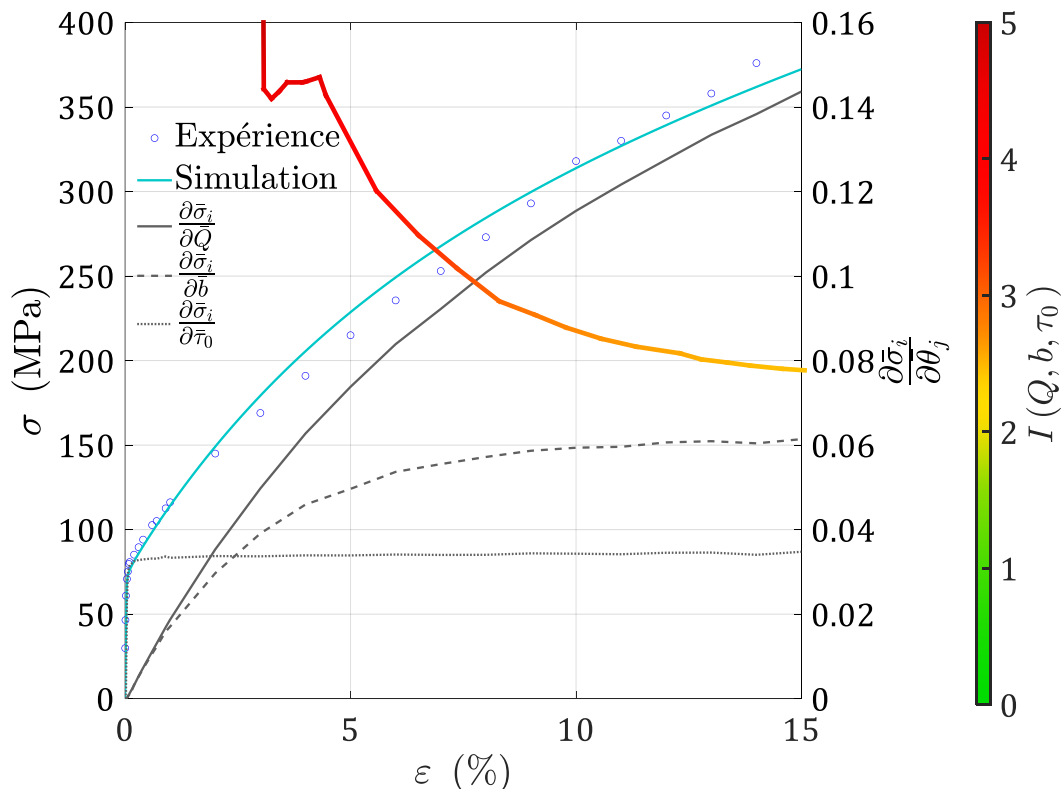


Figure 3.10 : Identifiabilité des 3 paramètres d'érouissage $\{Q, b, \tau_0\}$ à partir d'une courbe contrainte-déformation et sensibilité de celle-ci aux paramètres. L'évolution de l'indice d'identifiabilité (I-index) est représentée. La valeur de l'indice s'interprète via la barre colorée à droite. L'identifiabilité est bonne lorsque $I < 2$, moyenne dans le cas $2 < I < 3$, et mauvaise si $I > 3$. Les valeurs des paramètres d'érouissage sont $Q = 120$ MPa, $b = 16$ et $\tau_0 = 26.7$ MPa. Les coefficients d'interaction utilisés $\{\theta_{MK}\}$ sont listés au Tableau 3.1. La courbe de traction simulée avec le jeu de paramètres est également représentée.

Les formules des sensibilités sont celles de l'équation (3.9). À la Figure 3.10 on peut observer l'évolution des sensibilités de la courbe de traction aux différents paramètres (colonne de la matrice $[\bar{S}]$ introduite à l'équation (3.11)). La sensibilité $\partial \bar{\sigma}_i / \partial \bar{\tau}_0$ est quasi constante tout au long de l'essai. Elle augmente fortement au déclenchement de la déformation plastique, puis stagne. Sur la courbe de traction, τ_0 pilote la limite élastique, ce qui explique ce plateau de la sensibilité. La sensibilité $\partial \bar{\sigma}_i / \partial \bar{b}$ augmente principalement sur la première partie de l'écroutissage car ce paramètre pilote la rapidité de stabilisation de l'écroutissage. La dernière sensibilité $\partial \bar{\sigma}_i / \partial \bar{Q}$ est en constante augmentation car celle-ci pilote la valeur de saturation de l'écroutissage. La sensibilité $\partial \bar{\sigma}_i / \partial \bar{\tau}_0$ n'est pas colinéaire aux autres sensibilités tout au long de l'essai.

Une forte corrélation entre les sensibilités de la courbe au paramètres Q et b est visible au début de l'essai sur la Figure 3.10. L'indice d'identifiabilité, exprimé à l'équation (3.14), est supérieur à 5 pendant que les sensibilités de la courbe aux paramètres Q et b sont colinéaires (donc non visible sur la Figure 3.10). En augmentant la déformation imposée à l'échantillon polycristallin, la non-colinéarité entre les deux vecteurs sensibilité aux paramètres Q et b commence à apparaître sur la Figure 3.10. On observe une diminution de l'indice d'identifiabilité. La valeur finale calculée de l'indice pour les 3 paramètres d'écroutissage est $I = 2.5$. L'identification est délicate d'après la valeur de l'indice. Plusieurs points de départ seront testés pour vérifier l'unicité de la solution finale $\{\hat{\theta}\}$ estimée localement.

Un exemple d'identification des 3 paramètres d'écroutissage en ne considérant que l'auto-écroutissage, défini par le jeu de coefficients d'interaction $\{\theta_{Auto}\}$ listés au Tableau 3.1, est présenté à la Figure 3.11. Le point de départ choisi pour cette identification est $Q = 20.5$ MPa, $b = 16$ et $\tau_0 = 26.7$ MPa, un autre des points de départ pour l'identification utilisé à la section suivante.

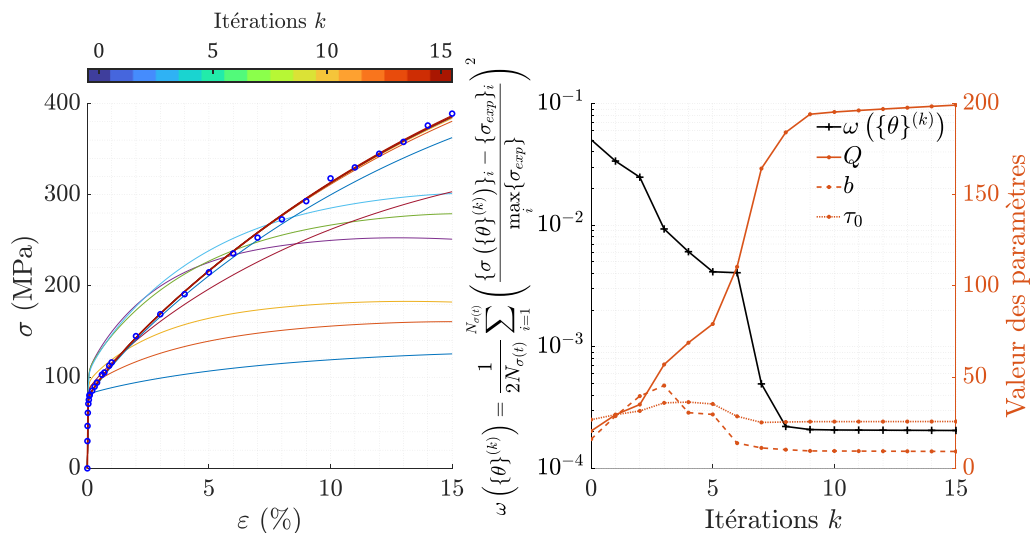


Figure 3.11 : Identification des paramètres Q, b et τ_0 avec la matrice d'interaction de l'auto-écroutissage $\{\theta_{h_i=1}\}$ à partir d'un VER qui ne prend pas en compte la morphologie des grains. a) les courbes de traction à chaque itération de l'algorithme colorées en fonction de leur numérotation. b) l'écart simulation-expérience au sens des moindres carrés est présentée en noir en fonction des itérations. L'évolution des paramètres en fonction des itérations k est également représentée. Le nombre de points de la courbe $\sigma - \epsilon$ est $N_{\sigma(t)}$.

À la Figure 3.11 *a*), la variation de la courbe de traction simulée au cours des itérations de l'algorithme de minimisation est présentée du bleu (première itération) au rouge (dernière itération). L'évolution de l'écart au sens des moindres carrés entre la courbe expérimentale et la courbe numérique est représentée à la Figure 3.11 *b*). On peut voir que la fonction coût a une valeur initiale de 5×10^{-2} et une valeur finale de 2×10^{-4} .

La procédure est répétée pour l'ensemble des points de départ listés dans le Tableau 3.1. Les paramètres obtenus seront listés dans le Tableau 3.5, à la section suivante. Pour les matrices du cuivre et du nickel, l'influence de la prise en compte de la morphologie a été étudiée et sera présentée dans la section suivante. Avec ou sans prise en compte de la morphologie, pour tous les points de départ investigués $\{\theta_{Auto}\}$, $\{\theta_{h_i=1}\}$, $\{\theta_{MC}\}$ et $\{\theta_{MK}\}$, la concordance entre les courbes de traction expérimentale et numérique est excellente. Pour illustration, la Figure 3.11 *a*) présente cette comparaison dans le cas du jeu de coefficients $\{\theta_{h_i=1}\}$.

La prochaine section traite de l'identification des paramètres à partir de VER qui prennent en compte la morphologie des grains.

3.4.3.2. Avec prise en compte de la morphologie des grains

Ce paragraphe concerne l'identification des paramètres d'érouissage à partir de l'essai de traction, en utilisant des VER incluant la morphologie de grains, listés dans le Tableau 3.2. Nous avons utilisé 5 points de départs (deux sont utilisés à la section précédente), afin de vérifier les solutions obtenues par les identifications des paramètres d'érouissage. Cette étude est présentée pour les VER contenant 100 grains et 200 grains, tenant compte de la morphologie de ceux-ci. 2 points de départ sont utilisés pour le jeu de paramètres $\{\theta_{MC}\}$ et 3 points de départ pour le jeu de paramètres $\{\theta_{MK}\}$. Ces résultats sont reportés dans le Tableau 3.3.

Dans le Tableau 3.3 sont reportés les différents points de départ, notés $\{\theta_{INI}\}_j$, les différents paramètres identifiés pour les deux morphologies étudiées $\{\hat{\theta}\}_j$, ainsi que les valeurs finales de la fonctions coût $\omega(\{\theta\})$, exprimée à l'équation (3.6).

Interactions et nombre de grains	Point de départ	Jeu de paramètres $\{\theta\}_j$			Fonction coût ω	
		Q (MPa)	b	τ_0 (MPa)		
$\{\theta_{MC}\}$	100 grains	$\{\theta_{INI}\}_1$	20.5	16.0	26.7	1.9×10^{-2}
		$\{\hat{\theta}\}_1$	16.9	10.0	29.6	2.2×10^{-4}
		$\{\theta_{INI}\}_2$	50.0	10.0	15	1.7×10^{-1}
		$\{\hat{\theta}\}_2$	16.6	10.4	29.4	2.2×10^{-4}
	200 grains	$\{\theta_{INI}\}_1$	20.5	16.0	26.7	2.9×10^{-2}
		$\{\hat{\theta}\}_3$	15.9	10.0	29.2	2.1×10^{-4}
	$\{\theta_{INI}\}_2$	50.0	10.0	15	2.2×10^{-1}	
	$\{\hat{\theta}\}_4$	16.1	9.7	29.1	2.1×10^{-4}	
$\{\theta_{MK}\}$	100 grains	$\{\theta_{INI}\}_3$	120.0	16.0	26.7	4.2×10^{-4}
		$\{\hat{\theta}\}_5$	183.9	7.4	29.9	2.3×10^{-4}
		$\{\theta_{INI}\}_4$	80.0	16.0	26.7	8.4×10^{-3}
		$\{\hat{\theta}\}_6$	183.4	7.5	29.8	2.3×10^{-4}
	200 grains	$\{\theta_{INI}\}_5$	50.0	10.0	15.0	5.1×10^{-2}
		$\{\hat{\theta}\}_7$	183.5	7.5	29.8	2.3×10^{-4}
		$\{\theta_{INI}\}_3$	120.0	16.0	26.7	7.6×10^{-4}
		$\{\hat{\theta}\}_8$	169.8	7.6	29.2	2.2×10^{-4}
		$\{\theta_{INI}\}_4$	80.0	16.0	26.7	6.1×10^{-3}
		$\{\hat{\theta}\}_9$	170.6	7.5	29.1	2.2×10^{-4}
	$\{\theta_{INI}\}_5$	50.0	10.0	15.0	4.8×10^{-2}	
	$\{\hat{\theta}\}_{10}$	169.8	7.6	29.1	2.2×10^{-4}	

Tableau 3.3 : Paramètres identifiés pour différents points de départ en utilisant deux VER incluant la morphologie des grains. En noir sont reportés les points de départ $\{\theta_{INI}\}_j$ et en rouge les points finaux $\{\hat{\theta}\}_j$.

Les courbes contrainte-déformation ne sont pas présentées dans ce paragraphe, mais elles présentent également une très bonne adéquation entre le modèle et l'expérience, comme illustrée à la Figure 3.11 a), pour l'ensemble des identifications. Les valeurs de la fonction coût, de l'ordre de 10^{-4} attestent de cette bonne adéquation.

Cette étude permet de montrer que pour un jeu de coefficients d'interaction fixé, les paramètres $\{Q, b, \tau_0\}$ obtenus sont peu dépendants des points de départ choisis. Ceux-ci dépendent du nombre de grains considérés. Pour les deux VER et jeux de paramètres étudiés, b et τ_0 sont faiblement impactés par le nombre de grains utilisés. C'est la paramètre Q qui est plus impacté par le nombre de grains, qui tend à baisser lorsque le nombre de grains augmente.

La prochaine section porte sur la comparaison des paramètres obtenus en utilisant les VER avec et sans prise en compte de la morphologie.

3.4.3.3. Comparaison des modèles de polycristaux

Le Tableau 3.4 montre l'influence du nombre de grains sur les paramètres d'érouissage estimés.

Morphologie et nombre de grains		Jeux de paramètres $\{\hat{\theta}\}_j$					
		Q (MPa)		b		τ_0 (MPa)	
		$\{\hat{\theta}_{MC}\}$	$\{\hat{\theta}_{MK}\}$	$\{\hat{\theta}_{MC}\}$	$\{\hat{\theta}_{MK}\}$	$\{\hat{\theta}_{MC}\}$	$\{\hat{\theta}_{MK}\}$
Avec	100	16.6	183.4	10.4	7.4	29.4	29.9
	200	15.9	169.8	10.0	7.6	29.2	29.2
	500	15.0	161.7	9.1	7.7	28.0	28.6
	1000	15.0	156.2	9.1	7.7	28.0	28.1
	1500	13.8	153.0	10.2	7.9	27.5	28.0
Sans	8000	13.8	140.7	8.8	8.0	26.9	27.0

Tableau 3.4 : Influence de la prise en compte de la morphologie sur les paramètres estimés à partir des essais de traction sur des modèles de polycristaux pour deux jeux de paramètres $\{\hat{\theta}_{MC}\}$ et $\{\hat{\theta}_{MK}\}$.

L'introduction de la morphologie des grains influence particulièrement les paramètres Q et τ_0 . Avec un VER composé de 1500 grains (prenant en compte leur morphologie), l'écart avec les paramètres identifiés sans prise en compte de la morphologie des grains est au maximum de 14% pour le paramètre b , pour les jeux

de paramètres $\{\hat{\theta}_{MC}\}$. Pour les jeux de paramètres $\{\hat{\theta}_{MK}\}$, cette influence de la morphologie des grains sur la valeur identifiée du paramètre b n'est pas observée. De manière générale, plus il y a de grains dans un VER qui prend en compte leur morphologie, plus les valeurs identifiées se rapprochent de celles obtenues avec un VER sans morphologie.

Comme mentionné à la section 2.2.4, l'échantillon d'un 1 cm^3 utilisé pour l'essai de traction contient approximativement 5×10^6 grains. Le modèle qui se rapproche le plus de la réalité de l'échantillon est donc le modèle sans prise en compte de la morphologie, qui contient plus de grains. De plus, le comportement intergranulaire ou encore l'influence de la taille des grains sur le comportement du matériau ne sont pas pris en compte. La morphologie des grains influence majoritairement les valeurs de paramètres identifiés lorsque peu de grains décrivent le VER.

Pour ces deux raisons, les paramètres obtenus avec le modèle sans prise en compte de la morphologie sont sélectionnés. La prochaine section introduit les points de départ élaborés.

3.4.4. Points de départ

Dans ce dernier paragraphe sont résumés les points de départ construits à partir des différentes matrices d'interaction, paramètres visqueux et élastiques obtenus dans la littérature, et des paramètres d'écrouissage identifiés à partir d'un VER négligeant la morphologie des grains.

L'ensemble des paramètres ont été fixés (exceptés Q , b et τ_0) à partir de la littérature : les paramètres élastiques dans les travaux de Delobelle et al. (Delobelle et al., 2011), visqueux dans les travaux Renner et al. (Renner et al., 2016) et les paramètres d'interaction de plusieurs travaux (Madec et Denoual 2019; Madec et Kubin 2017; Méric et al. ; Renner et al. 2016; Taylor 1938). La liste de tous les paramètres de la loi de Méric-Cailletaud des différents points de départ est reportée dans le Tableau 3.5.

Paramètres		Valeurs			
		$\{\theta_{MK}\}$	$\{\theta_{MC}\}$	$\{\theta_{Auto}\}$	$\{\theta_{h_i=1}\}$
Elasticité	c_{11} (GPa)	248			
	c_{12} (GPa)	153			
	c_{14} (GPa)	116			
Viscosité	K (MPa. s ^{-1/n})	8			
	n	7			
Ecrouissage	Q (MPa)	140.65	13.84	199.2	49.54
	b	7.96	8.84	9.26	7.62
	τ_0 (MPa)	26.998	26.89	25.69	28.38
	h_1	0.35	1.00	1.00	1.00
	h_2	0.35	4.40	0.00	1.00
	h_3	0.21	4.75	0.00	1.00
	h_4	0.82	4.75	0.00	1.00
	h_5	0.30	4.75	0.00	1.00
	h_6	0.41	5.00	0.00	1.00
	h_7	0.32	4.75	0.00	1.00

Tableau 3.5 : Points de départs établis. Les paramètres Q , b et τ_0 sont obtenus après recalage sur un essai de traction. Les autres paramètres proviennent de la littérature.

À la Figure 3.12 sont illustrées les courbes simulées avec les différents jeux de paramètres identifiés, par comparaison avec la courbe de traction expérimentale.

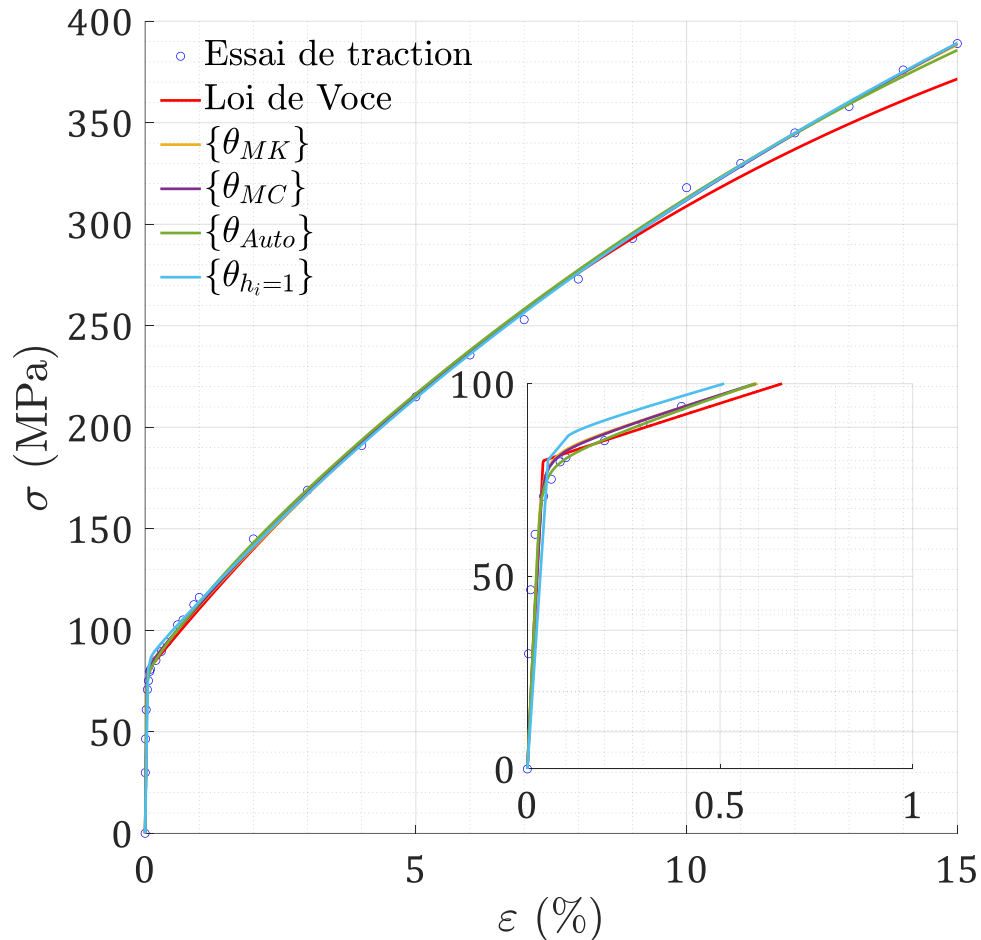


Figure 3.12 : Comparaison des courbes contrainte-déformation pour l'ensemble des points de départ. Une modélisation avec la loi macroscopique de Voce est représentée. Les paramètres élastiques utilisés sont $E = 196.7$ GPa (module E_{IT} du grain n°3) et $\nu = 0.3$, et les paramètres plastiques sont $Q = 420$ MPa, $b = 8$ et $\sigma_y = 80$ MPa (Renner, 2016).

À la Figure 3.12 est observée une excellente adéquation entre les simulations effectuées avec les différents jeux de paramètres d'écroutissage identifiés listés dans le Tableau 3.5 et la courbe de traction expérimentale.

La dernière section de ce chapitre concerne le modèle éléments finis de l'essai de nanoindentation, dernier élément constituant le modèle d'expérience \mathcal{M} pour tenter l'identification paramétrique à partir d'observables d'essais de nanoindentation.

3.5. Modèle éléments finis de l'essai de nanoindentation

Le modèle éléments finis de l'essai d'indentation est introduit dans cette partie. Il est paramétré avec le logiciel Ansys version 2022 R1 via un script de commandes écrit en le langage APDL (Ansys Parametric Design Language) (Ansys, 2021).

3.5.1. Présentation du modèle éléments finis

Le logiciel éléments finis Ansys est couplé avec le logiciel MFront (Helfer, 2014; Helfer et al., 2015) afin de simuler l'essai d'indentation en utilisant la loi de Méric-Cailletaud. MFront est un outil développé au CEA par Thomas Helfer, qui permet d'implémenter une loi de comportement dans un langage proche des équations. La première force de cet outil réside dans la prise en compte rigoureuse du formalisme en transformations finies. La seconde force de cet outil réside dans l'interfaçage avec les principaux logiciels dédiés à la mécanique des structures (Abaqus, Ansys, ...). Nous avons utilisé l'implémentation suggérée par Helfer et al. (Helfer et al., 2015), en utilisant également la jacobienne analytique rajoutée par Helfer et al. (Helfer et al., 2020). Cette implémentation de la loi de plasticité cristalline est décrite en annexe A.1. Celle-ci se base sur les équations de la loi de Méric-Cailletaud, résumées dans les bilans 1.3.1.4 et 1.3.2.5, en petites perturbations et en transformations finies respectivement. Les fichiers générés définissent la fonction "User Mat" de la loi de comportement qui est appliquée aux points d'intégration. Ces fichiers sont couplés à Ansys via le processus standard de prise en compte de routines utilisateurs détaillé dans le guide "Subroutines for Customizing Material Behaviour" (Ansys, 2021). Un autre avantage de MFront concerne les variables stockées.

Le modèle éléments finis de l'essai de nanoindentation est utilisé pour l'étude d'identifiabilité ainsi que pour l'identification des 10 paramètres plastiques : les 7 coefficients d'interaction entre les systèmes de glissement et les 3 paramètres d'érouissage. Il est divisé en deux parties : l'indenteur (pointe conique ou Berkovich) et le massif cylindrique. La géométrie et le maillage sont représentés sur la Figure 3.13 b) dans le cas d'une pointe Berkovich. Sur cette représentation, un tiers de la géométrie est retirée afin d'en observer sa discrétisation interne. Le repère attaché au modèle éléments finis est également représenté, avec l'axe \vec{X}_{Ansys} perpendiculaire à une des faces de l'indenteur Berkovich, comme illustré sur la Figure 2.14 pour la définition de l'angle azimutal. C'est dans ce repère que devront être exprimées les orientations cristallographiques afin d'obtenir une bonne correspondance entre les topographies numériques et expérimentales.

Les dimensions du modèle ont été paramétrées en fonction de la profondeur maximale indentée h_{max} . Pour les différents essais utilisés pour l'identifiabilité, on impose cette profondeur maximale à $h_{max} \approx 900$ nm. On obtient ainsi un cylindre modélisant l'échantillon d'un rayon et d'une hauteur égale $R = h = 60h_{max} = 54 \mu\text{m}$ lorsque $h_{max} = 900$ nm. Ces dimensions ($60h_{max}$ pour le rayon et la hauteur du cylindre ainsi que l'indenteur) permettent de s'affranchir des effets de bord,

indépendamment de la profondeur maximale h_{max} indentée. Le même script APDL peut ainsi être utilisé pour simuler l'ensemble de la base expérimentale.

Comme les pointes Berkovich ne peuvent pas être parfaitement fabriquées, il existe toujours un arrondi de pointe, qui peut affecter les courbes d'indentation et les topographies expérimentales mesurées. À notre connaissance, aucune étude de cette influence n'a été effectuée sur la topographie. Pour une faible profondeur d'indentation (de l'ordre de 20 nm), l'étude de Sanchez-Camargo et al. (Sanchez-Camargo et al., 2020) montre l'importance de la prise en compte de la géométrie réelle dans la description des courbes d'indentation. Ils montrent également que lorsque la profondeur d'indentation est plus importante, environ 400 nm dans leurs travaux, la géométrie réelle de l'indenteur devient moins importante pour décrire la courbe d'indentation. Dans leur étude, le rayon de pointe est de 500 nm, alors que pour la campagne expérimentale de cette thèse le rayon de pointe est de 110 nm (Fauvel et al., 2022). Nous considérons que l'influence de la géométrie réelle sur les courbes d'indentations, comme sur les topographies, est minime. La géométrie initiale est par conséquent modélisée comme une pointe Berkovich parfaite.

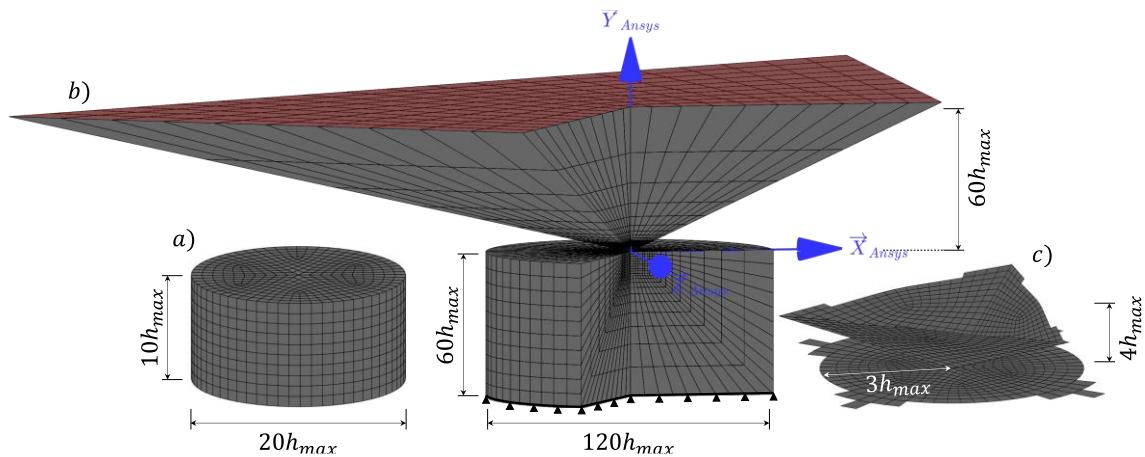


Figure 3.13 : Géométrie et maillage EF avec des éléments hexaédriques quadratiques du modèle de l'essai d'indentation, représenté avec le repère associé dans Ansys (\vec{X}_{Ansys} , \vec{Y}_{Ansys} , \vec{Z}_{Ansys}). Le massif est cylindrique, l'indenteur est de type Berkovich. En a) est représenté le massif finement maillé. En b) est représenté le modèle complet avec une ouverture de 120° . En c) est représentée la zone de contact considérée entre l'indenteur et le massif. La profondeur maximale indentée h_{max} est le paramètre pilotant les dimensions du modèle éléments finis.

Même si l'indenteur possède une symétrie d'ordre six, le massif une symétrie de révolution et le matériau une symétrie cubique, celles-ci ne sont en pratique pas alignées. Dans le cas de l'orientation [111], il est possible d'aligner les symétries du cristal avec celle de l'indenteur. Dans notre cas les orientations obtenues expérimentalement ne permettent pas de faire une quelconque hypothèse de symétrie.

La géométrie complète de l'essai est donc considérée et nous utiliserons des éléments finis 3D au travers de deux types d'éléments disponibles dans Ansys : des éléments hexaédriques quadratiques à 20 nœuds, nommés SOLID186 (C3D20), et des éléments hexaédriques linéaires à 8 nœuds, nommés SOLID185 (C3D8). Les deux types d'éléments sont composés de 14 et 8 points d'intégration respectivement. Pour les deux types d'éléments, chaque nœud possède 3 degrés de liberté en déplacement.

La méthode d'intégration au sein des éléments est celle utilisée par défaut, la méthode B-bar (Hughes, 1980). Elle permet de prendre en compte l'incompressibilité plastique, et ce même pour des éléments linéaires.

Une zone de contact est également définie afin de limiter le nombre d'éléments de contact et minimiser aussi le temps de calcul, les dimensions utilisées sont présentées à la Figure 3.13 c). La définition du contact est choisie de type surface-to-surface, qui est basée sur la projection de surface entre les éléments qui entrent en contact (Popp et al., 2010). La résolution du contact est effectuée en utilisant les multiplicateurs de Lagrange pour calculer la force normale et la pénalité pour la force tangentielle (Bathe, 1996; Simo and Laursen, 1992). La loi de Coulomb est utilisée pour modéliser le frottement. Deux types d'éléments doivent être sélectionnés, les éléments « cible » et de « contact ». Comme les deux surfaces sont déformables dans l'étude, l'attribution de ces éléments est basée sur la rigidité des matériaux : le matériau le plus rigide doit être désignée comme la « cible » (Ansys, 2021). Les éléments « cible » sont attribués à l'indenteur et les éléments de « contact » au massif.

L'indenteur est asservi en déplacement au travers de l'ensemble des nœuds de sa face supérieure, qui est colorée en rouge à la Figure 3.13 b). Ce déplacement est défini par :

$$\vec{h}(t) = -h^{exp}(t)\vec{Y}_{Ansys}. \quad (3.27)$$

Le déplacement de l'indenteur $h^{exp}(t)$ est obtenu à partir des courbes d'indentation expérimentales. Les courbes expérimentales comportant plus de 3000 points, nous les avons rééchantillonnées en 100 points : 50 points pour la charge et 50 points pour la décharge. La convergence du calcul éléments finis ne peut pas être obtenue avec des incréments aussi grand. Nous avons ainsi utilisé un deuxième échantillonnage du déplacement expérimental afin que le calcul converge, de manière à obtenir un incrément de temps fixe pendant les phases de charge et de décharge. Ce paramètre n'influence que très peu les réponses éléments finis (moins de 0.1%). Le rééchantillonnage temporel lors du calcul éléments conduit à un pas de temps $\Delta t = 0.068$ s pour le grain n°3 par exemple. C'est le même ordre de pas de temps pour l'ensemble des essais, lors de la charge et la décharge. La topographie résiduelle simulée est quant à elle récupérée à la fin de la simulation de l'essai. Cela correspond aux mesures AFM réalisées a posteriori des essais d'indentation.

L'objectif de cette section est de définir une discrétisation du modèle éléments finis de l'essai de nanoindentation, qui sera ensuite utilisée dans une analyse d'identifiabilité, puis pour l'identification paramétrique. On cherche un compromis entre précision et temps de calcul. La convergence du modèle éléments finis a été étudiée pour les éléments linéaires (SOLID185) et quadratiques (SOLID186). La finesse du maillage est décrite à partir du nombre d'éléments finis indentés (séparant la pointe positionnée à h_{max} de la surface indentée), comme illustré à la Figure 3.13. Le modèle éléments finis est entièrement paramétré afin de s'adapter au nombre d'éléments indentés souhaités (y compris ceux de l'indenteur). Les caractéristiques principales des modèles en fonction du nombre d'éléments indentés sont présentées dans le Tableau 3.6. Les modèles éléments finis sont appelés L pour linéaire et Q pour

quadratique. Le nombre d'éléments finis indentés est également utilisé pour nommer les différents modèles. Ainsi Q2 est le modèle paramétré avec des éléments quadratiques pour lequel 2 éléments sont indentés lorsque l'indentateur arrive à la profondeur maximale. Le modèle Q2 est défini comme la référence de cette étude.

Nombre	Linéaire			Quadratique	
	L1	L2	L3	Q1	Q2 (Ref)
de degrés de liberté	72156	386346	1135818	282156	1524486
d'éléments indentés à h_{max}	1	2	3	1	2
d'éléments de la zone fine	4500	36000	121500	4500	36000
d'éléments pour le contact	1300	5014	11507	1286	5006
d'éléments du massif	15000	78000	216000	15000	78000
d'élément de l'indentateur	7000	44000	147994	7000	44000
de nœuds à la surface de la zone fine	422	1742	3962	1292	5282
Temps de calcul (h)	1.5	9.5	38.9	6.3	91.0

Tableau 3.6 : Caractéristiques des différentes discrétisations du modèles EF utilisées pour l'étude de convergence.

3.5.2. Influence de la discrétisation spatiale sur les résultats

Dans cette section sera tout d'abord présentée la convergence des observables obtenues via les simulations éléments finis de l'essai de nanoindentation. Le modèle éléments finis est élaboré afin d'être utilisé dans un processus d'optimisation. Il est donc important d'étudier l'effet de la discrétisation EF sur les observables simulés. Il est également important d'étudier l'impact de la discrétisation EF sur l'analyse de sensibilité des observables aux paramètres ainsi que sur l'analyse d'identifiabilité des paramètres à partir de ces observables. Le temps de calcul est une contrainte à prendre en compte, les observables doivent être obtenus dans des temps de calcul raisonnables, afin d'être incorporés dans un processus d'identification paramétrique. Pour l'ensemble de ces aspects, la sélection de la discrétisation spatiale est discutée dans cette section. Pour cette étude de convergence, il est utilisé comme sollicitation la courbe $h^{exp}(t)$ de l'indentation réalisée dans le grain n°3 ainsi que l'orientation cristallographique de celui-ci.

3.5.2.1. Courbe d'indentation et topographie

Les courbes d'indentation et topographies obtenues pour les différentes discrétisations spatiales du modèle éléments finis sont présentées à la Figure 3.14. L'échantillonnage de la courbe d'indentation est le même à la charge et à la décharge, afin d'accorder un même poids à la charge et à la décharge lors d'une identification.

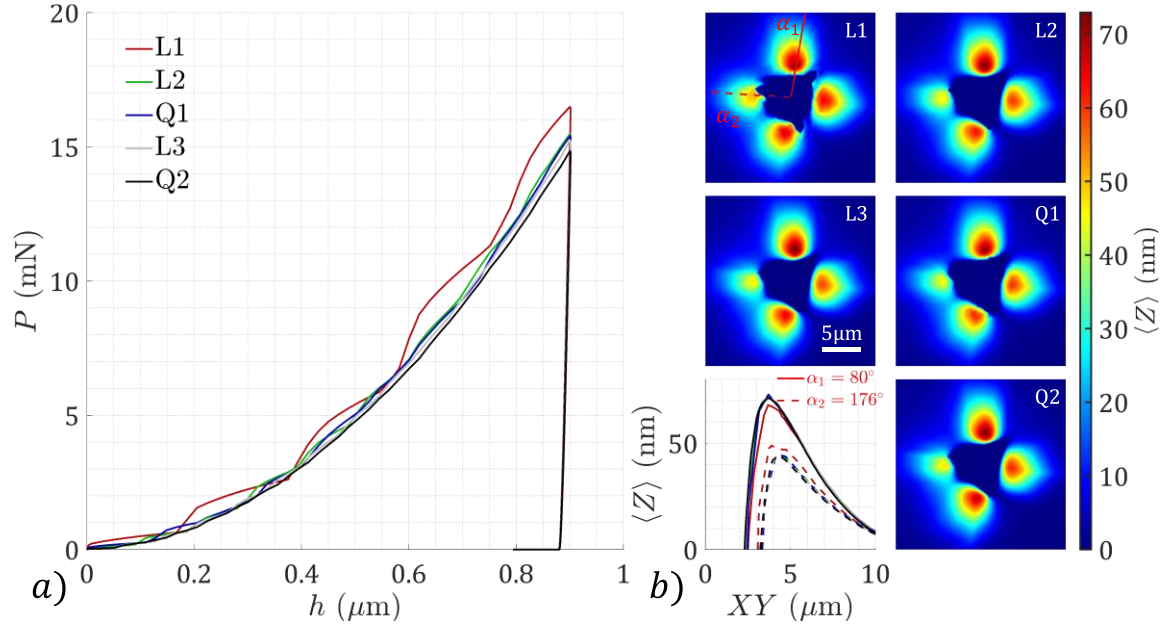


Figure 3.14 : Réponses simulées en indentation Berkovich pour les différentes discrétisations du modèle. En a) les courbes d'indentation et en b) les topographies et profils des empreintes.

Des vagues sont clairement observées sur la courbe d'indentation simulée représentée à la Figure 3.14 a) avec la discrétisation L1. Ces vagues sont directement liées à la discrétisation du modèle éléments finis, provenant des éléments entrant en contact entre l'indenteur et le massif au cours de la simulation. Elles sont fortement atténuées pour tous les autres modèles, et quasi inexistantes pour le modèle Q2. Pour les analyses de sensibilité et d'identifiabilité des sections suivantes, il est donc nécessaire d'interpoler les courbes d'indentation afin de régulariser cette erreur qui provient de la mise en contact successive des différents éléments concernés. La force maximale tend également à diminuer avec la discrétisation. Les courbes obtenues pour les modèles L2, L3 et Q1 sont proches et laisse à penser que la convergence est atteinte. On observe également sur la Figure 3.14 b) que la topographie obtenue avec le modèle L1 n'est également pas décrite finement. On voit apparaître les éléments, particulièrement au contact. Pour les autres modèles, il est difficile de différencier les topographies, les principales différences étant dans la zone de contact entre l'indenteur et le massif.

Les courbes d'indentation et les topographies des différentes discrétisations sont comparées à celles de référence Q2 à la Figure 3.15. Elles sont comparées au travers d'une erreur quantifiée de la manière suivante pour les courbes d'indentation :

$$\Delta P_i = \frac{1}{N_{P(t)} \max_k \{P_{Q2}\}} \sum_{k=1}^{N_{P(t)}} \left| \{P_i(h^{exp})\}_k - \{P_{Q2}(h^{exp})\}_k \right|. \quad (3.28)$$

L'indice k correspond aux différents points de l'échantillonnage temporel de la courbe d'indentation, et l'indice i correspond aux discrétisations L1, L2, L3 et Q1. L'erreur est calculée de manière analogue pour la topographie résiduelle :

$$\Delta Z_i = \frac{1}{N_{Z(XY)} \max_k \{Z_{Q_2}\}} \sum_{k=1}^{N_{Z(XY)}} \left| \{Z_i(XY^{exp})\}_k - \{Z_{Q_2}(XY^{exp})\}_k \right|. \quad (3.29)$$

Dans ce cas, l'indice k correspond à l'échantillonnage spatial de la topographie. Comme mentionné plus tôt, $N_{P(t)} = 100$ points pour toutes les courbes dans ce manuscrit (l'échantillonnage temporelle est la même pour tous les modèles). Pour les topographies, c'est la grille expérimentale obtenue avec l'AFM qui est utilisée : 512×512 px et $N_{Z(XY)} = 262144$ pixels pour l'ensemble des topographies. L'interpolation des topographies est nécessaire dans cette étude, car dans le carré de $20 \times 20 \mu\text{m}$ le nombre d'éléments varie de 1081 à 9121 entre les discrétisations. Le choix a été fait d'interpoler les déplacements sur la grille expérimentale.

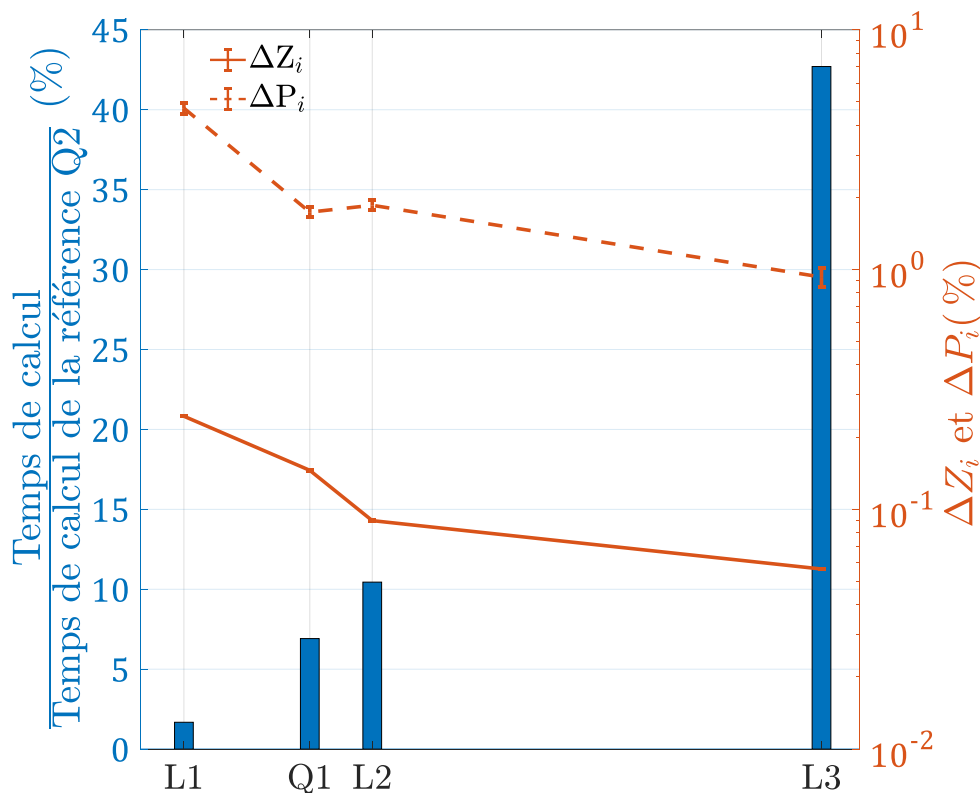


Figure 3.15 : Erreurs dues à la discrétisation éléments finis et temps de calcul (par rapport à la discrétisation de référence Q2) en fonction du nombre de degrés de liberté des différentes discrétisations éléments finis reportés dans le Tableau 3.6.

On observa à la Figure 3.15 qu'entre les erreurs des discrétisations L1 et L2, des rapports de 2.5 pour la courbe d'indentation et de 2.6 pour la topographie sont observés. Entre les erreurs des discrétisations L2 et L3, des rapports de 2.1 et 1.5 pour la topographie sont observés. Un palier de convergence se dessine pour le modèle L3 pour la topographie. Le discrétisation L1 n'est pas à la convergence de la méthode des éléments finis et doit être écartée. La discrétisation L3 présente une très nette augmentation du temps de calcul. En ne tenant compte que du temps de calcul et de

la capacité du modèle à décrire au mieux les courbes d'indentation et topographies, les discrétisations L2 et Q1 sont envisageables.

3.5.2.2. Sensibilité des observables aux paramètres

Dans cette partie nous étudierons l'impact de la discrétisation éléments finis sur les sensibilités des topographies et courbes d'indentation aux paramètres. Les données brutes et interpolées seront étudiées afin de définir s'il est nécessaire de régulariser les erreurs numériques des réponses simulées. Quelques résultats post-traités sont illustrés à la Figure 3.16.

Comme abordé dans la section précédente 3.5.2.1, des fluctuations numériques apparaissent sur les courbes d'indentation, qui doivent être interpolées (Figure 3.16 *b*)). Également discuté à la section précédente 3.5.2.1, les topographies sont observées et représentées dans un carré de $20 \times 20 \mu\text{m}^2$, qui correspond à l'acquisition avec l'AFM. À la surface du modèle de l'échantillon, le carré délimitant la topographie est discrétisé par $N_e = 1668$ nœuds (discrétisation Q1). Ce chemin de lecture permet de transformer la grille de la topographie d'un tableau à 2 dimensions de 512×512 px à un tableau à une dimension 1×262144 px.

L'indice d'identifiabilité est calculé en parcourant ce tableau unidimensionnel dans l'ordre des points stockés. Cela permet de représenter l'évolution de l'indice au fil de la lecture de la topographie, tout comme pour les courbes d'indentation. Il est également choisi d'adimensionner la topographie par la profondeur maximale, qui est notée \tilde{Z} . La topographie représentée sur la Figure 3.16 *a*) et le profil C-C de la topographie à la Figure 3.17 ont été pondérés.

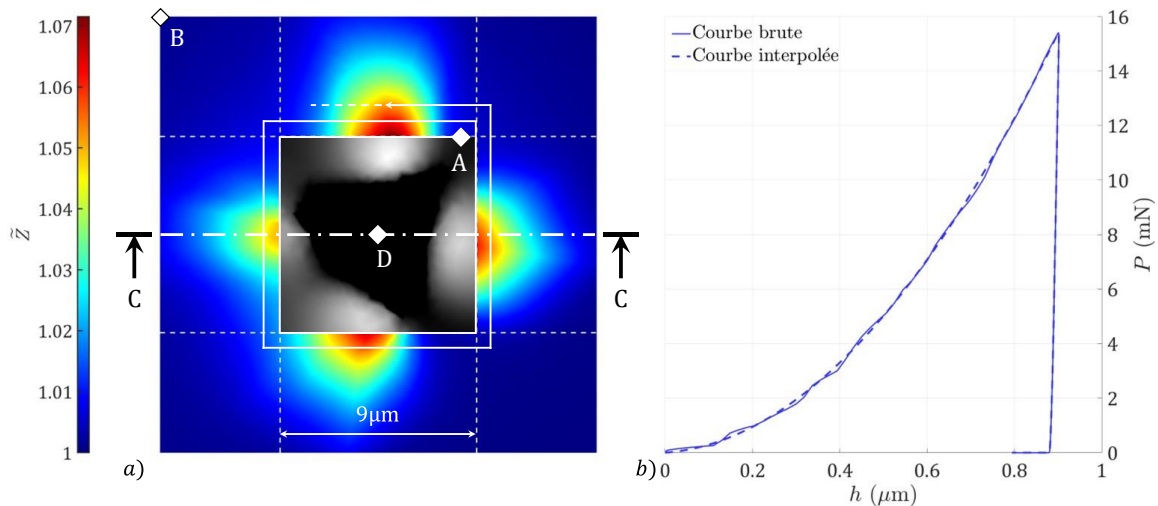


Figure 3.16 : Post-traitements des réponses numériques présentés pour les réponses du modèle Q1. En *a*) la topographie interpolée et adimensionnée à laquelle est appliquée la troncature de la topographie de $9 \times 9 \mu\text{m}^2$, qui est représentée en couleur grisée sur la topographie pondérée. Le chemin de lecture de la topographie va de D (point central de la topographie) vers B. Uniquement le chemin de A vers B est pris en compte lors du calcul de l'indice d'identifiabilité. Le chemin de lecture de la topographie correspond à celui présenté pour les topographies expérimentales à la Figure 2.27 *c*). En *b*) sont représentées la courbe d'indentation brute et celle interpolée.

Cet adimensionnement s'exprime par :

$$\left\{ \tilde{Z}_{Nz(xy)} \right\}_k = \frac{h_{max} + \left\{ Z_{Nz(xy)} \right\}_k}{h_{max}} \quad (3.30)$$

Un chemin de lecture est choisi du cœur de la topographie vers les bords, comme illustré pour les topographies expérimentales représentées sur la Figure 2.27 c) et numériques sur la Figure 3.16 a). Le chemin de lecture diffère de celui utilisé par Renner et al. (Renner, 2016; Renner et al., 2020), qui partait des extrémités de la topographie vers le centre. Ce chemin de lecture a été sélectionné car Renner et al. (Renner, 2016; Renner et al., 2020) montrent que l'information utile pour identifier les paramètres plastiques se situe principalement dans les bourrelets. Le chemin de lecture est choisi du centre vers l'extérieur car il passe en premier lieu par les bourrelets. L'adimensionnement permet également de mettre en avant les bourrelets devant le reste de la topographie conservée. On construit ainsi l'abscisse curviligne de la topographie, représenté à la Figure 3.16 a), partant du point D vers le point B.

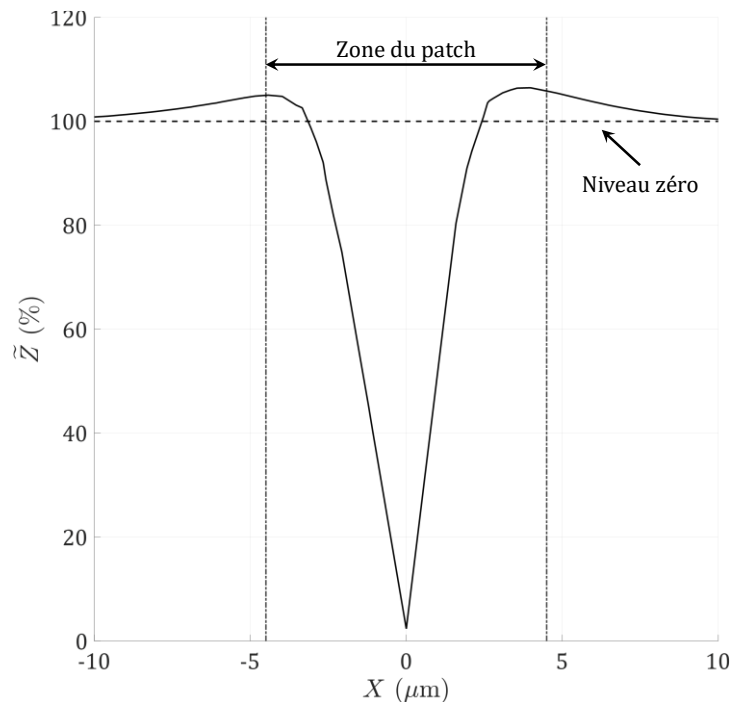


Figure 3.17 : Illustration de l'adimensionnement \tilde{Z} de la topographie représentée (profil C-C) à la Figure 3.16 .

Les travaux de Renner et al. (Renner, 2016; Renner et al., 2020) montrent que la sensibilité des topographies aux 9 paramètres plastiques considérés dans leur étude est très perturbée au cœur de la topographie (perturbations liées au contact). De plus, le cœur des empreintes expérimentales mesuré par AFM ne peut pas être exploité car celle-ci est perturbée. Nous avons fait le choix de tronquer le cœur de l'empreinte à l'aide d'un patch. L'effet de la taille de ce patch sur la topographie a été préalablement étudié par Renner (Renner, 2016). Ici on fixe la taille du patch à $9 \times 9 \mu\text{m}^2$, ce qui correspond à 229×229 px enlevés. C'est environ 20% des pixels de la topographie qui sont enlevés, ce qui est en bon accord avec ce qui avait été proposé par Renner

(Renner, 2016). La troncature du cœur de l'empreinte effectuée, la partie de la topographie prise en compte pour les analyses de sensibilité et d'identifiabilité est constituée de 1206 nœuds pour la discrétisation Q1. Sur l'abscisse curviligne représenté à la Figure 3.16 a), cela correspond au chemin du point A au point B (le chemin de D vers A est tronqué).

Avec $N_{Z(XY)}$ le nombre de points de la grille d'interpolation dans le plan et $k \in \{1, \dots, N_{Z(XY)}\}$ l'indice du point (ou pixel) considéré. Cette adimensionnement proposé à l'équation (3.30) permet d'accorder aux bourrelets. On choisit de privilégier ces zones car elles comportent une grande partie de l'information nécessaire à l'identification des interactions entre les systèmes de glissement.

On se propose ici tout d'abord de présenter les influences de la grille d'interpolation spatiale et de la pondération \tilde{Z} sur la sensibilité d'une topographie (celle du grain $n^{\circ}3$) aux paramètres. À la Figure 3.18 sont illustrées les normes des vecteurs sensibilités $\{\bar{S}_j\}$ des topographies aux différents paramètres, qui sont calculées à partir de l'équation (3.10). Les résultats présentés pour cette figure sont obtenus à partir de la discrétisation Q1. Pour cette discrétisation on rappelle, via le Tableau 3.6, que le nombre de nœuds dans la surface est de $N_e = 1668$ nœuds. La grille d'interpolation augmente les sensibilités par rapport à celles calculées sur la topographie brute XY_{N_e} , illustrée à la Figure 3.18. Quelle que soit la grille d'interpolation, les sensibilités sont du même ordre et sont fortement plus élevées que les sensibilités calculées à partir de la grille éléments finis XY_{N_e} . Même chose pour la pondération, qui fait chuter les sensibilités mais conserve également les proportions entre les sensibilités. L'analyse de sensibilité n'est ainsi pas impactée par la grille d'interpolation choisie.

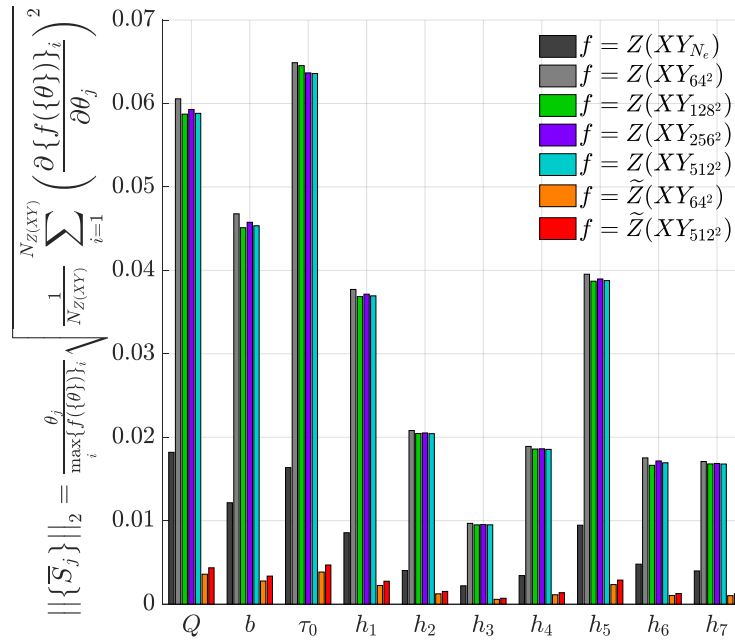


Figure 3.18 : Influence de la grille d'interpolation, notée XY , et de l'adimensionnement Z sur la norme de la sensibilité de la topographie aux paramètres. \tilde{Z} est la topographie adimensionnée et l'indice $N_{Z(XY)}$ des grilles d'interpolation XY fait référence à la discrétisation spatiale de la grille, contenant $N_{Z(XY)}$ points. L'indice XY_{N_e} fait référence au nombre de nœuds éléments finis de la topographie brute et $N_e = 1668$ nœuds. Ces résultats sont obtenus avec la discrétisation Q1.

L'influence de la discrétisation éléments finis sur les sensibilités des topographies et courbes d'indentation aux paramètres est présentée à la Figure 3.19 en a) et b) respectivement. La grille d'interpolation est de 512×512 px pour les topographies. Même si les réponses obtenues via les différentes discrétisations restent proches, quelques disparités s'observent dans les normes des vecteurs sensibilités. Les sensibilités de la topographie aux paramètres Q et h_4 , calculées avec la discrétisation L1, sont plus importantes que celles des autres discrétisations. Les sensibilités de la topographie aux paramètres Q , τ_0 et h_3 , calculées avec la discrétisation L3, sont également plus importantes que celles des autres discrétisations. Les valeurs des sensibilités des topographies simulées aux paramètres, avec les discrétisations L2, Q1 et Q2, sont proches pour la majorité des paramètres. Les sensibilités des topographies et courbes d'indentation aux paramètres pour la discrétisation Q1, sont proches de la référence (la discrétisation Q2). En ne tenant compte que de l'analyse de sensibilité des topographies et des courbes d'indentation aux paramètres, les discrétisations L2, Q1 et Q2 sont envisageables.

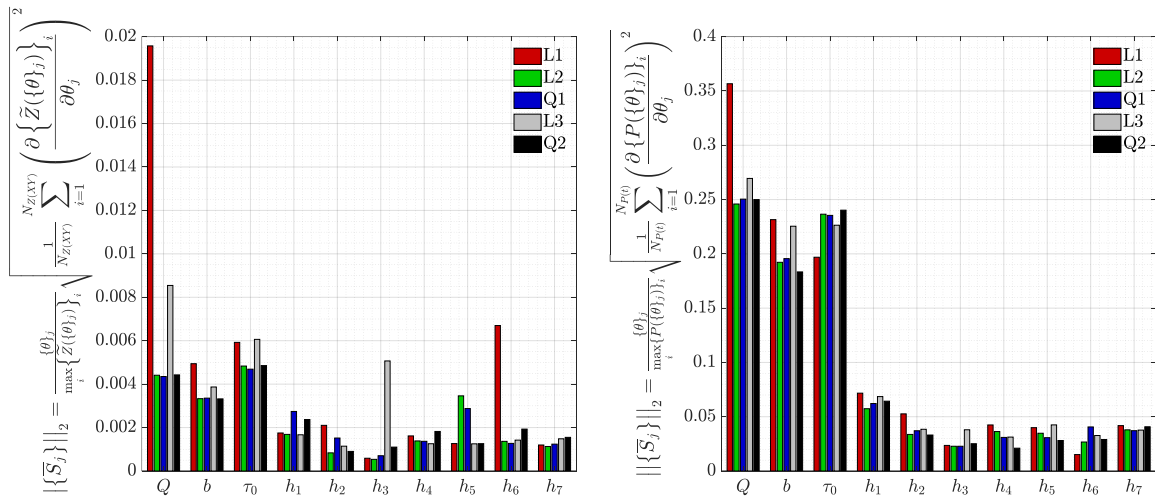


Figure 3.19 : Influence de la discrétisation EF sur la sensibilité des topographies en a) et des courbes d'indentation en b) aux 10 paramètres plastiques. La grille d'interpolation utilisée pour la topographie est composée de 512×512 px.

La prochaine section aborde l'influence de la modélisation éléments finis sur l'analyse d'identifiabilité des paramètres à partir des topographies et courbes d'indentation.

3.5.2.3. Identifiabilité des paramètres à partir des observables

On se propose ici tout d'abord de présenter l'influence de la grille d'interpolation spatiale et de l'adimensionnement \tilde{Z} des topographies sur l'identifiabilité. Comme effectué pour l'analyse de sensibilité, on l'effectue sur le grain $n^{\circ}3$.

À la Figure 3.20 sont illustrés les indices d'identifiabilité des paramètres calculés à partir de la topographie, via l'équation (3.14). Les résultats présentés sur cette figure sont obtenus par simulations avec la discrétisation Q1. Pour cette discrétisation, on rappelle que la topographie est discrétisée par $N_e = 1668$ nœuds éléments finis. À la

Figure 3.20, la grille d'interpolation de la topographie diffère, les indices sont donc représentés en fonction d'une abscisse curviligne comprise entre 0 et 1 afin de pouvoir les comparer. L'abscisse curviligne correspond au numéro du pixel $k = \{1, 2, \dots, n\}$ de la grille de la topographie divisé par le nombre total de points de la grille $N_{Z(XY)}$.

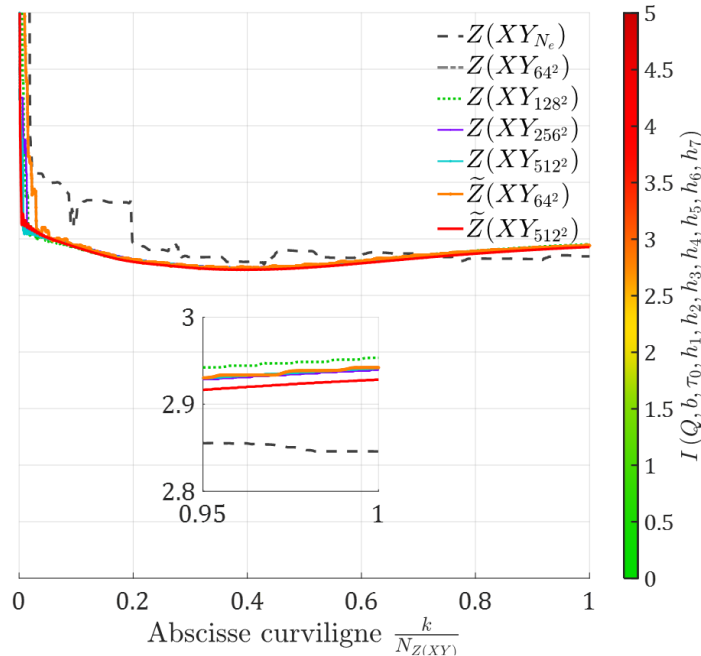


Figure 3.20 : Influence de la grille d'interpolation, notée XY, et de l'adimensionnement de Z sur l'identifiabilité des paramètres à partir de la topographie. On note \tilde{Z} la topographie adimensionnée et l'indice $N_{Z(XY)}$ des grilles d'interpolation XY fait référence à la discrétisation spatiale de la grille, contenant $N_{Z(XY)}$ points. L'indice N_e fait référence au nombre de nœuds éléments finis de la topographie brute. Ces résultats sont obtenus avec la discrétisation Q1. L'abscisse curviligne parcourt la topographie du point A vers le point B, illustré à la Figure 3.16.

L'indice d'identifiabilité calculé en utilisant des topographies brutes est toujours plus faible que celui calculé en utilisant des topographies interpolées. Dans le cas de la discrétisation éléments finis Q1 pour simuler la topographie illustrée à la Figure 3.20, l'indice baisse de 0.1 pour la topographie brute. On remarque que dans les deux cas, l'indice d'identifiabilité se situe sous le seuil défini comme critique pour l'identifiabilité, de 3. Non présentée ici, l'étude a également été menée sur l'ensemble des discrétisations L1, L2, L3 et Q2. L'indice d'identifiabilité des paramètres à partir d'une topographie simulée avec la discrétisation Q2 brute fait chuter l'indice de 0.5 par rapport celui calculé à partir de la topographie interpolée. De manière générale, l'interpolation des données ne fait pas chuter l'indice (l'interpolation ne fait que surestimer l'indice, au maximum de 0.5 pour la topographie, et 3 pour les courbes d'indentation). L'absence d'interpolation de la grille éléments finis bruite la lecture de l'indice au début de la topographie, probablement causé par une description grossière des bourrelets. En résumé, la grille d'interpolation influence les analyses d'identifiabilité et de sensibilité, et la nécessité d'interpoler les topographies comme les courbes d'indentation pour ces analyses est montrée.

À la Figure 3.21 sont représentés en a) les indices d'identifiabilité des paramètres calculés à partir des topographies interpolées en utilisant une grille d'interpolation

$N_{Z(XY)} = 512 \times 512$ px, et en *b*) des courbes d'indentation interpolées, pour les différentes discrétisations spatiales L1, L2, L3, Q1 et Q2.

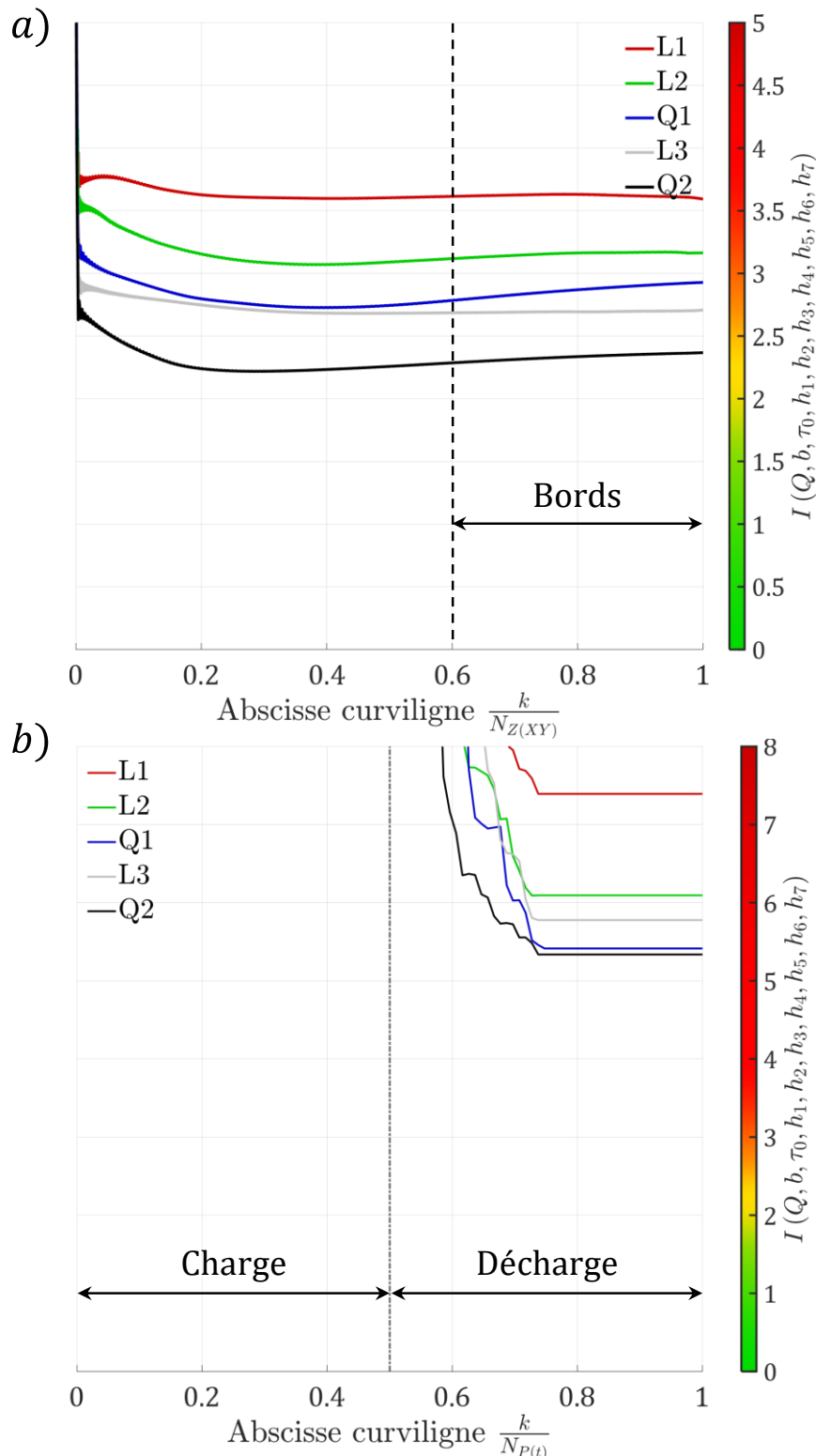


Figure 3.21 : Influence de la discrétisation éléments finis sur l'évolution des indices d'identifiabilité des 10 paramètres plastiques calculés à partir des topographies interpolées et adimensionnées en *a*) et des courbes d'indentation interpolées en *b*). La discrétisation spatiale de la grille d'interpolation est de $N_{Z(XY)} = 512 \times 512$ px pour les topographies. La discrétisation de la courbe d'indentation $N_{P(t)} = 100$ points équitablement répartis entre la charge et la décharge.

Pour les topographies, la convergence de la valeur de l'indice d'identifiabilité calculée n'est pas atteinte, mais une tendance se dégage néanmoins, indépendamment du type d'élément choisi : augmenter la discrétisation éléments finis améliore l'indice d'identifiabilité. Le début de la lecture de l'indice concerne directement la lecture des bourrelets. Une diminution de l'indice lors de la lecture des bourrelets jusqu'à un certain palier pour les discrétisations L1, L2 et L3 est observée. Pour les discrétisations Q1 et Q2, l'indice d'identifiabilité augmente lors de la lecture des bords de la topographie. La diminution soudaine de l'indice, suivie d'une stabilisation, indique que les bourrelets contiennent l'intégralité des informations contenues dans les topographies. La diminution au début de la lecture des topographies diffère entre les différentes discrétisations, l'acquisition de l'information contenue dans les bourrelets est fortement sujette à la discrétisation éléments finis.

Les indices d'identifiabilité des paramètres à partir des courbes d'indentation, illustrés à la Figure 3.21 *b*), sont représentés en fonction d'une abscisse curviligne comprise entre 0 et 1 : 0.5 correspond à la fin de la charge et à 1 la fin de la décharge. La valeur maximale pour l'indice d'identifiabilité est fixée à 8 pour l'analyse d'identifiabilité sur les courbes d'indentation. On remarque que la décharge améliore l'indice d'identifiabilité et le fait chuter en dessous de cette limite. L'évolution de la force mesurée lors de la phase de charge est une résultante de la réponse élastoplastique du matériau proche de l'indentateur, mais aussi de la réponse élastique du matériau plus loin dans l'échantillon. À l'inverse, l'évolution de la force mesurée lors de la phase de la décharge est une réponse uniquement élastique, qui est impactée par la plastification engendrée lors de la phase de charge. Cette décorrélation des effets contribue à une amélioration de l'indice pendant la décharge, ce que l'on retrouve dans l'indice d'identifiabilité à la Figure 3.21 *b*). Cette décorrélation a déjà été mise en avant par les auteurs (Barick et al., 2020; Fauvel et al., 2022). L'indice semble être à convergence pour le modèle Q1 pour la description de la courbe d'indentation. Cependant, les indices d'identifiabilité obtenus avec cette courbe d'indentation sont supérieurs à 5, peu importe la discrétisation éléments finis utilisées.

La nécessité d'interpoler les courbes d'indentation et les topographies simulées pour régulariser les erreurs numériques, surtout pour les discrétisations éléments finis grossières, est montré à la section 3.5.2.1. L'interpolation de la topographie choisie et la pondération de celle-ci n'influencent que peu les analyses de sensibilité et surestime les indices d'identifiabilité. Par comparaison des temps de calculs et de la description des courbes d'indentation et des topographies par les différentes discrétisations, les modèles L2 et Q1 ont été retenus. L'influence de la discrétisation EF sur l'analyse de sensibilité réalisée à la section 3.5.2.2 converge vers les deux mêmes discrétisations, et ne permet pas de restreindre le choix à une discrétisation particulière. Finalement, l'analyse de l'influence de la discrétisation éléments finis sur l'indice d'identifiabilité permet de distinguer la discrétisation Q1. Celle-ci permet de satisfaire l'ensemble des critères fixés pour cette étude convergence, et sera utilisée pour l'identification paramétrique.

Avec la discrétisation Q1 choisie, l'indice d'identifiabilité des paramètres plastiques à partir des observables interpolés et adimensionnés sont surestimés de 0.6 pour les topographies et 0.1 pour les courbes d'indentation par rapport à ceux calculés en utilisant la discrétisation Q2. Les indices seront donc calculés avec une marge de sécurité, liée à la discrétisation EF et à l'interpolation des données.

Néanmoins, il est montré à la Figure 3.15 que la discrétisation L2 décrit mieux la topographie du grain n°3 que la discrétisation Q1 par rapport à la référence, qui était la discrétisation Q2. L'identification est donc réalisée en utilisant la discrétisation Q1, et les représentations graphiques des topographies au Chapitre 4 dans ce manuscrit sont simulées a posteriori en utilisant la discrétisation L2.

La dernière section de ce chapitre se focalise sur l'influence de la modélisation du contact sur les topographies et courbes d'indentation simulées.

3.5.3. Description du contact dans la modélisation l'essai de nanoindentation

Pour la modélisation d'un essai de nanoindentation, la description du contact entre l'indenteur et le massif varie dans la littérature. L'indenteur est généralement considéré rigide (indéformable) (Bagheripoor and Klassen, 2020; Cackett et al., 2019; Casals et al., 2007; Chang et al., 2010; Engels et al., 2018; Frydrych and Papanikolaou, 2022; Gallardo-Basile et al., 2023; Nguyen et al., 2022; Renner et al., 2020, 2016). Nous avons choisi ici d'étudier l'influence de cette hypothèse sur les réponses éléments finis. Lorsqu'il est défini déformable, l'indenteur est modélisé avec les paramètres élastiques suivants : $E = 1141$ GPa et $\nu = 0.07$ (diamant). Ces paramètres sont issus des études d'Oliver et Pharr (Oliver and Pharr, 1992; W C Oliver and Pharr, 2004). Le diamant de la pointe possède un module élastique 5 fois plus élevé que la moyenne des modules élastiques du nickel anisotrope (~ 210 GPa). À notre connaissance, peu d'études (Keryvin et al., 2017) mettent en avant l'influence de la déformabilité de la pointe de l'indenteur sur la topographie et la courbe d'indentation. Nous allons quantifier cette influence dans cette section.

Le frottement est un élément important dans la description du contact entre la pointe et l'échantillon, faisant le lien entre l'amplitude de la force normale et celle de la force tangentielle. Dans beaucoup d'études, la force tangentielle est négligée (Alcala et al., 2008; Cackett et al., 2019; Casals et al., 2007; Engels et al., 2018; Frydrych and Papanikolaou, 2022; Nguyen et al., 2022). Lorsque la force tangentielle n'est pas négligée, les études menées montre que le frottement n'influence que très faiblement la courbe d'indentation, pour des indenteurs de géométrie sphérique (Gallardo-Basile et al., 2023), conique (Lewandowski and Stupkiewicz, 2018) et Berkovich (Sanchez-Camargo et al., 2020). Cependant, ces études mettent en avant l'influence non négligeable du coefficient de frottement sur la topographie. Comme illustré à la Figure 3.22, le frottement peut influencer la hauteur maximale des bourrelets.

Pour étudier l'influence du coefficient de frottement et de la déformabilité de la pointe de l'indenteur, nous avons utilisé l'orientation cristallographique du grain n°3,

comme pour l'étude de convergence précédente. Nous choisissons $\mu = 0.2$ et un indenteur déformable comme référence. La Figure 3.22 illustre l'influence de la déformabilité de la pointe ainsi que du coefficient de frottement sur des profils de topographies et les courbes d'indentation correspondantes, pour la discrétisation éléments finis Q1. Lorsque l'indenteur est modélisé rigide, le coefficient de frottement utilisé est $\mu = 0.2$.

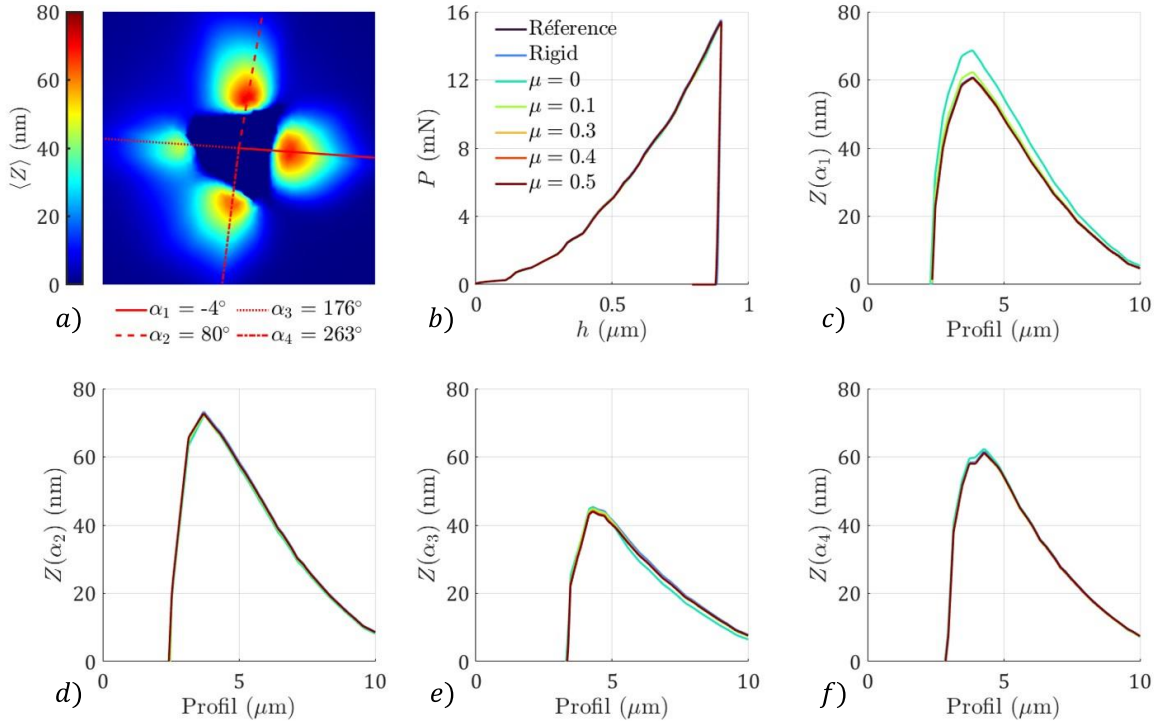


Figure 3.22 : Influence sur la topographie et la courbe d'indentation de la déformabilité de la pointe Berkovich et du frottement entre la pointe et l'échantillon. La discrétisation éléments finis Q1 est utilisée pour cette comparaison. Les profils, numérotés $\alpha_{i=\{1,2,3,4\}}$ sont représentés sur la topographie en a), sont comparés dans les figures c) à f). La courbe d'indentation et la topographie choisies comme références sont obtenues avec les hypothèses d'un indenteur déformable et d'un coefficient de frottement $\mu = 0.2$.

Hormis sur le bourrelet présenté par le profil à la Figure 3.22 c) simulé avec un coefficient de frottement nul, les topographies sont faiblement impactées. Des erreurs relatives sont utilisées, comme pour les comparaisons entre discrétisation éléments finis. Elles sont calculées à partir des équations (3.28) et (3.29). Ces résultats sont présentés à la Figure 3.23.

Pour la courbe d'indentation et la topographie, c'est la déformabilité de la pointe qui est le paramètre le plus important pour la modélisation du contact. Des fortes valeurs de coefficient de frottement impactent également la topographie, alors que la courbe d'indentation l'est moins.

Globalement, les hypothèses faites sur le contact influencent en dessous de 2% les réponses numériques observées, ce qui est du même ordre que les erreurs liées à l'influence de la discrétisation spatiale présentées à la section 3.5.2.1. Avec le patch appliqué sur les topographies, le frottement n'aura quasiment aucun impact sur la partie prise en compte de la topographie.

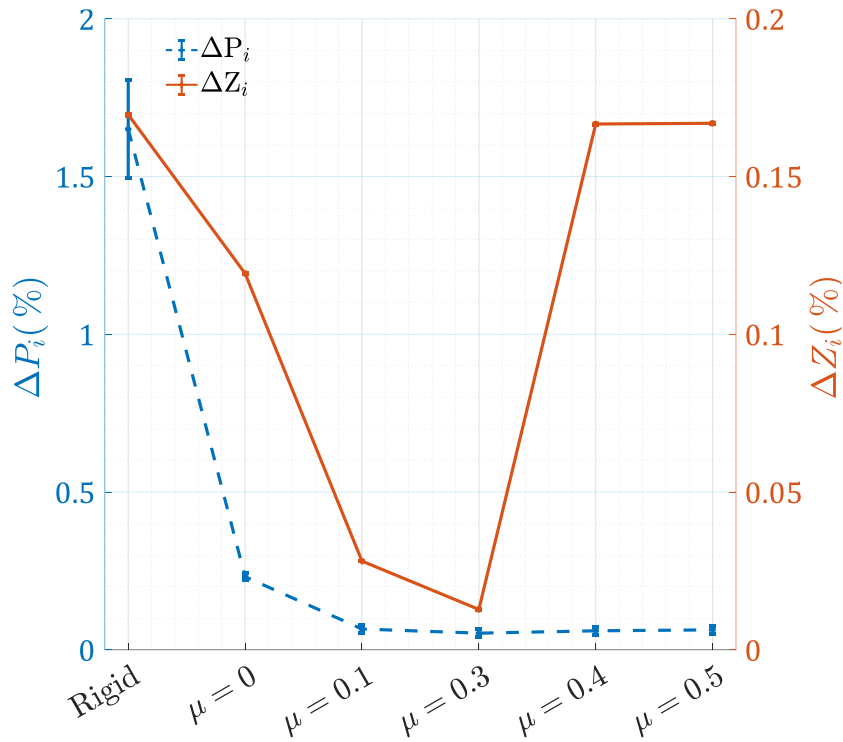


Figure 3.23 : Influence du coefficient de frottement μ et de la déformabilité de la pointe de l'indenteur sur les courbes d'indentation et topographies. La référence est la réponse éléments finis munie de la discrétisation spatiale Q1 obtenues avec $\mu = 0.2$ et une pointe d'indenteur déformable.

Le nickel possède un module élastique moyen d'environ 210 GPa, et le diamant un module de Young de 1141 GPa. Les modules étant relativement proches, nous définissons l'indenteur déformable élastiquement. Nous choisissons le coefficient de frottement $\mu = 0.2$, car les résultats présentés seront valables pour une plage de $\mu = 0.1$ à $\mu = 0.3$, plage pour laquelle les courbes d'indentation et topographies sont faiblement impactées par la variation du coefficient de frottement.

3.6. Conclusions

Dans ce chapitre a été présentée la méthodologie pour poser et résoudre le problème inverse d'identification des paramètres plastiques : estimation des paramètres (méthode FEMU), identifiabilité paramétrique (I-index), construction des points de départ de l'algorithme de minimisation et choix de la discrétisation du modèle éléments finis paramétré de l'essai de nanoindentation (problème direct).

Dans ce chapitre ont également été abordées les problématiques liées aux problèmes inverses, avec une partie de l'avant-propos dédiée aux difficultés spécifiques de l'identification paramétrique à partir de données issues d'essais d'indentation. La méthode FEMU utilisée pour résoudre le problème inverse est décrite : la fonction coût ainsi que l'algorithme de minimisation sont définis. Le lien entre conditionnement d'un problème inverse et convexité de la fonction coût est présenté. L'indice d'identifiabilité utilisé dans ces travaux, basé sur la convexité de la fonction coût, est défini. Il est utilisable a priori (avant FEMU) et a posteriori (après FEMU).

Le choix de points de départ de l'algorithme de minimisation est abordé. Ceux-ci sont construits à partir de 7 coefficients d'interaction issus de la littérature, les autres trois paramètres plastiques restant sont estimés à partir d'un essai de traction sur un polycristal. Ainsi quatre points de départ ont été construits : $\{\theta_{MK}\}$, $\{\theta_{MC}\}$, $\{\theta_{Auto}\}$ et $\{\theta_{h_i=1}\}$.

La discrétisation du modèle éléments finis de l'essai de nanoindentation est définie afin de décrire de manière satisfaisante les observables, leurs sensibilités aux paramètres et les indices d'identifiabilité des paramètres calculés. La contrainte du temps de calcul est considérée car le modèle éléments finis doit être incorporé dans un processus itératif de minimisation. La discrétisation Q1 est sélectionnée, car elle permet de satisfaire tous ces aspects. L'échantillon indenté est modélisé via 15000 éléments hexaédriques quadratiques à 20 nœuds, dont 4500 éléments sont localisés dans la zone finement discrétisée. La topographie de $20 \times 20 \mu\text{m}^2$ est discrétisée via 1668 nœuds éléments finis. La taille de éléments finis dans la zone finement maillée de l'échantillon est égale à la profondeur maximale d'indentation (h_{max}). L'indenteur est modélisé déformable, car la rigidité de l'échantillon de nickel n'est pas négligeable par rapport à celle de l'indenteur en diamant. Pour la description du contact, la valeur du coefficient de frottement μ sélectionnée est 0.2. Par comparaison avec cette valeur de coefficient de frottement, les courbes d'indentation et topographies simulées avec des coefficients de frottement ayant des valeurs de 0.1 et 0.3 sont similaires. Les observables simulés d'intérêts seront donc peu impactés pour une plage de valeurs de coefficient de friction allant de 0.1 à 0.3. Étant une source de méconnaissances (expérimentales, via les mesures AFM, et numériques), nous avons minimisé l'impact de la description du contact lors de l'identification paramétrique à partir de topographies, par l'application d'un patch au cœur de l'empreinte.

La nécessité d'interpoler les observables simulés via le modèle éléments finis de l'essai de nanoindentation est montrée. Cette interpolation a pour effet de majorer les indices d'identifiabilité des paramètres plastiques calculés à partir des observables.

Le choix est donc fait d'interpoler les courbes d'indentation et les topographies, afin d'éviter de manipuler des indices artificiellement faibles. Lorsque la topographie est interpolée, le choix de la grille d'interpolation de la topographie impacte peu l'indice d'identifiabilité. Les topographies seront ainsi interpolées sur la grille expérimentale qui est composée de 512×512 px, ce qui facilitera les comparaisons entre les topographies simulées et celles mesurées avec l'AFM. Via l'interpolation des observables et le choix de la discrétisation Q1, l'indice d'identifiabilité est surestimé de 1.1 à partir d'une topographie et de 3 à partir d'une courbe d'indentation. On peut ainsi prendre comme valeur indicative d'un conditionnement acceptable la valeur de 2.5.

Il est ainsi introduit dans ce chapitre l'ensemble des éléments nécessaires à l'identification des 10 paramètres plastiques de la loi de Méric-Cailletaud. La conception du modèle de l'expérience optimale, permettant une quantification fiable de ces paramètres, est abordée dans le prochain chapitre. Sur la base des outils présentés dans ce chapitre, la sélection de données dans la base expérimentale va être effectuée. L'un des points essentiels est de réussir à bien conditionner a priori le problème inverse à partir des données disponibles.

Chapitre 4

Design numérique et résultats d'identification

Dans ce dernier chapitre est présenté l'effet de l'écroissage latent sur les topographies résiduelles d'empreintes de nanoindentation Berkovich, pour des orientations caractéristiques et expérimentales. Par la suite, le design numérique de l'expérience optimale, guidée par l'identifiabilité, est présentée. À partir de l'expérience optimale établie, l'estimation des paramètres plastiques est effectuée, dont les coefficients d'interaction visés par ces travaux. Ceux-ci sont obtenus en utilisant la méthode FEMU présentée au chapitre précédent. Une incertitude sur les valeurs des coefficients identifiés est ensuite calculée. Finalement, les coefficients d'interaction obtenus sont comparés avec ceux issus dans la littérature.

Sommaire

4.1. Avant-propos.....	152
4.2. Effet de l'écroissage latent et de l'orientation relative pointe/cristal.....	153
4.2.1. Orientations caractéristiques.....	153
4.2.2. Orientations expérimentales.....	157
4.3. Conception de l'expérience optimale basée sur l'identifiabilité.....	163
4.3.1. Identifiabilité paramétrique.....	165
4.3.1.1. À partir d'une courbe d'indentation.....	165
4.3.1.2. À partir d'une topographie.....	166
4.3.2. Intérêt de combinaisons de données.....	171
4.3.2.1. Deux courbes d'indentation.....	171
4.3.2.2. Deux topographies.....	171
4.3.2.3. Une courbe d'indentation et une topographie.....	173
4.3.2.4. Trois topographies.....	174
4.3.2.5. Combinaisons de topographies tronquées.....	176
4.4. Résultats d'identification.....	180
4.4.1. Validation de la méthode d'identification sur des cas tests.....	182
4.4.1.1. Cas test 1 : mauvais conditionnement.....	182
4.4.1.2. Cas test 2 : combinaison de l'expérience optimale.....	188
4.4.2. Résultats d'identification.....	192
4.4.3. Comparaison des paramètres identifiés avec quelques valeurs de la littérature.....	206
4.5. Conclusions.....	208

4.1. Avant-propos

Ce chapitre débute par une comparaison entre des topographies expérimentales et simulées avec les différents points de départ établis au Chapitre 3. Les simulations présentées visent à mettre en évidence l'influence de l'écrouissage latent sur les topographies. L'écrouissage latent est piloté par les coefficients d'interaction $h_{i \neq 1}$. Pour rappel, les différents points de départ sont définis à partir de plusieurs matrices d'interaction issues de la littérature, et présentent un comportement macroscopique similaire en traction sur un polycristal. La comparaison des simulations permet également de vérifier si les paramètres disponibles dans la littérature permettent de reproduire les topographies expérimentales. Ces comparaisons sont menées pour des orientations caractéristiques de la littérature, puis pour les orientations expérimentales présentées au Chapitre 2.

Comme mentionné au Chapitre 3, utiliser l'ensemble des données expérimentales pour identifier les paramètres souhaités n'est pas une solution viable. L'objectif est de sélectionner, parmi ces données, celles qui sont les plus susceptibles de mener à un bon conditionnement du problème inverse, afin d'identifier des coefficients d'interaction. Cette démarche, appelée design numérique d'expériences, est décrite dans ce chapitre. Ce design est qualifié de numérique, car il s'appuie sur une approche numérique d'investigation guidée par l'identifiabilité a priori (avant FEMU). Il est contraint car il est limité à la base de données expérimentales du Chapitre 2.

Les travaux de Renner et al. (Renner et al., 2020) suggèrent que seule l'utilisation de topographies devrait être envisagée, car elles sont plus riches en informations que les courbes d'indentation. Leur travail montre également qu'une seule topographie n'est pas suffisante pour identifier l'ensemble des coefficients d'interaction. Dans leur étude, la jonction glissile n'est pas dissociée, les coefficients d'interaction sont au nombre de 6 et l'ensemble des paramètres plastiques au nombre de 9. Ils calculent un indice d'identifiabilité de l'ensemble des paramètres plastiques à partir d'une topographie, obtenue pour cristal orienté dans la direction $[101]$, avec un angle azimutal $\alpha^{[101]} = 74^\circ$, valant 3.5. Ils montrent qu'en rajoutant une topographie, obtenue pour un cristal orienté dans la direction $[001]$, avec un angle azimutal $\alpha^{[001]} = 77^\circ$, l'indice chute à 2.5. Cette diminution significative d'indice montre la complémentarité des deux topographies. Finalement, en ajoutant une topographie orientée dans la direction $[111]$, avec un angle azimutal $\alpha^{[111]} = 65^\circ$, l'indice diminue à 2.1. Cette étude montre qu'il est nécessaire d'utiliser au minimum deux topographies afin d'espérer identifier les paramètres plastiques de leur étude. Peut-on obtenir de tels résultats avec les orientations expérimentales de notre base de données, les points de départ construits et pour les 10 paramètres plastiques visés ?

4.2. Effet de l'écroissage latent et de l'orientation relative pointe/cristal

Cette partie présente les topographies résiduelles et courbes d'indentation obtenues pour les différents points de départ établis à la partie 3.4.4. Pour étudier l'influence de l'écroissage latent sur les observables, les résultats éléments finis sont présentés pour une même profondeur d'indentation $h_{max} = 1 \mu\text{m}$.

4.2.1. Orientations caractéristiques

Cinq orientations caractéristiques du cristal sont choisies pour les simulations :

- $[1\ 0\ 0]$, $[1\ 0\ 1]$ et $[1\ 1\ 1]$: ces trois orientations sont fréquemment utilisées dans la littérature (Alcala et al., 2008; Bagheripoor and Klassen, 2020; Casals et al., 2007; Chang, 2009; Ha et al., 2017).
- $[3\ 2\ 1]$ et $[11\ 5\ 1]$: la première orientation est située vers le centre de la figure des pôles inverses, elle fait disparaître les symétries dues à la structure CFC. La deuxième, comme introduit à la section 1.2.3 (Figure 1.6), est l'orientation pour laquelle le facteur de Schmid est maximal en traction.

Les topographies résiduelles et courbes d'indentation, pour ces cinq orientations, sont simulées pour les différents points de départ construits reportés à la section 3.4.4, avec un angle azimutal nul. À la Figure 4.1 sont indiqués pour chaque topographie :

- En haut à gauche : les points de départs utilisés. Pour rappel, $\{\theta_{Auto}\}$ exacerbe l'auto-écroissage. $\{\theta_{h_i=1}\}$ stipule l'écroissage latent équivalent à l'auto-écroissage. $\{\theta_{MC}\}$ est construit à partir des coefficients d'interaction de Méric-Cailletaud (Méric et al., 1994) obtenus pour du cuivre. $\{\theta_{MK}\}$ est construit à partir des coefficients d'interaction obtenus par Madec et Kubin (Madec and Kubin, 2017) pour du nickel.
- En haut à droite : les cubes illustrent l'orientation cristallographique. Ils sont construits à partir des vecteurs de la base du cristal.
- En bas à gauche : l'angle azimutal calculé comme expliqué à la partie 2.3.3.3 à partir de la projection de l'axe $\vec{X}_{Cristal}$ dans le plan indenté et l'axe \vec{X}_{Ansys} .
- Les vecteurs de la base du logiciel éléments finis sont représentés en blanc, avec l'axe \vec{X}_{Ansys} qui est confondu avec un des axes de symétrie de l'indenteur. Lorsque ceux-ci ne sont pas confondus avec le repère éléments finis, les projections dans le plan indenté des axes de la base du cristal sont représentées.
- Au centre : l'indenteur est représenté par une section de la pointe Berkovich à une hauteur égale à la profondeur résiduelle h_r .
- Le dernier élément présent sur ces topographies est une ligne blanche représentant le niveau zéro autour de l'indenteur.

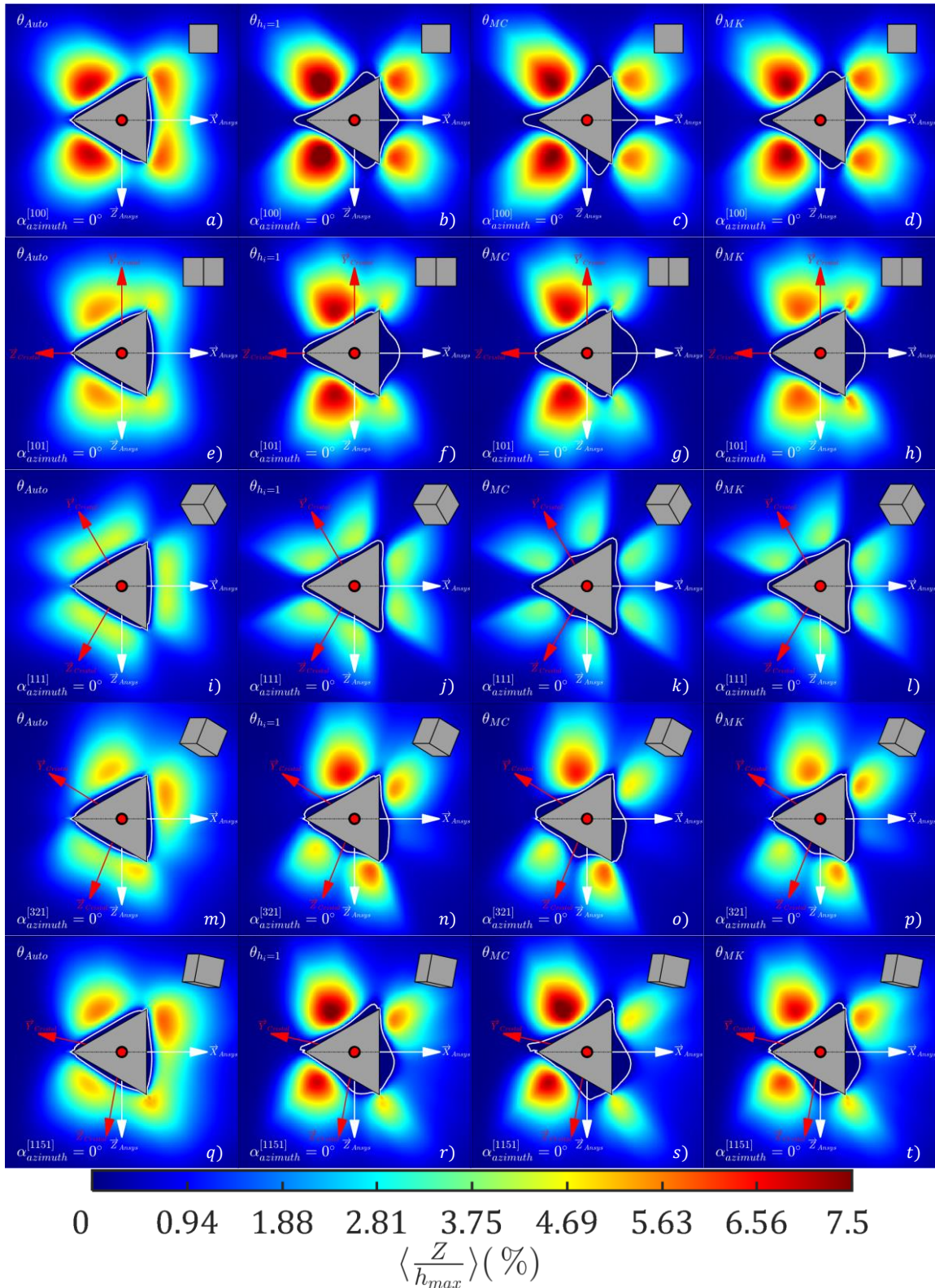


Figure 4.1 : Simulation de topographies résiduelles pour 5 orientations de $20 \times 20 \mu\text{m}^2$. Chaque ligne correspond à une orientation caractéristique, de haut en bas $[1\ 0\ 0]$, $[1\ 0\ 1]$, $[1\ 1\ 1]$, $[3\ 2\ 1]$ et $[1\ 1\ 5\ 1]$. Chaque colonne correspond à des topographies simulées avec les jeux de paramètres : $\{\theta_{Auto}\}$, $\{\theta_{h_i=1}\}$, $\{\theta_{MC}\}$ et $\{\theta_{MK}\}$. La profondeur maximale indentée est $1 \mu\text{m}$ pour toutes les topographies. Les projections dans le plan d'indentation des vecteurs de la base du cristal sont en rouge et ceux du repère éléments finis en blanc. L'angle azimutal est fixé à zéro, l'axe $\vec{X}_{Cristal}$ est confondu avec l'axe \vec{X}_{Ansys} .

Si tous les jeux de paramètres choisis génèrent le même comportement macroscopique en traction sur un polycristal, le comportement du monocristal en nanoindentation est quant à lui très différent. L'influence des coefficients d'interaction sur la topographie a déjà été mise en avant dans les travaux de Renner (Renner, 2016; Renner et al., 2016), via des « matériaux virtuels », que l'on peut qualifier d'académique, car exacerbant certaines interactions. Le jeu de paramètres $\{\theta_{Auto}\}$, qui prend en compte uniquement l'auto-écrouissage, est utilisé comme référence dans cette étude. Les autres matrices d'interaction des jeux de paramètres $\{\theta_{h_i=1}\}$, $\{\theta_{MC}\}$ et $\{\theta_{MK}\}$ utilisées sont issues de la littérature, et n'exacerbent pas d'interactions particulières. Comme on l'observe à la Figure 4.1, le constat reste néanmoins le même : les interactions jouent un rôle crucial dans les remontées de matière autour de l'indenteur.

La distinction la plus manifeste entre les topographies de la Figure 4.1 est entre celles obtenues avec le jeu de paramètres $\{\theta_{Auto}\}$ sans écrouissage latent (auto-écrouissage : absence d'interaction entre systèmes de glissement) et celles obtenues avec les autres jeux de paramètres qui possèdent un écrouissage latent. Lorsqu'il n'y a pas d'interaction entre les systèmes, les bourrelets s'étalent complètement autour de l'indenteur et il n'y a presque pas de zones autour sans remontée de matière. Cela se vérifie particulièrement pour la topographie obtenue avec le cristal orienté dans la direction $[1\ 1\ 1]$ et le jeu de paramètres $\{\theta_{Auto}\}$, qui est d'ailleurs très similaire à une topographie obtenue sur un matériau considéré isotrope. L'effet principal de l'écrouissage latent observé est de contraindre le déplacement du cristal et de concentrer la matière autour la pointe Berkovich dans des zones bien définies.

La ligne du niveau zéro autour de l'indenteur est un autre point notable de distinction entre les topographies. Pour l'ensemble des topographies obtenues avec le jeu de paramètres $\{\theta_{Auto}\}$, le niveau zéro épouse la forme de l'indenteur, comme pour un comportement isotrope. Ce n'est pas le cas lorsque l'écrouissage latent est pris en compte, quelle que soit la définition de la matrice d'interaction.

L'orientation $[1\ 1\ 1]$ exhibe tout particulièrement le pilotage des topographies résiduelles par l'écrouissage latent. Tout d'abord pour cette orientation particulière, avec un angle azimutal nul, les lignes de glissement présentent une symétrie d'ordre 6 (Renner, 2016), tout comme l'indenteur. Les faces de l'indenteur correspondent ainsi à des directions de glissement. Lorsqu'il n'y a pas d'écrouissage latent (Figure 4.1 *i*)), on observe que la topographie possède 3 bourrelets. Celle obtenue avec les interactions égales (Figure 4.1 *j*)) possède toujours 3 bourrelets, mais la forme de ceux-ci a changé. La topographie obtenue avec le jeu de paramètres $\{\theta_{MC}\}$ (Figure 4.1 *k*)) comporte une déconvolue les 3 bourrelets en 6. Contrairement aux deux topographies des Figure 4.1 *i*) et *j*), les topographie aux Figure 4.1 *k*) et *l*) possèdent une ouverture aux cœurs des empreintes dans les directions $[1\ 0\ 0]$, $[0\ 1\ 0]$ et $[0\ 0\ 1]$ du cristal. La déconvolution des 3 bourrelets en 6 est également présente sur la Figure 4.1 *l*), mais celle-ci est moins marquée que sur la Figure 4.1 *k*).

Pour les orientations $[3\ 2\ 1]$ et $[11\ 5\ 1]$ (Figure 4.1 *r*) à *t*) et *n*) à *p*)), l'influence des interactions est plus localisée des interactions. Les bourrelets subissent de légers

changements de forme. Pour l'orientation $[1\ 0\ 0]$ (Figure 4.1 *b*) à *d*)), la forme des quatre bourrelets est légèrement impactée.

La Figure 4.2 représente les courbes d'indentation correspondant aux topographies illustrées à la Figure 4.1.

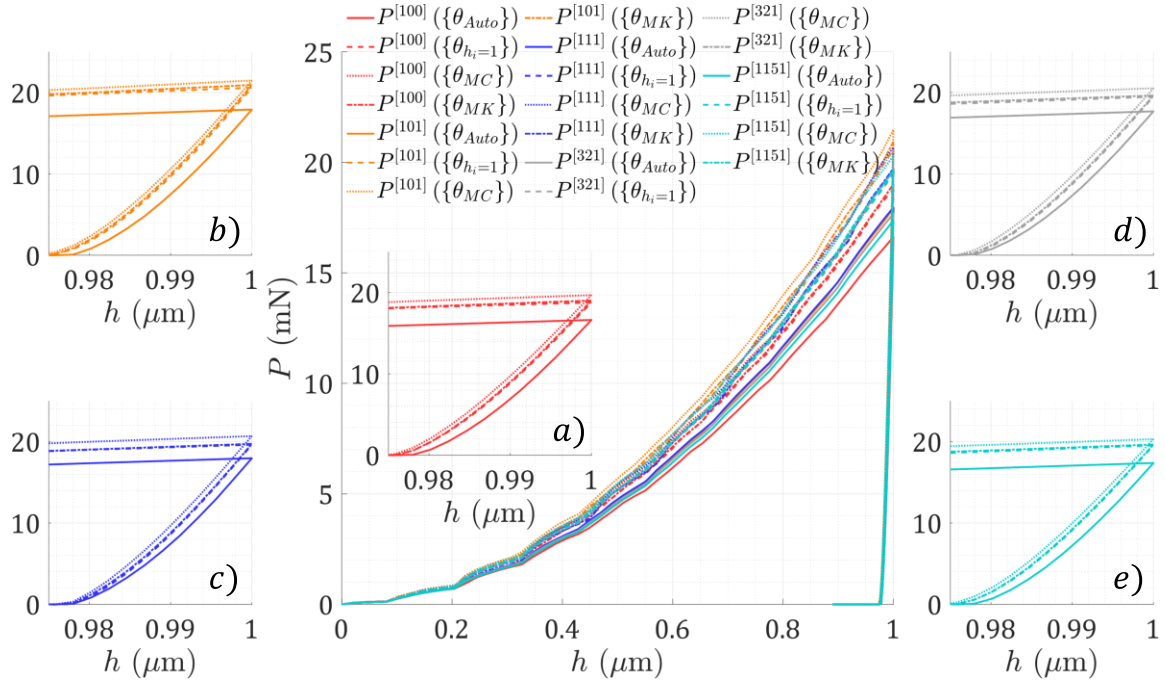


Figure 4.2 : Courbes d'indentation simulées pour 5 orientations caractéristiques : $[1\ 0\ 0]$, $[1\ 0\ 1]$, $[1\ 1\ 1]$, $[3\ 2\ 1]$ et $[11\ 5\ 1]$. Les décharges pour les différentes orientations sont représentées sur les figures *a*) à *e*) respectivement. Chaque orientation est simulée avec les jeux de paramètres : $\{\theta_{Auto}\}$, $\{\theta_{h_i=1}\}$, $\{\theta_{MC}\}$ et $\{\theta_{MK}\}$ obtenus par recalage. La profondeur maximale indentée est $1\ \mu\text{m}$ pour toutes les courbes d'indentation.

Pour toutes les orientations caractéristiques, les courbes d'indentation obtenues avec le jeu de paramètres $\{\theta_{Auto}\}$ nécessite moins de force pour que l'indenteur atteigne la profondeur maximale. D'une manière générale, l'écroissage latent durcit le matériau. Le jeu de paramètres $\{\theta_{MC}\}$ correspond à la réponse la plus dure du matériau. Les courbes d'indentations simulées avec les jeux de paramètres $\{\theta_{h_i=1}\}$ et $\{\theta_{MK}\}$ sont très proches pour toutes les orientations caractéristiques, alors que les topographies simulées diffèrent.

Cette confrontation des différents points de départ construits, via une comparaison de cinq orientations caractéristiques couramment utilisées dans la littérature, permet de mettre en avant l'importance de l'écroissage latent dans les empreintes résiduelles et les courbes de nanoindentation Berkovich. L'écroissage latent influence les courbes d'indentation : s'il n'est pas défini, la réponse du matériau est moins dure. Lorsque l'écroissage latent est introduit, les coefficients d'interaction influencent peu les courbes d'indentation, par comparaison avec les topographies correspondantes. Sur les topographies l'écroissage latent, en plus de contraindre l'écoulement de la matière autour de l'indenteur, éloigne la matière du cœur de l'empreinte. Cela mène à la formation de creux qui se propagent du cœur de

l'empreinte, se développant entre les bourrelets, creux que l'on appelle « bras de rosettes ».

La prochaine section compare les simulations de topographies, pour les différents points de départ, avec celles obtenues expérimentalement et présentées au Chapitre 2.

4.2.2. Orientations expérimentales

Les topographies obtenues avec les orientations expérimentales sont présentées :

- Figure 4.3 pour les grains n°1, n°3, n°6 et n°7,
- Figure 4.4 pour les grains n°8, n°9, n°11 et n°15,
- Figure 4.5 les grains n°16, n°17 et n°18.

Le cube en haut à droite illustre également l'orientation cristallographique, de la même manière que ceux sur les cartographies EBSD (Figure 2.4). Les topographies numériques sont obtenues par indentation à 1 μm de profondeur maximale. Les topographies expérimentales sont obtenues à 900 nm. Le cube et l'indenteur représentés sur les topographies sont dimensionnés en fonction de la profondeur d'indentation, ce qui explique qu'ils sont plus petits sur les topographies expérimentales. Les topographies étant normalisées par la profondeur maximale, celles-ci peuvent être comparées.

Dans un premier temps, on remarque que les topographies avec uniquement l'auto-écrouissage ne permettent pas d'obtenir des bourrelets similaires aux bourrelets expérimentaux. Les bourrelets expérimentaux sont beaucoup plus confinés. Lorsque les topographies sont simulées avec prise en compte de l'écrouissage latent, elles correspondent globalement mieux aux topographies expérimentales. Le niveau zéro, également représenté sur les topographies expérimentales, est également moins bien représenté dans les topographies comportant uniquement de l'auto-écrouissage. On a déjà observé dans la section précédente pour les orientations caractéristiques que l'écrouissage latent joue un rôle prépondérant dans la description des topographies. Les Figure 4.3 à Figure 4.5 montrent que la prise en compte de ce type d'écrouissage est nécessaire pour un modèle prédictif.

Dans un second temps, on remarque que lorsque l'écrouissage latent est pris en compte, l'écart entre simulation et expérience est diminué mais reste néanmoins insatisfaisant. Les topographies numériques qui correspondent le plus aux topographies expérimentales sont celles des grains n°1, n°8, n°9, n°11 et n°15. Le nombre de bourrelets, leur position autour de l'indenteur et la ligne du niveau zéro sont en adéquation. Les autres topographies sont plus éloignées de l'expérimental. Pour les grains n°3 et n°18, la répartition des bourrelets et le nombre de bourrelets s'apparentent à l'expérience. La hauteur relative entre les bourrelets ne correspond néanmoins pas. Pour ces deux topographies, deux bourrelets sur quatre doivent être inversés dans leurs hauteurs relatives.

Effet de l'écroissage latent et de l'orientation relative pointe/cristal

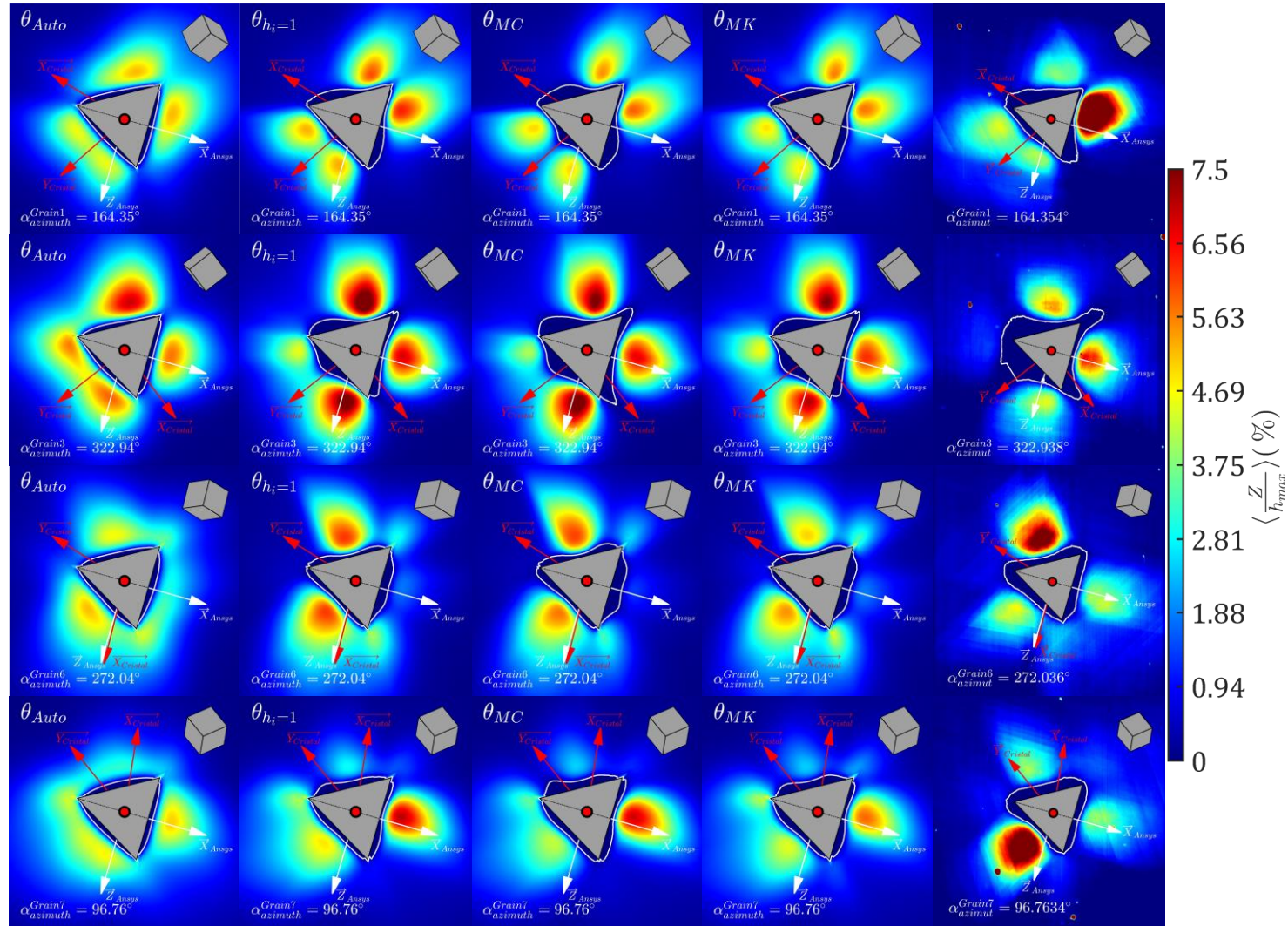


Figure 4.3 : Topographies résiduelles simulées avec les différents jeux de paramètres pour les grains n°1, n°3, n°6 et n°7 (lignes). Les jeux de paramètres utilisés sont de gauche à droite $\{\theta_{Auto}\}$, $\{\theta_{h_i=1}\}$, $\{\theta_{MC}\}$ et $\{\theta_{MK}\}$, hormis pour les topographies expérimentales (dernière colonne). En rouge sont représentées les projections dans le plan indenté des vecteurs de la base du cristal et en blanc celles du repère éléments finis. L'angle azimutal, calculé entre la projection de l'axe $\vec{X}_{Cristal}$ et l'axe \vec{X}_{Ansys} du repère éléments finis, est reporté en bas à gauche des images. Sont également reportés sur les images les cubes représentant l'orientation cristallographique, la surface projetée de l'indenteur (calculée à profondeur résiduelle) et la ligne du niveau au cœur des empreintes.

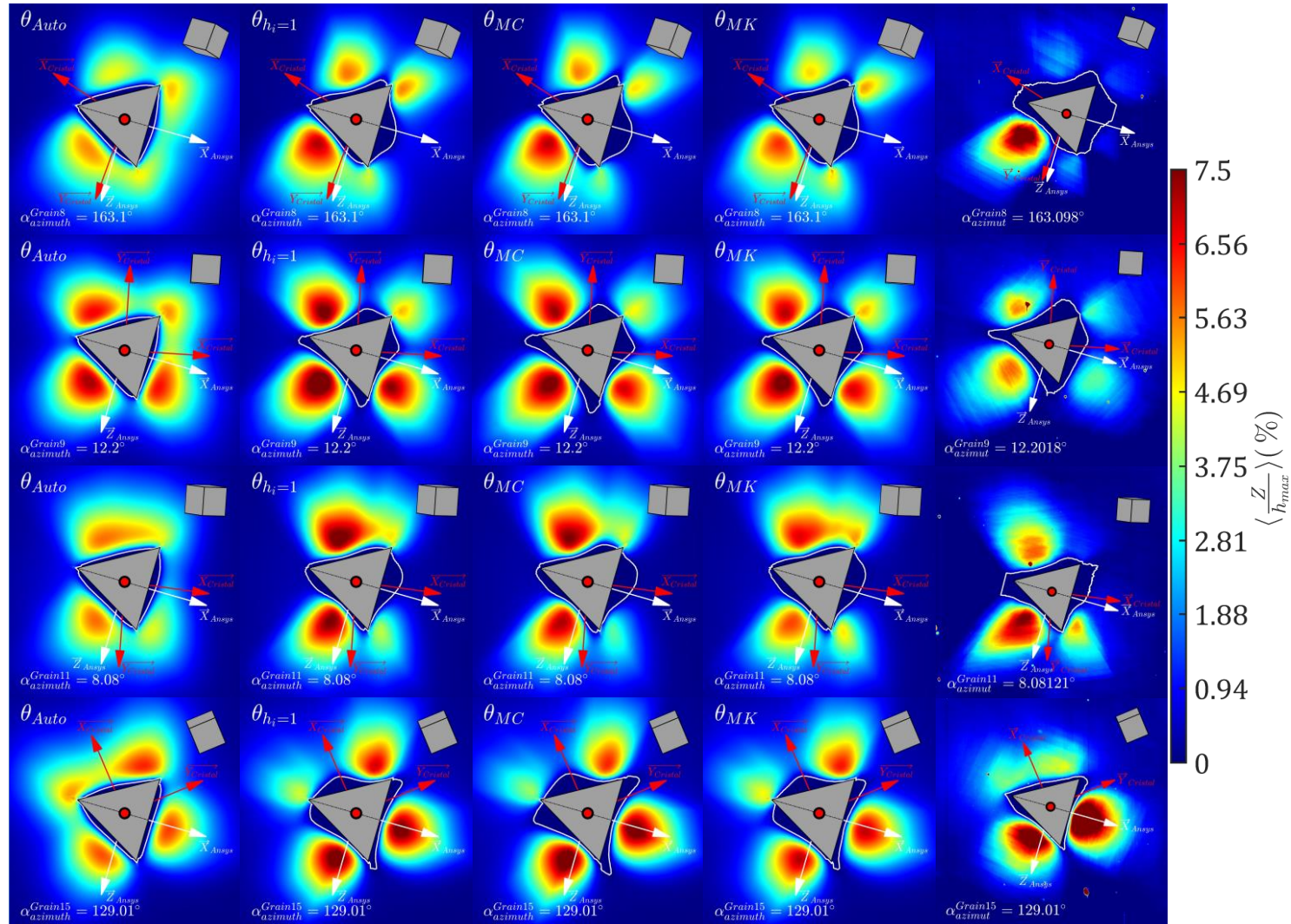


Figure 4.4 : Topographies résiduelles simulées avec les différents jeux de paramètres pour les grains n°8, n°9, n°11 et n°15 (lignes). Les jeux de paramètres utilisés sont de gauche à droite $\{\theta_{Auto}\}$, $\{\theta_{h_i=1}\}$, $\{\theta_{MC}\}$ et $\{\theta_{MK}\}$, hormis pour les topographies expérimentales (dernière colonne). En rouge sont représentées les projections dans le plan indenté des vecteurs de la base du cristal et en blanc celles du repère éléments finis. L'angle azimutal, calculé entre la projection de l'axe $\vec{X}_{Crystal}$ et l'axe \vec{X}_{Ansys} du repère éléments finis, est reporté en bas à gauche des images. Sont également reportés sur les images les cubes représentant l'orientation cristallographique, la surface projetée de l'indenteur (calculée à profondeur résiduelle) et la ligne du niveau au cœur des empreintes.

Effet de l'écroutissage latent et de l'orientation relative pointe/cristal

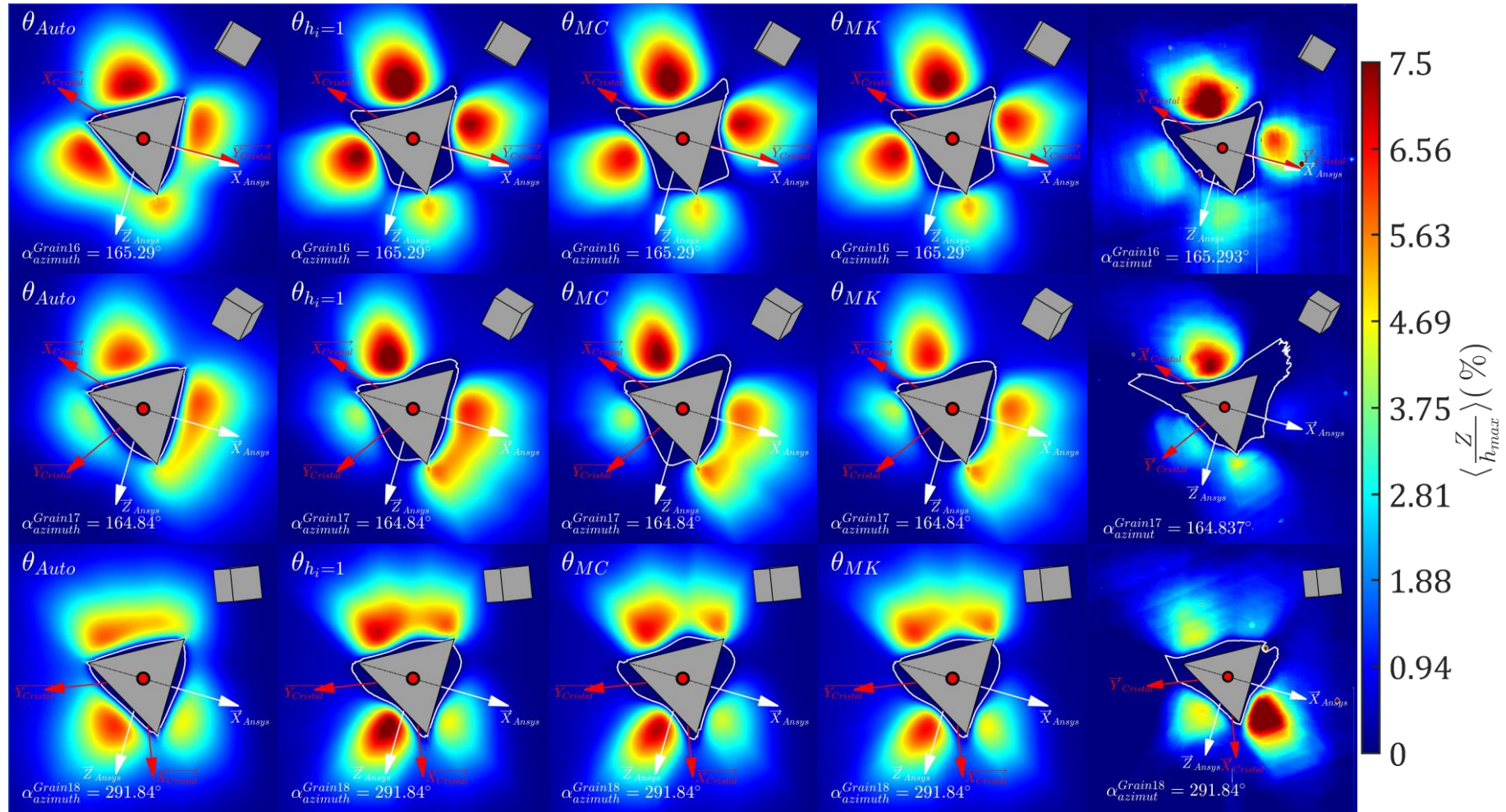


Figure 4.5 : Topographies résiduelles simulées avec les différents jeux de paramètres pour les grains n°16, n°17 et n°18 (lignes). Les jeux de paramètres utilisés sont de gauche à droite $\{\theta_{Auto}\}$, $\{\theta_{h_i=1}\}$, $\{\theta_{MC}\}$ et $\{\theta_{MK}\}$, hormis pour les topographies expérimentales (dernière colonne). En rouge sont représentées les projections dans le plan indenté des vecteurs de la base du cristal et en blanc celles du repère éléments finis. L'angle azimutal, calculé entre la projection de l'axe $\vec{X}_{Cristal}$ et l'axe \vec{X}_{Ansys} du repère éléments finis, est reporté en bas à gauche des images. Sont également reportés sur les images les cubes représentant l'orientation cristallographique, la surface projetée de l'indenteur (calculée à profondeur résiduelle) et la ligne du niveau au cœur des empreintes.

Pour les grains n°6, n°7 et n°17, la correspondance des topographies est moindre. La pondération des hauteurs relatives entre les bourrelets ne correspond pas à celle expérimentale. Pour le grain n°17, le bourrelet en bas à droite doit être dissocié en deux bourrelets pour correspondre à l'expérience. Comme on l'a montré plus tôt pour les orientations caractéristiques à la Figure 4.1 pour l'orientation $[1\ 1\ 1]$, la définition de la matrice d'interaction permet de dissocier des bourrelets. Ainsi, même s'il existe des écarts concernant la pondération des bourrelets, leur hauteur relative et même leur nombre, il est raisonnable de supposer que la définition de la matrice d'interaction, qui pilote justement ces aspects de la topographie, pourra potentiellement les corriger.

La définition de la matrice d'interaction est certainement une des causes expliquant ces écarts entre simulation et expérience, mais ce n'est probablement pas la seule. L'ensemble des méconnaissances expérimentales introduites aux Chapitre 2 jouent un rôle dans les écarts observés entre simulations et expériences : le niveau zéro, l'inclinaison du plan moyen de la topographie, l'utilisation de l'orientation moyenne, la variation de la densité de dislocation initiale et l'effet d'échelle impactent également la formation de l'empreinte, tout comme les coefficients d'interaction.

Les courbes d'indentation obtenues sur l'ensemble des grains, pour les quatre jeux de paramètres, sont représentées à la Figure 4.6.

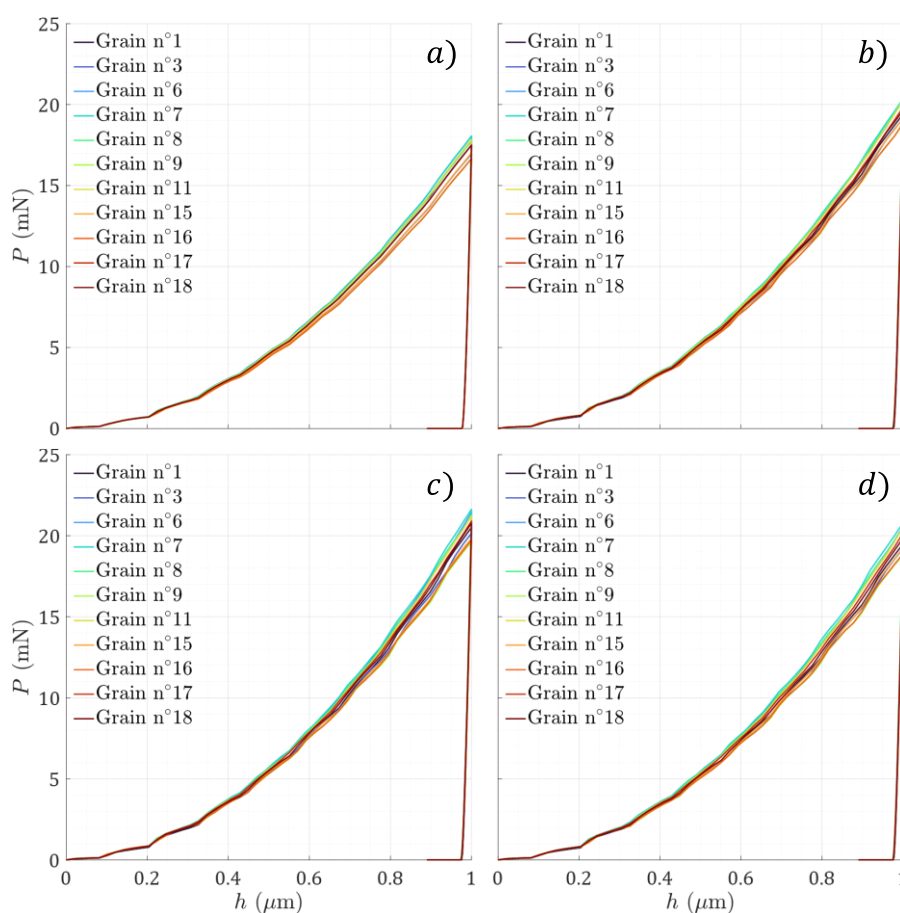


Figure 4.6 : Courbes d'indentation brutes pour les jeux de paramètres $\{\theta_{Auto}\}$, $\{\theta_{n_i=1}\}$, $\{\theta_{MC}\}$ et $\{\theta_{MK}\}$ respectivement de a) à d) pour l'ensemble de grains de l'étude. Ces courbes d'indentation correspondent aux topographies des Figure 4.3 à Figure 4.5.

Comme pour les orientations caractéristiques, ce sont les courbes d'indentation simulées avec le jeu de paramètres $\{\theta_{Auto}\}$ qui sont les moins dures pour l'ensemble des orientation expérimentales.

Deux conclusions émergent de ces comparaison présentées à la présente section et à la précédente. La première est que la prise en compte de l'écroissage latent durcit la réponse du matériau mesurée via les courbes d'indentation. La deuxième, observée sur les topographies, est que l'écroissage latent contraint le déplacement du cristal et déplace la matière autour la pointe Berkovich dans des zones bien définies, qui dépendent de l'orientation pointe/cristal et des coefficients d'interaction entre les systèmes de glissement : les bourrelets et bras de rosette.

Au Chapitre 3 nous avons souligné la nécessité de sélectionner, parmi les données expérimentales, celles qui permettent un conditionnement optimal du problème inverse. Deux raisons principales ont été avancées : les temps de calcul et la richesse de l'information. La deuxième raison est fondamentale, car, comme discuté dans la deuxième partie de l'avant-propos 3.1.2 du Chapitre 3, les informations contenues dans les données ne sont pas toujours complémentaires.

La démarche pour la construction du design numérique à partir de l'expérience, guidée par l'indice d'identifiabilité, est présentée à la section suivante.

4.3. Conception de l'expérience optimale basée sur l'identifiabilité

Dans cette partie est introduite la conception de l'expérience optimale, basée sur l'identifiabilité des paramètres plastique à partir des différents observables issus des essais de nanoindentation Berkovich. Cette conception consiste à explorer numériquement une base de données afin de sélectionner, à partir de critères propres à l'étude, les plus pertinentes d'entre elles pour mener à bien ladite étude. L'objectif est de concevoir l'expérience optimale, c'est-à-dire celle qui permet de poser au mieux le problème inverse à partir des données expérimentales disponibles. Notre base de données est constituée de courbes d'indentation Berkovich et d'empreintes résiduelles obtenues après nanoindentation, présentées dans la section 2.3.3 et en annexe A.3. Afin de guider la sélection des données les plus pertinentes, nous utilisons l'indice d'identifiabilité introduit précédemment à la section 3.3.2. Il est nécessaire, d'avoir recours ici à une telle méthodologie pour deux raisons principales :

- La première est le temps de calcul : une seule itération de l'algorithme de minimisation de la fonction coût (Levenberg-Marquardt modifié) prendrait environ une trentaine de jours en utilisant les 11 topographies et courbes d'indentation de notre base de données. Limiter le nombre de topographies à utiliser pour l'identification est donc essentiel. Une topographie ajoutée au processus d'identification rajoute environ 3 jours de calculs pour chaque itération de l'algorithme.
- La seconde, plus fondamentale, porte sur le conditionnement du problème inverse, qui n'est pas nécessairement amélioré par l'ajout d'information. C'est l'aspect le plus important du design numérique de cette étude, qui est basé sur la richesse de l'information utilisée.

L'objectif est le suivant : sélectionner à partir de la base de données expérimentales le meilleur compromis entre richesse de l'information, complémentarité de l'information et temps de calcul. Pour ce faire, une exploration de la base de données est réalisée, avec l'identifiabilité comme outil pour guider le choix des meilleures combinaisons de données. Nous n'avons eu le temps d'exploiter qu'un seul point de départ lors de cette thèse. Le choix s'est porté sur le jeu de paramètres $\{\theta_{MK}\}$ comme point de départ, car les coefficients sont estimés pour le nickel. La base de données est constituée des courbes d'indentation et des topographies résiduelles simulées pour les différentes orientations expérimentales (présentées à la Figure 4.7 pour le jeu de paramètres $\{\theta_{MK}\}$). L'intégralité de l'étude présentée dans cette section pourrait naturellement être reconduite pour tous les points de départ construits à la section 3.4.4.

Les simulations sont obtenues avec le modèle éléments finis introduit à la section 3.5, avec la discrétisation Q1. Les données simulées présentées à la Figure 4.7 sont post-traitées comme abordé dans la section 3.5.2. Ces résultats de simulation montrent une grande disparité des topographies résiduelles, alors que les courbes d'indentation sont similaires.

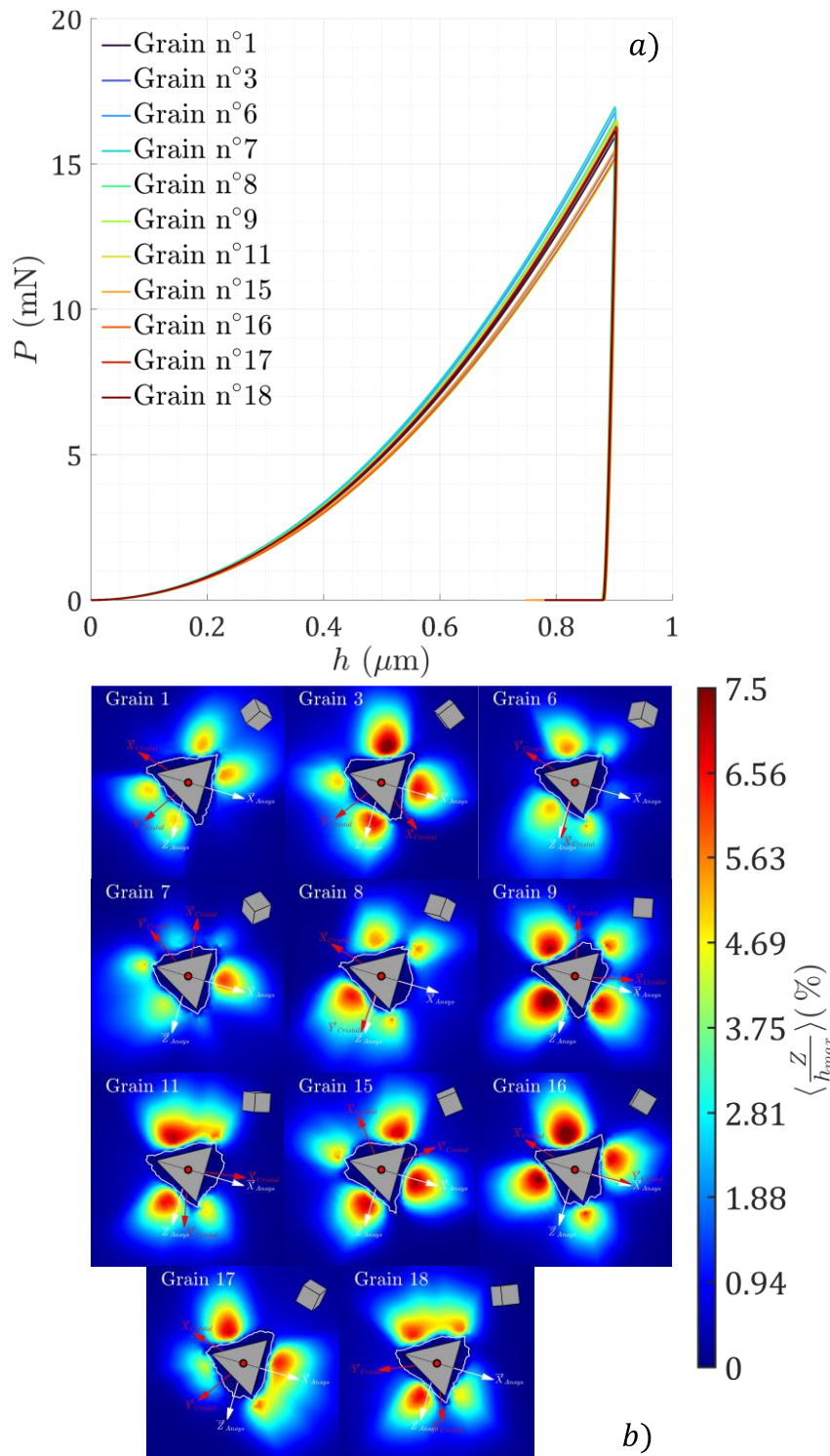


Figure 4.7 : Observables simulés par nanoindentation avec le modèle éléments finis muni Q1 et le jeu de paramètres $\{\theta_{MK}\}$. En a) les courbes d'indentation interpolées. En b) les topographies résiduelles. Les topographies sont pondérées par la profondeur maximale. Uniquement la partie au-dessus du niveau zéro des topographies est imagée.

Dans cette partie seront tout d'abord introduits les indices d'identifiabilité obtenus à partir de chaque topographie et de chaque courbe d'indentation. Nous présenterons ensuite les combinaisons de données. Nous établirons finalement, à l'aide de l'indice

l'identifiabilité, une combinaison optimale de données d'essais à utiliser pour bien conditionner le problème inverse d'identification paramétrique.

4.3.1. Identifiabilité paramétrique

Le choix des données d'indentation est basé sur l'identifiabilité des paramètres recherchés. Nous étudierons dans cette section l'identifiabilité paramétrique à partir des topographies et courbes d'indentation simulées de chaque grain de la base de données.

4.3.1.1. À partir d'une courbe d'indentation

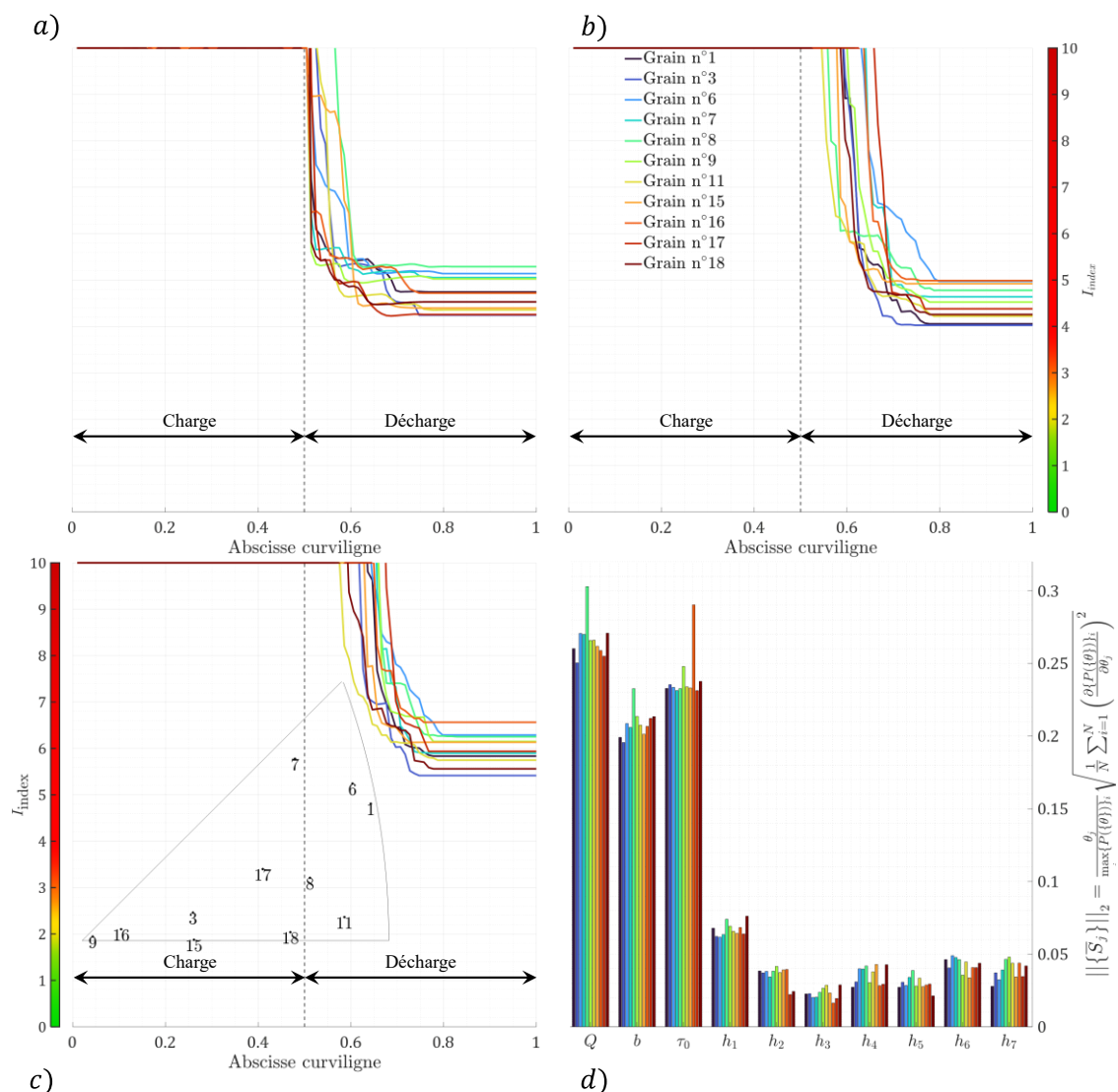


Figure 4.8 : Indices d'identifiabilité des paramètres plastiques à partir des courbes d'indentation simulées avec les orientations expérimentales de a) à c). a) des 3 paramètres d'écroutissage Q , b et τ_0 . b) des 7 coefficients d'interaction. c) des 10 paramètres plastiques. La figure des pôles inverses des orientations moyennes des grains est ajoutée. d) sensibilités des courbes d'indentation aux paramètres. Le maximum de l'échelle est limité à 10 pour une meilleure visualisation de l'évolution de l'indice.

Les résultats des analyses d'identifiabilité et de sensibilité sont reportées à la Figure 4.8 pour n-uplets de paramètres.

Pour rappel, l'expression de l'indice d'identifiabilité est reportée l'équation (3.14). Le premier triplet est composé des 3 paramètres d'érouissages $\{Q, b, \tau_0\}$, dont les résultats d'identifiabilité sont reportés sur la Figure 4.8 a). Le deuxième septuplet est composé des 7 coefficients d'interaction $\{h_{i=\{1,\dots,7\}}\}$, dont les résultats d'identifiabilité sont reportés à la Figure 4.8 b). Enfin les résultats d'identifiabilité de l'ensemble des 10 paramètres plastiques $\{\theta_{MK}\}$ sont reportés à la Figure 4.8 c). Une analyse de sensibilité des courbes d'indentation aux paramètres est reportée à la Figure 4.8 d).

Tout d'abord, concernant les indices d'identifiabilité des courbes d'indentation aux trois n-uplets de paramètres étudiés, ils sont supérieurs à 4, indiquant qu'une seule courbe d'indentation ne peut être envisagée pour identifier les n-uplets étudiés. On voit que l'utilisation d'une seule courbe d'indentation est insuffisante pour identifier les n-uplets de paramètres plastiques étudiés, même le simple triplet $\{Q, b, \tau_0\}$, confortant ainsi les travaux de la littérature (Bolzon et al., 2004; Nguyen et al., 2022; Renner et al., 2020). Comme discuté en détail à la section 3.5.2.3, une décorrélation entre la phase de charge et de décharge explique la diminution de l'indice uniquement à la décharge. D'après les valeurs des sensibilités à la Figure 4.8 d), les trois paramètres les plus influents sont les paramètres $\{Q, b, \tau_0\}$, et ce quel que soit le grain étudié. Par ailleurs, l'auto-érouissage h_1 est le coefficient d'interaction le plus influent pour toutes les orientations.

Une courbe d'indentation ne permet pas de bien poser le problème inverse, peu importe les n-uplets de paramètres étudiés. Uniquement des couples de paramètres peuvent être identifiés à partir de la courbe d'indentation (Renner et al., 2020). L'analyse d'identifiabilité paramétrique est reconduite dans la prochaine section à partir des topographies simulées de chaque grain.

4.3.1.2. À partir d'une topographie

L'analyse d'identifiabilité paramétrique de cette partie porte sur l'intérêt des topographies résiduelles simulées avec les orientations expérimentales. Ces résultats sont reportés à la Figure 4.9.

Pour rappel, l'étude d'identifiabilité est effectuée à partir de topographies pondérées (équation (3.30)). Un profil de l'empreinte pondéré est illustré à la Figure 3.17. Pour tracer l'évolution de l'indice, il est utilisé une abscisse curviligne illustrée à la Figure 3.16 a), ainsi qu'un patch qui masque le cœur de l'empreinte. L'abscisse curviligne est rapportée dans l'intervalle $[0 ; 1]$: 0 correspond au point D, environ 0.2 correspond au point A et 1 au point B de la Figure 3.16 a).

Les indices d'identifiabilité obtenus pour les 3 paramètres d'érouissages $\{Q, b, \tau_0\}$ sont reportés à la Figure 4.9 a), pour les 7 coefficients d'interaction à la Figure 4.9 b) et pour les 10 paramètres plastiques de l'étude à la Figure 4.9 c). La sensibilité des topographies résiduelles aux paramètres est reportée à la Figure 4.9 d). Pour les trois n-uplets de paramètres étudiés, on parvient à trouver des topographies qui

permettent d'obtenir des indices d'identifiabilité I pour tous les paramètres plastique inférieurs à 3. Les résultats sont nettement meilleurs que ceux obtenus en utilisant les courbes d'indentation.

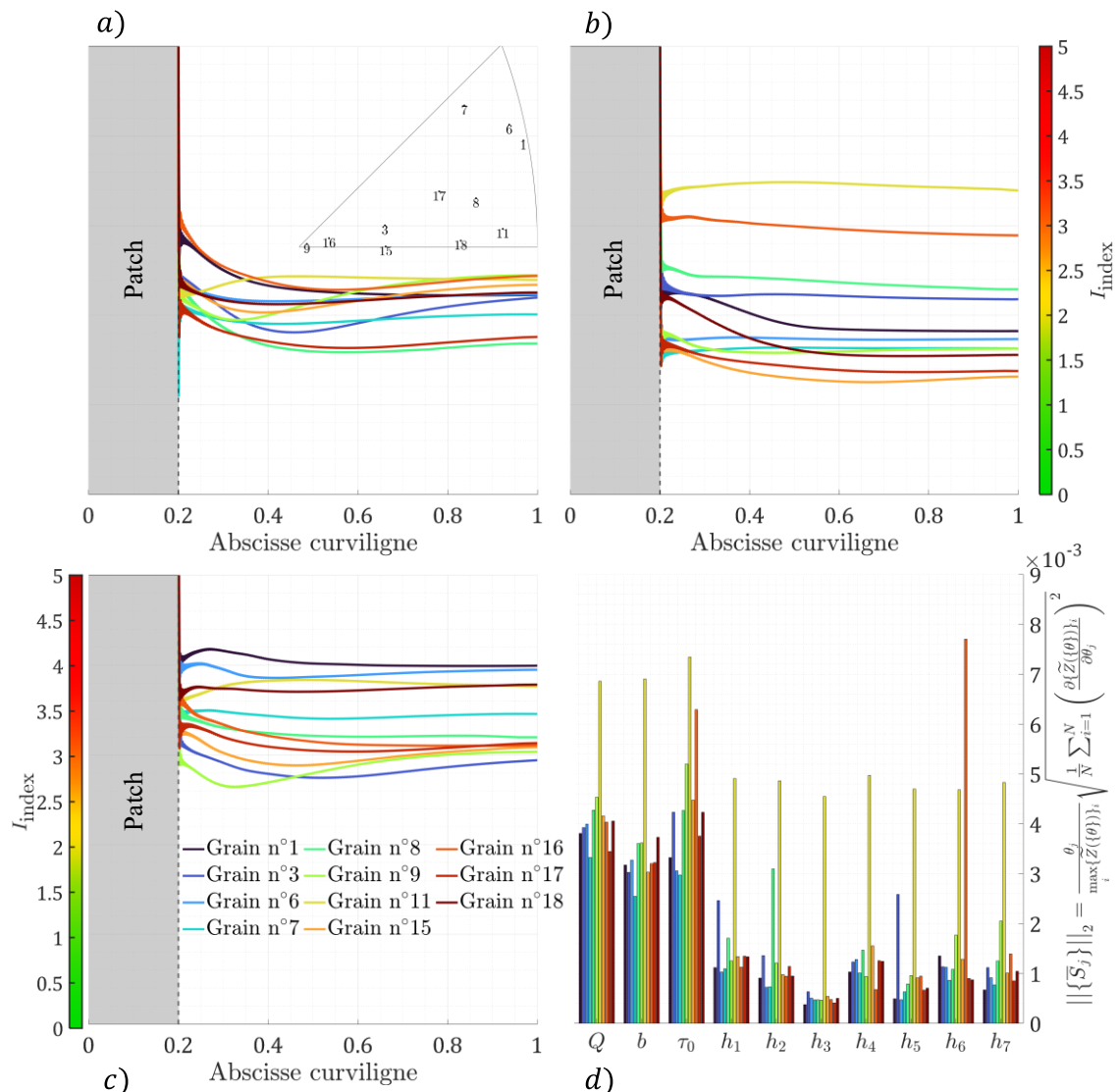


Figure 4.9 : Indices d'identifiabilité des paramètres plastiques à partir des topographies simulées avec les orientations expérimentales de *a)* à *c)*. *a)* des 3 paramètres d'érouissage Q , b et τ_0 . La figure des pôles inverses avec les orientations moyennes des différents grains est ajoutée. *b)* des 7 coefficients d'interaction. *c)* des 10 paramètres plastiques. *d)* sensibilités des topographies aux paramètres.

La Figure 4.9 *d)* ne laisse pas transparaître d'influence particulière des coefficients d'interaction sur les topographies, hormis deux cas : les grains n°16 et n°11. Pour le grain n°16, on observe que la sensibilité du coefficient d'interaction h_4 est supérieure à celles des paramètres (Q , b , τ_0). La sensibilité de la topographie du grain n°11 est plus importante que celles des autres grains. L'indice d'identifiabilité des coefficients d'interaction à partir de la topographie de ce grain (Figure 4.9 *b)*) est néanmoins le plus élevé, et parmi les plus élevés pour les 10 paramètres plastiques (Figure 4.9 *c)*). Ceci peut s'expliquer par une forte colinéarité entre les sensibilités. C'est un exemple

où la forte sensibilité des topographies aux paramètres n'implique pas l'identifiabilité de ceux-ci à partir de ces mêmes topographies. Le même constat est reconduit pour le grain n°16 pour les coefficients d'interaction. À noter que le rapport de la moyenne des normes des sensibilités (pour les différents grains) de la courbe d'indentation au paramètre Q et celle au paramètre h_1 est d'environ 4. Pour les topographies, le rapport est d'environ 2.5. Par rapport au triplet $\{Q, b, \tau_0\}$ de l'écroissage, les topographies sont plus sensibles aux coefficients d'interaction que les courbes d'indentation.

Pour le triplet de paramètres $\{Q, b, \tau_0\}$, l'ensemble des indices I est inférieur à 2.5. Pour les grains n°8 et n°17, les indices valent 1.7 et 1.8 respectivement. Ainsi, à partir d'une de ces deux topographies, le bon conditionnement du problème inverse est assuré. On observe que l'indice décroît lors de la lecture entière de la topographie du grain n°16. Pour les autres topographies, l'indice a tendance à diminuer au début, lors de la lecture des bourrelets, puis à augmenter à la fin de la lecture de la topographie. Comme le grain n°9, dont la valeur de l'indice diminue jusqu'à une valeur d'environ 1.95, puis augmente jusqu'à sa valeur finale qui est 2.45. La lecture des bords de l'empreinte fait donc augmenter l'indice, certainement à cause de la dilution de l'information contenue dans les bourrelets proches du cœur de l'empreinte dans celle, peu intéressante, contenue dans le bord de la topographie.

Pour les 7 coefficients d'interaction, les indices I varient entre 1.3 et 3.5. Ces résultats montrent une grande disparité de l'information contenue dans les différentes topographies. 7 topographies sur 11 génèrent un indice d'identifiabilité inférieur à 2, montrant la possibilité d'identifier les interactions entre les systèmes de glissement à partir d'une seule topographie, si toutefois le triplet de paramètres $\{Q, b, \tau_0\}$ est connu.

Ainsi une seule topographie est nécessaire pour identifier le triplet de paramètres (Q, b, τ_0) ou le septuplet des coefficients d'interaction h_i . La difficulté réside dans l'identification des 10 paramètres simultanément car dans ce cas, l'indice est au minimum de 2.94.

À la Figure 4.9 a) est également représentée la figure des pôles inverses sur laquelle sont reportées les orientations moyennes des différents grains. Les topographies permettant d'identifier les paramètres d'écroissage, celles des grains n°7, n°8 et n°17, sont associées à des orientations qui sont éloignées dans la figure des pôles inverses (Figure 4.9 a)). Pour les topographies permettant l'identification des 7 coefficients d'interaction (les topographies des grains n°1, n°3, n°7, n°9, n°15, n°17 et n°18), les orientations des grains sont réparties sur l'ensemble de la figure inverse des pôles. Aucun groupe d'orientations ne semble particulièrement favoriser l'identification des 7 coefficients d'interaction.

On peut également s'interroger quant à la forme de la topographie. L'identifiabilité paramétrique est-elle liée à celle-ci ? Les topographies numériques des grains n°11, n°17 et n°18 illustrées à la Figure 4.7 sont qualitativement proches. Elles semblent être obtenues par rotation de l'image autour de l'axe d'indentation. Malgré cette similitude apparente, l'informations disponible pour l'identification est totalement

différente. En effet, les indices d'identifiabilité des 7 coefficients d'interaction sont 3.4, 1.38 et 1.56 respectivement.

L'indice d'identifiabilité obtenu est ainsi difficile à prévoir en amont, par simple observation des symétries ou similitudes présentées par des topographies. Les travaux des auteurs (Bourceret et al., 2021) ont montré que l'angle azimutal influence également l'indice d'identifiabilité, pour une orientation cristallographique fixée. Dans cette communication, pour une orientation cristallographique $[1\ 0\ 0]$ donnée, trois angles azimutaux ont été investigués : $\alpha_{azimut}^{[1\ 0\ 0]} = \{0^\circ; 7.5^\circ; 15^\circ\}$. Il en résulte que désaxer les symétries de l'indenteur par rapport à celles du cristal améliore l'identifiabilité paramétrique. Dans cette thèse, l'angle azimutal est fixé expérimentalement, cet aspect n'est donc pas investigué. Une étude plus poussée pour déterminer un lien entre indice d'identifiabilité, angle azimutal et orientation cristallographique serait très intéressante. Un design numérique des expériences à réaliser, piloté par l'identifiabilité, pourrait ainsi être établi en amont des essais, et permettrait de guider le choix de l'orientation cristallographique ainsi que l'angle azimutal à utiliser pour la campagne expérimentale.

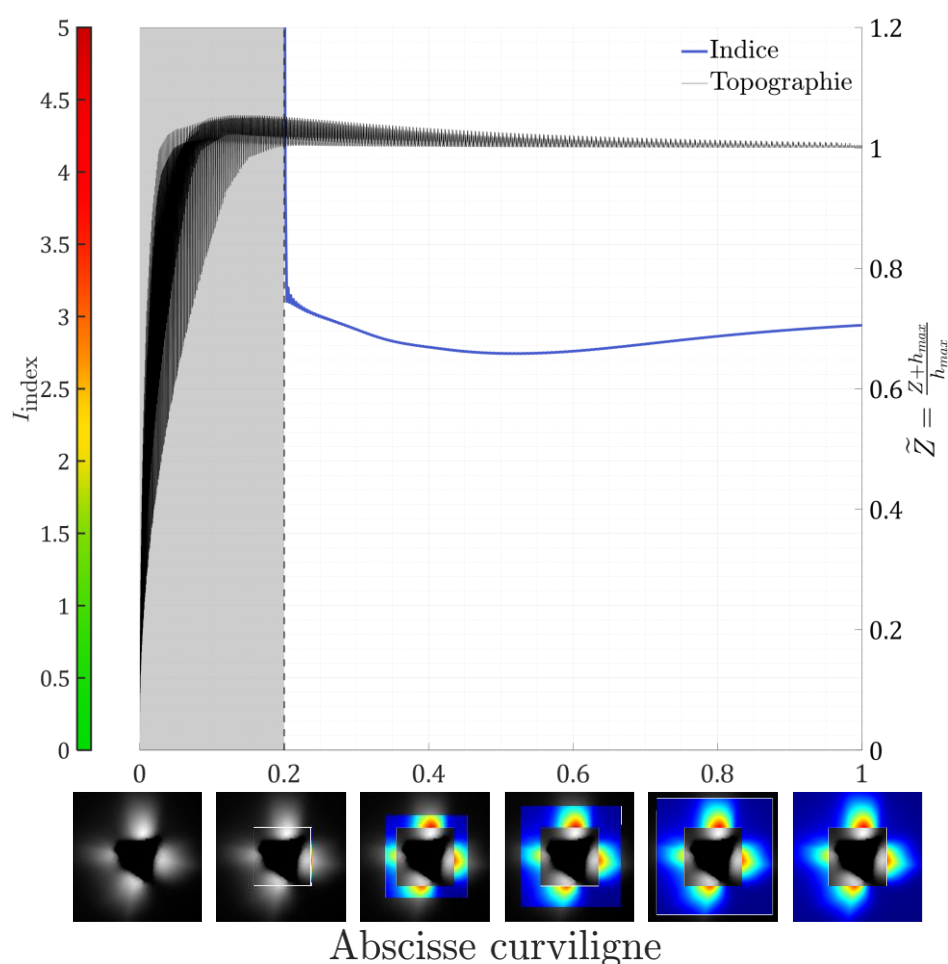


Figure 4.10 : Évolution de l'indice d'identifiabilité des 10 paramètres plastiques et de la topographie en fonction de l'abscisse curviligne pour le grain n°3. En bas est représentée la portion de la topographie qui est prise en compte dans le calcul de l'indice : la partie prise en compte est colorée alors que la partie non prise en compte est grisée. Les six images correspondent aux six valeurs suivantes de l'abscisse curviligne : 0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8 et 1.

À la Figure 4.9 c) on constate qu'identifier les 10 paramètres plastiques n'est pas possible avec une seule topographie. L'indice d'identifiabilité est au mieux $I_{Z_3} = 2.9$, alors qu'avec une courbe d'indentation l'indice d'identifiabilité est au mieux de $I_{P_3} = 5.4$. L'évolution de l'indice d'identifiabilité des 10 paramètres plastiques au fil de la lecture de la topographie du grain n°3, est représentée à la Figure 4.10.

Il est également représenté sur la Figure 4.10 la topographie pondérée en fonction de l'abscisse curviligne. Pour les différentes valeurs de l'axe des abscisses, la topographie est représentée en dessous de l'axe des abscisses, illustrant par la coloration la partie de la topographie prise en compte dans le calcul de l'indice au fil de son évolution. On observe ainsi que l'indice diminue au cours de la lecture des bourrelets, lorsque l'abscisse curviligne est comprise entre 0.2 et 0.5. L'ensemble de la richesse de l'information est concentré dans les bourrelets de l'empreinte. Cela montre que la partie restante de la topographie dilue l'information intéressante des bourrelets.

Nous avons vu dans cette section qu'il est possible d'identifier séparément les 7 coefficients d'interaction ou les 3 paramètres d'écrouissage avec une seule topographie séparément, sous réserve de connaître l'un quand on identifie l'autre. Pour identifier les 10 paramètres simultanément, une topographie ou une courbe d'indentation ne suffit pas. La prochaine section traite de l'intérêt des combinaisons de topographies et courbes d'indentation pour tenter, grâce à la complémentarité des données, de mieux poser le problème inverse d'identification simultanée des 10 paramètres plastiques.

4.3.2. Intérêt de combinaisons de données

Dans cette section, l'objectif est d'examiner différentes combinaisons de données (topographies, courbes d'indentation), afin de déceler celles qui permettent de bien conditionner a priori le problème inverse d'identification paramétrique. Nous avons un total de 11 grains dans cette étude, c'est-à-dire 55 couples et 165 triplets possibles. Cinq cas vont être étudiés : la combinaison de deux courbes d'indentation, de deux topographies, deux combinaisons d'une courbe d'indentation avec une topographie, ensuite la combinaison de trois topographies puis finalement la combinaison de deux topographies tronquées.

4.3.2.1. Deux courbes d'indentation

Les indices d'identifiabilité des 55 couples de courbes d'indentation sont reportés à la Figure 4.11.

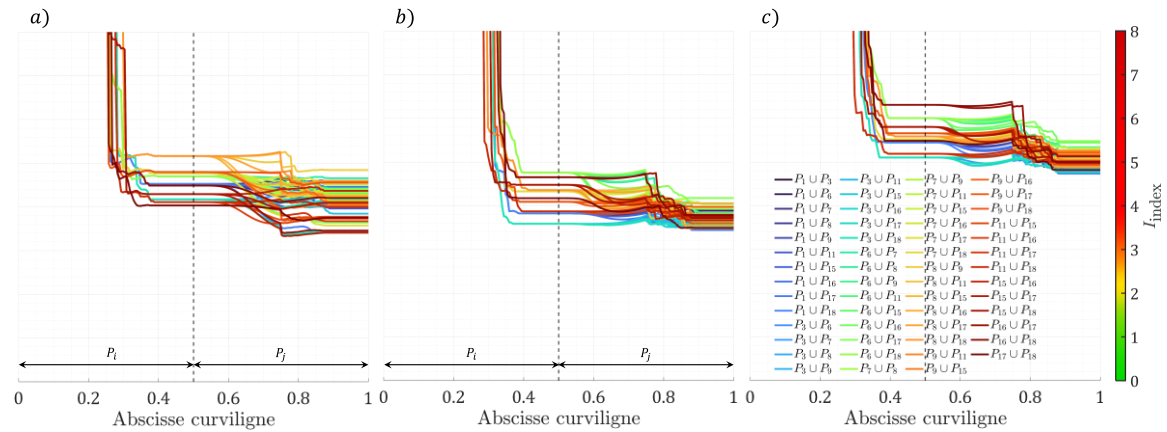


Figure 4.11 : Indices d'identifiabilité à partir de couples de courbes d'indentation simulées avec les orientations expérimentales des différents grains. a) des 3 paramètres d'écroutissage $\{Q, b, \tau_0\}$. b) des 7 coefficients d'interaction et c) des 10 paramètres plastiques.

On remarque ainsi sur la Figure 4.11 a) que l'indice diminue pour l'ensemble des couplages, néanmoins, la diminution est faible. Dans le meilleur des cas, deux courbes d'indentation permettent d'avoir un indice d'identifiabilité $I_{P_{15} \cup P_{17}} = 3.4$ pour les 7 coefficients d'interaction ou les 3 paramètres d'écroutissage. La combinaison de deux courbes d'indentation n'est donc pas concluante.

4.3.2.2. Deux topographies

Pour les couples de topographies, l'indice est calculé à partir des topographies interpolées sur des grilles de 64×64 px. Comme illustré dans le Chapitre 3, à la Figure 3.20 b), la grille d'interpolation influence peu la valeur calculée de l'indice d'identifiabilité (une variation de 0.03). Tracer l'évolution de l'indice, comme il est représenté à la Figure 4.11, nécessite la résolution de problèmes aux valeurs propres pour chacun des points de la courbe. Nous avons naturellement fait le choix de réduire la taille de la grille d'interpolation utilisée afin de réduire le temps de calcul.

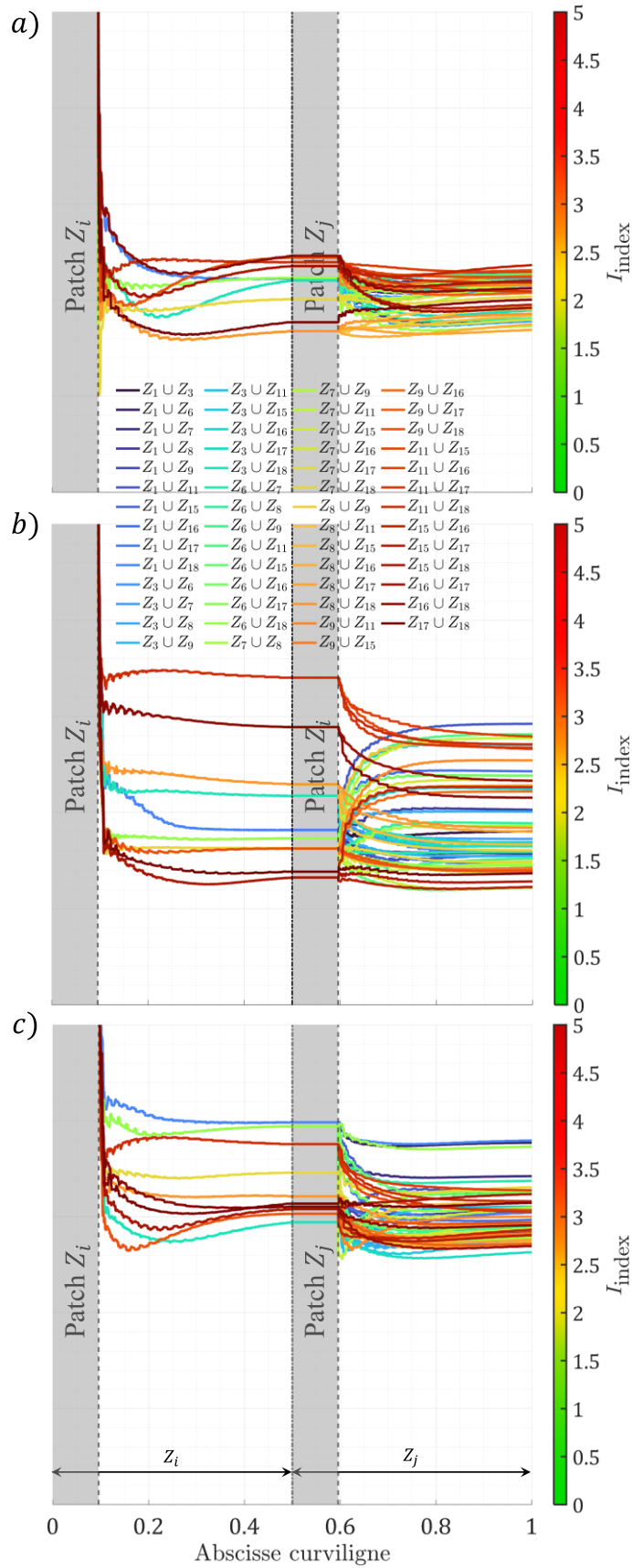


Figure 4.12: Indices d'identifiabilité à partir de couples de topographies simulées avec les orientations expérimentales des différents grains. a) des 3 paramètres d'écroutissage Q , b et τ_0 . b) les 7 coefficients d'interaction. c) des 10 paramètres plastiques.

Ce choix impacte l'évolution de l'indice au cours de la lecture de la topographie, mais pas la valeur finale (variation de 0.02 représentée à la Figure 3.20 *b*). Les évolutions des indices d'identifiabilité pour les 55 couples de topographies sont représentées à la Figure 4.12.

Contrairement aux couples de courbes d'indentation, les couples de topographies n'ont pas systématiquement tendance à faire diminuer l'indice d'identifiabilité. Pour certaines combinaisons, des remontées de valeur des indices lors du passage de la topographie Z_i à la topographie Z_j sont observées. Le cas le plus probant concerne l'identifiabilité des coefficients d'interaction à la Figure 4.12 *b*), pour la combinaison des topographies Z_1 et Z_{11} . L'indice pour les coefficients d'interaction à partir de chaque topographie est $I_{Z_1}(h_{i,i \in \{1, \dots, 7\}}) = 1.8$ et $I_{Z_{11}}(h_{i,i \in \{1, \dots, 7\}}) = 3.4$ respectivement. L'indice pour le couple de topographies $I_{Z_1 \cup Z_{11}}(h_{i,i \in \{1, \dots, 7\}}) = 2.9$ est tout de même inférieur à $I_{Z_{11}}$, mais largement supérieur à l'indice I_{Z_1} . Ces résultats illustrent la dilution de l'information lorsque la complémentarité des informations contenues dans les topographies n'est pas effective.

Pour l'identifiabilité des 10 paramètres plastiques, le meilleur couple de topographies permet de diminuer l'indice de $I_{Z_3} = 2.9$ à $I_{Z_3 \cup Z_{17}} = 2.6$. Cette diminution montre une bonne complémentarité de ces deux topographies Z_3 et Z_{17} , même si l'identification des 10 paramètres plastiques de la loi de Méric-Cailletaud reste difficile avec cette valeur d'indice. La prochaine combinaison testée à la section suivante associe une topographie à une courbe d'indentation.

4.3.2.3. Une courbe d'indentation et une topographie

Seuls deux exemples de combinaisons de courbe d'indentation et topographie sont présentés dans cette section, pour les grains n°3 et n°7. Les autres ne sont pas étudiées. Ces deux combinaisons sont représentées à la Figure 4.13.

On voit à la Figure 4.13 que concernant les coefficients d'interaction, l'ajout de la topographie à la courbe d'indentation n'apporte presque aucune information complémentaire, et ce pour les deux grains. La complémentarité entre les courbes d'indentation et les topographies des grains n°3 et n°7 est faible. De plus, l'indice calculé pour les n-uplets de paramètres est beaucoup plus élevé que lorsque la topographie seule est utilisée. Pour le grain n°3, l'indice d'identifiabilité de l'ensemble des paramètres plastiques à partir de la topographie est $I_{Z_3} = 2.9$, et passe à $I_{P_3 \cup Z_3} = 5.4$ lorsque celle-ci est combinée à la courbe d'indentation. Pour le grain n°7, l'indice d'identifiabilité de l'ensemble des paramètres plastiques à partir de la topographie est $I_{Z_7} = 3.5$, et passe à $I_{P_7 \cup Z_7} = 5.1$. L'information contenue dans les topographies, plus particulièrement dans les bourrelets de topographies, est diluée lors de l'ajout de la courbe d'indentation, comme décrit dans la littérature (Bocciarelli et al., 2005; Bolzon et al., 2004; Meng et al., 2017; Nguyen et al., 2022; Renner et al., 2020; Schwiedrzik and Zysset, 2015; Wang et al., 2016).

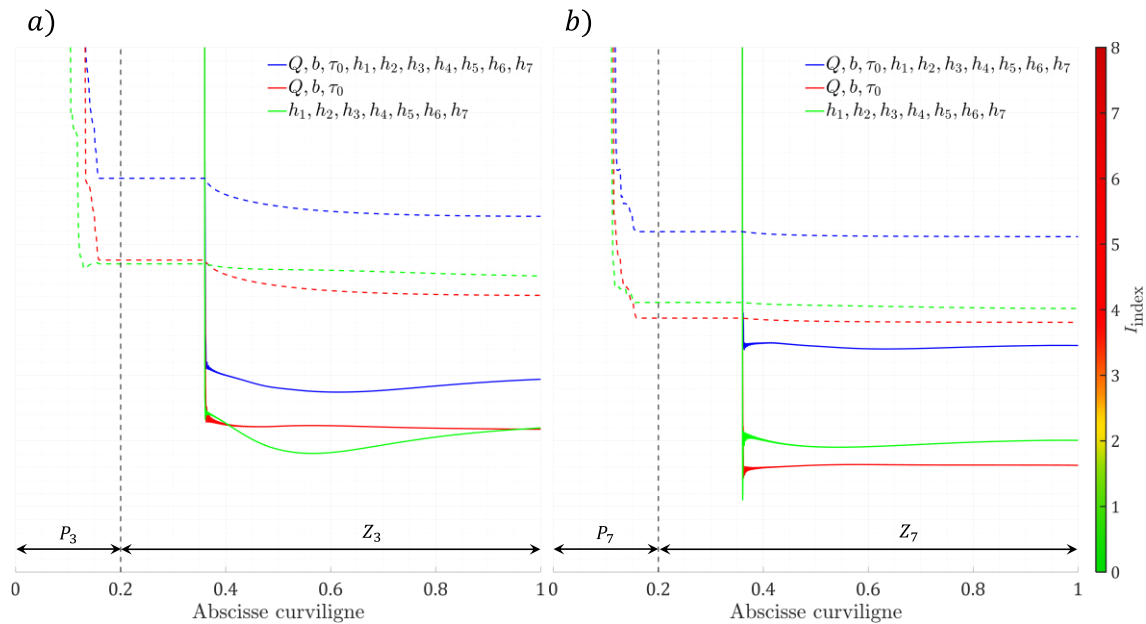


Figure 4.13 : Indices d'identifiabilité des paramètres plastiques à partir de la combinaison d'une courbe d'indentation P_i avec une topographie Z_i simulées à partir des orientations expérimentales des grains n°3 en a) et n°7 en b). En traits pointillés les indices des combinaisons de topographies et courbes d'indentation pour différents n-uplets de paramètres. La ligne de démarcation verticale à 0.2 définit la fin de l'évolution des indices d'identifiabilité calculés à partir des courbes d'indentation et le commencement de ceux à partir des topographies. En trait plein les évolutions des indices calculés uniquement à partir des topographies.

Les indices des couples de courbes d'indentation et de topographies sont de l'ordre de ceux des courbes d'indentations $I > 5$. Le choix de la combinaison d'observables se porte donc sur les combinaisons de topographies, qui permettent de mieux poser le problème inverse.

Il faut néanmoins aborder le fait que les résultats des analyses d'identifiabilité concernant les courbes d'indentation et leur combinaison sont arrangeants, compte tenu des hypothèses faites dans la modélisation du matériau. En effet, la courbe d'indentation, avec le modèle matériau utilisé, ne décrit pas l'effet d'échelle auquel le matériau est sujet. Les courbes d'indentation simulées dans cette thèse n'auraient de toutes manières pas pu être identifiées à partir de courbes d'indentations expérimentales. Reconduire cette étude avec une prise en compte de l'effet d'échelle dans le modèle matériau serait très intéressant, afin de confirmer ou d'infirmer les résultats de cette section.

La prochaine section se tourne naturellement vers des combinaisons de trois topographies, dans l'espoir d'augmenter l'identifiabilité.

4.3.2.4. Trois topographies

Pour les combinaisons de trois topographies, l'indice est également calculé à partir des topographies interpolées sur des grilles de 64×64 px. Dans le cas de triplets de topographies, 165 combinaisons sont possibles. Les évolutions des indices d'identifiabilité au fil des lectures des topographies sont représentées à la Figure 4.14.

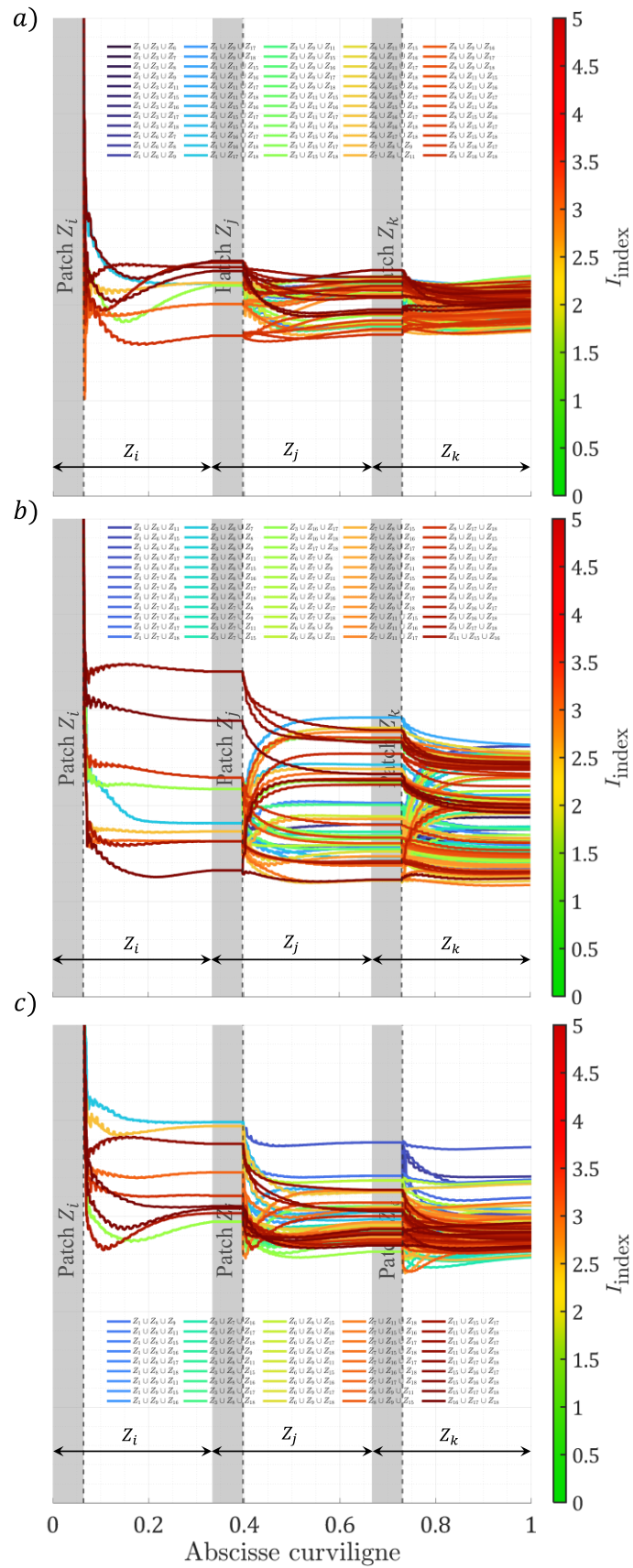


Figure 4.14 : Indices d'identifiabilité pour les combinaisons de trois topographies simulées avec les orientations expérimentales des différents grains. *a)* des 3 paramètres d'écroutissage (Q, b, τ_0). *b)* des 7 coefficients d'interaction. *c)* des 10 paramètres plastiques. La légende est répartie sur les trois images.

On remarque que pour tous les paramètres plastiques (Figure 4.14 *c*)), et pour les paramètres d'érouissage (Figure 4.14 *b*)), l'ajout d'une troisième topographie apporte peu d'information intéressante. L'indice d'identifiabilité stagne pour la plupart des courbes. Hormis quelques cas particuliers, l'ajout de la troisième topographie fait peu diminuer les indices. À la Figure 4.14 *b*) on peut même observer des augmentations à la lecture des deuxièmes et troisièmes topographies pour l'identifiabilité des 7 coefficients d'interaction.

Pour une topographie, le meilleur indice pour identifier les 10 paramètres plastiques est $I_{Z_3} = 2.9$. Pour un couple de topographies le meilleur indice est $I_{Z_3 \cup Z_{17}} = 2.6$. Finalement pour un triplet de topographies le meilleur indice est $I_{Z_3 \cup Z_7 \cup Z_{15}} = I_{Z_3 \cup Z_7 \cup Z_{17}} = 2.6$. Malgré un balayage d'orientations expérimentales certes non-exhaustif, mais représentatif des réponses du cristal, la complémentarité d'un triplet de topographies est difficile à obtenir. Ajouter une troisième topographie, aussi riche en information soit-elle initialement, améliore peu le conditionnement du problème inverse. Une itération de l'algorithme de minimisation FEMU, pour deux topographies, nécessite environ 6 jours pour être achevée, et avec 3 topographies environ 8 jours. Cela représente une augmentation de 33% du temps de calcul par itération pour une diminution de l'indice négligeable. Le coût de calcul nécessaire pour intégrer cette troisième topographie dans le processus d'identification, ne vaut pas le gain en identifiabilité.

Bien poser a priori le problème inverse d'identification simultanée des 10 paramètres plastiques semble compromis avec les topographies testées, à moins peut-être de supprimer de l'information non pertinente de l'analyse. Plus tôt, à la section 4.3.1.2, nous avons discuté de la dilution des informations au cours de l'évolution des indices à partir d'une seule topographie. Elle s'observe sur l'ensemble des grains à la Figure 4.9 *a*). Nous avons donc décidé de tronquer le bord des topographies afin d'éviter au maximum cet effet, les résultats sont présentés dans la prochaine section.

4.3.2.5. Combinaisons de topographies tronquées

Comme introduit précédemment à la section 4.3.1.2, une augmentation de l'indice d'identifiabilité vers le milieu de la lecture des topographies est observée. Cette augmentation est causée par une dilution de l'information pertinente, et ce pour la quasi-totalité des topographies étudiées.

Nous avons ainsi tronqué la dernière partie de la topographie décrite au fil de l'abscisse curviligne, c'est-à-dire le bord des topographies. Arbitrairement, nous avons choisi de couper à la moitié restante de la topographie prise compte dans le calcul de l'indice (sans le patch au cœur de l'empreinte, voir à la Figure 4.15 *a*)). Les évolutions des indices sont représentées à la Figure 4.15, ainsi que les patches et troncatures.

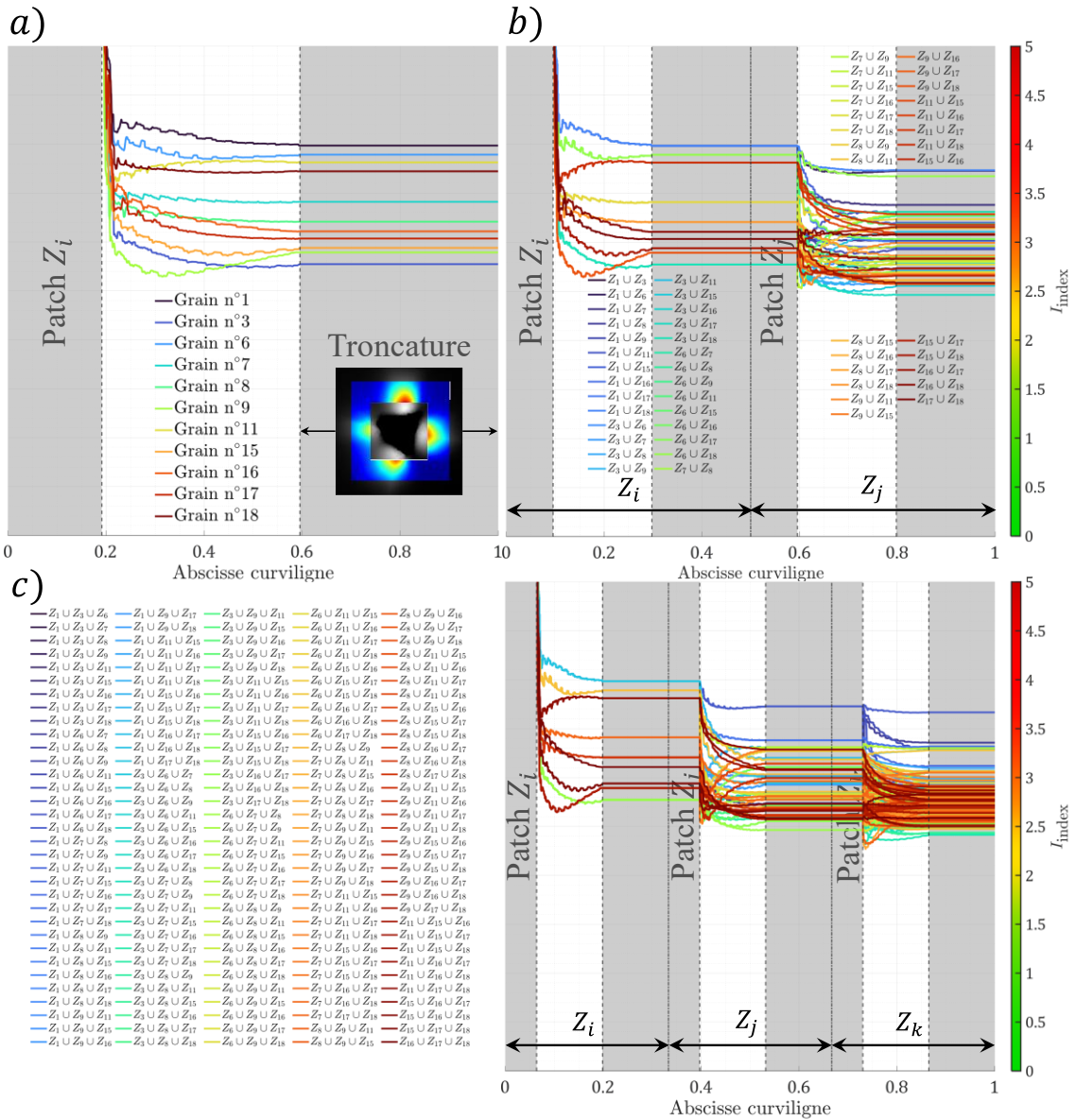


Figure 4.15 : Indices d'identifiabilité des 10 paramètres plastiques à partir des topographies tronquées. a) une topographie. b) 55 combinaisons deux topographies. c) 165 combinaisons de trois topographies. Le plateau à la fin de l'évolution de l'indice de chaque topographie est induit par la troncature de la topographie.

En essayant de ne garder que l'information utile, on améliore légèrement les valeurs des indices d'identifiabilité. Des diminutions moyennes sur l'ensemble des indices d'identifiabilité de 0.06 pour les topographies seules et de 0.08 pour l'ensemble des couples et triplets de topographies sont obtenues avec l'application d'une troncature des bords des topographies. Les résultats reportés au Tableau 4.1 pour la topographie seule Z_3 et le couple de topographies $Z_3 \cup Z_{17}$, montrent que la troncature n'impacte pas le fait qu'ils possèdent les indices les plus faibles des topographies et couples de topographies de la base de données. Pour le triplet de topographies, l'indice le plus faible calculé est $I_{Z_3 \cup Z_7 \cup Z_{15}} = 2.4$. L'influence de la troncature sur les meilleurs indices d'identifiabilité des 10 paramètres à partir des topographies non tronquées est reportée dans le Tableau 4.1. Pour ces trois indices

d'identifiabilité des paramètres calculés à partir des topographies, les couple et triplet de topographies possèdent un inférieur à 2.5.

	I_{Z_3}	$I_{Z_3 \cup Z_{17}}$	$I_{Z_3 \cup Z_7 \cup Z_{17}}$
Patch	2.9	2.6	2.6
Patch + Troncature	2.8	2.5	2.4

Tableau 4.1 : Comparaison des indices d'identifiabilité des 10 paramètres plastiques avec et sans troncature des bords des topographies pour les meilleurs n-uplets de topographies non tronquées.

L'indice obtenu devient acceptable pour tenter une identification par la méthode FEMU. La complémentarité de deux topographies est le meilleur moyen d'améliorer le conditionnement du problème inverse, dans des temps de calculs raisonnables. Enlever l'information non pertinente permet de diminuer légèrement l'indice. L'élément clé pour la construction du design numérique de l'expérience optimale réside dans la complémentarité de topographies. L'exploration de l'ensemble de la base de données n'a néanmoins pas permis de poser a priori le problème avec un indice inférieur à 2.

Une étude pourrait être menée sur la meilleure troncature à appliquer pour chacune des topographies. Nous avons arbitrairement sélectionné puis appliqué la même troncature à l'ensemble des topographies. Aucune optimisation de cette troncature n'a été effectuée. L'objectif principal était de réduire, dans un dernier effort, les indices d'identifiabilité obtenus. Avec troncature, le constat sur l'ajout d'une troisième topographie reste le même, la complémentarité de 3 topographies est difficile à obtenir.

L'expérience optimale a été établie dans cette section sur la base de données expérimentales du Chapitre 2, en appliquant la méthodologie basée sur l'identifiabilité présentée au Chapitre 3. Dans cette étude, l'utilisation des courbes d'indentation est écartée car insuffisante en termes de richesse de l'information et de complémentarité de cette information (par combinaison de courbes d'indentation ou par combinaison avec une topographie ou combinaison des deux). N'améliorant guère le conditionnement du problème inverse, mais alourdissant grandement le processus d'identification, les combinaisons de trois topographies sont écartées également. L'expérience optimale établie dans cette partie est donc basé sur un couple de topographies : celle du grain n°3 et celle du grain n°17. Les bords de ces topographies sont tronqués afin de réduire la dilution d'informations.

L'indice d'identifiabilité obtenu à partir du couple de topographies, $I_{Z_3 \cup Z_{17}} = 2.5$ pour les 10 paramètres plastiques laisse présager une identification difficile à mener. Néanmoins, en tenant compte de la marge d'indice de 0.6 considérée via le choix de la discrétisation éléments finis et l'interpolation des topographies, l'identification des 10 paramètres plastiques est envisageable. De plus, l'indice d'identifiabilité des coefficients d'interaction pour ce couple est $I_{Z_3 \cup Z_{17}}(h_{i,i=\{1,\dots,7\}}) = 1.7$. Nous procéderons tout de même, dans un premier temps, à une validation de la faisabilité

de l'identification de l'ensemble des 10 paramètres plastiques au travers de cas tests. L'identification des 10 paramètres plastiques sera ensuite présentée.

4.4. Résultats d'identification

Dans la section précédente la conception de l'expérience optimale, basée sur l'indice d'identifiabilité, a été introduite. L'objectif était de conditionner au mieux le problème inverse, avec comme contraintes la base de données expérimentales et le temps de calcul.

Une première partie de cette section se consacrera à une validation succincte de l'expérience optimale établie pour l'identification des 10 paramètres plastiques, et plus particulièrement la capacité de celle-ci à retrouver avec la méthode FEMU un jeu de paramètres connu, mais initialement perturbé. Nous présenterons ensuite les résultats d'identification obtenus.

L'identification se fait via 3 logiciels couplés : MIC2M (Richard, 1999), MFront (Helfer, 2014; Helfer et al., 2015) et Ansys (Ansys, 2021). Les trois logiciels ont trois rôles distincts. MIC2M pilote l'ensemble du processus d'identification présenté en annexe A.3 : il définit l'évolution des paramètres au fil des itérations de l'algorithme de minimisation, du point départ vers la solution. Pour ce faire, il communique les paramètres matériau de l'itération courante $\{\theta\}^{(k)}$ à MFront, qui compile ensuite la loi de comportement pour le jeu de paramètres $\{\theta\}^{(k)}$ donné. MIC2M transmet également via ce script l'orientation cristallographique à MFront. MFront est ensuite couplé à Ansys, permettant ainsi d'évaluer aux points d'intégrations du modèle éléments finis les variables nécessaires et souhaitées. Ansys est piloté par MIC2M via un script écrit dans le langage APDL, assurant la construction du modèle éléments finis à partir de paramètres et fichiers de commandes. Via Ansys, les essais de nanoindentation sont simulés pour le jeu de paramètres $\{\theta\}^{(k)}$, permettant d'obtenir les courbes d'indentation ainsi que les topographies. Cette opération est ensuite répétée N_θ fois afin de calculer les sensibilités locales adimensionnelles des topographies aux paramètres $\{\theta\}^{(k)}$, par perturbation de chacun des paramètres. C'est ensuite via ces sensibilités que MIC2M calcule la variation des paramètres $\{d\theta\}^{(k)}$. On incrémente les paramètres $\{\theta\}^{(k)}$, ($\{\theta\}^{(k+1)} = \{\theta\}^{(k)} + \{d\theta\}^{(k)}$) et on répète la procédure jusqu'à ce que l'un des critères d'arrêt de l'algorithme soit vérifié. Ces derniers sont détaillés dans les travaux de Richard (Richard, 2017, 1999).

Afin de comparer simulation numérique et résultats expérimentaux, chaque calcul éléments finis se déroule de la manière suivante :

1. Récupération des angles d'Euler et création des vecteurs de la base du cristal afin d'orienter le matériau comme expérimentalement (angle azimutal et orientation cristallographique). Récupération du jeu de paramètres courant $\{\theta\}^{(k)}$,
2. Récupération de la courbe d'indentation expérimentale échantillonnée, afin d'imposer numériquement le déplacement de l'indenteur avec $\vec{h}(t)$ exprimé à l'équation (3.27),
3. Exécution de la simulation éléments finis correspondante, de laquelle la courbe d'indentation est récupérée puis interpolée en fonction de

- l'échantillonnage expérimental. La topographie est également récupérée (toutes les positions des nœuds de la surface supérieure du massif),
4. Récupération de la grille expérimentale issue de la mesure AFM,
 5. Le centre de la topographie numérique est placé aux mêmes coordonnées que celui de la topographie expérimentale,
 6. Orientation dans le plan d'indentation des topographies (correspondance entre le repère EBSD et le repère numérique) afin d'avoir les topographies expérimentales et numériques orientées de la même manière,
 7. Interpolation des topographies numériques sur la grille des topographies expérimentales,
 8. Stockage de la topographie parcourue en spirale depuis le centre de la topographie sous forme d'un tableau unidimensionnel, comme illustré à la Figure 3.16,
 9. Adimensionnement de la topographie \tilde{Z} exprimée à l'équation (3.30),
 10. Application du patch du cœur de l'empreinte et de la troncature à la fin de l'empreinte, à l'aide d'un vecteur poids (expliqué par la suite).

Concernant le recentrage des topographies numériques à l'étape n°5, il est nécessaire d'apporter une précision. Pour rappel, l'algorithme nécessite le calcul des sensibilités à chaque itération afin de calculer la variation par rapport aux paramètres. Pour ce calcul, la topographie ne doit pas être impactée par le recentrage. Afin de ne pas perturber le calcul des sensibilités par le recentrage des topographies, ce dernier est appliqué à la topographie non-perturbée et reproduit sur les topographies perturbées.

La réponse numérique $\{\bar{y}_{num}(\{\theta\})\}$ est déterminée après deux calculs éléments finis, un premier simulant la topographie et la courbe d'indentation du grain n°3, puis un second simulant la topographie et la courbe d'indentation du grain n°7. Pour chaque itération de l'algorithme, un minimum de $N_z(N_\theta + 1)$ réponses numériques sont nécessaires, avec N_z le nombre de topographies utilisées pour l'identification des paramètres. La réponse numérique est constituée des deux topographies pondérées :

$$\{\bar{y}_{num}(\{\theta\})\} = \{\tilde{Z}_3^*(\{\theta\}), \tilde{Z}_{17}^*(\{\theta\})\}. \quad (4.1)$$

Dans cette équation, la notation \tilde{Z}_i^* introduit les poids appliqués pour une topographie pondérée \tilde{Z}_i . C'est une table composée de 0 et 1. Les 0 sont appliqués aux points de la topographie compris dans le patch et dans la troncature, effaçant leur influence dans le calcul du résidu $\{\bar{r}\}$, des sensibilités $[\bar{S}]$, de l'indice d'identifiabilité mais aussi dans l'estimation des paramètres $\{\theta\}^{(k)}$ au cours des itérations. C'est notamment pour cela que l'indice apparait horizontal dans la troncature sur la Figure 4.15. À partir de $[\bar{S}]$, l'approximation de la quasi-hessienne $[\underline{G}]^{(k)}$ est calculée, dont l'expression est donnée à l'équation (3.13). C'est finalement à partir de la matrice quasi-hessienne que la variation des paramètres $\{d\theta\}^{(k)}$, exprimée à l'équation (A.4.38), est calculée à l'itération k . Les paramètres à l'itération $k + 1$ sont ensuite déduits. Ayant éclairci la procédure d'identification des paramètres, la prochaine partie traite de la validation du design numérique par l'étude de deux cas tests.

4.4.1. Validation de la méthode d'identification sur des cas tests

La valeur de l'indice d'identifiabilité pour l'expérience optimale obtenue dans la section précédente 4.3, est de $I_{Z_3 \cup Z_{17}} \approx 2.5$, obtenu à partir des topographies des grains n°3 et n°17. Il est ainsi possible d'identifier les paramètres, mais pour un tel indice le problème inverse est-il suffisamment bien conditionné pour conduire à une solution unique via la procédure d'identification ?

Une validation consiste à retrouver par identification les 10 paramètres plastiques $\{\theta_{MK}\}$ en utilisant des paramètres éloignés de la solution. Les paramètres initiaux $\{\theta_{INI}\}$, points de départs de l'algorithme de minimisation, sont obtenus en perturbant $\{\theta_{MK}\}$ de $\pm 20\%$. Ils sont listés dans le Tableau 4.2. L'identification des paramètres perturbées est effectuées à partir de topographies pseudo-expérimentales générées avec le jeu de paramètres $\{\theta_{MK}\}$.

	Q (MPa)	b (-)	τ_0 (MPa)	h_1 (-)	h_2 (-)	h_3 (-)	h_4 (-)	h_5 (-)	h_6 (-)	h_7 (-)
$\{\theta_{MK}\}$	140.65	7.96	26.98	0.35	0.35	0.21	0.82	0.30	0.41	0.32
$\{\theta_{INI}\}$	168.78	6.37	32.40	0.28	0.42	0.17	0.98	0.24	0.49	0.26

Tableau 4.2 : Paramètres perturbés $\{\theta_{INI}\}$ et de référence $\{\theta_{MK}\}$ pour les cas test.

Deux cas sont testés :

- Cas test 1 : à partir de la topographie du grains n°3 simulée en utilisant $\{\theta_{MK}\}$. Cette expérience génère un indice d'identifiabilité pour les 10 paramètres plastiques $I_{Z_3} = 2.9$, donc une solution plutôt instable (mauvais conditionnement du problème inverse),
- Cas test 2 : à partir de l'expérience optimale, c'est à dire le couple de topographies des grains n°3 et n°7 simulées en utilisant $\{\theta_{MK}\}$. Cette expérience génère un indice d'identifiabilité $I_{Z_3 \cup Z_{17}} = 2.5$, une solution du problème inverse plus stable que le cas test 1.

4.4.1.1. Cas test 1 : mauvais conditionnement

La Figure 4.16 représente les observables simulés avec les paramètres $\{\theta_{MK}\}$ par comparaison avec ceux simulés avec les paramètres $\{\theta_{INI}\}$. La courbe d'indentation à la Figure 4.16 a) apparait perturbée du même ordre que celle que l'on observe entre deux grains, par exemple entre les courbes des grains n°3 et n°15 illustrés à la Figure 4.7 a). La perturbation des paramètres affecte peu la topographie, il est même difficile de l'observer aux Figure 4.16 c) et d). Les profils représentés à la Figure 4.16 b), bien que proches, permettent de distinguer sensiblement celui obtenu avec le jeu de paramètres initiaux $\{\theta_{MK}\}$ et celui obtenu avec les paramètres perturbés $\{\theta_{INI}\}$.

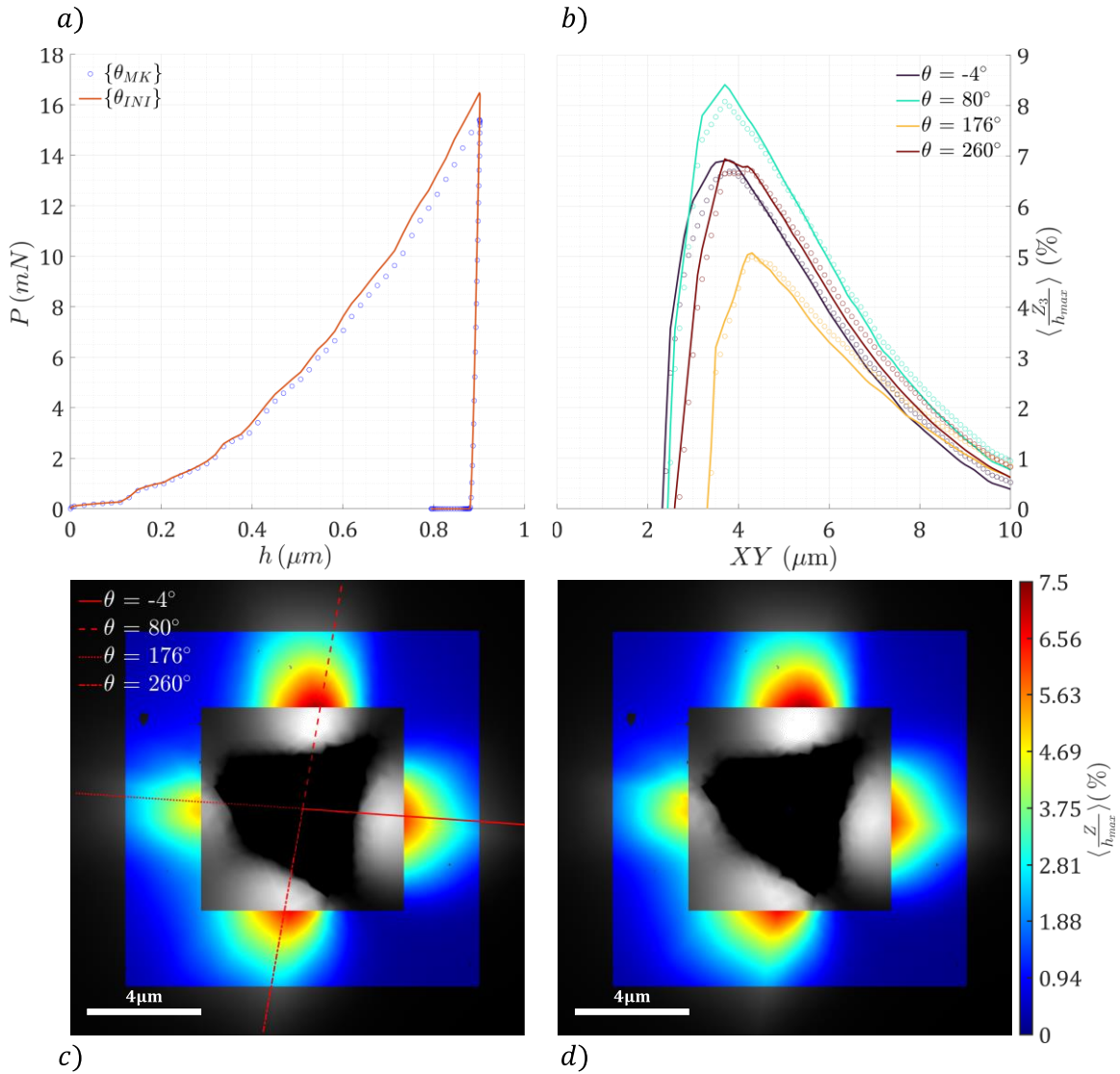


Figure 4.16 : Comparaison des simulations entre le point de départ $\{\theta_{INI}\}$ (trait continu) et le point de référence $\{\theta_{MK}\}$ (cercle) pour les mesurables du grain n°3. a) les courbes d'indentation. b) comparaison de quatre profils d'empreinte. La position des profils est représentée en c) sur la topographie. c) topographie simulée avec $\{\theta_{MK}\}$ et d) topographie simulée avec $\{\theta_{INI}\}$. La partie grisée des topographies n'est pas prise en compte lors de l'identification.

Les topographies numérique et pseudo-expérimentale, avec le patch appliqué, sont imagées aux Figure 4.16 c) et d). Les points noirs qui apparaissent dans les zones où la topographie est prise en compte correspondent à des parties où la topographie expérimentale correspondante présente un artéfact de mesure. Le vecteur poids utilisé ici est celui obtenu avec le post traitement présenté à la partie 2.4.2, issu du traitement par le gradient. La validation est effectuée dans les mêmes conditions que pour l'identification à partir d'une topographie expérimentale.

La Figure 4.17 présente l'évolution de la fonction coût correspondant à la topographie et l'erreur correspondant à la courbe d'indentation au cours de l'identification sur la topographie du grain n°3 simulée avec le jeu de paramètres $\{\theta_{MK}\}$. On rappelle qu'uniquement la topographie est utilisée. L'identification s'est déroulée sur 21 jours et a nécessité 137 calculs éléments finis.

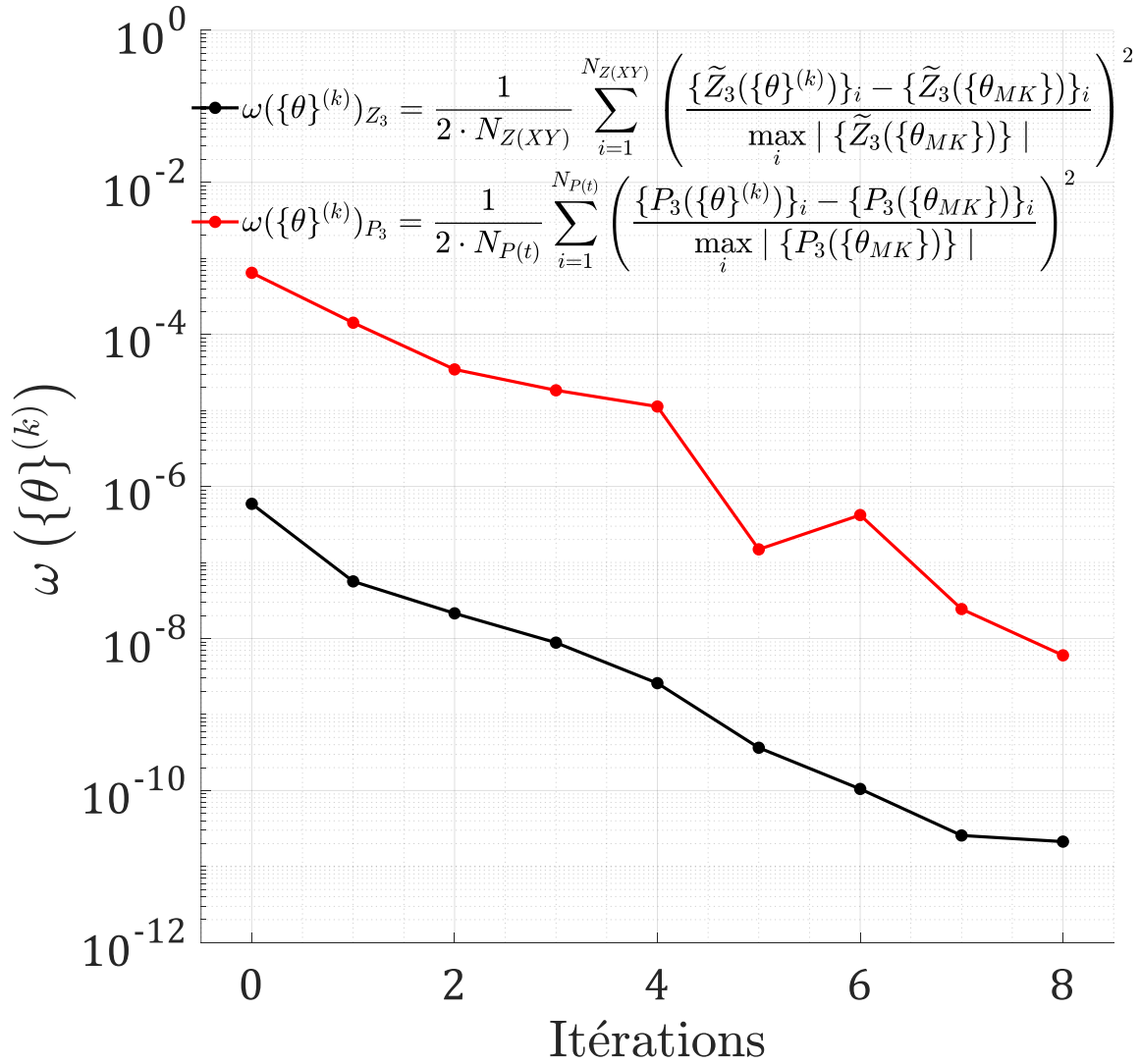


Figure 4.17 : Evolution de la fonction coût ω_{Z_3} et de l'écart lié à la courbe d'indentation ω_{P_3} en fonction des itérations. Uniquement la topographie du grain n°3 a été utilisée dans le processus d'identification, l'erreur liée à la courbe d'indentation est calculée a posteriori. L'indice k correspond à l'itération, l'indice i au point de l'abscisse curviligne de la topographie ou au point de la courbe d'indentation. $N_{Z(XY)} = 262144$ est le nombre de points de la topographie, et $N_{P(t)} = 100$ est le nombre de points de la courbe d'indentation.

Pour la topographie, la fonction coût initiale est $\omega_{Z_3}(\{\theta_{INI}\}) = 5,9 \times 10^{-7}$ et diminue après identification jusqu'à $\omega_{Z_3}(\{\hat{\theta}\}) = 2,1 \times 10^{-11}$. Pour l'écart lié à la courbe d'indentation, il diminue de $\omega_{P_3}(\{\theta_{INI}\}) = 6,5 \times 10^{-4}$ à $\omega_{P_3}(\{\hat{\theta}\}) = 6 \times 10^{-9}$. L'écart entre les observables perturbés et ceux de référence est diminué de 4 ordres de grandeur. On observe à la Figure 4.17 que l'écart est diminué pour la topographie prise en compte lors de l'identification, et validé pour la courbe d'indentation qui n'est pas prise en compte pour l'identification.

Après identification, on obtient les topographies et courbes d'indentation représentées à la Figure 4.18. La Figure 4.18 b) montre que les profils de la topographie identifiée et ceux de la topographie de référence correspondent en tout point.

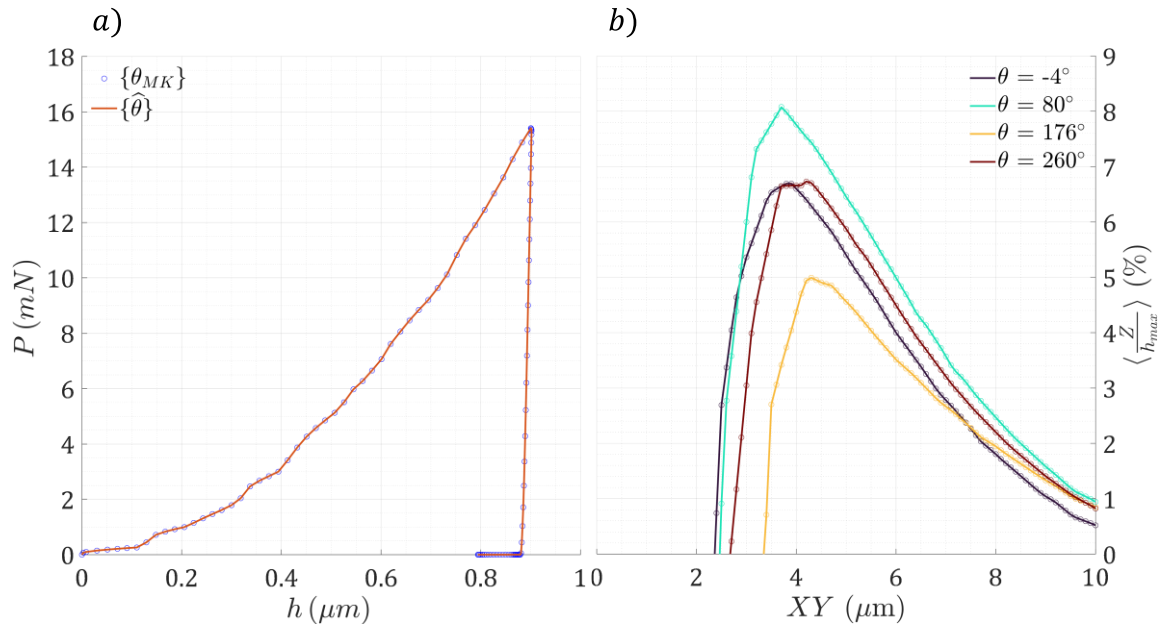


Figure 4.18 : Validation des courbes d'indentation en *a*) et comparaison des profils après l'identification en *b*) pour le grain n°3. En traits continus les observables obtenus avec les paramètres identifiés $\{\hat{\theta}\}$. Les cercles correspondent aux observables simulés avec le jeu de paramètres $\{\theta_{MK}\}$. La position des profils est représentée à la Figure 4.16 c).

Les paramètres $\{\hat{\theta}\}$ obtenus après identification sont reportés dans le Tableau 4.3. Malgré l'excellente corrélation des topographies (utilisées dans la méthode FEMU) ainsi que les courbes d'indentation, les écarts relatifs entre les paramètres identifiés $\{\hat{\theta}\}$ et les paramètres de référence $\{\theta_{MK}\}$ varient de $\pm 7\%$ pour le grain n°3.

	Q (MPa)	b (-)	τ_0 (MPa)	h_1 (-)	h_2 (-)	h_3 (-)	h_4 (-)	h_5 (-)	h_6 (-)	h_7 (-)
$\{\theta_{MK}\}$	140.65	7.96	26.98	0.35	0.35	0.21	0.82	0.3	0.41	0.32
$\{\theta_{INI}\}$	168.78	6.37	32.40	0.28	0.42	0.17	0.98	0.24	0.49	0.26
$\{\hat{\theta}\}$	150.55	7.97	27.00	0.33	0.33	0.20	0.77	0.28	0.38	0.30
e_r (%)	7.04	0.12	0.00	-6.67	-6.68	-6.64	-6.73	-6.54	-6.54	-6.65

Tableau 4.3 : Comparaison des paramètres identifiés à partir de la topographie du grain n°3 $\{\hat{\theta}\}$, des paramètres perturbés $\{\theta_{INI}\}$ et des paramètres de référence $\{\theta_{MK}\}$. e_r est l'erreur relative entre les paramètres finaux $\{\hat{\theta}\}$ et $\{\theta_{MK}\}$.

Pour rappel, uniquement la topographie du grain n°3 est prise en compte pour ce test de validation, pour laquelle l'indice d'identifiabilité est de $I_{Z_3} = 2.9$. L'indice d'identifiabilité est un indicateur lié à la convexité de la fonction coût, qui dans ce cas ne l'est pas assez et comporte l'équivalent en dimension 10 d'une vallée de solutions en dimension 2 (infinité de solutions). Nous avons ici deux jeux de paramètres $\{\theta_{MK}\}$ et $\{\hat{\theta}\}$ qui permettent de simuler la même courbe d'indentation ainsi que la même topographie. La non-unicité de la solution du problème inverse, pour l'identification

à partir d'une topographie, est démontrée ici. Elle est la conséquence du mauvais conditionnement du problème inverse. Le problème est donc mal posé, et l'identification paramétrique ne peut pas être menée à bien.

À la Figure 4.19, l'évolution de l'erreur relative des paramètres au cours des itérations est représentée. Les paramètres τ_0 et b sont retrouvés, malgré le mauvais conditionnement du problème inverse. Le paramètre Q et l'ensemble des coefficients d'interaction sont estimés avec un écart relatif de +7% et -6.7% respectivement. L'ensemble des coefficients d'interaction semblent se compenser avec Q . Une explication possible est liée à la saturation de l'écroutissage, qui peut être exprimée pour un glissement infini sur chaque système de glissement par :

$$\lim_{\lambda^r \rightarrow \infty} R^s = Q \sum_r h^{sr}. \quad (4.2)$$

La saturation sur les différents systèmes de glissement est dépendante du paramètre Q et de la somme des coefficients d'interaction sur une ligne de la matrice. Comme en indentation la saturation de l'écroutissage est atteinte sous l'indenteur, plusieurs couples de paramètres Q et $h_{i=\{1,\dots,7\}}$ peuvent amener à la formation d'une même empreinte.

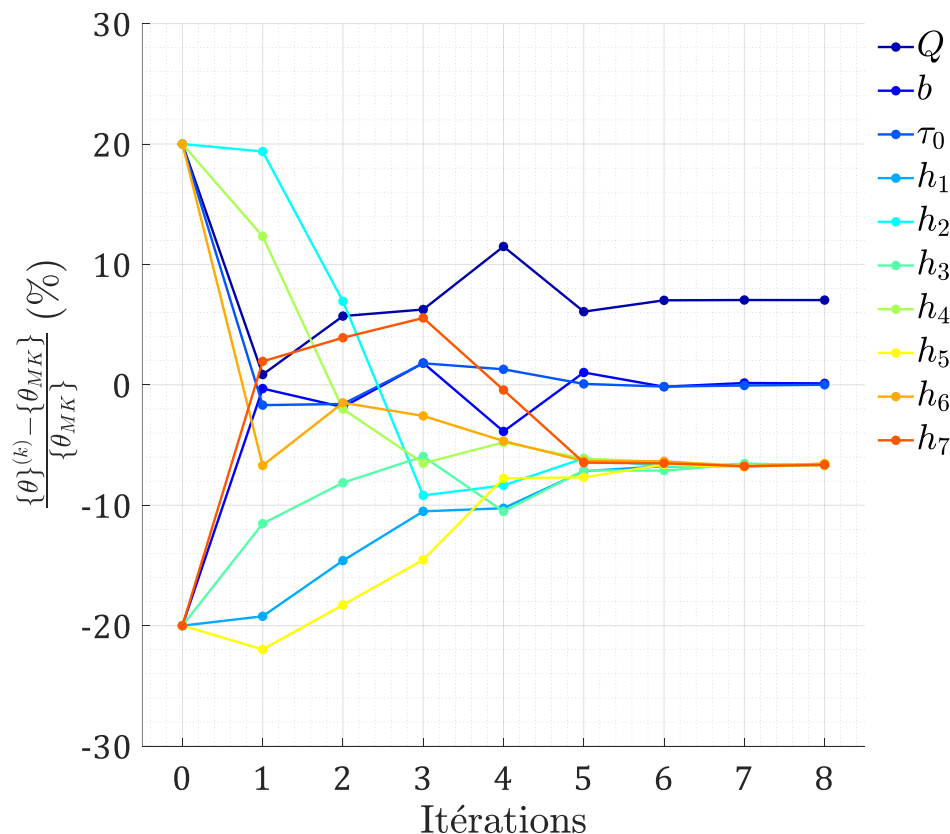


Figure 4.19 : Evolution de l'erreur relative de chaque paramètre en fonction des itérations k de l'algorithme de minimisation.

On remarque avec intérêt sur cet exemple que dans le cas des coefficients d'interaction $h_{i,i \neq 1}$, pondérés par le paramètre h_1 , il y a une très bonne concordance entre les paramètres identifiés $\{\hat{\theta}\}$ et les paramètres de référence $\{\theta_{INI}\}$, reportés au Tableau 4.4.

	$\frac{h_2}{h_1}$	$\frac{h_3}{h_1}$	$\frac{h_4}{h_1}$	$\frac{h_5}{h_1}$	$\frac{h_6}{h_1}$	$\frac{h_7}{h_1}$
$\{\theta_{MK}\}$	1	0.60	2.34	0.86	1.17	0.91
$\{\hat{\theta}\}$	1	0.61	2.33	0.85	1.15	0.91

Tableau 4.4 : Comparaison du rapport entre les coefficients d'interaction et l'auto-écrouissage h_1 pour les paramètres initialement utilisés $\{\theta_{MK}\}$ et les paramètres identifiés $\{\hat{\theta}\}$. Pour rappel, $h_1 = 0.38$ pour $\{\hat{\theta}\}$ et $h_1 = 0.35$ pour $\{\theta_{MK}\}$.

On retrouve ici les résultats de l'étude d'identifiabilité : le triplet $\{Q, b, \tau_0\}$ et le septuplet des coefficients d'interaction s'identifient très bien séparément (encore faudrait-il en pratique connaître l'un pour identifier l'autre), comme présenté aux Figure 4.9 a) et b). La difficulté est d'identifier les 10 paramètres simultanément. Même si le problème est mal conditionné pour l'ensemble des paramètres, celui-ci est bien conditionné pour les coefficients d'interaction, comme illustré à la Figure 4.9 b).

Ces résultats montrent que l'identification des paramètres plastiques de la loi de Méric-Cailletaud à partir d'une seule topographie pseudo-expérimentale, en ayant une erreur de 20% entre le point de départ et la solution connue, cela engendre des erreurs relatives conséquentes sur les valeurs des paramètres estimés : 7.5%. Ce résultat est obtenu en supposant que le modèle permettrait une parfaite adéquation avec les mesures expérimentales

Une solution permettant de générer les mêmes observables est trouvé dans cette section, ce n'est probablement pas la seule. Il est probable qu'une infinité de valeurs possibles pour Q et les coefficients d'interaction permettent de générer les mêmes topographies. Pour une solution, nous avons néanmoins montré que les proportions entre les coefficients d'interaction sont conservées (Tableau 4.4). Avec une seule topographie, il serait donc possible d'obtenir 6 coefficients d'interaction sur 7. L'hypothèse introduite par Renner et al. (Renner et al., 2020) de $\sum_r h^{sr} = \text{constante}$ pour tous les systèmes de glissements s permet d'exploiter cette conservation des pondérations, afin d'identifier les 6 paramètres d'interaction restant à partir d'une seule topographie.

4.4.1.2. Cas test 2 : combinaison de l'expérience optimale

Comme montré précédemment, une seule topographie ne permet pas d'identifier les 10 paramètres plastiques simultanément car la convexité de la fonction coût est insuffisante. Dans ce cas, l'indice d'identifiabilité calculé $I_{Z3} = 2.9$, indique un mauvais conditionnement du problème inverse.

En utilisant deux topographies, l'expérience optimale que nous avons pu établir, à partir de de la base de données expérimentales, donne un indice $I_{Z_3 \cup Z_{17}} = 2.5$. Un bon conditionnement est défini par un indice $I < 2$, un mauvais par un indice $I > 3$ (Pac et al., 2014). Mais qu'en est-il entre les deux ? Peut-on en conclure que le conditionnement est suffisant pour identifier les paramètres plastiques ?

Nous réitérons le test de validation de la méthode d'identification, établi à la section précédente 4.4.1.1, sur cette combinaison de deux topographies. De manière analogue aux Figure 4.16 a) et b) pour le grain n°3, la Figure 4.20 représente les observables (courbes d'indentation et profils) simulés avec les paramètres $\{\theta_{MK}\}$ par comparaison avec ceux simulés avec les paramètres $\{\theta_{INI}\}$ pour le grain n°17.

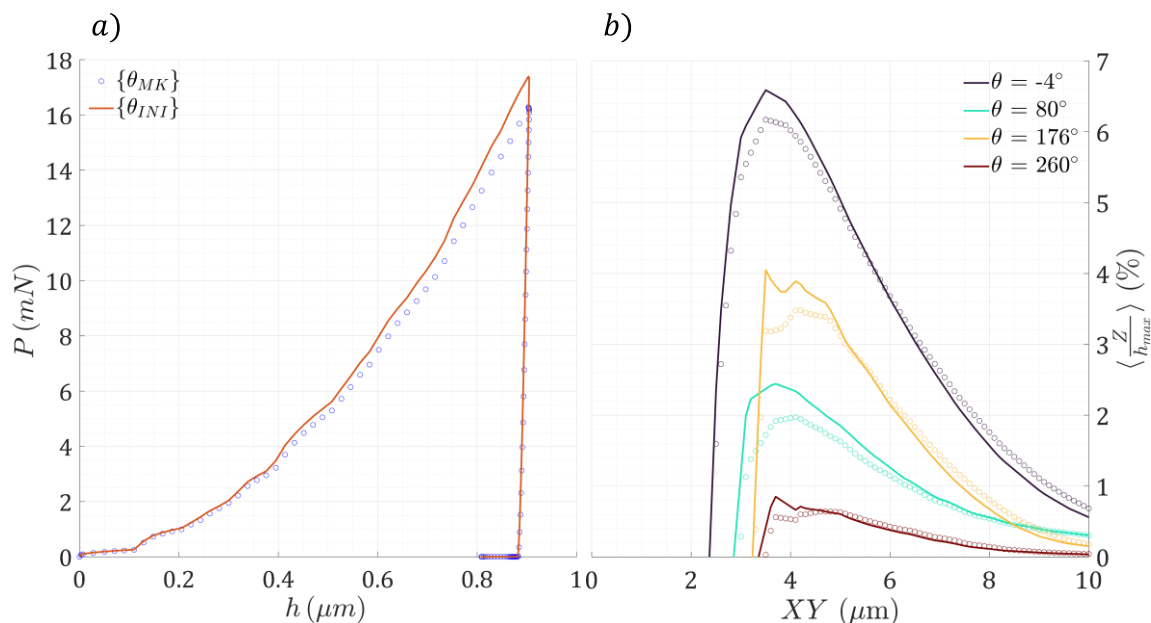


Figure 4.20 : Comparaison des simulations entre le point de départ $\{\theta_{INI}\}$ (cercle) et le point de référence $\{\theta_{MK}\}$ (trait continu) pour les observables du grain n°17. a) les courbes d'indentation. b) comparaison de quatre profils d'empreinte. La position des profils est représentée en c) sur la topographie à la Figure 4.16 .

En utilisant ces deux topographies, l'identification a duré 1 mois et demi et a nécessité 250 calculs éléments finis. À la Figure 4.21 est représentée l'évolution de la fonction coût lors de l'identification de l'ensemble des paramètres plastiques.

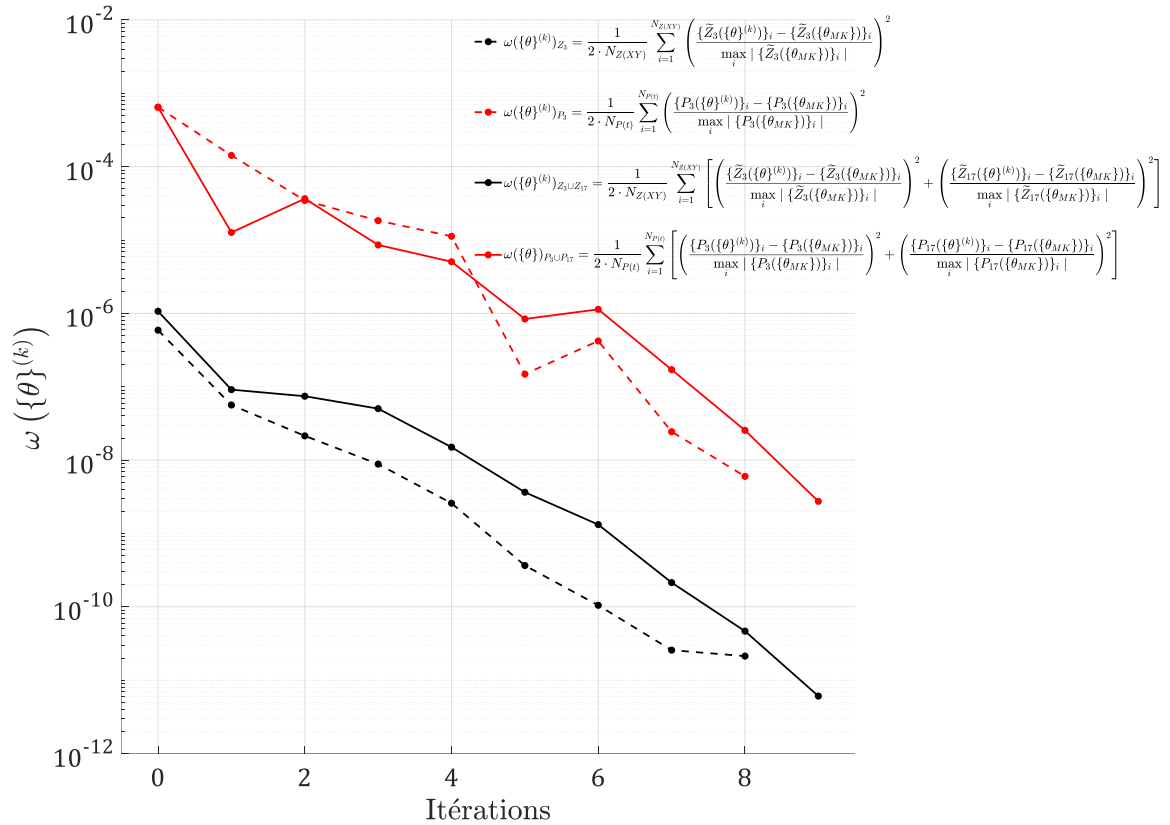


Figure 4.21 : Evolution de la fonction coût $\omega_{Z_3 \cup Z_{17}}$ et de l'écart lié aux courbes d'indentation $\omega_{P_3 \cup P_{17}}$ en fonction des itérations. Uniquement les topographies des grains n°3 et n°17 ont été utilisées dans le processus d'identification, l'erreur liée aux courbes d'indentation est calculée a posteriori. L'indice k correspond à l'itération, l'indice i au point de l'abscisse curviligne de la topographie ou point de la courbe d'indentation. $N_{Z(XY)} = 262144$, le nombre de points d'une topographie, et $N_{P(t)} = 100$ le nombre de points de la courbe d'indentation. En pointillé, la fonction coût ω_{Z_3} obtenue lors de la validation précédente, uniquement à partir de la topographie du grain n°3, et l'écart sur la courbe d'indentation ω_{P_3} , qui sont reportées de la Figure 4.17.

L'erreur diminue jusqu'à une valeur de $\omega_{Z_3 \cup Z_{17}}(\{\hat{\theta}\}) = 6.1 \times 10^{-12} < \omega_{Z_3}(\{\hat{\theta}\}) = 2.1 \times 10^{-11}$. Comme dans le cas précédent, l'erreur calculé a posteriori des courbes d'indentation diminue jusqu'à une valeur $\omega_{P_3 \cup P_{17}}(\{\hat{\theta}\}) = 4.8 \times 10^{-9} < \omega_{P_3}(\{\hat{\theta}\}) = 6.0 \times 10^{-9}$. L'identification est ici encore, en termes de concordance des courbes d'indentation et des topographies, excellente.

Les paramètres identifiés dans cette section, à partir des topographies des grains n°3 et n°17, en utilisant le même point de départ $\{\theta_{INI}\}$ que celui de la section précédente, sont listés au Tableau 4.5.

En partant de la même perturbation de 20%, on constate qu'après identification avec deux topographies, on réduit fortement l'écart à la solution $\{\theta_{MK}\}$ par rapport au cas avec une seule topographie. En effet, l'erreur relative maximale reportée au Tableau 4.5 est de 0.7% quand l'identification avec une topographie dépassait les 5%.

	Q (MPa)	b (-)	τ_0 (MPa)	h_1 (-)	h_2 (-)	h_3 (-)	h_4 (-)	h_5 (-)	h_6 (-)	h_7 (-)
$\{\theta_{MK}\}$	140.65	7.96	26.98	0.35	0.35	0.21	0.82	0.30	0.41	0.32
$\{\theta_{INI}\}$	168.78	6.37	32.40	0.28	0.42	0.17	0.98	0.24	0.49	0.26
$\{\hat{\theta}\}$	141.16	7.96	27.00	0.35	0.35	0.21	0.82	0.30	0.41	0.32
e_r (%)	0.66	-0.03	0.00	-0.58	-0.59	-0.61	-0.59	-0.65	-0.70	-0.68

Tableau 4.5 : Comparaison des paramètres identifiés à partir des topographies des grain n°3 et n°17 $\{\hat{\theta}\}$, des paramètres perturbés $\{\theta_{INI}\}$ et des paramètres de référence $\{\theta_{MK}\}$. L'erreur relative e_r est entre les paramètres finaux $\{\hat{\theta}\}$ et $\{\theta_{MK}\}$ est détaillée.

La Figure 4.22 représente la comparaison de l'évolution des 10 paramètres plastiques en fonction des itérations de l'algorithme de minimisation pour les deux cas test étudiés. Comme pour l'identification précédente à partir de l'unique topographie n°3, les paramètres b et τ_0 sont estimés en quelques itérations. Pour l'identification des paramètres à partir du couple de topographies n°3 et n°17, les paramètres b et τ_0 sont également estimés en quelques itérations, comme illustré à la Figure 4.22 et reporté dans le Tableau 4.5. Quant aux coefficients d'interaction et au paramètre Q , on observe à la Figure 4.22, ainsi que dans le Tableau 4.5, que leur estimation est nettement améliorée.

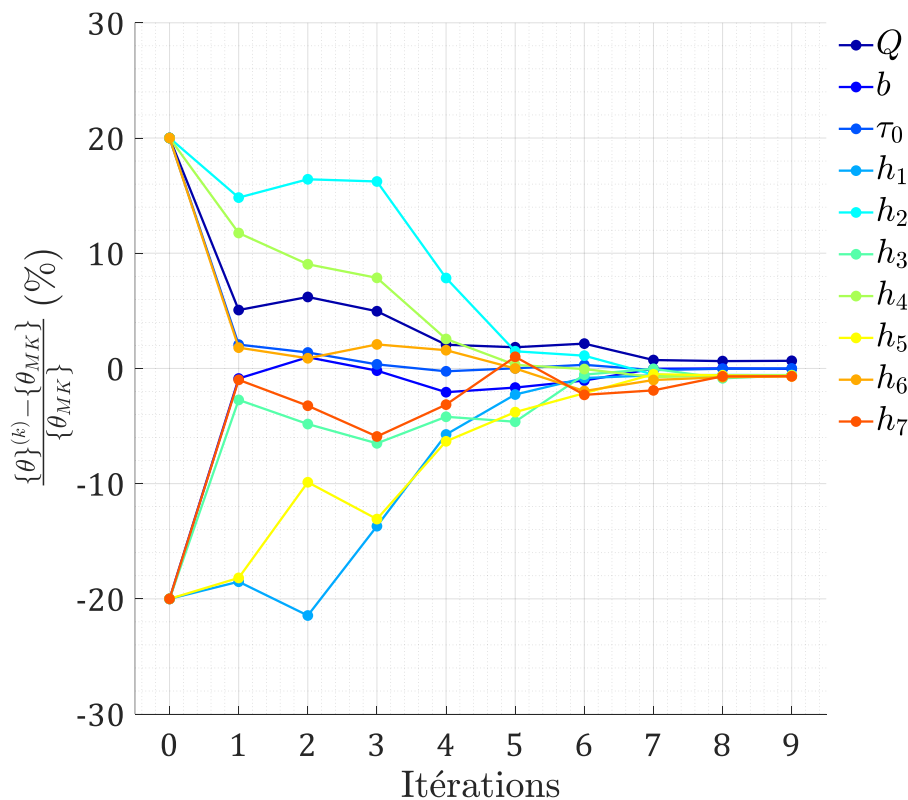


Figure 4.22 : Comparaison de l'évolution des paramètres au cours des itérations de l'algorithme de minimisation pour l'identification menée à partir du couple de topographies des grains n°3 et n°17.

Les évolutions des paramètres au fil des itérations pour les deux identifications sont semblables. Lorsque les paramètres se stabilisent, l'erreur relative de chacun des coefficients d'interaction est comprise entre -0.58% et -0.7%. Ce sont des valeurs quasi-similaires à l'erreur relative au signe près commise sur Q valant 0.66%. La supposition évoquée lors du test de validation précédent, à propos d'une compensation entre les coefficients d'interaction et le paramètre Q , tend à se confirmer. De plus, non montrés dans ce manuscrit, les indices d'identifiabilité des topographies ont été calculés pour 9 paramètres plastiques, en omettant le paramètre Q . Le meilleur indice d'identifiabilité de ces 9 paramètres est obtenu à partir de la seule topographie du grain n°17, pour une valeur de $I_{Z_{17}}(b, \tau_0, h_{i, i \in \{1, \dots, 7\}}) = 2.5$, indice équivalent à celui de l'expérience optimale construit à partir de deux topographies.

De plus fortes perturbations des paramètres auraient pu être investiguées, mais celles-ci sont coûteuses en temps de calcul. La valeur de perturbation utilisée est la même pour tous les paramètres. La perturbation utilisée dans ces travaux est en accord avec celles utilisées dans la littérature. Elle s'inspire de la valeur utilisée par Guery et al. (Guery et al., 2016), qui vaut au maximum 20%.

Le couple de topographies établi à la section 4.4.1.1 est validé dans cette partie. Les topographies qui seront utilisées à la prochaine section proviennent d'essais de nanoindentation réalisés dans les grains n°3 et n°17. Les erreurs de mesure introduites par les données expérimentales, tout comme les erreurs de modèle, vont fortement impacter le processus d'identification. Dans cette section, uniquement la perturbation des paramètres a été investiguée. Une perturbation par du bruit des topographies pseudo expérimental aurait également pu également être introduite, afin de conforter la validation apportée dans cette section.

Nous allons maintenant procéder à l'identification des 10 paramètres plastiques à partir des topographies expérimentales sélectionnées dans la prochaine section.

4.4.2. Résultats d'identification

Nous présentons dans cette section les résultats d'identification simultanée des 10 paramètres plastiques obtenus à partir de l'expérience optimale, établie à la section 4.3. La combinaison d'observables est un couple de deux topographies : celle des grains n°3 et n°17. Le point de départ choisi pour l'identification est $\{\theta_{MK}\}$ (seule matrice d'interaction définie pour le nickel) dont les valeurs des paramètres sont rappelées au Tableau 4.6.

	Q (MPa)	b (-)	τ_0 (MPa)	h_1 (-)	h_2 (-)	h_3 (-)	h_4 (-)	h_5 (-)	h_6 (-)	h_7 (-)
$\{\theta_{MK}\}$	140.65	7.96	26.998	0.35	0.35	0.21	0.82	0.3	0.41	0.32

Tableau 4.6 : Jeu de paramètres plastiques $\{\theta_{MK}\}$.

Les deux topographies expérimentales sont illustrées à la Figure 4.23, ainsi que leur angle azimutal respectif, l'orientation cristallographique de chaque grain, la ligne du niveau zéro, les vecteurs de la base du cristal projetés dans le plan d'indentation, les vecteurs de la base numérique ainsi que l'orientation expérimentale de l'indenteur.

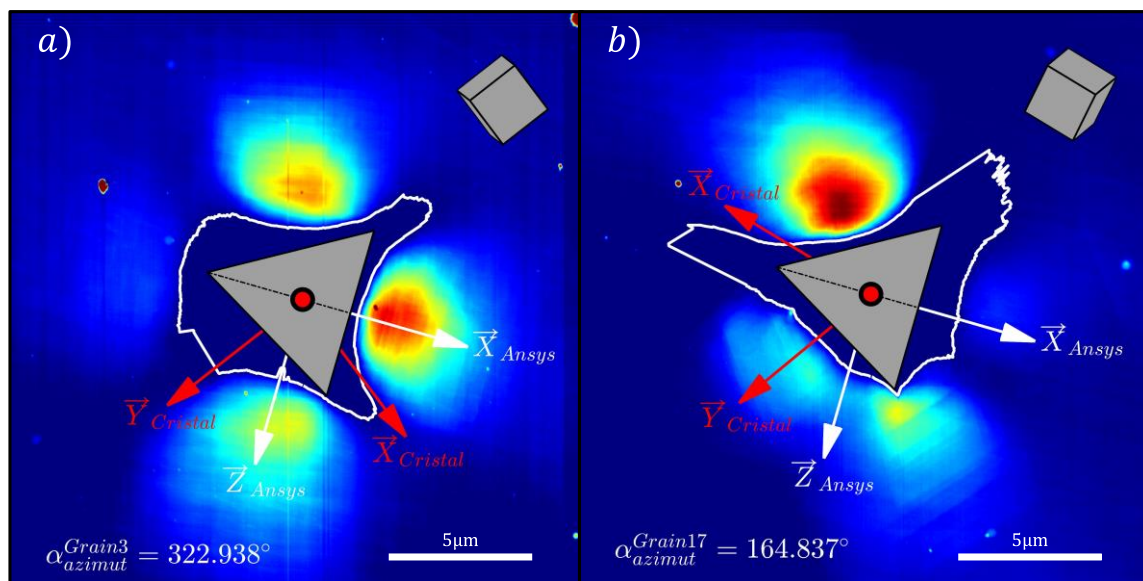


Figure 4.23 : Rappel des topographies expérimentales utilisées pour l'identification. a) la topographie du grain n°3, orientée dans la direction $(-1\ 3\ 11)$. b) la topographie du grain n°17, orientée dans la direction $(5\ -2\ 10)$. Sur les deux topographies sont représentés en haut à droite les cubes symbolisant les orientations cristallographiques des grains. En rouge sont représentées les projections dans le plan indenté les vecteurs de la base du cristal et en blanc les vecteurs du repère éléments finis. L'angle azimutal, calculé entre la projection de l'axe $\vec{X}_{Cristal}$ dans le plan indenté et l'axe \vec{X}_{Ansys} du repère éléments finis, est reporté en bas à gauche des images. La ligne du niveau zéro est en trait blanc continu.

Les courbes d'indentation numériques et expérimentales sont comparées à la Figure 4.24 a). L'écart entre les courbes d'indentation numériques et expérimentales est certainement causé en partie par l'effet d'échelle du matériau, introduit à la section 2.3.5.2. Les courbes d'indentation numériques suivent néanmoins la même tendance

que l'expérimental : la courbe d'indentation du grain n°3 est en dessous de celle du grain n°17. Les courbes expérimentales ont une charge confondue jusqu'à 400 nm, et on retrouve ce phénomène sur les courbes numériques.

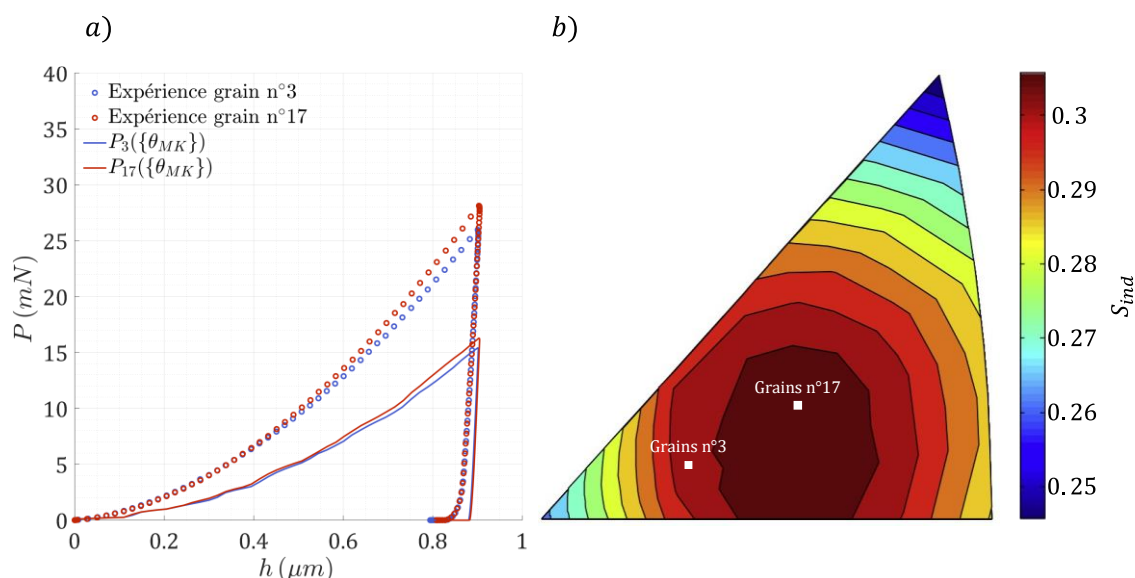


Figure 4.24 : a) courbes d'indentations expérimentales et numériques pour les deux grains. b) représentation sur la figure des pôles inverses du facteur de Schmid en indentation du nickel monocristallin avec élasticité anisotrope (Zhang et al., 2017), sur laquelle sont reportées les orientations des grains n°3 et n°17.

Les modules d'indentation des deux grains, reportés au Tableau 2.3, montrent que le module d'indentation du grain n°17 (220.7 GPa) est légèrement plus important que celui du grain n°3 (216.1 GPa). Sur la figure des pôles inverses à la Figure 4.24 b) est représenté le facteur de Schmid maximal en indentation obtenu par Zhang et al. (Zhang et al., 2017). Les valeurs des facteurs de Schmid maximaux des deux grains sont proches. Les deux grains ont donc des réponses élastiques et plastiques proches, ce qui explique la proximité des courbes d'indentation (expérimentale comme numérique). Malgré une grande similitude des courbes d'indentation, les topographies expérimentales des deux grains diffèrent grandement, comme illustré à la Figure 4.23.

Les topographies simulées avec le jeu de paramètres $\{\theta_{MK}\}$ sont représentées à la Figure 4.25. On observe tout d'abord que le long de la trajectoire de lecture, la localisation des maxima et minima correspondent entre simulations et expériences. De manière générale, les bourrelets sont numériquement surestimés.

À la Figure 4.25 f), le bourrelet en bas à droite englobe toute une face de l'indenteur sur la topographie numérique, alors que celui-ci est scindé en deux expérimentalement (Figure 4.25 d)). C'est visible au début de la lecture du profil à la Figure 4.25 b), le bourrelet numérique surestime fortement celui observé expérimentalement. Alors que les courbes d'indentation simulées sous-estiment les forces expérimentales, les topographies surestiment les altitudes.

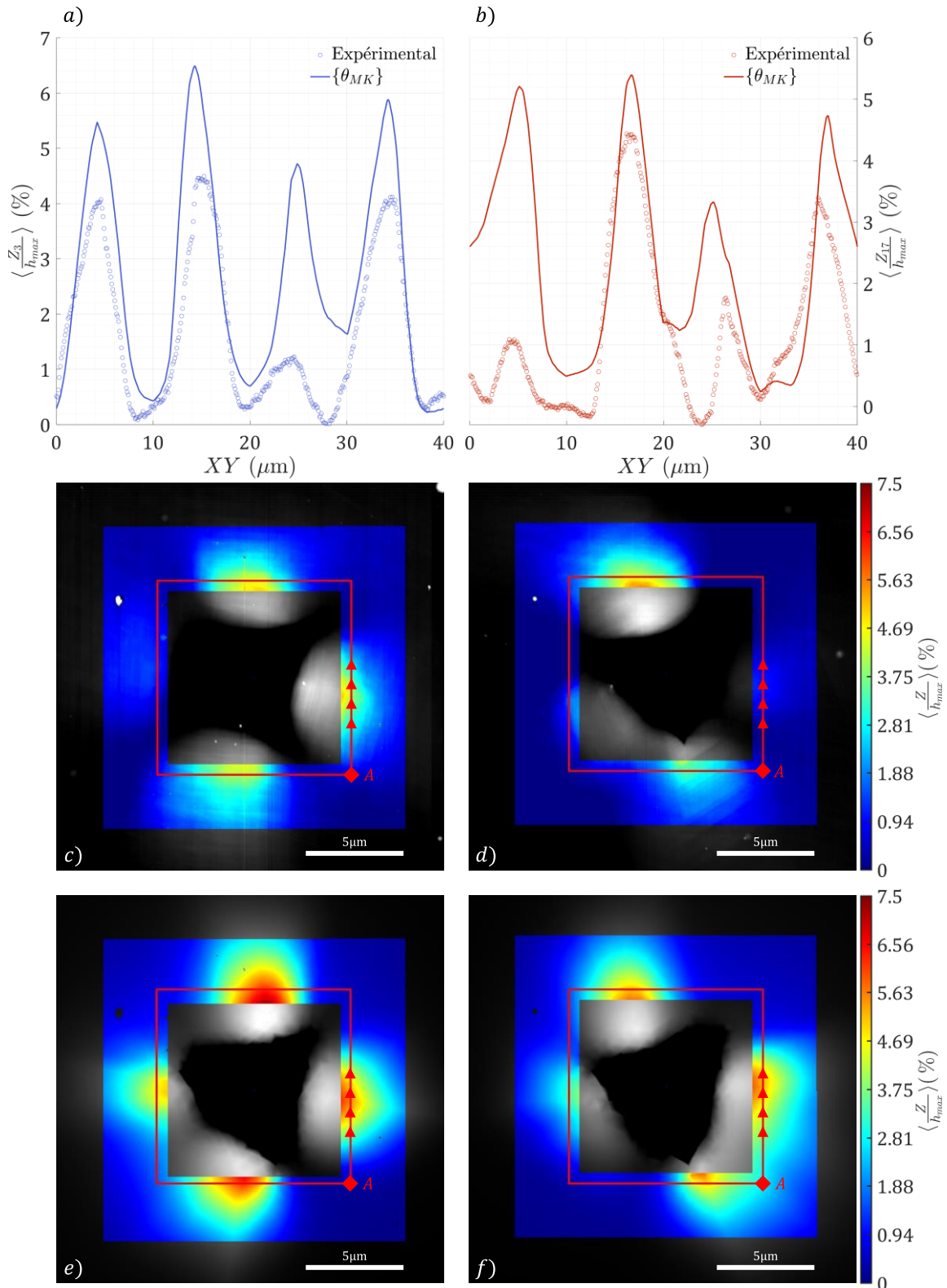


Figure 4.25 : Comparaison des topographies et profils simulés avec le point de départ $\{\theta_{MK}\}$ et expérimentaux pour les grains n°3 (colonne de gauche) et n°17 (colonne de droite). En a) et b) les profils expérimentaux et numériques. Les chemins suivis pour les profils sont représentés sur les topographies expérimentales en c) et d), et les topographies numériques en e) et f). En a) et b), les traits continus représentent les profils simulés et les cercles les profils expérimentaux. La trajectoire et le sens de lecture sont illustrés sur chaque topographie, partant de A et revenant vers A.

L'évolution de la fonction coût $\omega_{Z_3 \cup Z_{17}}$ utilisée pour l'identification à partir des topographies des grains n°3 et n°17 est représentée à la Figure 4.26.

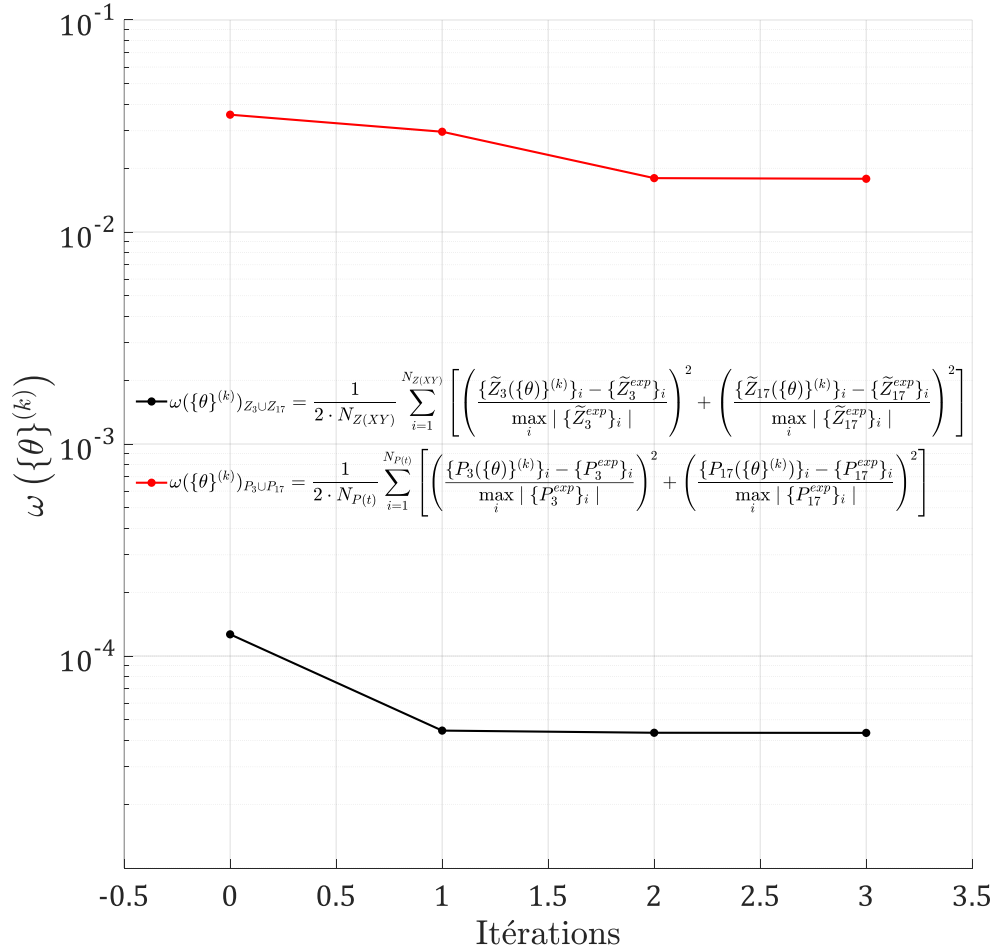


Figure 4.26 : Evolution de la fonction coût $\omega_{Z_3 \cup Z_{17}}$ et de l'écart liée aux courbes d'indentation $\omega_{P_3 \cup P_{17}}$ en fonction des itérations. Uniquement les topographies des grains n°3 et n°17 ont été utilisées dans le processus d'identification, l'écart lié aux courbes d'indentation est calculé a posteriori. L'indice k correspond à l'itération, l'indice i au point de l'abscisse curviligne de la topographie ou point de la courbe d'indentation. $N_{Z(XY)} = 262144$, le nombre de points d'une topographie, et $N_{P(t)} = 100$ le nombre de points de la courbe d'indentation.

L'évolution de l'écart $\omega_{P_3 \cup P_{17}}$ commis sur les courbes d'indentation des grains n°3 et n°17 est calculé a posteriori. On remarque que l'identification n'a nécessité que 3 itérations. La fonction coût basée sur l'écart entre les topographies a légèrement diminué, passant de $\omega_{Z_3 \cup Z_{17}}(\{\theta_{MK}\}) = 1.3 \times 10^{-4}$ à $\omega_{Z_3 \cup Z_{17}}(\{\hat{\theta}\}) = 4.3 \times 10^{-5}$ à la dernière itération. La fonction coût calculée à partir des deux topographies des grains n°3 et n°17, prise en compte dans le processus d'identification, décroît en une itération puis reste quasi-constante pour les deux itérations suivantes.

Comme pour les deux validations précédemment étudiées, l'écart calculé à partir des courbes d'indentation diminue également, alors que celles-ci ne sont pas prises en compte. Cependant cet écart ne diminue que très légèrement, passant de $\omega_{P_3 \cup P_{17}}(\{\theta_{MK}\}) = 3.6 \times 10^{-2}$ à $\omega_{P_3 \cup P_{17}}(\{\hat{\theta}\}) = 1.8 \times 10^{-2}$.

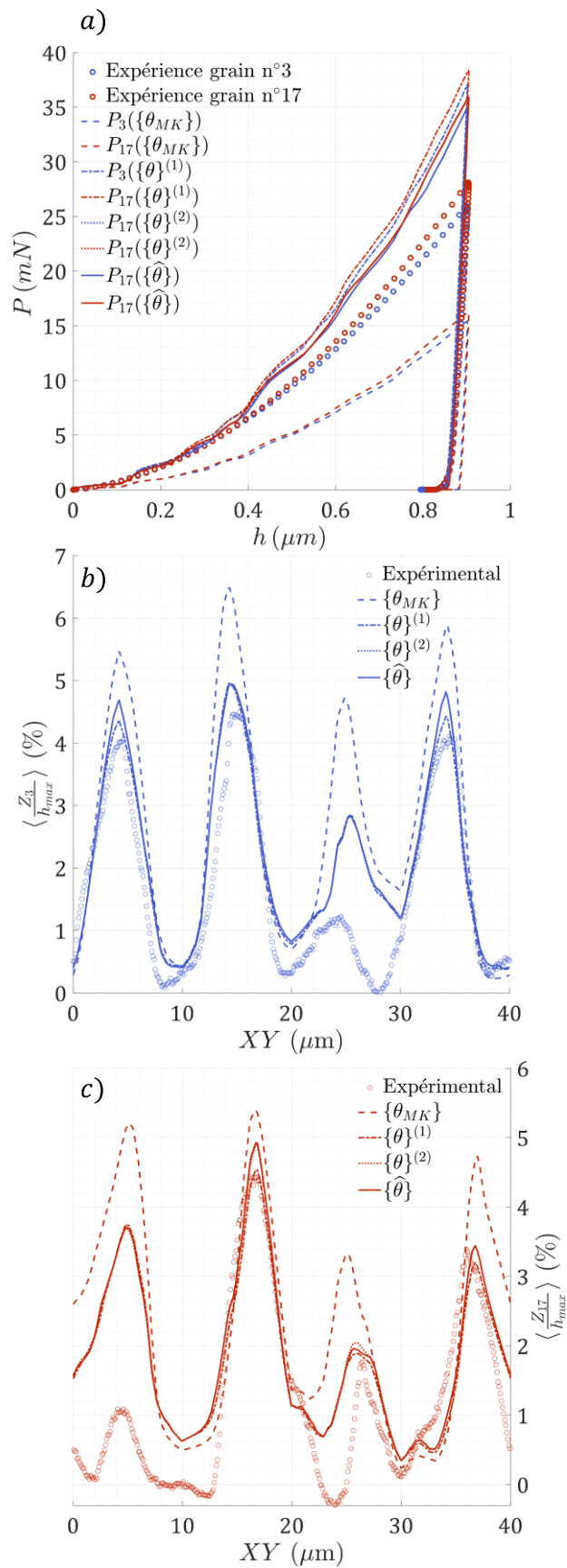


Figure 4.27 : Evolution au fil des itérations de l'algorithme de minimisation des profils dont les chemins sont illustrés sur les topographies expérimentales aux Figure 4.25 c) et d), du grain n°3 en b) et n°17 en c) ainsi que des courbes d'indentation en a).

Il est remarquable sur cette identification que l'erreur sur la topographie diminue en une itération, puis que par la suite celle-ci stagne, pendant que l'erreur sur la courbe d'indentation continue de diminuer, même faiblement. L'erreur sur la courbe d'indentation reste néanmoins très importante à la fin de l'identification. Aux vues de l'évolution des convergences, il semblerait que l'on peut difficilement atteindre une fonction coût inférieure à 1×10^{-5} .

En observant la Figure 4.27, une hypothèse peut être émise. On remarque que certaines parties des profils s'éloignent au fil des itérations des profils expérimentaux, notamment les minima pour le profil du grain n°17 à la Figure 4.27 c). Les maxima pour le profil du grain n°3 à la Figure 4.27 b), tout comme les minima pour le profil du grain n°17 à la Figure 4.27 c) sont mieux approximés à l'itération 1 qu'à l'itération finale. Pour les deux itérations suivantes, certaines parties des profils s'améliorent et d'autres s'éloignent, alors que la fonction coût $\omega_{Z_3 \cup Z_{17}}$ est quasi inchangée. La minimisation de la fonction coût par l'algorithme détermine une moyenne au mieux, qui est limitée par le modèle. Celui-ci ne décrivant pas l'ensemble des aspects à l'origine de la formation des topographies expérimentales (densité de dislocations initiale), c'est une explication plausible à la faible diminution de la fonction coût. Les courbes d'indentation montrent également la difficulté que le modèle rencontre à décrire ce qui est observé en force.

Malgré cette faible diminution de l'écart modèle-expérience, la Figure 4.28 montre une forte évolution des paramètres lors du processus de minimisation, jusqu'à un facteur 3.7 pour le paramètre b entre la valeur départ et la valeur finale.

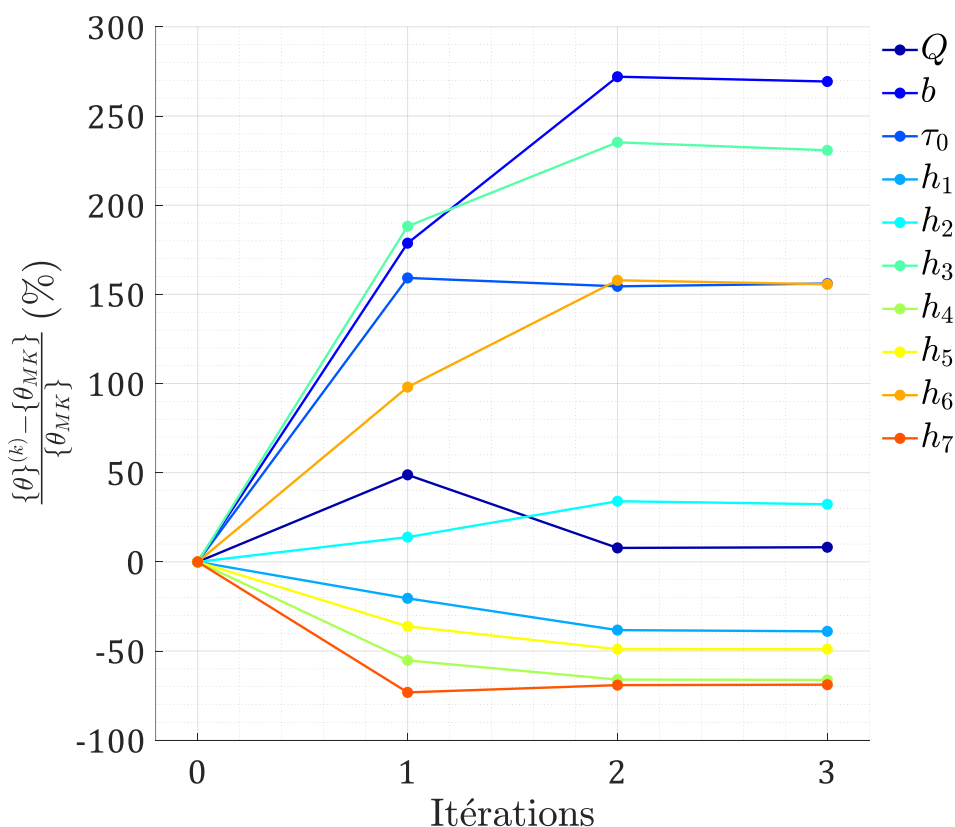


Figure 4.28 : Evolution des paramètres $\{\theta\}^{(k)}$, relativement aux paramètres $\{\theta_{MK}\}$, au fil des itérations k de l'algorithme de minimisation.

La Figure 4.28 montre l'écart relatif des paramètres $\{\theta\}^{(k)}$ à l'itération k par rapport aux paramètres de départ $\{\theta_{MK}\}$. Le paramètre le plus impacté est b , puis h_3 , puis h_6 et τ_0 . Les valeurs des paramètres identifiés sont reportées dans le Tableau 4.7.

	Q (MPa)	b (-)	τ_0 (MPa)	h_1 (-)	h_2 (-)	h_3 (-)	h_4 (-)	h_5 (-)	h_6 (-)	h_7 (-)
$\{\theta_{MK}\}$	140.65	7.96	26.98	0.35	0.35	0.21	0.82	0.3	0.41	0.32
$\{\hat{\theta}\}$	152.20	29.40	69.13	0.21	0.46	0.69	0.28	0.15	1.05	0.10
$\Delta\bar{\theta}_i$ (%)	32.4	65.8	36.7	104.1	79.2	89.9	72.8	76.9	41.0	89.3

Tableau 4.7 : Les 10 paramètres plastiques identifiés à partir des deux topographies expérimentales du grains n°3 et n°17. L'incertitude paramétrique est calculée à partir de l'équation (3.17).

Les coefficients h_6 et h_3 sont identifiés comme étant les coefficients d'interaction les plus importants : ce sont les deux verrous de Lömer et Hirth respectivement. L'interaction colinéaire h_4 n'est pas retrouvée comme étant l'interaction la plus forte. Viennent ensuite l'interaction coplanaire h_2 , l'interaction colinéaire h_4 (initialement postulée comme l'interaction la plus forte), l'auto-écrouissage h_1 , la jonction glissile à 60° h_5 puis celle à 0° h_7 .

L'identifiabilité a posteriori (après identification) des 10 paramètres $\{\hat{\theta}\}$ en utilisant les topographies des grains n°3 et n°17 est présentée à la Figure 4.29 au fil de la lecture des topographies.

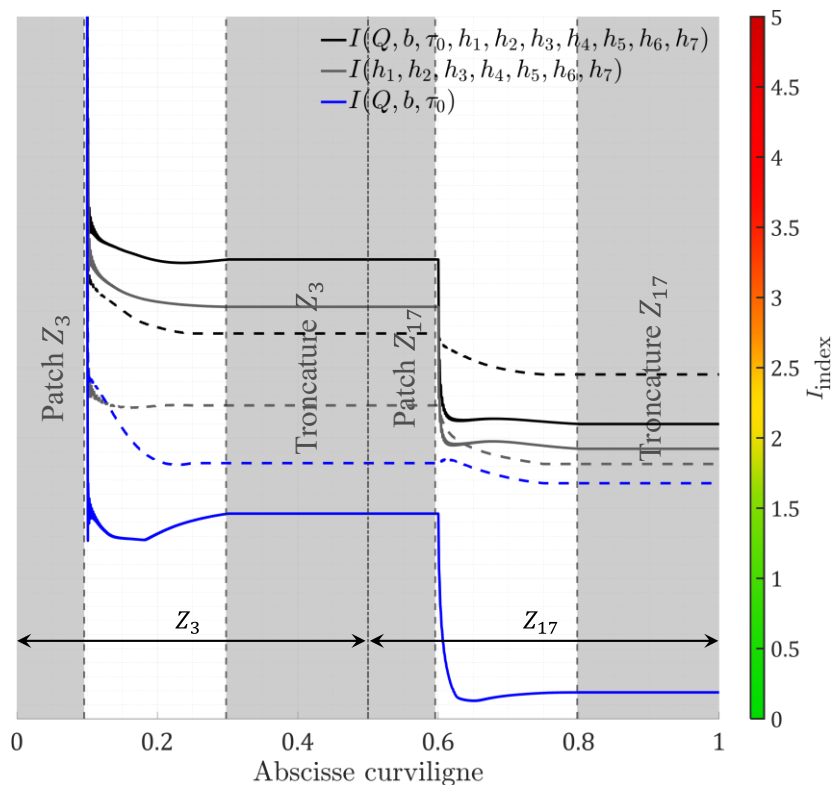


Figure 4.29 : Evolution de l'indice d'identifiabilité (I-index) : en utilisant les topographies des grains n°3 et n°17 avant (trait discontinu) et après l'identification (trait continu).

L'indice d'identifiabilité de l'ensemble des paramètres plastiques est passé de 2.4 à 2.1, ce qui indique que la convexité de la fonction coût autour de la solution est satisfaisante. C'est un résultat remarquable, qui vient grandement conforter les résultats d'identification présentés dans cette section. L'indice d'identifiabilité des coefficients d'interaction, à triplet $\{Q, b, \tau_0\}$ connu, augmente très légèrement de 1.8 à 1.9, évalué au point de départ et au point optimisé. Ceci est dû à l'augmentation de l'indice d'identifiabilité de la topographie n°3 seule, dont l'identifiabilité baisse pour les coefficients d'interaction ainsi que l'ensemble des paramètres. L'indice de la topographie du grain n°3 seul pour l'ensemble des paramètres augmente de 2.7 à 3.3, et pour les coefficients d'interaction de 2.2 à 2.9.

De manière globale, la complémentarité des deux topographies utilisées pour l'identification est augmentée par rapport au point de départ. Cette évolution de l'indice au cours de l'identification au cours de l'identification est imprévisible.

Malgré la bonne convexité aux abords de la solution $\{\hat{\theta}\}$ trouvée avec un indice de $I = 2.1$ pour les 10 paramètres, un indice de $I = 0.2$ pour le triplet (Q, b, τ_0) , de $I = 1.9$ pour les coefficients d'interaction, les incertitudes paramétriques reportées dans le Tableau 4.7 sont très élevées, de 32% à 104%. L'équation (3.17) avec laquelle sont calculées les incertitudes, est rappelée ici (pas de sommation des indices) :

$$\{\Delta\bar{\theta}(\{\hat{\theta}\})\}_i = \sqrt{V(\{\hat{\theta}\})[\bar{G}^{-1}]_{ii}}. \quad (4.3)$$

D'après l'équation (4.3), ces fortes incertitudes peuvent s'expliquer par un mauvais conditionnement de $[\bar{G}]$ ou par une valeur de fonction coût $V(\{\hat{\theta}\})$ trop élevée. À la Figure 4.29, l'indice d'identifiabilité calculé a posteriori diminue jusqu'à 2.1, indiquant un conditionnement satisfaisant. Ainsi, de la valeur de la fonction coût trop élevée, résulte ces incertitudes paramétriques élevées. Pour cette étude, le nombre de variables M est égal à 2 (deux topographies). Dans ce cas précis, $V(\{\hat{\theta}\}) = \omega(\{\hat{\theta}\}) = 4.3 \times 10^{-5}$. Pour rappel la matrice quasi-hessienne est $[\bar{G}] = [\bar{S}]^T[\bar{S}]$, avec $[\bar{S}]$ exprimée à l'équation (3.11). D'après l'analyse d'identifiabilité réalisée a posteriori, nous avons calculé $[\bar{G}]$ puis $[\bar{G}^{-1}]$, son inverse, dont les valeurs finales (lorsque les 2 topographies sont prises en compte) en $\{\hat{\theta}\}$ sont reportées à l'équation suivante :

$$[\bar{G}^{-1}] = \begin{bmatrix} 2.4 & -1.1 & 0.2 & -2.4 & -0.8 & 1.5 & 1.8 & -0.6 & -1.5 & 1.5 \\ & 10.0 & 2.6 & 0.0 & 0.9 & -3.4 & -7.5 & -3.6 & -0.7 & 1.3 \\ & & 3.1 & -0.3 & -0.8 & -0.8 & -0.4 & -2.3 & -0.9 & 0.2 \\ & & & 25.0 & 5.1 & -3.7 & -1.9 & 2.9 & 0.5 & -11.2 \\ & & & & 14.4 & -14.0 & -2.8 & -3.5 & 1.5 & 0.0 \\ & & & & & 18.6 & 0.5 & 3.8 & -0.7 & 0.2 \\ & & & & & & 12.2 & 2.4 & -1.9 & -1.5 \\ & & & & & & & 13.6 & -1.0 & -11.0 \\ & & & & & & & & 3.9 & 1.0 \\ & & & & & & & & & 18.4 \end{bmatrix} \times 10^3. \quad (4.4)$$

sym

Comme souhaité, l'identification a changé la forme des bourrelets pour les deux topographies identifiées, qui sont illustrées à la Figure 4.30.

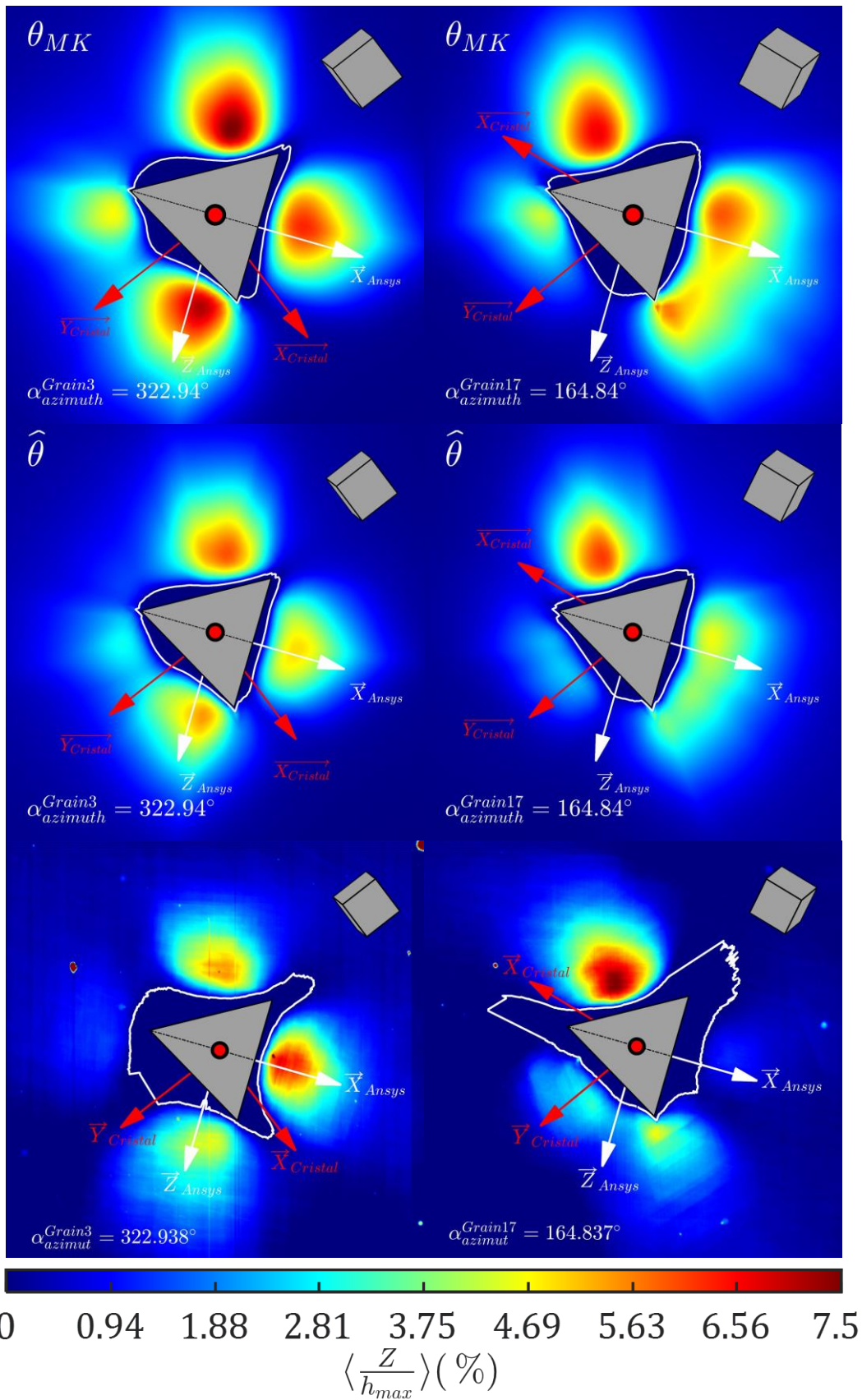


Figure 4.30 : Comparaison entre les topographies simulées avec les paramètres initiaux $\{\theta_{MK}\}$ (1^{er} ligne), avec les paramètres identifiés $\{\hat{\theta}\}$ (2^{ème} ligne) et celles expérimentales (3^{ème} ligne). La colonne de gauche concerne les topographies simulées et expérimentales du grain n°3, et celle de droite du grain n°17.

Pour le grain n°17, le bourrelet initialement placé à la pointe de l'indenteur à gauche, s'est décalé et étalé le long de la face de l'indenteur. Ce bourrelet correspond bien à ce qui est observé sur la topographie expérimentale. Il est également observé sur la Figure 4.27 c) entre 20 μm et 30 μm sur le profil. Le bourrelet en bas à droite de l'empreinte du grain n°17 est néanmoins toujours convolué, même après l'identification. La forme du bourrelet le plus élevé diffère également, moins arrondi que celle du bourrelet expérimental.

Pour le grain n°3, la forme des bourrelets est globalement très proche de l'expérimental. Grâce à l'identification, le bourrelet de gauche à la pointe de l'indenteur a fortement diminué pour correspondre à celui observé expérimentalement. Il est néanmoins légèrement décalé. Comme énoncé plus tôt la hauteur relative entre les bourrelets était initialement incorrecte, on constate que l'identification n'a également pas amélioré ce point à la Figure 4.30.

Un premier test de validation des paramètres obtenus consiste à simuler avec les paramètres identifiés ($\{\hat{\theta}\}$, Tableau 4.7), l'ensemble des topographies inutilisées dans le processus d'identification. Ces topographies sont comparées avec les topographies expérimentales. Aux Figure 4.31 et Figure 4.32 sont représentées les topographies expérimentales, celles obtenues avec le jeu de paramètres initial $\{\theta_{MK}\}$ et celles avec le jeu de paramètres identifiés $\{\hat{\theta}\}$.

Globalement, les topographies obtenues se sont rapprochées de celles expérimentales. Pour les grains n°1, n°8, n°9, n°11, n°15 et n°16 la ressemblance entre les topographies est améliorée. Pour le grain n°8, on observe une déconvolution du bourrelet en bas à gauche, ce qui correspond bien à la topographie expérimentale. On peut observer également l'apparition du bourrelet en dessous de l'axe \vec{X}_{Ansys} , initialement inexistant. Pour le grain n°9, une bonne adéquation modèle expérience est observée. On voit apparaître une ligne dans le bourrelet en haut à droite, initialement non présente. Celle-ci scinde en deux le bourrelet sur la topographie numérique, comme observé expérimentalement. Le bourrelet est néanmoins plus gros que celui observé expérimentalement. Pour le grain n°11, le bourrelet supérieur est également scindé, comme observé expérimentalement. On remarque également que l'ordre de la hauteur relative des bourrelets correspond mieux pour le grain n°11. Le bourrelet en haut à gauche est devenu moins élevé que celui en bas à gauche après identification, ce qui correspond à l'observation expérimentale.

La ligne du niveau zéro est également impactée par l'identification. Les ouvertures autour de l'indenteur observées sur les topographies initiales sont faiblement diminuées après identification. Le niveau zéro est resserré autour de l'indenteur. Ce qui ne correspond pas aux ouvertures expérimentales (partie non prise en compte dans l'identification). Ainsi même si cette identification a permis de réduire l'écart entre les topographies numériques et expérimentales, certains éléments de la topographie ne reflètent pas fidèlement les observations expérimentales. Au Chapitre 2 nous avons fait référence à un ensemble de facteurs expérimentaux qui peuvent expliquer ces observations : utilisation de l'orientation moyenne, densités de dislocation non prises en compte, la définition du niveau zéro, l'effet d'échelle négligé.

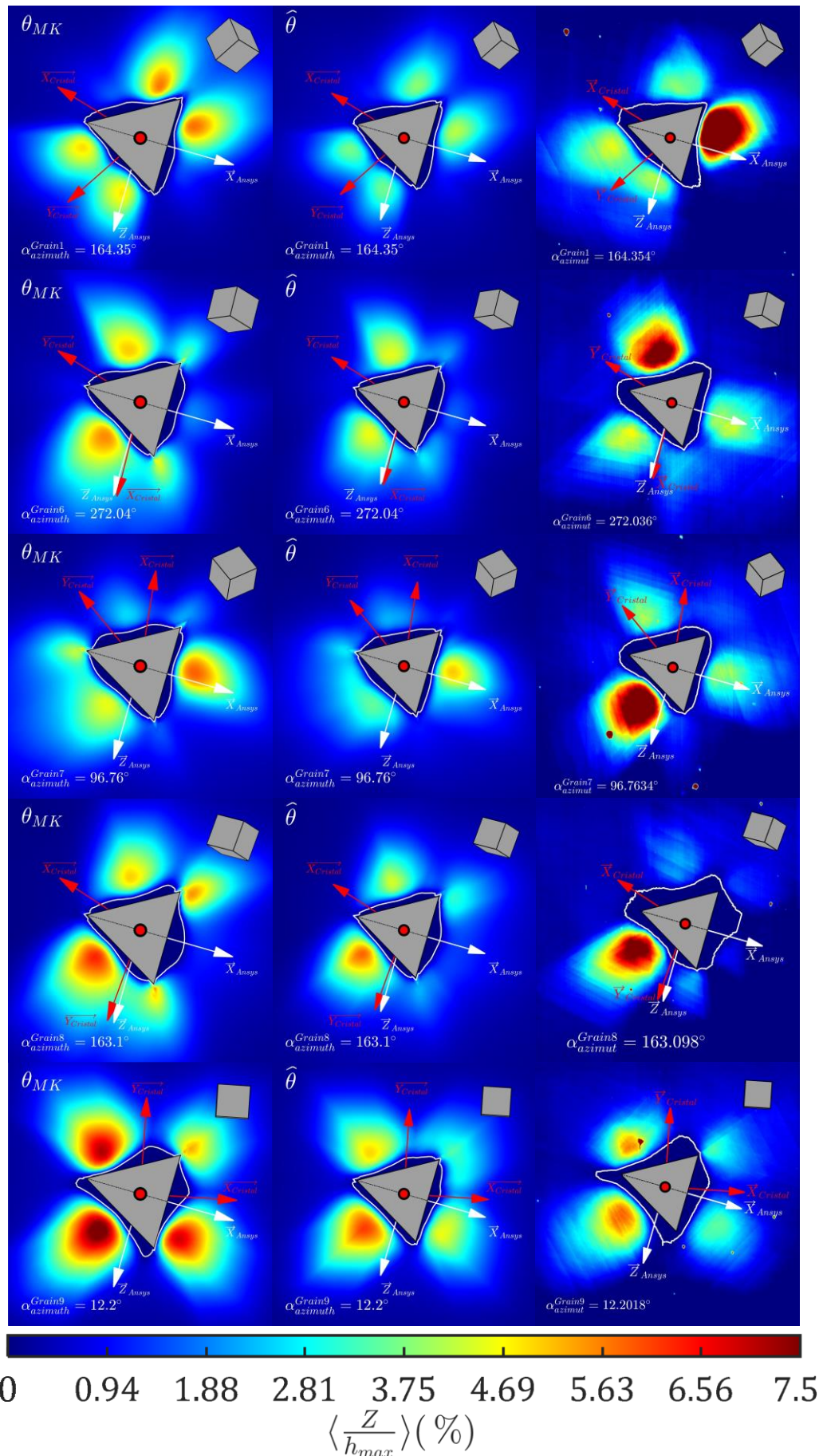


Figure 4.31 : Comparaison entre les topographies obtenues avec les paramètres initiaux ($\{\theta_{MK}\}$, 1^{ère} colonne), identifiés ($\{\hat{\theta}\}$, 2^{ème} colonne) et expérimentales (3^{ème} colonne). Les lignes correspondent aux grain n°1 (ligne 1), n°6 (ligne 2), n°7 (ligne 3), n°8 (ligne 4) et n°9 (ligne 5).

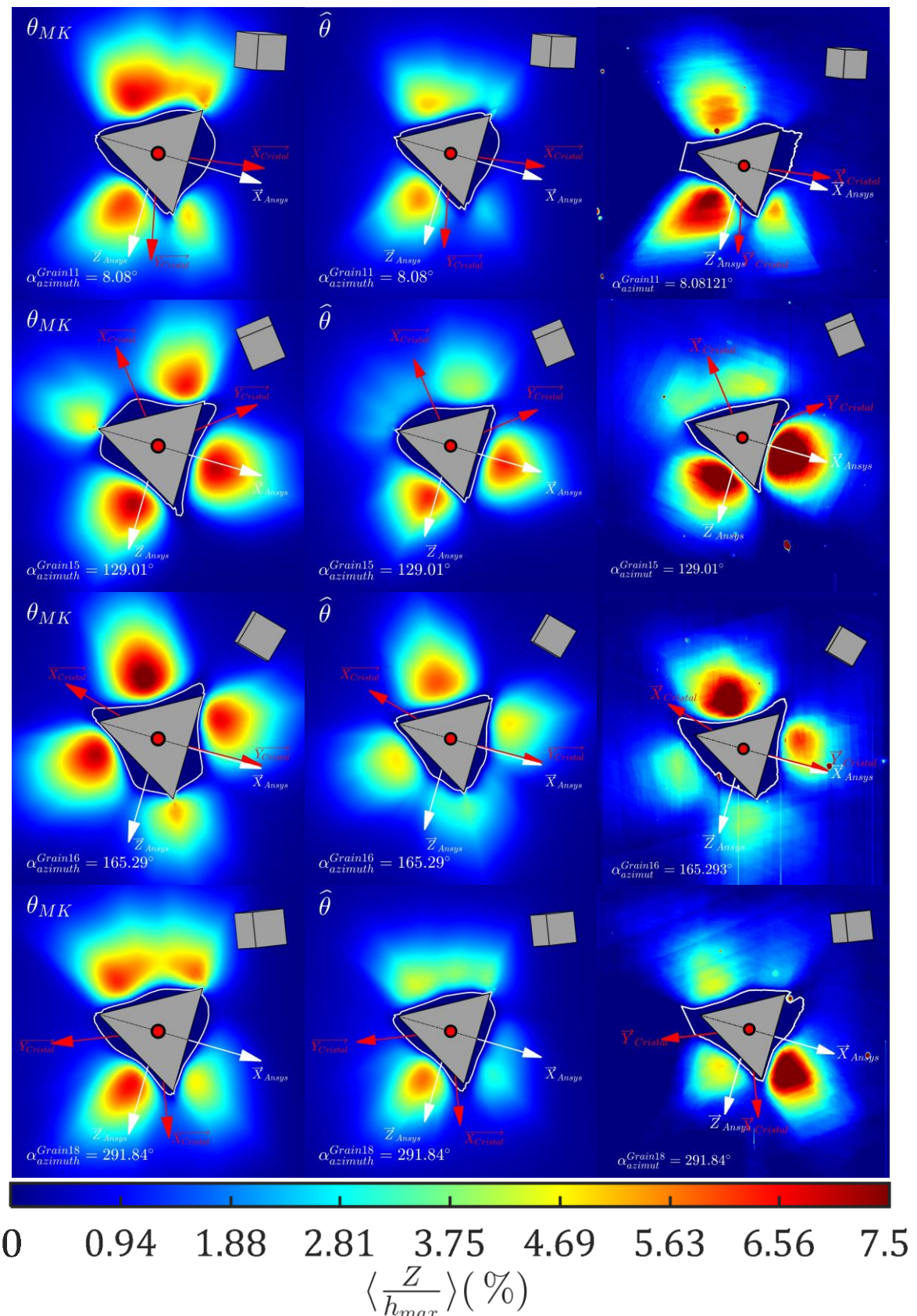


Figure 4.32 : Comparaison entre les topographies obtenues avec les paramètres initiaux ($\{\theta_{MK}\}$, 1^{ère} colonne), identifiés ($\{\hat{\theta}\}$, 2^{ème} colonne) et expérimentales (3^{ème} colonne). Les lignes correspondent aux grains n°11 (ligne 1), n°15 (ligne 2), n°16 (ligne 3) et n°18 (ligne 4).

Certaines erreurs de prévision initialement présentes ne sont cependant pas corrigées avec ce jeu de paramètres $\{\hat{\theta}\}$. Pour les grains n°7 et n°18, comme pour le grain n°3, l'ordre des hauteurs relatives des bourrelets n'est pas corrigé. On remarque néanmoins pour le grain n°7 une déconvolution du bourrelet de gauche, observée expérimentalement. Pour le grain n°18, on ne constate pas de nette amélioration.

Comparons maintenant les écarts obtenus avec les paramètres initiaux $\{\theta_{MK}\}$ et identifiés $\{\hat{\theta}\}$. À la Figure 4.33 sont reportés les écart $\omega_{Z_i}(\{\hat{\theta}\})$.

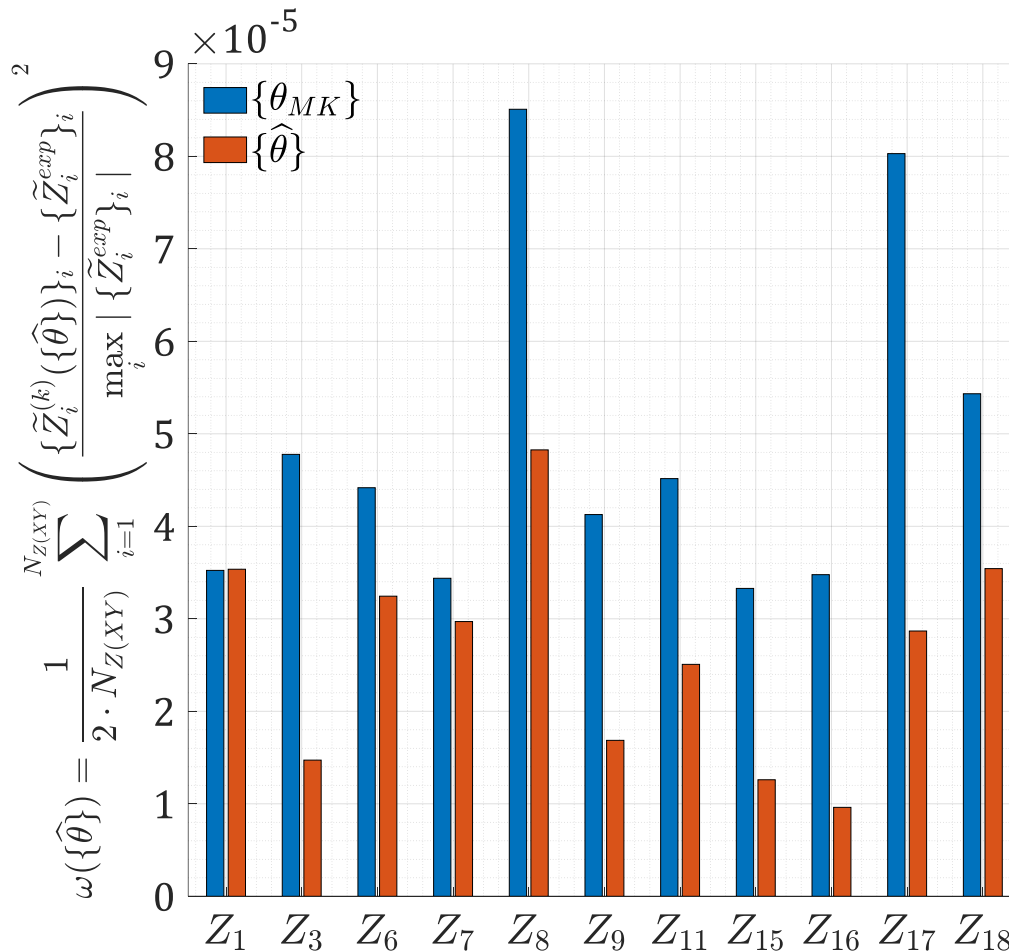


Figure 4.33 : Écart avec l'expérience pour les topographies des différents non pris en compte dans l'identification avec les paramètres initiaux $\{\theta_{MK}\}$ et les paramètres identifiés $\{\hat{\theta}\}$.

On observe que pour l'ensemble des topographies, hormis la topographie du grain n°1, l'erreur avec les paramètres $\{\hat{\theta}\}$ est diminuée. Pour le grain n°1, celle-ci augmente très légèrement, le facteur de réduction de l'écart entre le modèle et l'expérience pour cette topographie est de 0.996. Le facteur de réduction de l'écart le plus élevé avant/après l'identification concerne la topographie du grain n°16, qui est de 3.6. Celle-ci n'est pas utilisée dans le processus d'identification, ce qui montre une prédictibilité améliorée du modèle en utilisant les paramètres identifiés. Les facteurs de diminution de la fonction coût des topographies utilisées lors de l'identification du grain n°3 et n°17, sont un peu inférieurs, 3.2 et 2.8 respectivement. Les facteurs de diminution de la fonction de l'écart sur les topographies des grains n°15 et n°9 valent 2.6 et 2.5 respectivement. Ils sont du même ordre que celui de la topographie du grain

n°17 utilisé pour l'identification. Les autres facteurs de réduction sont inférieurs à 2. Les paramètres identifiés permettent d'améliorer l'adéquation modèle expérience pour les topographies prises en compte dans l'identification, mais également l'adéquation pour les topographies non prises en compte, du même ordre voire supérieur.

Lors de cette identification, le paramètre Q évolue très peu (8%), laissant supposer qu'il aurait pu être considéré fixe, ce qui faciliterait significativement l'identification. Pour rappel, à partir d'une topographie le triplet (Q, b, τ_0) ainsi que les coefficients d'interaction h_i peuvent être identifiés séparément. La difficulté réside dans l'identification simultanée des 10 paramètres plastiques. Les deux tests de validation précédents des section 4.4.1.1 et 4.4.1.2 ont montré que l'identification des paramètres b et τ_0 est facilement obtenue. Le meilleur indice d'identifiabilité des 9 paramètres plastiques à partir de la seule topographie du grain n°17 (en considérant Q connu) est de $I_{Z_{17}}(b, \tau_0, h_{i, i \in \{1, \dots, 7\}}) = 2.5$. C'est donc l'identification simultanée de Q et des coefficients d'interaction qui est difficile.

4.4.3. Comparaison des paramètres identifiés avec quelques valeurs de la littérature

Afin comparer les valeurs des coefficients d'interaction identifiés à celles de la littérature, nous avons reporté dans le Tableau 4.8 une sélection issue de la littérature, ainsi que ceux identifiés dans ce chapitre. Comme il a été montré à la section 4.4.1.1, même dans le cas d'un mauvais conditionnement, la proportion entre les coefficients d'interaction est probablement conservée. Pour cette raison les valeurs des différents coefficients sont normalisées par la valeur de l'interaction colinéaire h_1 . Cette normalisation permet de comparer les proportions entre les coefficients d'interaction par rapport à celles issues de la littérature.

D'après la définition de Franciosi et al. (Franciosi et al., 1980), les coefficients d'interaction sont définis par le rapport de deux contraintes projetées : celle du second système τ^r divisée par la contrainte projetée du système initialement sollicité τ^s . Ainsi le coefficient définissant l'auto-écrouissage h_1 est souvent unitaire (Gérard et al., 2013; Guery et al., 2016; Guilhem, 2012; Kocks, 1970; Méric et al., 1994).

	Matériau	h_1	$\frac{h_2}{h_1}$	$\frac{h_3}{h_1}$	$\frac{h_4}{h_1}$	$\frac{h_5}{h_1}$	$\frac{h_6}{h_1}$	$\frac{h_7}{h_1}$
(Kocks, 1970)	CFC	1.00	1.40	1.40	1.40	1.40	1.40	1.40
(Méric et al., 1994)	Cuivre	1.00	4.40	4.75	4.75	4.75	5.00	4.75
(Devincre et al., 2006) (Daveau, 2012)	CFC	0.35	1.00	0.74	2.26	1.06	1.03	1.06
(Guilhem, 2012)	CFC	1.00	1.00	0.60	12.30	1.60	1.30	1.60
(Gérard et al., 2013)	Cuivre	1.00	1.00	0.20	90.00	3.00	2.50	3.00
(Guery et al., 2016)	316 LN	1.00	1.64	0.10	12.50	0.87	2.60	0.87
(Madec and Kubin, 2017) (Madec and Denoual, 2019)	Nickel	0.35	1.00	0.60	2.34	0.86	1.17	0.91
$\{\theta_{MK}\}$	Nickel	0.35	1.00	0.60	2.34	0.86	1.17	0.91
$\{\hat{\theta}\}$	Nickel	0.21	2.19	3.29	1.33	0.71	5.00	0.48

Tableau 4.8 : Comparaison des coefficients d'interaction identifiés dans la présente étude avec ceux de la littérature. Les coefficients sont normalisés par h_1 , mettant en avant le ratio des différentes interactions avec l'auto-écrouissage.

L'auto-écrouissage, concernant des dislocations se déplaçant dans de larges étendues au sein du grain, bien plus large que le volume sollicité en nanoindentation de quelques μm^3 , il est probable que ce paramètre soit mal évalué. C'est également ce coefficient qui a l'incertitude paramétrique la plus élevée. En dynamique des

dislocations, les VER de simulation ne sont pas assez grands pour quantifier avec fiabilité cette interaction. C'est donc un coefficient d'interaction qu'il est difficile de quantifier.

Dans la plupart des références présentées au Tableau 4.8, le verrou de Hirth (h_3) est considéré comme une des interactions les plus faibles, ici classée comme la seconde plus forte des interactions dans les deux identifications. Le classement des interactions d'après les résultats obtenus est :

$$h_7 < h_5 < h_1 < h_4 < h_2 < h_3 < h_6. \quad (4.5)$$

4.5. Conclusions

Dans ce chapitre nous avons introduit la méthode de conception numérique de l'expérience optimale à partir de la base de données expérimentale afin d'identifier simultanément les 10 paramètres plastiques de la loi de Méric-Cailletaud (Méric et al., 1991a). Cette conception numérique tient compte de la contrainte du temps de calcul qui doit être raisonnable. Pour bien poser a priori le problème inverse d'identification paramétrique, nous avons sélectionné les données expérimentales les plus riches en informations, en nous basant sur l'indice d'identifiabilité. Nous avons exploré l'ensemble des combinaisons possibles de notre base expérimentale en utilisant des topographies et/ou courbes d'indentation : la combinaison de deux topographies s'avère être l'option la plus intéressante. L'ajout d'une troisième topographie a été écarté du fait de la faible contribution au conditionnement du problème inverse. Les courbes d'indentation s'avère inutile pour bien poser le problème inverse, on retrouve ici un résultat classique de la littérature (Bolzon et al., 2004; Nguyen et al., 2022; Renner et al., 2020). Il est même préférable de ne pas combiner les topographies et les courbes d'indentation, si les topographies sont disponibles, afin de ne pas diluer l'information. L'expérience optimale, compte tenu de notre base de données, est le couple de topographies Z_3 et Z_{17} d'orientations (3 1 11) et (5 – 2 10).

Nous avons ensuite validé ce choix d'expérience à l'aide un premier test purement numérique avec une seule topographie Z_3 . Les coefficients d'interaction sont estimés avec une erreur non négligeable de 7%, en prenant comme point de départ une solution perturbée de 20%. Nous avons néanmoins montré que dans ce cas les rapports entre les coefficients d'interaction sont conservés. Néanmoins, l'identifiabilité des 10 paramètres plastiques à partir d'une seule topographie est a priori insuffisante, nous l'avons confirmé via ce premier test. En partant du même point de départ nous avons montré que les paramètres identifiés sont retrouvés avec une très faible erreur ($\pm 0.7\%$) en utilisant le couple de topographies Z_3 et Z_{17} . Avec ces deux tests nous avons mis en évidence le couplage entre l'ensemble des coefficients d'interaction et le paramètre Q qui pilote la saturation de l'écroutissage. Ne pouvant pas être identifiés indépendamment, la difficulté de bien poser le problème trouve son origine dans cette compensation entre les interactions et le paramètre Q . En effet, l'indice calculé pour la topographie du grain n°17 seule, en supposant le paramètre Q connu, est $I(b, \tau_0, h_{i,i \in \{1, \dots, 7\}}) = 2.5$. Pour le couple de topographies Z_3 et Z_{17} , lorsque les bords de ces topographies sont tronqués, la même valeur d'indice d'identifiabilité est obtenue. L'identification menée dans ces travaux montre que le paramètre Q varie peu (10%) par rapport à l'ensemble des autres paramètres, et pourrait ainsi être considéré constant. Cela simplifierait grandement l'identification paramétrique menée dans ces travaux.

Nous avons utilisé le couple de topographies sélectionnées par le design numérique basé sur l'identifiabilité a priori pour identifier les 10 paramètres plastiques de la loi de plasticité cristalline de Méric-Cailletaud (Méric et al., 1991a). Une identification a été effectuée, améliorant légèrement la fonction coût calculée à partir des topographies numérique et expérimentale. Au-delà de diminuer cet écart, les

simulations effectuées avec les paramètres identifiés permettent de diminuer l'écart pour la quasi-totalité des topographies de la base expérimentale non prises en compte dans l'identification. La convexité de la fonction coût est investiguée a posteriori pour les paramètres solutions. Nous avons ainsi montré, à l'aide de l'indice d'identifiabilité, que la convexité de la fonction coût autour des paramètres solutions est meilleure que celle autour des paramètres initiaux. Cela conforte grandement la solution obtenue.

Les topographies simulées avec les paramètres obtenus par identification présentent néanmoins toujours une différence avec les topographies expérimentales, principalement en termes de hauteurs relatives de bourrelets. L'ordre des hauteurs relatives entre les bourrelets de certaines topographies simulées avec le jeu de paramètres solution n'est pas toujours corrigé par les identifications. La hauteur des bourrelets étant dépendante de la densité de dislocations initiales locale, appliquer notre méthodologie à un modèle de plasticité cristalline prenant en compte cette densité devrait permettre d'améliorer la prévision autour des empreintes.

Conclusions et perspectives

L'objectif de ces travaux de thèse est de contribuer à l'identification simultanée de 10 paramètres plastiques de la loi de plasticité cristalline de Méric-Cailletaud (Méric et al., 1991a), en particulier les 7 coefficients qui pilotent les interactions entre les systèmes de glissement, d'un monocristal de nickel (CFC). Ce manuscrit introduit la méthodologie mise en œuvre pour identifier ces paramètres et quantifier leurs incertitudes à partir d'empreintes obtenues par nanoindentation Berkovich. Le premier chapitre introduit la plasticité cristalline du nickel, où sont définies les hypothèses sur les mécanismes de plasticité mis en jeu lors d'un essai de nanoindentation, ainsi que la loi de comportement utilisée pour modéliser ces mécanismes à l'échelle du cristal dans le cadre de la mécanique des milieux continus. Le deuxième chapitre expose les données expérimentales susceptibles d'être utilisées pour l'identification de paramètres plastiques : courbes d'indentation, topographies des empreintes pour différentes orientations pointe/cristal. Le troisième chapitre traite de la méthodologie de conception de l'expérience optimale. Cette combinaison d'essais et de mesures doit assurer a priori le meilleur conditionnement possible du problème inverse d'identification des 10 paramètres tout en maintenant un temps de calcul acceptable pour mettre en œuvre la méthode FEMU. Le dernier chapitre concerne l'application de la méthodologie à la base de données expérimentales construite au Chapitre 2, permettant finalement de définir l'expérience optimale à utiliser et de quantifier les 10 paramètres plastiques visés.

Du point de vue expérimental, ces travaux explorent une base de données obtenues à partir de mesures EBSD, AFM, d'essais de nanoindentation et de traction.

L'analyse EBSD a révélé la microstructure de notre échantillon de nickel. À partir de cette cartographie, un ensemble de grains a été sélectionné, en se basant sur leur taille et leur orientation cristallographique. La taille de chaque grain est choisie aussi grande que possible, afin de minimiser l'influence des joints de grains mais aussi afin de laisser la possibilité de faire plusieurs indentations Berkovich par grain. Enfin, les grains ont été sélectionnés afin d'avoir la plus grande hétérogénéité d'orientations cristallographiques d'un cristal CFC disponible dans la zone de l'échantillon imagée par EBSD. Les essais de nanoindentation ont été réalisés dans les différents grains. L'échantillon passe ensuite à l'AFM, grâce auquel les topographies des empreintes sont obtenues.

Venant s'ajouter aux différents post-traitements des mesures et essais de ces travaux, la méthodologie pour faire correspondre les repères des essais de nanoindentation, la mesure EBSD, des mesures AFM avec les simulations éléments finis est la contribution de cette thèse à la partie expérimentale. Cette correspondance nécessite une parfaite connaissance des données expérimentales recueillies. C'est seulement après un respect minutieux de la méthode qu'il est possible de confronter des topographies Berkovich expérimentales et numériques d'empreintes Berkovich.

Au-delà des essais et mesures nécessaires à l'identification des coefficients d'interaction entre les systèmes de glissement, la base de données issues des essais

nanoindentation est enrichie avec des réponses mécaniques à des sollicitations diverses : relaxation, fluage, chargement cyclique, force oscillante mais aussi indentation à différentes vitesses de chargement et différentes profondeurs maximales. Les différentes sollicitations exhibent la viscoplasticité du nickel ainsi que l'effet d'échelle. Ces analyses supplémentaires ont permis de définir une longueur interne de 94 nm, seuil en dessous duquel les paramètres plastiques sont dépendants de la profondeur d'indentation. L'ensemble des topographies utilisées pour l'identification a été obtenu via des essais d'indentation réalisés à des profondeurs de 900 nm, environ 10 fois supérieures à cette longueur interne.

Du point de vue numérique, ces travaux présentent tout d'abord la modélisation éléments finis de l'essai de nanoindentation Berkovich. La méthodologie d'identification des 10 paramètres plastiques de la loi de plasticité cristalline, basée sur l'identifiabilité a priori pour concevoir l'expérience optimale, est également introduite. Une identification par méthode FEMU des 10 paramètres plastiques d'une loi de plasticité cristalline, dont les 7 coefficients d'interaction entre les systèmes de glissement, est ensuite réalisée.

Le comportement du matériau est décrit avec une loi de comportement de plasticité cristalline (Méric et al., 1991a), exprimée en transformations finies. Celle-ci est implémentée dans le logiciel MFront, qui est couplé avec le logiciel Ansys afin de simuler les essais de nanoindentation et avec le logiciel MIC2M pour l'identification et l'identifiabilité. Cette implémentation, le couplage des logiciels ainsi que le modèle paramétré de l'essai de nanoindentation est une contribution de mes travaux à la partie numérique. L'adéquation entre simulation d'essai de nanoindentation Berkovich en contexte de plasticité cristalline et les données expérimentales est une difficulté sérieuse. D'une part, pour que la simulation soit réalisée dans le respect des conditions expérimentales, l'anisotropie doit être gérée de manière à respecter les orientations cristallographiques recueillies ainsi que l'angle azimutal de la pointe Berkovich. D'autre part, le post-traitement des topographies expérimentales et numériques doit permettre de les faire concorder, si toutefois le modèle le permet.

À l'aide de ce modèle éléments finis et en se basant sur l'indice d'identifiabilité, une expérience optimale est conçue à partir des topographies résiduelles de la base de données. Cette expérience optimale est composée de données qui permettent de poser a priori le problème inverse de la meilleure façon possible. Ce conditionnement optimal est calculé a priori (avant l'identification), pour un jeu de paramètres $\{\theta_{MK}\}$. Le jeu de paramètres est composé d'un triplet de paramètres d'érouissage $\{Q, b, \tau_0\}$, identifiés à partir d'un essai de traction sur un polycristal, et de 7 coefficients d'interaction du nickel, issus de la littérature (Madec and Kubin, 2017). Le critère de sélection a priori des combinaisons de données est basé sur un indice d'identifiabilité des 10 paramètres plastiques recherchés à partir des données expérimentales disponibles, dans un temps de calcul raisonnable. Grâce à ce critère, deux topographies sont sélectionnées parmi les 55 couples disponibles. Ce couple de topographies permet d'obtenir un indice $I = 2.5$. Ce couple de topographies a ensuite été validé sur un cas test. Celui-ci consiste à perturber le jeu de paramètres $\{\theta_{MK}\}$ de $\pm 20\%$ et vérifier s'il est possible par la méthode FEMU de retrouver les paramètres $\{\theta_{MK}\}$.

À partir du couple de topographies sélectionnées (le grains n°3 d'orientation (3 1 11), et le grain n°17 d'orientation (5 – 2 10)), l'identification simultanée des 10 paramètres plastiques d'une loi de comportement de plasticité cristalline, dont les 7 coefficients d'interaction entre les systèmes de glissement, a été effectuée. C'est le résultat principal de ces travaux. Les paramètres estimés permettent de diminuer l'écart entre les topographies expérimentales et numériques pour le couple de topographies utilisées dans l'identification. Ils permettent également de diminuer l'écart pour les topographies non prises en compte dans le processus d'identification, montrant un caractère prédictif du modèle. Lors de la première identification, un certain nombre de méconnaissances énoncées dans ce manuscrit peuvent affecter les valeurs des paramètres estimés.

Il faut souligner que l'investigation de l'ensemble des topographies expérimentales n'a pas permis d'obtenir un indice d'identifiabilité a priori inférieur à 2.5. Cependant, nous avons montré que la discrétisation éléments finis utilisée ainsi que l'interpolation des topographies induisent une surestimation de 1.1 sur l'indice d'identifiabilité, ce qui est plutôt sécurisant par rapport aux bornes indicatives du bon conditionnement. L'étude d'identifiabilité et le premier cas test de validation de la méthode d'identification mettent en avant la difficulté d'avoir indice d'identifiabilité inférieur à 2.5. Ceci est lié à l'identification simultanée du paramètre Q avec les 9 autres paramètres. Le calcul de l'indice d'identifiabilité des 9 paramètres à partir de la topographie seule du grain n°17 est $I_{Z_{17}}(b, \tau_0, h_{i=\{1,\dots,7\}}) = 2.5$, et pour les 10 paramètres plastiques $I_{Z_{17}}(Q, b, \tau_0, h_{i=\{1,\dots,7\}}) = 3.1$. En considérant le paramètre Q fixé, une seule topographie mène donc à un conditionnement équivalent à celui de l'expérience optimale. Une explication se trouve dans leur rôle commun à la saturation de l'écroutissage de ces paramètres ($Q \sum_r h^{sr}$). Cette multiplication entre la somme des h^{sr} et Q lorsque l'écroutissage est saturé, complique l'identification à partir des empreintes. L'indice d'identifiabilité calculé a priori pour les 10 paramètres plastiques à partir de l'expérience optimale est de $I = 2.5$. L'indice d'identifiabilité calculé a posteriori à partir de l'expérience optimale est de $I = 2.1$, ce qui indique une stabilité de la solution a posteriori meilleure que celle du calcul a priori. Il est également montré que la pondération entre les coefficients d'interaction est conservée, et ce même dans le cas d'un mauvais conditionnement du cas test n°1 étudié à la section 4.4.1.1. Cette pondération est probablement conservée car l'identifiabilité des 7 coefficients d'interaction seuls (en supposant Q , b et τ_0 connus), pour la majorité des topographies disponibles de la base de données ainsi que leurs combinaisons, est inférieur à 2.

La méthode présentée dans ce manuscrit possède des avantages certains pour identifier les paramètres plastiques d'une loi de plasticité cristalline : une bonne sensibilité des topographies aux paramètres, une bonne identifiabilité de l'ensemble des coefficients d'interaction à partir d'une ou plusieurs topographies, la complémentarité des informations contenues dans certaines combinaisons de topographies, ainsi que la capacité de l'algorithme à rapprocher les topographies simulées et expérimentales. Néanmoins, bien que les topographies obtenues après identification montrent un écart plus faible avec l'expérimental, elles ne les décrivent pas toutes fidèlement. Des facteurs identifiés (orientation moyenne, niveau zéro,

densité de dislocation, longueur interne) dans ces travaux sont certainement à l'origine de cet écart. On ne peut donc pas considérer que l'identification effectuée soit concluante pour tous les paramètres car les incertitudes pour certains sont très importantes, néanmoins celle-ci est satisfaisante pour les interactions entre les systèmes de glissement, et plus particulièrement pour le ratio entre ces coefficients. C'est très certainement le deuxième résultat important de ces travaux.

Afin d'améliorer l'adéquation modèle-expérience, plusieurs pistes sont envisageables.

La variation de la densité de dislocations locale initiale, non prise en compte dans ces travaux, est une première piste d'amélioration. La densité de dislocations initiale varie de 10^{12} m^{-2} à 10^{14} m^{-2} au cœur des grains, influençant de manière non négligeable les topographies résiduelles dans ces différentes zones. Même si les paramètres plastiques ne sont plus dépendants de l'effet d'échelle à la profondeur indentée choisie, la description de la plastification lors de l'indentation des 100 premiers nanomètres par le modèle est insuffisante, car l'effet d'échelle n'est pas pris en compte. Ce sont certainement les deux facteurs les plus importants afin d'améliorer la description des topographies. Pour ce faire, une première solution est d'adopter une description plus fine du comportement matériau, avec des modèles physiques évoqués dans ce manuscrit (Estrin and Mecking, 1984; Kocks and Mecking, 2003; Roters et al., 2010; Tabourot et al., 1997; Taylor, 1938; Teodosiu, 1975; Teodosiu et al., 1993). Cela permettrait de prendre en compte la variation de densité de dislocations initiale dans les différents grains. Ces modèles comprennent également une longueur interne qui permet de décrire numériquement l'effet d'échelle. En contrepartie ces lois de comportement possèdent plus de paramètres matériau, ce qui complexifie le processus d'identification. Utiliser des monocristaux afin d'avoir une densité de dislocations semblable dans l'échantillon, comme le modèle utilisé dans ces travaux le présuppose, est une des pistes qui va être empruntée par le projet NOTIFICATION ([ANR-22-CE08-0009](#)), à la suite de cette thèse. En revanche, cela ne solutionne pas l'effet d'échelle (pour les profondeurs d'indentation considérées dans cette thèse) qui nécessite l'introduction d'un gradient de plasticité dans le modèle utilisé. L'ajout du gradient de plasticité améliorerait plus particulièrement les simulations des courbes d'indentation. Dans ce cas, si l'identifiabilité des paramètres à partir des courbes d'indentation prenant compte de l'effet d'échelle s'avère améliorée, celle-ci pourraient être intégrées dans le processus d'identification. L'utilisation de monocristaux et d'un gradient de plasticité constituent une perspective qui pourrait permettre d'identifier les paramètres matériau, en s'assurant à la fois l'adéquation modèle-expérience pour les courbes d'indentation et les topographies.

Utiliser des monocristaux permettrait également d'avoir des orientations cristallographiques choisies. Pour ces travaux, la frontière d'un grain est définie par un changement de plus de 5° de l'orientation cristallographique d'un pixel à l'autre, valeur qui définit la désorientation maximale au sein d'un grain. Le design numérique de l'expérience optimale pourrait être mené de manière à sélectionner les

orientations des monocristaux et angles azimutaux à utiliser. Ainsi, le design numérique permettrait, via une sélection des orientations pointe/cristal guidée par l'indice d'identifiabilité a priori, d'établir les essais pertinents à réaliser.

La méconnaissance du niveau zéro et la non-planéité des topographies expérimentales est également une source d'amélioration. C'est certainement la moins importante des sources d'erreur, la désorientation expérimentale du plan indenté étant faible. Une piste d'amélioration serait de prendre en compte dans la simulation l'inclinaison du plan d'indentation expérimental.

Finalement, afin d'améliorer le conditionnement du problème inverse, il est possible d'ajouter d'autres informations que les topographies. Il a été montré dans ce manuscrit qu'au-delà de deux topographies, l'ajout de topographies améliore peu le conditionnement du problème inverse. Il a également été montré que pour la loi de comportement utilisée, les courbes d'indentation et des topographies n'apportent pas d'informations complémentaires. Il est donc nécessaire d'ajouter de l'information autre que celles présentées dans ces travaux. Une première piste serait d'ajouter le champ de désorientations angulaires autour de l'empreinte résiduelle, comme ceux obtenus par Juran et al. (Juran et al., 2015). Une seconde piste serait d'ajouter les contraintes résiduelles dans le processus d'identification, à partir de mesures EBSD couplée à la microdiffraction Kossel, comme présenté dans les travaux de Maurice et Fortunier (Maurice and Fortunier, 2008). Ces deux pistes vont également être explorées par le projet ANR NOTIFICATION.

Bibliographie

- Abatour, M., Ammar, K., Forest, S., Rodas, C.O.O., Osipov, N., Quilici, S., 2021. A generic formulation of anisotropic thermo-elastoviscoplasticity at finite deformations for Finite Element codes. <https://hal.science/hal-03462216>
- Alankar, A., Eisenlohr, P., Raabe, D., 2011. A dislocation density-based crystal plasticity constitutive model for prismatic slip in α -titanium. *Acta Materialia* 59, 7003–7009. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2011.07.053>
- Alcala, J., Casals, O., Ocenasek, J., 2008. Micromechanics of pyramidal indentation in fcc metals: Single crystal plasticity finite element analysis. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 56, 3277–3303. <https://doi.org/10.1016/j.jmps.2008.07.004>
- Alcalá, J., Očenášek, J., Varillas, J., A. El-Awady, J., Wheeler, J.M., Michler, J., 2020. Statistics of dislocation avalanches in FCC and BCC metals: dislocation mechanisms and mean swept distances across microsample sizes and temperatures. *Sci Rep* 10, 19024. <https://doi.org/10.1038/s41598-020-75934-5>
- Alkorta, J., Martínez-Esnaola, J.M., Sevillano, J.G., 2005. Absence of one-to-one correspondence between elastoplastic properties and sharp-indentation load–penetration data. *J. Mater. Res.* 20, 432–437. <https://doi.org/10.1557/JMR.2005.0053>
- Ansys, 2021. Ansys 2021 R1. <https://www.ansys.com/fr-fr>
- Arunkumar, S., 2018. A Review of Indentation Theory. *Materials Today: Proceedings* 5, 23664–23673. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2018.10.156>
- Ashby, M.F., 1970. The deformation of plastically non-homogeneous materials. *The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics* 21, 399–424. <https://doi.org/10.1080/14786437008238426>
- Bachmann, F., Hielscher, R., Schaeben, H., 2011. Grain detection from 2d and 3d EBSD data—Specification of the MTEX algorithm. *Ultramicroscopy* 111, 1720–1733. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2011.08.002>
- Bagheripoor, M., Klassen, R., 2020. The effect of crystal anisotropy and pre-existing defects on the incipient plasticity of FCC single crystals during nanoindentation. *Mechanics of Materials* 143, 103311. <https://doi.org/10.1016/j.mechmat.2020.103311>
- Bai, Q., Wang, H., Dou, Y., Guo, W., Chen, S., 2022. Molecular dynamics simulation for plastic deformation mechanisms of single crystal diamond during nanoindentation. *Molecular Simulation* 48, 991–1002. <https://doi.org/10.1080/08927022.2022.2060506>
- Baranova, I.K., Fionova, L.K., 1980. Etching technique for determination of crystallographic orientation in niobium. *Scripta Metallurgica* 14, 167–171. [https://doi.org/10.1016/0036-9748\(80\)90088-5](https://doi.org/10.1016/0036-9748(80)90088-5)

- Barick, M.C., 2020. Identification of the viscoelastic-viscoplastic properties of materials by instrumented nanoindentation (Thèse de doctorat). Université Bourgogne Franche-Comté. <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-02937598>
- Barick, M.C., Gaillard, Y., Lejeune, A., Amiot, F., Richard, F., 2020. On the uniqueness of intrinsic viscoelastic properties of materials extracted from nanoindentation using FEMU. *International Journal of Solids and Structures* 202, 929–946. <https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2020.03.015>
- Bassani, J.L., Wu, T., 1997. Latent hardening in single crystals. II. Analytical characterization and predictions. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A: Mathematical and Physical Sciences* 435, 21–41. <https://doi.org/10.1098/rspa.1991.0128>
- Bathe, K.J., 1996. *Finite Element Procedures*, Upper Saddle River, NJ: Prentice-Hall. ed. ISBN: 978-0133014587.
- Belsley, D.A., Kuh, E., Welsch, R.E., 1980. *Regression diagnostics: Identifying influential data and sources of collinearity*. John Wiley & Sons. ISBN: 978-0-471-72515-2.
- Berkovich, E.S., 1951. Three faceted diamond pyramid for micro-hardness testing. *Industrial Diamond Review* 11, 129. ISBN: 0941-5122 .
- Berveiller, M., Zaoui, A., 1978. An extension of the self-consistent scheme to plastically-flowing polycrystals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 26, 325–344. [https://doi.org/10.1016/0022-5096\(78\)90003-0](https://doi.org/10.1016/0022-5096(78)90003-0)
- Binnig, G., Quate, C.F., Gerber, Ch., 1986. Atomic Force Microscope. *Phys. Rev. Lett.* 56, 930–933. <https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.56.930>
- Bocciarelli, M., Bolzon, G., Maier, G., 2005. Parameter identification in anisotropic elastoplasticity by indentation and imprint mapping. *Mechanics of Materials* 37, 855–868. <https://doi.org/10.1016/j.mechmat.2004.09.001>
- Bolzon, G., Maier, G., Panico, M., 2004. Material model calibration by indentation, imprint mapping and inverse analysis. *International Journal of Solids and Structures* 41, 2957–2975. <https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2004.01.025>
- Bourceret, A., Lejeune, A., Gaillard, Y., Richard, F., 2021. On the interest of the Berkovich and conical tip shape to identify interactions between dislocations in nickel single crystals from the residual topography, in: *Indentation 2021*. Lorient, France.
- Boyd, S.P., Vandenberghe, L., 2004. *Convex optimization, Version 29*. ed. Cambridge University Press, Cambridge New York Melbourne New Delhi Singapore. ISBN: 978-0-521-83378-3.
- Breumier, S., Sao-Joao, S., Villani, A., Lévesque, M., Kermouche, G., 2020. High strain rate micro-compression for crystal plasticity constitutive law parameters identification. *Materials & Design* 193, 108789. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2020.108789>
- Brun, R., Reichert, P., Künsch, H.R., 2001. Practical identifiability analysis of large environmental simulation models. *Water Resources Research* 37, 1015–1030. <https://doi.org/10.1029/2000WR900350>

- Bucaille, J.L., Stauss, S., Felder, E., Michler, J., 2003. Determination of plastic properties of metals by instrumented indentation using different sharp indenters. *Acta Materialia* 51, 1663–1678. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(02\)00568-2](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(02)00568-2)
- Bulychev, S.I., Alekhin, V.P., Shorshorov, M.Kh., Ternovskii, A.P., 1976. Mechanical properties of materials studied from kinetic diagrams of load versus depth of impression during microimpression. *Strength of Materials* 8, 1084–1089. <https://doi.org/10.1007/BF01529860>
- Bulychev, S.I., Alekhin, V.P., Shorshorov, M.Kh., Ternovskii, A.P., Shnyrev, G.D., 1975. Determining Young's Modulus from the indenter penetration diagram. *Ind Lab (USSR)* 41, 1409–1412.
- Cackett, A.J., Hardie, C.D., Lim, J.J.H., Tarleton, E., 2019. Spherical indentation of copper: Crystal plasticity vs experiment. *Materialia* 7, 100368. <https://doi.org/10.1016/j.mtla.2019.100368>
- Cailletaud, G., 2009. Une introduction à la plasticité cristalline interactions avec l'environnement. <http://dx.doi.org/10.1051/ptox/2009008>. <https://doi.org/10.1051/ptox/2009008>
- Cailletaud, G., Chaboche, J.-L., Forest, S., Rémy, L., 2003. On the design of single crystal turbine blades. *Rev. Met. Paris* 100, 165–172. <https://doi.org/10.1051/metal:2003137>
- Cailletaud, G., Pilvin, P., 1994. Utilisation de modèles polycristallins pour le calcul par éléments finis. *Revue Européenne des Éléments Finis* 3, 515–541. <https://doi.org/10.1080/12506559.1994.10511147>
- Cao, Y.P., Lu, J., 2004. Depth-sensing instrumented indentation with dual sharp indenters: stability analysis and corresponding regularization schemes. *Acta Materialia* 52, 1143–1153. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2003.11.001>
- Capehart, T.W., Cheng, Y.-T., 2003. Determining constitutive models from conical indentation: Sensitivity analysis. *J. Mater. Res.* 18, 827–832. <https://doi.org/10.1557/JMR.2003.0113>
- Casals, O., Alcalá, J., 2005. The duality in mechanical property extractions from Vickers and Berkovich instrumented indentation experiments. *Acta Materialia* 53, 3545–3561. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2005.03.051>
- Casals, O., Ocenasek, J., Alcalá, J., 2007. Crystal plasticity finite element simulations of pyramidal indentation in copper single crystals. *Acta Materialia* 55, 55–68. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2006.07.018>
- Chang, H.J., 2009. Analysis of Nano indentation Size effect based on Dislocation Dynamics and Crystal Plasticity (Thèse de doctorat). Institut National Polytechnique de Grenoble - INPG. <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00526500>
- Chang, H.-J., Fivel, M., Rodney, D., Verdier, M., 2010. Multiscale modelling of indentation in FCC metals: From atomic to continuum. *Comptes Rendus Physique, Computational metallurgy and scale transitions* 11, 285–292. <https://doi.org/10.1016/j.crhy.2010.07.007>
- Chen, X., Ogasawara, N., Zhao, M., Chiba, N., 2007. On the uniqueness of measuring elastoplastic properties from indentation: The indistinguishable mystical materials.

- Journal of the Mechanics and Physics of Solids 55, 1618–1660.
<https://doi.org/10.1016/j.jmps.2007.01.010>
- Cheng, Y.-T., Cheng, C.-M., 1999. Can stress–strain relationships be obtained from indentation curves using conical and pyramidal indenters? *J. Mater. Res.* 14, 3493–3496. <https://doi.org/10.1557/JMR.1999.0472>
- Chollacoop, N., Dao, M., Suresh, S., 2003. Depth-sensing instrumented indentation with dual sharp indenters. *Acta Materialia* 51, 3713–3729.
[https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(03\)00186-1](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(03)00186-1)
- Constantinescu, A., Tardieu, N., 2001. On the identification of elastoviscoplastic constitutive laws from indentation tests. *Inverse Problems in Engineering* 9, 19–44. <https://doi.org/10.1080/174159701088027751>
- Cordill, M.J., Moody, N.R., Gerberich, W.W., 2006. Size effects on yield instabilities in nickel. Presented at the Materials Research Society Symposium Proceedings, pp. 67–72. <https://doi.org/10.1557/proc-976-0976-ee09-05>
- Dantzig, G.B., Orden, A., Wolfe, P., 1955. The generalized simplex method for minimizing a linear form under linear inequality restraints. *Pacific Journal of Mathematics* 5, 183–195. <https://doi.org/10.2140/pjm.1955.5.183>
- Daveau, G., 2012. Interaction dislocations - joints de grains en déformation plastique monotone : étude expérimentale et modélisations numériques (Thèse de doctorat). Ecole Centrale Paris. <https://theses.hal.science/tel-00740650>
- de Souza Neto, E.A., Perić, D., Dutko, M., Owen, D.R.J., 1996. Design of simple low order finite elements for large strain analysis of nearly incompressible solids. *International Journal of Solids and Structures* 33, 3277–3296.
[https://doi.org/10.1016/0020-7683\(95\)00259-6](https://doi.org/10.1016/0020-7683(95)00259-6)
- de Souza Neto, E.A., Peric, D., Owen, D.R., 2011. Computational methods for plasticity: theory and applications. John Wiley & Sons. ISBN: 1-119-96454-7.
- Delobelle, P., Richard, F., Dali, S., 2011. Interprétation du module d'indentation dans le cas des matériaux anisotropes et/ou actifs. *Matériaux & Techniques* 99, 185–196.
<https://doi.org/10.1051/mattech/2011032>
- Devincere, B., Kubin, L., Hoc, T., 2006. Physical analyses of crystal plasticity by DD simulations. *Scripta Materialia* 54, 741–746.
<https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2005.10.066>
- deWit, G., Koehler, J.S., 1959. Interaction of Dislocations with an Applied Stress in Anisotropic Crystals. *Phys. Rev.* 116, 1113–1120.
<https://doi.org/10.1103/PhysRev.116.1113>
- DiCarlo, A., Yang, H.T.Y., Chandrasekar, S., 2003. Semi-inverse method for predicting stress–strain relationship from cone indentations. *J. Mater. Res.* 18, 2068–2078.
<https://doi.org/10.1557/JMR.2003.0291>
- Dingley, D.J., 2000. The Development of Automated Diffraction in Scanning and Transmission Electron Microscopy, in: Schwartz, A.J., Kumar, M., Adams, B.L. (Eds.), *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*. Springer US, Boston, MA, pp. 1–18. https://doi.org/10.1007/978-1-4757-3205-4_1

- Doerner, M.F., Nix, W.D., 1986. A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments. *Journal of Materials Research* 1, 601–609. <https://doi.org/10.1557/JMR.1986.0601>
- Durocher, A., 2018. Large scale Dislocation Dynamics simulations : performance and reliability on parallel and distributed architectures. (Thèse de doctorat). Université de Bordeaux. <https://theses.hal.science/tel-02012109>
- Engels, J.K., Gao, S., Amin, W., Biswas, A., Kostka, A., Vajragupta, N., Hartmaier, A., 2018. Indentation size effects in spherical nanoindentation analyzed by experiment and non-local crystal plasticity. *Materialia* 3, 21–30. <https://doi.org/10.1016/j.mtla.2018.09.032>
- Estrin, Y., Mecking, H., 1984. A unified phenomenological description of work hardening and creep based on one-parameter models. *Acta Metallurgica* 32, 57–70. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(84\)90202-5](https://doi.org/10.1016/0001-6160(84)90202-5)
- Fang, Q., Lu, W., Chen, Y., Feng, H., Liaw, P.K., Li, J., 2022. Hierarchical multiscale crystal plasticity framework for plasticity and strain hardening of multi-principal element alloys. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 169, 105067. <https://doi.org/10.1016/j.jmps.2022.105067>
- Fauvel, V., Gaillard, Y., Guillemet, R., Garabédian, P., Richard, F., 2022. Simultaneous extraction of the elastic-plastic properties of a thin film and its substrate from an identifiability-based design of depth-sensing nanoindentation testing. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 163, 104860. <https://doi.org/10.1016/j.jmps.2022.104860>
- Fivel, M., Forest, S., 2004. Plasticité cristalline et transition d'échelle : cas du monocristal. *Techniques de l'Ingénieur*. <https://doi.org/10.51257/a-v1-m4016>
- Fivel, M., Forest, S., 2004. Plasticité cristalline et transition d'échelle : cas du polycristal. *Techniques de l'Ingénieur*. <https://doi.org/10.51257/a-v1-m4017>
- Follansbee, P.S., Regazzoni, G., Kocks, U.F., 1984. Transition to drag-controlled deformation in copper at high strain rates. Presented at the Institute of Physics Conference Series, pp. 71–80. ISBN: 978-0-85498-161-8
- Franciosi, P., 1985. The concepts of latent hardening and strain hardening in metallic single crystals. *Acta Metallurgica* 33, 1601–1612. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(85\)90154-3](https://doi.org/10.1016/0001-6160(85)90154-3)
- Franciosi, P., Berveiller, M., Zaoui, A., 1980. Latent hardening in copper and aluminium single crystals. *Acta Metallurgica* 28, 273–283. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(80\)90162-5](https://doi.org/10.1016/0001-6160(80)90162-5)
- Franciosi, P., Zaoui, A., 1982. Multislip in f.c.c. crystals a theoretical approach compared with experimental data. *Acta Metallurgica* 30, 1627–1637. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(82\)90184-5](https://doi.org/10.1016/0001-6160(82)90184-5)
- Frydrych, K., Dominguez-Gutierrez, F.J., Alava, M.J., Papanikolaou, S., 2023. Multiscale nanoindentation modelling of concentrated solid solutions: A continuum plasticity model. *Mechanics of Materials* 181, 104644. <https://doi.org/10.1016/j.mechmat.2023.104644>

- Frydrych, K., Dominguez-Gutierrez, F.J., Alava, M.J., Papanikolaou, S., 2022. Multiscale nanoindentation modeling of concentrated solid solutions: A continuum plasticity model. <https://doi.org/10.48550/arXiv.2206.11833>
- Frydrych, K., Papanikolaou, S., 2022. Unambiguous Identification of Crystal Plasticity Parameters from Spherical Indentation. *Crystals* 12, 1341. <https://doi.org/10.3390/cryst12101341>
- Futakawa, M., Wakui, T., Tanabe, Y., Ioka, I., 2001. Identification of the constitutive equation by the indentation technique using plural indenters with different apex angles. *J. Mater. Res.* 16, 2283–2292. <https://doi.org/10.1557/JMR.2001.0314>
- Gallardo-Basile, F.-J., Roters, F., Jentner, R.M., Best, J.P., Kirchlechner, C., Srivastava, K., Scholl, S., Diehl, M., 2023. Application of a nanoindentation-based approach for parameter identification to a crystal plasticity model for bcc metals. *Materials Science and Engineering: A* 145373. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2023.145373>
- Gérard, C., Cailletaud, G., Bacroix, B., 2013. Modeling of latent hardening produced by complex loading paths in FCC alloys. *International Journal of Plasticity* 42, 194–212. <https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2012.10.010>
- Geuzaine, C., Remacle, J.-F., 2009. Gmsh: A 3-D Finite Element Mesh Generator with Built-in Pre- and Post-Processing Facilities. *International Journal for Numerical Methods in Engineering* 79, 1309–1331. <https://doi.org/10.1002/nme.2579>
- Gonçalves, M., Oliveira, M.G., Thuillier, S., Andrade-Campos, A., 2024. Key performance indicators for heterogeneous mechanical tests. *International Journal of Mechanical Sciences* 264, 108821. <https://doi.org/10.1016/j.ijmecsci.2023.108821>
- Guery, A., 2014. Développement d'une méthode de corrélation d'images numériques adaptée aux mesures cinématiques dans les polycristaux : application à l'identification de paramètres de lois de plasticité cristalline (Thèse de doctorat). Cachan, Ecole normale supérieure. <https://theses.hal.science/tel-01148987>
- Guery, A., Hild, F., Latourte, F., Roux, S., 2016. Identification of crystal plasticity parameters using DIC measurements and weighted FEMU. *Mechanics of Materials* 100, 55–71. <https://doi.org/10.1016/j.mechmat.2016.06.007>
- Guilhem, Y., 2012. Étude numérique des champs mécaniques locaux dans les agrégats polycristallins d'acier 316L sous chargement de fatigue (Thèse de doctorat). Ecole nationale supérieure de Paris. <https://pastel.hal.science/pastel-00732147>
- Gujarati, D.N., 2003. *Basic econometrics*, 4. ed. ed. McGraw Hill, Boston, Mass. ISBN: 978-0-07-233542-2.
- Ha, S., Jang, J.-H., Kim, K., 2017. Finite element implementation of dislocation-density-based crystal plasticity model and its application to pure aluminum crystalline materials. *International Journal of Mechanical Sciences* 120, 249–262. <https://doi.org/10.1016/j.ijmecsci.2016.11.011>
- Hadamard, J., 1902. Sur les problèmes aux dérivées partielles et leurs significations physique. *Princeton University Bulletin* 49–52.

- Han, G., Marimuthu, K.P., Lee, H., 2022. Evaluation of thin film material properties using a deep nanoindentation and ANN. *Materials & Design* 221, 111000. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2022.111000>
- Han, X., 2012. Modélisation de la fragilisation due au gonflement dans les aciers inoxydables austénitiques irradiés (Thèse de doctorat). Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris. <https://pastel.archives-ouvertes.fr/pastel-00818326>
- Harding, J.W., Sneddon, I.N., 1945. The elastic stresses produced by the indentation of the plane surface of a semi-infinite elastic solid by a rigid punch. *Mathematical Proceedings of the Cambridge Philosophical Society* 41, 16–26. <https://doi.org/10.1017/S0305004100022325>
- Hartmann, S., Gilbert, R.R., 2021. Material parameter identification using finite elements with time-adaptive higher-order time integration and experimental full-field strain information. *Comput Mech* 68, 633–650. <https://doi.org/10.1007/s00466-021-01998-3>
- Hartmann, S., Gilbert, R.R., 2018. Identifiability of material parameters in solid mechanics. *Arch Appl Mech* 88, 3–26. <https://doi.org/10.1007/s00419-017-1259-4>
- Hashin, Z., Shtrikman, S., 1962. A variational approach to the theory of the elastic behaviour of polycrystals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 10, 343–352. [https://doi.org/10.1016/0022-5096\(62\)90005-4](https://doi.org/10.1016/0022-5096(62)90005-4)
- Havner, K.S., 2008. Further investigation of crystal hardening inequalities in (110) channel die compression. *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences* 464, 1955–1982. <https://doi.org/10.1098/rspa.2007.0272>
- Hay, J.C., Bolshakov, A., Pharr, G.M., 1999. Critical examination of the fundamental relations used in the analysis of nanoindentation data. *Journal of Materials Research* 14, 2296–2305. <https://doi.org/10.1557/jmr.1999.0306>
- Heinrich, C., Waas, A.M., Wineman, A.S., 2009. Determination of material properties using nanoindentation and multiple indenter tips. *International Journal of Solids and Structures* 46, 364–376. <https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2008.08.042>
- Helfer, T., 2014. MFront, a code generation tool dedicated to material knowledge. <https://tfel.sourceforge.net/>.
- Helfer, T., Bourceret, A., Lejeune, A., 2020. How to implement the Méric-Cailletaud single crystal behaviour using MFront. <https://doi.org/10.13140/RG.2.2.26414.43840>
- Helfer, T., Ling, C., 2013. Écriture de lois de comportement mécanique en grandes transformations avec le générateur de code mfront. <https://tfel.sourceforge.net/documents/mfront/behaviours.pdf>
- Helfer, T., Michel, B., Proix, J.-M., Salvo, M., Sercombe, J., Casella, M., 2015. Introducing the open-source mfront code generator: Application to mechanical behaviours and material knowledge management within the PLEIADES fuel element modelling platform. *Computers & Mathematics with Applications* 70, 994–1023. <https://doi.org/10.1016/j.camwa.2015.06.027>

- Hertz, H., 1881. On the contact of elastic solids. *Z. Reine Angew. Mathematik* 92, 156–171.
- Hielscher, R., Nyssönen, T., Niessen, F., Gazder, A.A., 2022. The variant graph approach to improved parent grain reconstruction. arXiv:2201.02103 [cond-mat].
- Hirsch, P.B., Horne, R.W., Whelan, M.J., 1956. LXVIII. Direct observations of the arrangement and motion of dislocations in aluminium. *Philosophical Magazine* 1, 677–684. <https://doi.org/10.1080/14786435608244003>
- Hirth, J.P., 1961. On Dislocation Interactions in the fcc Lattice. *Journal of Applied Physics* 32, 700–706. <https://doi.org/10.1063/1.1736074>
- Hirth, J.P., Lothe, J., 1968. *Theory of Dislocations*. McGraw-Hill, New York.
- Horcas, I., Fernández, R., Gómez-Rodríguez, J.M., Colchero, J., Gómez-Herrero, J., Baro, A.M., 2007. WSXM: A software for scanning probe microscopy and a tool for nanotechnology. *Review of Scientific Instruments* 78. <https://doi.org/10.1063/1.2432410>
- Huang, Y., Zhang, F., Hwang, K.C., Nix, W.D., Pharr, G.M., Feng, G., 2006. A model of size effects in nano-indentation. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 54, 1668–1686. <https://doi.org/10.1016/j.jmps.2006.02.002>
- Hughes, T.J.R., 1980. Generalization of selective integration procedures to anisotropic and nonlinear media. *International Journal for Numerical Methods in Engineering* 15, 1413–1418. <https://doi.org/10.1002/nme.1620150914>
- Hull, D., Bacon, D.J. (Eds.), 2011. *Introduction to Dislocations*, Fifth Edition. ed. Butterworth-Heinemann, Oxford. ISBN: 978-0-08-096672-4
- Idriss, M., Bartier, O., Mauvoisin, G., Hernot, X., 2021. A phenomenological study of the influence of the hardening type on the indentation F-h cyclic curve. *International Journal of Mechanical Sciences* 197, 106336. <https://doi.org/10.1016/j.ijmecsci.2021.106336>
- Joslin, D.L., Oliver, W.C., 1990. A new method for analyzing data from continuous depth-sensing microindentation tests. *J. Mater. Res.* 5, 123–126. <https://doi.org/10.1557/JMR.1990.0123>
- Juran, P., Liotier, P.-J., Maurice, C., Valiorgue, F., Kermouche, G., 2015. Investigation of indentation-, impact- and scratch-induced mechanically affected zones in a copper single crystal. *Comptes Rendus Mécanique* 343, 344–353. <https://doi.org/10.1016/j.crme.2015.03.003>
- Kanit, T., Forest, S., Galliet, I., Mounoury, V., Jeulin, D., 2003. Determination of the size of the representative volume element for random composites: statistical and numerical approach. *International Journal of Solids and Structures* 40, 3647–3679. [https://doi.org/10.1016/S0020-7683\(03\)00143-4](https://doi.org/10.1016/S0020-7683(03)00143-4)
- Kavanagh, K.T., Clough, R.W., 1971. Finite element applications in the characterization of elastic solids. *International Journal of Solids and Structures* 7, 11–23. [https://doi.org/10.1016/0020-7683\(71\)90015-1](https://doi.org/10.1016/0020-7683(71)90015-1)
- Keryvin, V., Charleux, L., Bernard, C., Nivard, M., 2017. The Influence of Indenter Tip Imperfection and Deformability on Analysing Instrumented Indentation Tests at

- Shallow Depths of Penetration on Stiff and Hard Materials. *Exp Mech* 57, 1107–1113. <https://doi.org/10.1007/s11340-017-0267-1>
- Kikuchi, S., 1928. The Diffraction of Cathode Rays by Mica. (Part IV.). *Proceedings of the Imperial Academy* 4, 471–474. <https://doi.org/10.2183/pjab1912.4.471>
- King, R.B., 1987. Elastic analysis of some punch problems for a layered medium. *International Journal of Solids and Structures* 23, 1657–1664. [https://doi.org/10.1016/0020-7683\(87\)90116-8](https://doi.org/10.1016/0020-7683(87)90116-8)
- Kocks, U.F., 1970. The relation between polycrystal deformation and single-crystal deformation. *Metall Trans* 1, 1121–1143. <https://doi.org/10.1007/BF02900224>
- Kocks, U.F., Mecking, H., 2003. Physics and phenomenology of strain hardening: the FCC case. *Progress in Materials Science* 48, 171–273. [https://doi.org/10.1016/S0079-6425\(02\)00003-8](https://doi.org/10.1016/S0079-6425(02)00003-8)
- Koiter, W.T., 1960. A consistent first approximation in the general theory of thin elastic shells. *The theory of thin elastic shells* 12–33. <https://repository.tudelft.nl/islandora/object/uuid%3A13cb5366-bbdc-4dd1-8514-951302217759>
- Kraska, M., Doig, M., Tikhomirov, D., Raabe, D., Roters, F., 2009. Virtual material testing for stamping simulations based on polycrystal plasticity. *Computational Materials Science* 46, 383–392. <https://doi.org/10.1016/j.commatsci.2009.03.025>
- Kröner, E., Teodosiu, C., 1974. Lattice defect approach to plasticity and viscoplasticity. pp. 45–70. https://www.researchgate.net/publication/246657933_Lattice_defect_approach_to_plasticity_and_viscoplasticity
- Le, M.-Q., 2011. Improved reverse analysis for material characterization with dual sharp indenters. *International Journal of Solids and Structures* 48, 1600–1609. <https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2011.02.008>
- Le, M.-Q., 2008. A computational study on the instrumented sharp indentations with dual indenters. *International Journal of Solids and Structures* 45, 2818–2835. <https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2007.12.022>
- Lee, E.H., 1969. Elastic-Plastic Deformation at Finite Strains. *Journal of Applied Mechanics* 36, 1–6. <https://doi.org/10.1115/1.3564580>
- Lemaitre, J., Chaboche, J.-L., Benallal, A., Desmorat, R., 2009. *Mécanique des matériaux solides*. Dunod, Paris. ISBN: 978-2-10-051623-0.
- Levenberg, K., 1944. A Method for the Solution of Certain Non-Linear Problems in Least Squares. *Quarterly of Applied Mathematics* 2, 164–168.
- Lewandowski, M.J., Stupkiewicz, S., 2018. Size effects in wedge indentation predicted by a gradient-enhanced crystal-plasticity model. *International Journal of Plasticity* 109, 54–78. <https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2018.05.008>
- Li, T.L., Gao, Y.F., Bei, H., George, E.P., 2011. Indentation Schmid factor and orientation dependence of nanoindentation pop-in behavior of NiAl single crystals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 59, 1147–1162. <https://doi.org/10.1016/j.jmps.2011.04.003>

- Liñán, D.A., Contreras-Zarazúa, G., Sánchez-Ramírez, E., Segovia-Hernández, J.G., Ricardez-Sandoval, L.A., 2024. A hybrid deterministic-stochastic algorithm for the optimal design of process flowsheets with ordered discrete decisions. *Computers & Chemical Engineering* 180, 108501. <https://doi.org/10.1016/j.compchemeng.2023.108501>
- Luo, J., Lin, J., 2007. A study on the determination of plastic properties of metals by instrumented indentation using two sharp indenters. *International Journal of Solids and Structures* 44, 5803–5817. <https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2007.01.029>
- Ma, Z.S., Zhou, Y.C., Long, S.G., Lu, C.S., 2012b. An Inverse Approach for Extracting Elastic–plastic Properties of Thin Films from Small Scale Sharp Indentation. *Journal of Materials Science & Technology* 28, 626–635. [https://doi.org/10.1016/S1005-0302\(12\)60108-X](https://doi.org/10.1016/S1005-0302(12)60108-X)
- Ma, Z. S., Zhou, Y.C., Long, S.G., Zhong, X.L., Lu, C., 2012a. Characterization of stress-strain relationships of elastoplastic materials: An improved method with conical and pyramidal indenters. *Mechanics of Materials* 54, 113–123. <https://doi.org/10.1016/j.mechmat.2012.07.006>
- Madec, R., 2001. Des intersections entre dislocations à la plasticité du monocristal CFC : étude par dynamique des dislocations (Thèse de doctorat). Paris 11. <https://www.theses.fr/2001PA112239>
- Madec, R., Denoual, C., 2019. Calibration du modèle de Teodosiu par approche multiéchelle 10.
- Madec, R., Devincere, B., Kubin, L., Hoc, T., Rodney, D., 2003. The Role of Collinear Interaction in Dislocation-Induced Hardening. *Science* 301, 1879–1882. <https://doi.org/10.1126/science.1085477>
- Madec, R., Kubin, L.P., 2017. Dislocation strengthening in FCC metals and in BCC metals at high temperatures. *Acta Materialia* 126, 166–173. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.12.040>
- Mandel, J., 1973. Equations constitutives et directeurs dans les milieux plastiques et viscoplastiques. *International Journal of Solids and Structures* 9, 725–740. [https://doi.org/10.1016/0020-7683\(73\)90120-0](https://doi.org/10.1016/0020-7683(73)90120-0)
- Mandel, J., 1965. Generalisation de la theorie de plasticite de W. T. Koiter. *International Journal of Solids and Structures* 1, 273–295. [https://doi.org/10.1016/0020-7683\(65\)90034-X](https://doi.org/10.1016/0020-7683(65)90034-X)
- Marquardt, D.W., 1963. An Algorithm for Least-Squares Estimation of Nonlinear Parameters. *Journal of the Society for Industrial and Applied Mathematics* 11, 431–441.
- Martins, J.M.P., Andrade-Campos, A., Thuillier, S., 2018. Comparison of inverse identification strategies for constitutive mechanical models using full-field measurements. *International Journal of Mechanical Sciences* 145, 330–345. <https://doi.org/10.1016/j.ijmecsci.2018.07.013>
- Martins, J.P., Andrade-Campos, A., Thuillier, S., 2020. Calibration of Johnson-Cook Model Using Heterogeneous Thermo-Mechanical Tests. *Procedia Manufacturing* 47, 881–888. <https://doi.org/10.1016/j.promfg.2020.04.274>

- Maurice, C., Fortunier, R., 2008. A 3D Hough transform for indexing EBSD and Kossel patterns. *Journal of Microscopy* 230, 520–529. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2818.2008.02045.x>
- Mecking, H., Kocks, U.F., 1981. Kinetics of flow and strain-hardening. *Acta Metallurgica* 29, 1865–1875. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(81\)90112-7](https://doi.org/10.1016/0001-6160(81)90112-7)
- Mecking, H., Lücke, K., 1970. A new aspect of the theory of flow stress of metals. *Scripta Metallurgica* 4, 427–432. [https://doi.org/10.1016/0036-9748\(70\)90078-5](https://doi.org/10.1016/0036-9748(70)90078-5)
- Meng, L., Breikopf, P., Le Quilliec, G., 2017. An insight into the identifiability of material properties by instrumented indentation test using manifold approach based on P-h curve and imprint shape. *International Journal of Solids and Structures* 106–107, 13–26. <https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2016.12.002>
- Méric, L., Cailletaud, G., 1991b. Single crystal modeling for structural calculations: Part 2-finite element implementation. *Journal of Engineering Materials and Technology, Transactions of the ASME* 113, 171–182. <https://doi.org/10.1115/1.2903375>
- Méric, L., Cailletaud, G., Gaspérini, M., 1994. F.E. calculations of copper bicrystal specimens submitted to tension-compression tests. *Acta Metallurgica et Materialia* 42, 921–935. [https://doi.org/10.1016/0956-7151\(94\)90287-9](https://doi.org/10.1016/0956-7151(94)90287-9)
- Méric, L., Poubanne, P., Cailletaud, G., 1991a. Single Crystal Modeling for Structural Calculations: Part 1—Model Presentation. *Journal of Engineering Materials and Technology* 113, 162–170. <https://doi.org/10.1115/1.2903374>
- Mishra, D.K., Meraj, Md., BadJena, S.K., Pal, S., 2019. Structural evolution and dislocation behaviour study during nanoindentation of $\text{Mo}_{20}\text{W}_{20}\text{Co}_{20}\text{Ta}_{20}\text{Zr}_{20}$ high entropy alloy coated Ni single crystal using molecular dynamic simulation. *Molecular Simulation* 45, 572–584. <https://doi.org/10.1080/08927022.2019.1566606>
- Nguyen, P.T.N., Abbès, F., Lecomte, J.-S., Schuman, C., Abbès, B., 2022. Inverse Identification of Single-Crystal Plasticity Parameters of HCP Zinc from Nanoindentation Curves and Residual Topographies. *Nanomaterials* 12, 300. <https://doi.org/10.3390/nano12030300>
- Nishikawa, S., Kikuchi, S., 1928. Diffraction of Cathode Rays by Mica. *Nature* 121, 1019–1020. <https://doi.org/10.1038/1211019a0>
- Nix, W.D., Gao, H., 1998. Indentation size effects in crystalline materials: A law for strain gradient plasticity. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 46, 411–425. [https://doi.org/10.1016/S0022-5096\(97\)00086-0](https://doi.org/10.1016/S0022-5096(97)00086-0)
- Nolze, G., Hielscher, R., 2016. Orientations – perfectly colored. *J Appl Cryst* 49, 1786–1802. <https://doi.org/10.1107/S1600576716012942>
- Nye, J.F., 1953. Some geometrical relations in dislocated crystals. *Acta Metallurgica* 1, 153–162. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(53\)90054-6](https://doi.org/10.1016/0001-6160(53)90054-6)
- Oliver, W.C., Pharr, G.M., 2004. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. *Journal of Materials Research* 19, 3–20. <https://doi.org/10.1557/jmr.2004.19.1.3>

- Oliver, W.C., Pharr, G.M., 1992. Improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of Materials Research* 7, 1564–1580. doi: 10.1557/JMR.1992.1564
- Pac, M.-J., Giljean, S., Rousselot, C., Richard, F., Delobelle, P., 2014. Microstructural and elasto-plastic material parameters identification by inverse finite elements method of $\text{Ti}(1-x)\text{Al}_x\text{N}$ (0. *Thin Solid Films* 569, 81–92. <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2014.07.037>
- Pantleon, W., 2008. Resolving the geometrically necessary dislocation content by conventional electron backscattering diffraction. *Scripta Materialia* 58, 994–997. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2008.01.050>
- Peach, M., Koehler, J.S., 1950. The Forces Exerted on Dislocations and the Stress Fields Produced by Them. *Phys. Rev.* 80, 436–439. <https://doi.org/10.1103/PhysRev.80.436>
- Peirce, D., Asaro, R.J., Needleman, A., 1983. Material rate dependence and localized deformation in crystalline solids. *Acta Metallurgica* 31, 1951–1976. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(83\)90014-7](https://doi.org/10.1016/0001-6160(83)90014-7)
- Peirce, D., Asaro, R.J., Needleman, A., 1982. An analysis of nonuniform and localized deformation in ductile single crystals. *Acta Metallurgica* 30, 1087–1119. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(82\)90005-0](https://doi.org/10.1016/0001-6160(82)90005-0)
- Phadikar, J.K., Bogetti, T.A., Karlsson, A.M., 2013. On the uniqueness and sensitivity of indentation testing of isotropic materials. *International Journal of Solids and Structures* 50, 3242–3253. <https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2013.05.028>
- Pharr, G.M., Bolshakov, A., 2002. Understanding nanoindentation unloading curves. *Journal of Materials Research* 17, 2660–2671. <https://doi.org/10.1557/JMR.2002.0386>
- Pharr, G.M., Oliver, W.C., Brotzen, F.R., 1992. On the generality of the relationship among contact stiffness, contact area, and elastic modulus during indentation. *Journal of Materials Research* 7, 61. <https://doi.org/10.1557/JMR.1992.0613>
- Popp, A., Gitterle, M., Gee, M.W., Wall, W.A., 2010. A dual mortar approach for 3D finite deformation contact with consistent linearization. *Int. J. Numer. Meth. Engng.* 83, 1428–1465. <https://doi.org/10.1002/nme.2866>
- Portelette, L., 2018. Analyse des mécanismes de glissement des dislocations dans l'UO₂ à l'aide de la modélisation multi-échelles comparée à l'expérience (Thèse de doctorat). Université Aix-Marseille. <https://hal.science/tel-03032750/document>
- Qu, S., Huang, Y., Pharr, G.M., Hwang, K.C., 2006. The indentation size effect in the spherical indentation of iridium: A study via the conventional theory of mechanism-based strain gradient plasticity. *International Journal of Plasticity* 22, 1265–1286. <https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2005.07.008>
- Quey, R., Dawson, P.R., Barbe, F., 2011. Large-scale 3D random polycrystals for the finite element method: Generation, meshing and remeshing. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering* 200, 1729–1745. <https://doi.org/10.1016/j.cma.2011.01.002>

- Quey, R., Renversade, L., 2018. Optimal polyhedral description of 3D polycrystals: Method and application to statistical and synchrotron X-ray diffraction data. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering* 330, 308–333. <https://doi.org/10.1016/j.cma.2017.10.029>
- Quey, R., Villani, A., Maurice, C., 2018. Nearly uniform sampling of crystal orientations. *J Appl Cryst* 51, 1162–1173. <https://doi.org/10.1107/S1600576718009019>
- Ramm, A.G., 2005. Inverse problems, Mathematical and analytical techniques with applications to engineering. Springer Science, New York. ISBN: 978-0-387-23195-2.
- Randall, N.X., Consiglio, R., 2000. Nanoscratch tester for thin film mechanical properties characterization. *Review of Scientific Instruments* 71, 2796–2799. <https://doi.org/10.1063/1.1150695>
- Rao, J.G., Varma, S.K., 1993. The Effect of Grain Size and Strain Rate on the Substructures and Mechanical Properties in Nickel 200. *Metall Mater Trans A* 24, 2559–2568. <https://doi.org/10.1007/BF02646534>
- Rawlings, J.O., Pantula, S.G., Dickey, D.A., 1998. Applied regression analysis: a research tool, 2nd ed. ed, Springer texts in statistics. Springer, New York. ISBN: 978-0-387-98454-4.
- Renner, E., 2016. Vers l'identification d'une loi de plasticité monocristalline par analyse topographique d'empreintes de nanoindentation Berkovich (Thèse de doctorat). Université de Franche-Comté. <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01652133>
- Renner, E., Bourceret, A., Gaillard, Y., Amiot, F., Delobelle, P., Richard, F., 2020. Identifiability of single crystal plasticity parameters from residual topographies in Berkovich nanoindentation on FCC nickel. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 138. <https://doi.org/10.1016/j.jmps.2020.103916>
- Renner, E., Gaillard, Y., Richard, F., Amiot, F., Delobelle, P., 2016. Sensitivity of the residual topography to single crystal plasticity parameters in Berkovich nanoindentation on FCC nickel. *International Journal of Plasticity* 77, 118–140. <https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2015.10.002>
- Repoux, M., Ruste, J., Grillon, F., Robaut, F., 2008. Microscopie électronique à balayage et Microanalyses - François Brisset, EDP Sciences. ed. ISBN: 978-2-7598-0082-7.
- Rice, J.R., 1971. Inelastic constitutive relations for solids: An internal-variable theory and its application to metal plasticity. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 19, 433–455. [https://doi.org/10.1016/0022-5096\(71\)90010-X](https://doi.org/10.1016/0022-5096(71)90010-X)
- Rice, J.R., 1970. On the Structure of Stress-Strain Relations for Time-Dependent Plastic Deformation in Metals. *Journal of Applied Mechanics* 37, 728–737. <https://doi.org/10.1115/1.3408603>
- Richard, F., 2017. Vers une détermination guidée par l'identifiabilité du comportement mécanique des matériaux par nanoindentation (Habilitation à diriger des recherches). COMUE Université Bourgogne Franche-Comté.
- Richard, F., 1999. Identification du comportement et évaluation de la fiabilité des composites stratifiés (Thèse de doctorat). Université de Franche-Comté.

https://www.researchgate.net/publication/258705633_Identification_du_comportement_et_evaluation_de_la_fiabilite_des_composites_stratifies

- Richard, F., Villars, M., Thibaud, S., 2013. Viscoelastic modeling and quantitative experimental characterization of normal and osteoarthritic human articular cartilage using indentation. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* 24, 41–52. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2013.04.012>
- Roters, F., Diehl, M., Shanthraj, P., Eisenlohr, P., Reuber, C., Wong, S.L., Maiti, T., Ebrahimi, A., Hochrainer, T., Fabritius, H.-O., Nikolov, S., Friák, M., Fujita, N., Grilli, N., Janssens, K.G.F., Jia, N., Kok, P.J.J., Ma, D., Meier, F., Werner, E., Stricker, M., Weygand, D., Raabe, D., 2019. DAMASK – The Düsseldorf Advanced Material Simulation Kit for modeling multi-physics crystal plasticity, thermal, and damage phenomena from the single crystal up to the component scale. *Computational Materials Science* 158, 420–478. <https://doi.org/10.1016/j.commatsci.2018.04.030>
- Roters, F., Eisenlohr, P., Hantcherli, L., Tjahjanto, D.D., Bieler, T.R., Raabe, D., 2010. Overview of constitutive laws, kinematics, homogenization and multiscale methods in crystal plasticity finite-element modeling: Theory, experiments, applications. *Acta Materialia* 58, 1152–1211. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2009.10.058>
- Ruggles, T.J., Fullwood, D.T., Kysar, J.W., 2016. Resolving geometrically necessary dislocation density onto individual dislocation types using EBSD-based continuum dislocation microscopy. *International Journal of Plasticity* 76, 231–243. <https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2015.08.005>
- Sanchez-Camargo, C.-M., Hor, A., Mabru, C., 2020. A robust inverse analysis method for elastoplastic behavior identification using the true geometry modeling of Berkovich indenter. *International Journal of Mechanical Sciences* 171, 105370. <https://doi.org/10.1016/j.ijmecsci.2019.105370>
- Savage, D.J., Feng, Z., Knezevic, M., 2021. Identification of crystal plasticity model parameters by multi-objective optimization integrating microstructural evolution and mechanical data. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering* 379, 113747. <https://doi.org/10.1016/j.cma.2021.113747>
- Schmid, E., Boas, W., 1968. *Plasticity of crystals, with special reference to metals*. Chapman & Hall. SBN: 0412091305
- Schwartz, J., 2011. *Approche non locale en plasticité cristalline : application à l'étude du comportement mécanique de l'acier AISI 316LN en fatigue oligocyclique* (Thèse de doctorat). Ecole Centrale Paris. <https://theses.hal.science/tel-00628907/document>
- Schwiedrzik, J.J., Zysset, P.K., 2015. Quantitative analysis of imprint shape and its relation to mechanical properties measured by microindentation in bone. *Journal of Biomechanics* 48, 210–216. <https://doi.org/10.1016/j.jbiomech.2014.12.001>
- Simo, J.C., Laursen, T.A., 1992. An augmented lagrangian treatment of contact problems involving friction. *Computers & Structures* 42, 97–116. [https://doi.org/10.1016/0045-7949\(92\)90540-G](https://doi.org/10.1016/0045-7949(92)90540-G)

- Sneddon, I.N., 1965. The relation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile. *International Journal of Engineering Science* 3, 47–57. [https://doi.org/10.1016/0020-7225\(65\)90019-4](https://doi.org/10.1016/0020-7225(65)90019-4)
- Swaddiwudhipong, S., Hua, J., Tho, K.K., Liu, Z.S., 2006. Equivalency of Berkovich and conical load-indentation curves. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering* 14, 71–82. <https://doi.org/10.1088/0965-0393/14/1/006>
- Tabourot, L., Fivel, M., Rauch, E., 1997. Generalised constitutive laws for f.c.c. single crystals. *Materials Science and Engineering: A* 234–236, 639–642. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(97\)00353-5](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(97)00353-5)
- Taylor, G.I., 1938. Plastic strain in metals. *Journal of the Institute of Metals* 62, 307–324. http://pajarito.materials.cmu.edu/documents/Taylor_1938.pdf
- Taylor, G.I., 1934a. The mechanism of plastic deformation of crystals. Part I.— Theoretical. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character* 145, 362–387. <https://doi.org/10.1098/rspa.1934.0106>
- Taylor, G.I., 1934b. The mechanism of plastic deformation of crystals. Part II.— Comparison with observations. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character* 145, 388–404. <https://doi.org/10.1098/rspa.1934.0107>
- Teodosiu, C., 1975. A physical theory of the finite elastic-viscoplastic behavior of single crystals. *Rozprawy Inzynierskie - Engineering Transactions* 23, 151–184. https://www.researchgate.net/profile/C-Teodosiu/publication/259654235_A_physical_theory_of_the_finite_elastic-viscoplastic_behavior_of_single_crystals/links/5a7c0e8ea6fdcce697d7e9fd/A-physical-theory-of-the-finite-elastic-viscoplastic-behavior-of-single-crystals.pdf
- Teodosiu, C., Raphanel, J.L., Tabourot, L., 1993. Finite element simulation of the large elastoplastic deformation of multicrystals, in: *Large Plastic Deformations*. Routledge, London, pp. 153–168. <https://doi.org/10.1201/9780203749173-16>
- Tho, K.K., Swaddiwudhipong, S., Liu, Z.S., Zeng, K., Hua, J., 2004. Uniqueness of reverse analysis from conical indentation tests. *J. Mater. Res.* 19, 2498–2502. <https://doi.org/10.1557/JMR.2004.0306>
- Thompson, N., 1953. Dislocation Nodes in Face-Centred Cubic Lattices. *Proc. Phys. Soc. B* 66, 481. <https://doi.org/10.1088/0370-1301/66/6/304>
- Thomsen, K., Mehnert, K., Trimby, P.W., Gholinia, A., 2017. Quaternion-based disorientation coloring of orientation maps. *Ultramicroscopy* 182, 62–67. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2017.06.021>
- Tromas, C., 2013. *Nanoindentation: de la mesure de dureté à la détermination des mécanismes élémentaires de déformation plastique (Habilitation à diriger des recherches)*. Institut P', Département Physique et Mécanique des Matériaux, Université de Poitiers – UFR SFA.
- Van Vliet, K.J., Yip, S., Suresh, S., Li, J., Zhu, T., Yip, S., Van Vliet, K.J., Li, J., 2003. Quantifying the early stages of plasticity through nanoscale experiments and

- simulations. *Physical Review B - Condensed Matter and Materials Physics* 67. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.67.104105>
- Varillas, J., 2019. *A Molecular Dynamics Study of Nanocontact Plasticity and Dislocation Avalanches in FCC and BCC Crystals (Thèse de doctorat)*. Université West Bohemia. <https://doi.org/10.13140/RG.2.2.13904.87040>
- Veasna, K., Feng, Z., Zhang, Q., Knezevic, M., 2023. Machine learning-based multi-objective optimization for efficient identification of crystal plasticity model parameters. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering* 403, 115740. <https://doi.org/10.1016/j.cma.2022.115740>
- Vlassak, J.J., Nix, W.D., 1994. Measuring the elastic properties of anisotropic materials by means of indentation experiments. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 42, 1223–1245. [https://doi.org/10.1016/0022-5096\(94\)90033-7](https://doi.org/10.1016/0022-5096(94)90033-7)
- Vlassak, J.J., Nix, W.D., 1993. Indentation modulus of elastically anisotropic half spaces. *Philosophical Magazine A* 67, 1045–1056. <https://doi.org/10.1080/01418619308224756>
- Volterra, V., 1907. Sur l'équilibre des corps élastiques multiplement connexes. *Ann. Sci. École Norm. Sup.* 24, 401–517. <https://doi.org/10.24033/asens.583>
- Voyiadjis, G., Yaghoobi, M., 2017. Review of Nanoindentation Size Effect: Experiments and Atomistic Simulation. *Crystals* 7, 321. <https://doi.org/10.3390/cryst7100321>
- Wang, M., Wu, J., Zhan, X., Guo, R., Hui, Y., Fan, H., 2016. On the determination of the anisotropic plasticity of metal materials by using instrumented indentation. *Materials & Design* 111, 98–107. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.08.076>
- Werner, K.V., Niessen, F., Li, W., Lu, S., Vitos, L., Villa, M., Somers, M.A.J., 2023. Reconciling experimental and theoretical stacking fault energies in face-centered cubic materials with the experimental twinning stress. *Materialia* 27, 101708. <https://doi.org/10.1016/j.mtla.2023.101708>
- Wilkinson, A.J., Meaden, G., Dingley, D.J., 2006. High-resolution elastic strain measurement from electron backscatter diffraction patterns: New levels of sensitivity. *Ultramicroscopy* 106, 307–313. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2005.10.001>
- Woïrgard, J., Dargenton, J.-C., 1997. An alternative method for penetration depth determination in nanoindentation measurements. *Journal of Materials Research* 12, 2455–2458. <https://doi.org/10.1557/JMR.1997.0324>
- Wright, S.I., Adams, B.L., 1992. Automatic analysis of electron backscatter diffraction patterns. *Metallurgical Transactions A* 23, 759–767. <https://doi.org/10.1007/BF02675553>
- Wu, T., Bassani, J.L., Laird, C., 1997. Latent hardening in single crystals - I. Theory and experiments. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A: Mathematical and Physical Sciences* 435, 1–19. <https://doi.org/10.1098/rspa.1991.0127>
- Xia, Y., Gao, Y., Pharr, G.M., Bei, H., 2016. Single versus successive pop-in modes in nanoindentation tests of single crystals. *Journal of Materials Research* 31, 2065–2075. <https://doi.org/10.1557/jmr.2016.193>

- Yin, B., Xue, X., Zhang, M., Deng, T., Li, J., Tang, B., 2023. Parameter identification and pileup behavior of TiAl alloy through nanoindentation and crystal plasticity simulation. *Journal of Alloys and Compounds* 948, 169743. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2023.169743>
- Zambaldi, C., Yang, Y., Bieler, T.R., Raabe, D., 2012. Orientation informed nanoindentation of α -titanium: Indentation pileup in hexagonal metals deforming by prismatic slip. *Journal of Materials Research* 27, 356–367. <https://doi.org/10.1557/jmr.2011.334>
- Zarka, P.J., 1972. Generalisation de la theorie du potentiel plastique multiple en viscoplasticite†. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 20, 179–195. [https://doi.org/10.1016/0022-5096\(72\)90010-5](https://doi.org/10.1016/0022-5096(72)90010-5)
- Zhang, L.-W., Xie, Y., Lyu, D., Li, S., 2019. Multiscale modeling of dislocation patterns and simulation of nanoscale plasticity in body-centered cubic (BCC) single crystals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 130, 297–319. <https://doi.org/10.1016/j.jmps.2019.06.006>
- Zhang, W., Gao, Y., Xia, Y., Bei, H., 2017. Indentation Schmid factor and incipient plasticity by nanoindentation pop-in tests in hexagonal close-packed single crystals. *Acta Materialia* 134, 53–65. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.05.058>
- Zhang, Y., Van Bael, A., Andrade-Campos, A., Coppieters, S., 2022. Parameter identifiability analysis: Mitigating the non-uniqueness issue in the inverse identification of an anisotropic yield function. *International Journal of Solids and Structures* 243, 111543. <https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2022.111543>
- Zhou, N., Elkhodary, K.I., Huang, X., Tang, S., Li, Y., 2020. Dislocation structure and dynamics govern pop-in modes of nanoindentation on single-crystal metals. *Philosophical Magazine* 100, 1585–1606. <https://doi.org/10.1080/14786435.2020.1739348>
- Zhou, Y., Fan, Q., Liu, X., Wang, D., Zhu, X., 2020. Experimental study and crystal plasticity finite element simulations of nano-indentation-induced lattice rotation and the underlying mechanism in TC6 single α -grain. *Materials & Design* 188, 108423. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2019.108423>

Annexes

A.1 Intégration de la loi de Méric-Cailletaud avec MFront

L'implémentation de la loi de comportement dans l'outil MFront a été effectuée en collaboration avec le CEA Cadarache. Elle avait été introduite quelques années auparavant pour les petites perturbations (Helfer et al., 2015). Dans cette partie sont présentés l'outil MFront, les méthodes d'intégration disponibles, les algorithmes de résolution ainsi que quelques cas test d'intégrations (dont la loi de Méric-Cailletaud). Ici est brièvement présentée la méthode utilisée. De manière générale, le système d'équations différentielles à résoudre peut-être écrit de la manière suivante :

$$\{\dot{Y}\} = \begin{cases} \dot{Y}_1 = g_{Y_1}(t, \{Y(t)\}) \\ \vdots \\ \dot{Y}_i = g_{Y_i}(t, \{Y(t)\}) \\ \vdots \\ \dot{Y}_N = g_{Y_N}(t, \{Y(t)\}) \end{cases} \quad (\text{A.1.1})$$

Les variables d'état nécessaires à la description du comportement matériau sont regroupées dans un vecteur $\{Y(t)\}$. L'ensemble de ces équations différentielles sont résolues par un schéma implicite :

$$\{F(\{\Delta Y\})\} = 0 \Leftrightarrow \begin{cases} F_{Y_1} = \Delta Y_1 - \Delta t \cdot g_{Y_1}(t, \{Y_1^{t+\Delta t}\}) = 0 \\ \vdots \\ F_{Y_i} = \Delta Y_i - \Delta t \cdot g_{Y_i}(t, \{Y_i^{t+\Delta t}\}) = 0 \\ \vdots \\ F_{Y_n} = \Delta Y_n - \Delta t \cdot g_{Y_n}(t, \{Y_n^{t+\Delta t}\}) = 0 \end{cases} \quad (\text{A.1.2})$$

Le pas de temps pour l'intégration est Δt , les inconnues sont les variables d'intégrations sélectionnées ΔY_i . La notation suivante est utilisée pour les variables exprimées au pas de temps suivant :

$$\{Y(t + \Delta t)\} = \{Y(t)\} + \{\Delta Y\}. \quad (\text{A.1.3})$$

L'ensemble des incréments des variables d'intégrations sont regroupées dans le vecteur $\{\Delta Y\}$ et constituent les inconnues recherchées. D'autres variables peuvent être calculées à partir de celles-ci, elles sont appelées variables auxiliaires dans MFront. À la différence des variables d'intégration, celles-ci ne font pas partie du problème à résoudre mais peuvent être tout de même stockées en fonction du besoin.

Grâce à ce type de variable il est possible de réduire les problèmes posés, en réduisant ainsi le temps d'intégration, sans réduire le nombre d'informations que l'on obtient en sortie.

A.1.1. Petites perturbations

En petites perturbations, tous les incréments sont calculés à partir des incréments du tenseur des déformations totales (qui est connu). Le problème peut ainsi être réécrit $\{F(\{\Delta Y(\Delta \bar{\varepsilon}^t)\}, \Delta \bar{\varepsilon}^t)\} = \{0\}$. Pour la loi de Méric-Cailletaud, le système d'équation différentielle à résoudre, est le suivant :

$$\left\{ \begin{array}{l} \dot{\bar{\varepsilon}}^{el} = \dot{\bar{\varepsilon}}^t - \dot{\bar{\varepsilon}}^{vp} \\ \lambda^s = \left\langle \frac{|\tau^s - c\alpha^s| - q \sum_r h^{sr} (1 - e^{-b\lambda^r}) - \tau_0}{K} \right\rangle^n \\ \dot{\alpha}^s = \dot{\gamma}^s - d\alpha^s \lambda^s \\ \dot{\gamma}^s = \lambda^s \text{signe}(\tau^s - c\alpha^s) \end{array} \right. \quad (\text{A.1.4})$$

Ce système, comme l'on fait remarquer les auteurs (Helfer et al., 2015), peut être réduit. Ils remarquent que $\dot{\alpha}^s$ et λ^s peuvent être déduits à partir de $\dot{\gamma}^s$:

$$\left\{ \begin{array}{l} \lambda^s = |\dot{\gamma}^s| \\ \dot{\alpha}^s = \dot{\gamma}^s - d\alpha^s |\dot{\gamma}^s| \end{array} \right. \quad (\text{A.1.5})$$

Après condensation le problème à résoudre devient :

$$\{\dot{Y}\} = \left\{ \begin{array}{l} \dot{\bar{\varepsilon}}^{el} = \dot{\bar{\varepsilon}}^t - \dot{\bar{\varepsilon}}^{vp} \\ \dot{\gamma}^s = \left\langle \frac{|\tau^s - c\alpha^s| - q \sum_r h^{sr} (1 - e^{-b\lambda^r}) - \tau_0}{K} \right\rangle^n \text{signe}(\tau^s - c\alpha^s) \end{array} \right\} \quad (\text{A.1.6})$$

À partir de $\{Y(t)\}$ on va chercher à déterminer les incréments $\{\Delta Y\}$ suivants afin de calculer $\{Y_{t+\Delta t}\}$:

$$\{\Delta Y\} = \begin{Bmatrix} \Delta \bar{\varepsilon}^{el} \\ \Delta \gamma^s \end{Bmatrix}. \quad (\text{A.1.7})$$

Il est écrit ici de manière compacte les incréments à calculer en 3D. $\Delta \bar{\varepsilon}^{el}$ est un tenseur symétrique ramené à un vecteur à 6 composantes et l'incrément $\Delta \gamma^s$ est constitué de N_s composantes. Ainsi dans le cas d'un matériau CFC il y a 18 variables d'intégration à calculer. Le système à résoudre est le suivant :

$$\left\{ \begin{array}{l} F_{\Delta \bar{\varepsilon}^{el}} = \Delta \bar{\varepsilon}^{el} - \Delta \bar{\varepsilon}^t + \sum_{s=1}^{N_s} \Delta \gamma^s \bar{m}^s = 0 \\ F_{\Delta \gamma^s} = \Delta \gamma^s - \Delta t \left\langle \frac{f_{t+\Delta t}^s}{K} \right\rangle^n \eta_{t+\Delta t}^s = 0 \end{array} \right., \quad (\text{A.1.8})$$

avec :

$$\left\{ \begin{array}{l} f_{t+\Delta t}^s = |\bar{\sigma}_{t+\Delta t}^s : \bar{m}^s - x_{t+\Delta t}^s| - r_{t+\Delta t}^s - \tau_0 \\ r_{t+\Delta t}^s = q \sum_{r=1}^{N_s} h^{sr} (1 - e^{-b(|\gamma_t^s| + |\Delta\gamma^s|)}) \\ x_{t+\Delta t}^s = c\alpha_{t+\Delta t}^s \\ \eta_{t+\Delta t}^s = \text{signe}(\bar{\sigma}_{t+\Delta t}^s : \bar{m}^s - x_{t+\Delta t}^s) \end{array} \right. \quad (\text{A.1.9})$$

Finalement, la Jacobienne du système J va être calculée analytiquement afin d'améliorer la convergence du calcul des incréments. Celle-ci peut être présentée sous la forme de quatre sous-matrices :

$$J = \frac{\partial F}{\partial \Delta Y} = \begin{bmatrix} \left[\frac{\partial F_{\Delta \bar{\varepsilon}^{el}}}{\Delta \bar{\varepsilon}^{el}} \right] & \left[\frac{\partial F_{\Delta \bar{\varepsilon}^{el}}}{\Delta \gamma^r} \right] \\ \left[\frac{\partial F_{\Delta \gamma^s}}{\Delta \bar{\varepsilon}^{el}} \right] & \left[\frac{\partial F_{\Delta \gamma^s}}{\Delta \gamma^r} \right] \end{bmatrix} \quad (\text{A.1.10})$$

Les dérivées de $F_{\Delta \bar{\varepsilon}^{el}}$ par rapport aux différents incréments sont simples à calculer :

$$\left\{ \begin{array}{l} \left[\frac{\partial F_{\Delta \bar{\varepsilon}^{el}}}{\Delta \bar{\varepsilon}^{el}} \right] = \bar{I} \\ \left[\frac{\partial F_{\Delta \bar{\varepsilon}^{el}}}{\Delta \gamma^r} \right] = \bar{m}^r \end{array} \right. \quad (\text{A.1.11})$$

Pour les dérivées de $F_{\Delta \gamma^s}$ par rapport aux différents incréments, c'est un peu plus long à écrire. Celles-ci sont obtenues par dérivation en chaîne des différentes variables :

$$\left[\frac{\partial F_{\Delta \gamma^s}}{\Delta \bar{\varepsilon}^{el}} \right] = \frac{\partial F_{\Delta \gamma^s}}{\partial f_{t+\Delta t}^s} \frac{\partial f_{t+\Delta t}^s}{\partial \tau_{t+\Delta t}^s} \frac{\partial \tau_{t+\Delta t}^s}{\partial \sigma_{t+\Delta t}} \cdot \frac{\partial \sigma_{t+\Delta t}}{\partial \Delta \bar{\varepsilon}^{el}} \quad (\text{A.1.12})$$

On commence par expliciter toutes les dérivées :

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{\partial F_{\Delta \gamma^s}}{\partial f_{t+\Delta t}^s} = -\Delta t \cdot n \cdot \left(\frac{f_{t+\Delta t}^s}{K} \right)^{n-1} \cdot \eta_{t+\Delta t}^s \\ \frac{\partial f_{t+\Delta t}^s}{\partial \tau_{t+\Delta t}^s} = \eta_{t+\Delta t}^s \\ \frac{\partial \tau_{t+\Delta t}^s}{\partial \sigma_{t+\Delta t}} = \bar{m}^s \\ \frac{\partial \sigma_{t+\Delta t}}{\partial \Delta \bar{\varepsilon}^{el}} = \bar{C} \end{array} \right. \quad (\text{A.1.13})$$

Ainsi le premier bloc peut être calculé par :

$$\left[\frac{\partial F_{\Delta \gamma^s}}{\Delta \bar{\varepsilon}^{el}} \right] = -\Delta t \cdot n \cdot \left(\frac{f_{t+\Delta t}^s}{K} \right)^{n-1} \bar{m}^s : \bar{C} \quad (\text{A.1.14})$$

Le calcul de $\left[\frac{\partial F_{\Delta\gamma^s}}{\Delta\gamma^r}\right]$ va être décomposé entre deux étapes : les termes diagonaux et extra diagonaux. Ainsi pour les termes diagonaux nous avons :

$$\left[\frac{\partial F_{\Delta\gamma^s}}{\Delta\gamma^s}\right] = 1 + \frac{\partial F_{\Delta\gamma^s}}{\partial f_{t+\Delta t}^s} \left[\frac{\partial f_{t+\Delta t}^s}{\partial x_{t+\Delta t}^s} \frac{\partial x_{t+\Delta t}^s}{\partial \alpha_{t+\Delta t}^s} \frac{\partial \alpha_{t+\Delta t}^s}{\partial \Delta\alpha^s} \frac{\partial \Delta\alpha^s}{\partial \Delta\gamma^s} + \frac{\partial f_{t+\Delta t}^s}{\partial r_{t+\Delta t}^s} \frac{\partial r_{t+\Delta t}^s}{\partial \Delta\gamma^s} \right]. \quad (\text{A.1.15})$$

On va tout d'abord calculer l'incrément $\Delta\alpha$ dont nous aurons besoin. Son expression est déterminée à partir de l'équation (A.1.15) :

$$\Delta\alpha^s = \Delta\gamma - d\alpha_{t+\Delta t}^s |\Delta\gamma| \Leftrightarrow \Delta\alpha^s = \frac{\Delta\gamma - d\alpha_t^s \phi^s \Delta\gamma^s}{1 + d|\Delta\gamma^s|}. \quad (\text{A.1.16})$$

Ici est introduit $\phi^s = \text{signe}(\Delta\gamma^s)$. On peut ainsi exprimer chacune des dérivées en chaîne :

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{\partial F_{\Delta\gamma^s}}{\partial f_{t+\Delta t}^s} = -\Delta t \cdot n \cdot \left(\frac{f_{t+\Delta t}^s}{K}\right)^{n-1} \cdot \eta_{t+\Delta t}^s \\ \frac{\partial f_{t+\Delta t}^s}{\partial x_{t+\Delta t}^s} = -\eta_{t+\Delta t}^s \\ \frac{\partial x_{t+\Delta t}^s}{\partial \alpha_{t+\Delta t}^s} = c \\ \frac{\partial \alpha_{t+\Delta t}^s}{\partial \Delta\alpha^s} = 1 \\ \frac{\partial \Delta\alpha^s}{\partial \Delta\gamma^s} = \frac{1 - d\alpha_t^s \phi^s}{(1 + d|\Delta\gamma^s|)^2} \\ \frac{\partial f_{t+\Delta t}^s}{\partial r_{t+\Delta t}^s} = -1 \\ \frac{\partial r_{t+\Delta t}^s}{\partial \Delta\gamma^s} = qbh^{ss} e^{-b(|r_t^s| + |\Delta\gamma^s|)} \phi^s \end{array} \right. \quad (\text{A.1.17})$$

On obtient ainsi :

$$\left[\frac{\partial F_{\Delta\gamma^s}}{\Delta\gamma^s}\right] = 1 + \Delta t n \left(\frac{f_{t+\Delta t}^s}{K}\right)^{n-1} \left[\frac{c(1 - d\alpha_t^s \phi^s)}{(1 + d\phi^s \Delta\gamma^s)^2} + qbh^{ss} e^{-b(|r_t^s| + |\Delta\gamma^s|)} \phi^s \right]. \quad (\text{A.1.18})$$

Pour les termes extra diagonaux, l'expression diffère quelque peu :

$$\left[\frac{\partial F_{\Delta\gamma^s}}{\Delta\gamma^r}\right] = \frac{\partial F_{\Delta\gamma^s}}{\partial f_{t+\Delta t}^s} \frac{\partial f_{t+\Delta t}^s}{\partial r_{t+\Delta t}^s} \frac{\partial r_{t+\Delta t}^s}{\partial \Delta\gamma^r}. \quad (\text{A.1.19})$$

On a :

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{\partial F_{\Delta\gamma^s}}{\partial f_{t+\Delta t}^s} = -\Delta t \cdot n \cdot \left(\frac{f_{t+\Delta t}^s}{K} \right)^{n-1} \cdot \eta_{t+\Delta t}^s \\ \frac{\partial f_{t+\Delta t}^s}{\partial r_{t+\Delta t}^s} = -1 \\ \frac{\partial r_{t+\Delta t}^s}{\partial \Delta\gamma^r} = qb h^{sr} e^{-b(|\gamma_t^s| + |\Delta\gamma^s|)} \phi^s \end{array} \right. \quad (\text{A.1.20})$$

Ainsi :

$$\left[\frac{\partial F_{\Delta\gamma^s}}{\partial \Delta\gamma^r} \right] = \Delta t \cdot n \cdot \left(\frac{f_{t+\Delta t}^s}{K} \right)^{n-1} \cdot \eta_{t+\Delta t}^s \cdot q \cdot b \cdot h^{sr} \cdot e^{-b(|\gamma_t^r| + |\Delta\gamma^r|)} \cdot \phi^r. \quad (\text{A.1.21})$$

La jacobienne est ainsi complète, ce qui termine l'implémentation de la loi de comportement en petites perturbations. Une comparaison a été effectuée en petites perturbations avec le code de calcul Zébulon et une intégration dans le logiciel MIC2M, celle-ci est présentée à la Figure A.1.1. Cette comparaison a permis de vérifier l'intégration de la loi de comportement sur un point d'intégration. MIC2M permet de faire uniquement des intégrations sur un point matériel, dont le code a été fait par Renner et al. (Renner et al., 2016). Les modules de test MTest et ZSim sur un point d'intégration ont été utilisés pour faire les comparaisons pour MFfront et Zébulon respectivement.

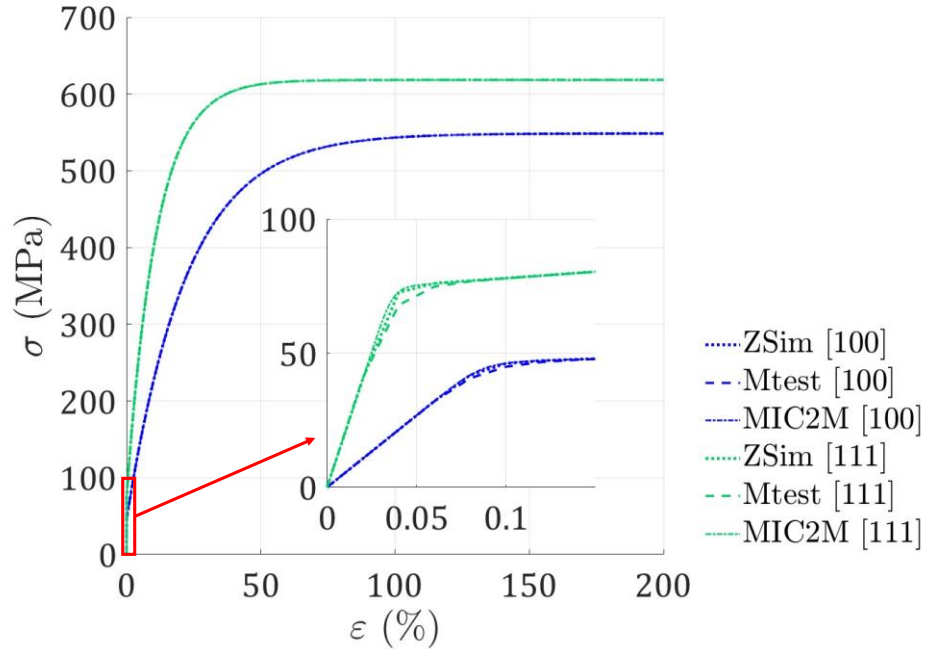


Figure A.1.1 : Comparaison de l'intégration de la loi de comportement dans MFfront (MTest) avec Zébulon (ZSim) et MIC2M. Les courbes sont obtenues par des sollicitations en traction simple sur des points d'intégration en utilisant le point de départ. Les paramètres utilisés sont : $K = 10 \text{ MPa} \cdot \text{s}^{1/n}$, $n = 5$, $\tau_0 = 10 \text{ MPa}$, $Q = 6 \text{ MPa}$, $b = 15$, ainsi que les paramètres d'interactions du jeu de paramètre $\{\theta_{MK}\}$.

A.1.2. Transformations finies

En transformations finies, le système (A.1.22) peut-être reformulé de la manière suivante :

$$\begin{cases} F_{\Delta\bar{\varepsilon}^{el}} = \bar{\varepsilon}^{el} + \Delta\bar{\varepsilon}^{el} - \bar{E}^e = 0 \\ F_{\Delta\gamma^s} = \Delta\gamma^s - \Delta t \left(\frac{f_{t+\Delta t}^s}{K} \right)^n \eta_{t+\Delta t}^s = 0' \end{cases} \quad (\text{A.1.22})$$

avec :

$$\begin{cases} f_{t+\Delta t}^s = |\bar{M}_{t+\Delta t}^s : \bar{N}^s - x_{t+\Delta t}^s| - r_{t+\Delta t}^s - \tau_0 \\ r_{t+\Delta t}^s = q \sum_{r=1}^{N_s} h^{sr} (1 - e^{-b(|v_t^s| + |\Delta\gamma^s|)}) \\ x_{t+\Delta t}^s = c\alpha_{t+\Delta t}^s \\ \eta_{t+\Delta t}^s = \text{signe}(\bar{M}_{t+\Delta t}^s : \bar{N}^s - x_{t+\Delta t}^s) \end{cases} \quad (\text{A.1.23})$$

La brique @FiniteStrain, disponible avec MFront, simplifie grandement le passage entre les petites perturbations et les transformations finies dans le cas de la plasticité cristalline. Cette brique résout de manière générique les dérivées de la fonction élastique $\left[\frac{\partial F_{\Delta\bar{\varepsilon}^{el}}}{\Delta\bar{\varepsilon}^{el}} \right]$ et $\left[\frac{\partial F_{\Delta\bar{\varepsilon}^{el}}}{\Delta\gamma^r} \right]$. Ce bloc inclus également le calcul de l'opérateur tangent cohérent $\frac{\partial \tau^s}{\partial \Delta\bar{F}}$, exprimé pour l'algorithme implicite utilisé. Il est également calculé et donné en sortie (en variables d'état dans MFront) le tenseur de Mandel \bar{M} ainsi que sa dérivée par rapport à l'incrément élastique $\frac{\partial \bar{M}}{\partial \Delta\bar{\varepsilon}^{el}}$, essentielles au calcul des dérivées de la fonction liée à l'incrément plastique $F_{\Delta\gamma^s}$. C'est une brique très générique, fournissant les éléments essentiels à l'intégration de lois de comportement de plasticité cristalline en transformations finies, tout en laissant une grande liberté dans le choix de la loi d'évolution du glissement choisie $\dot{\gamma}^s$.

Les dérivées de la fonction $F_{\Delta\gamma^s}$ en fonction de l'incrément $\Delta\gamma^s$ restent identiques. La dérivée de la fonction $F_{\Delta\gamma^s}$ en fonction de l'incrément $\Delta\bar{\varepsilon}^{el}$ restent à exprimer :

$$\left[\frac{\partial F_{\Delta\gamma^s}}{\Delta\bar{\varepsilon}^{el}} \right] = -\Delta t \cdot n \cdot \left(\frac{f_{t+\Delta t}^s}{K} \right)^{n-1} \bar{m}^s : \frac{\partial \bar{M}}{\partial \Delta\bar{\varepsilon}^{el}} \quad (\text{A.1.24})$$

A.2 Orientations cristallographiques expérimentales

Cette annexe introduit la méthode appliquée pour simuler les essais de nanoindentation dans les mêmes conditions que les conditions expérimentales. L'objectif est d'importer les orientations cristallographiques obtenues avec le logiciel MTEX des différents grains indentés, puis de transposer ces orientations dans le logiciel éléments finis afin de simuler les essais. Pour ce faire il faut définir le lien entre le repère de la cartographie, celui des angles d'Euler et enfin celui du logiciel élément finis.

A.2.1. Import dans MTEX

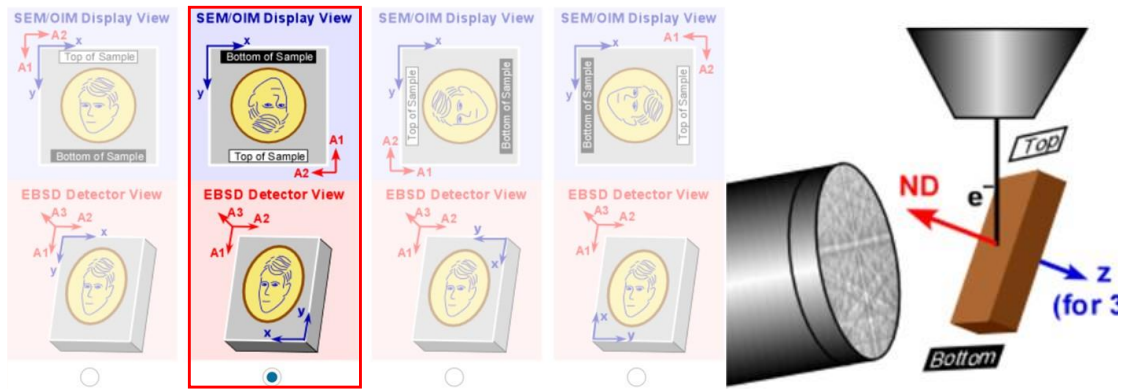


Figure A.2.2 : Configurations expérimentales possibles du repère $\mathcal{R}_{(0,\vec{x},\vec{y},\vec{z})}$ et de la base $\mathcal{B}_{(\vec{A}_1,\vec{A}_2,\vec{A}_3)}$ avec le logiciel APEX. Celle utilisée est encadrée en rouge.

Avec MTEX, l'ensemble des données est traité en même temps et doit être réuni dans un même repère (pour la cartographie et les angles d'Euler). Le repère de la cartographie est noté $\mathcal{R}_{(0,\vec{x},\vec{y},\vec{z})}$. Celui-ci est rattaché à l'échantillon et permet de renseigner la position du pixel de la cartographie EBSD au sein de la surface de l'échantillon (dans le cas d'une mesure EBSD plane, et dans l'espace dans le cas d'une mesure EBSD 3D). La base des angles d'Euler est notée $\mathcal{B}_{(\vec{A}_1,\vec{A}_2,\vec{A}_3)}$. L'objectif ici est de définir une relation entre les deux.

Comme l'échantillon est observé de deux points de vue différents, entre le SEM et le détecteur EBSD, les données sont exprimées dans deux bases différentes. Dans les logiciels commerciaux, ces deux références sont différentes. On représente sur la Figure A.2.2 ces deux bases dans le cas de nos données EBSD avec le logiciel OIM8. Dans notre cas, la camera EBSD mesure les angles d'Euler dans la base $\mathcal{B}_{(\vec{A}_1,\vec{A}_2,\vec{A}_3)}$. Pour OIM8 cependant, les angles d'Euler sont exprimés dans le repère de l'échantillon $\mathcal{R}_{(0,\vec{x},\vec{y},\vec{z})}$.

Lors de l'importation des données dans MTEX il est nécessaire de lier ces deux repères pour traiter l'ensemble des données de manière cohérente. La cartographie EBSD par exemple mélange des informations provenant des deux bases : la position

dans l'échantillon exprimée dans $\mathcal{R}_{(O,\vec{x},\vec{y},\vec{z})}$ et les angles d'Euler exprime dans $\mathcal{B}_{(\vec{A}_1,\vec{A}_2,\vec{A}_3)}$. Il est proposé par ce logiciel deux méthodes :

- Tout convertir dans le repère de l'échantillon $\mathcal{R}_{(O,\vec{x},\vec{y},\vec{z})}$
- Tout convertir dans la base de la caméra EBSD $\mathcal{B}_{(\vec{A}_1,\vec{A}_2,\vec{A}_3)}$

Les deux solutions sont équivalentes. Le repère dans lequel seront exprimés les angles d'Euler est la seule différence entre ces deux méthodes. Dans le cas d'un import d'un fichier de type .ang, il existe quatre types de configurations possibles de correspondance entre les deux repères. Comme illustré dans la Figure A.2.2, la relation entre la base de l'échantillon et le repère des angles d'Euler dépend du type de configuration expérimentale utilisée. Dans MTEX c'est une option de la commande d'importation qui permet de convertir tout dans la base $\mathcal{B}_{(\vec{A}_1,\vec{A}_2,\vec{A}_3)}$ ou dans le repère $\mathcal{R}_{(O,\vec{x},\vec{y},\vec{z})}$.

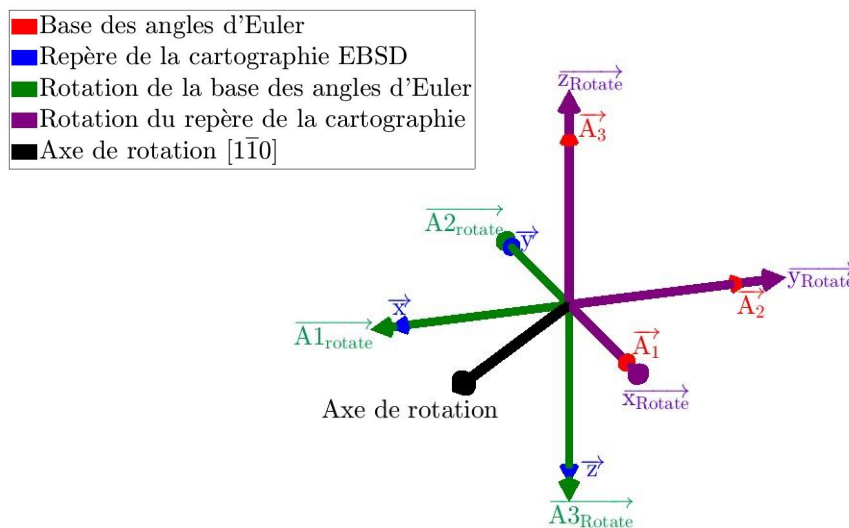


Figure A.2.3 : Deux possibilités de correspondance entre la base $\mathcal{R}_{(O,\vec{x},\vec{y},\vec{z})}$ et le repère $\mathcal{B}_{(\vec{A}_1,\vec{A}_2,\vec{A}_3)}$

Avec la configuration choisie dans le logiciel OIM8 (encadrée en rouge dans la Figure A.2.2), la correspondance entre le repère $\mathcal{R}_{(O,\vec{x},\vec{y},\vec{z})}$ et la base $\mathcal{B}_{(\vec{A}_1,\vec{A}_2,\vec{A}_3)}$ se fait par une rotation de 180° autour du vecteur $[1\bar{1}0]$. Sont illustrées à la Figure A.2.3 les deux possibilités de correspondance entre $\mathcal{R}_{(O,\vec{x},\vec{y},\vec{z})}$ et $\mathcal{B}_{(\vec{A}_1,\vec{A}_2,\vec{A}_3)}$. Les deux options étant équivalentes, cela peut être un outil de vérification une fois les angles d'Euler exprimés dans la base finale souhaitée qui est celle du modèle éléments finis. Nous avons arbitrairement choisi de tout exprimer dans la base des angles d'Euler. Cette option est appelée *convertSpatial2EulerReferenceFrame* dans MTEX. Le repère $\mathcal{R}_{(O,\vec{x},\vec{y},\vec{z})}$ après application de la rotation est le repère $\mathcal{R}_2_{(O,\vec{x}_{rotate},\vec{y}_{rotate},\vec{z}_{rotate})}$ et celui-ci est confondu avec la base $\mathcal{B}_{(\vec{A}_1,\vec{A}_2,\vec{A}_3)}$.

A.2.2. Vérifications

Pour s'assurer de l'importation correcte des données via MTEX, deux grains fictifs ont été créés avec le logiciel OIM8. Les angles d'Euler utilisés pour créer les grains sont listés dans le Tableau A.2.1. Ces angles sont exprimés dans la base notée $\mathcal{B}_{(\vec{A}_1, \vec{A}_2, \vec{A}_3)}$:

Grain	ϕ_1 (°)	ψ (°)	ϕ_2 (°)
n°1	245	179	159
n°2	3	31.028	3

Tableau A.2.1 : Angles d'Euler utilisés pour la vérification entre MTEX et OIM8

Dans MTEX, la convention Bunge est utilisée pour les angles d'Euler, celle-ci représente l'orientation cristallographique par une première rotation autour de l'axe \vec{z} de la base, puis une rotation autour de l'axe \vec{x} et finalement une dernière rotation autour de l'axe \vec{z} de la base. À partir des angles d'Euler, la matrice liant la base du cristal à celle de l'échantillon G_E^C est exprimée de la même manière que dans MTEX :

$$G_E^C = \begin{bmatrix} \cos\phi_2 \cos\phi_1 - \sin\phi_1 \sin\phi_2 \cos\psi & -\cos\phi_1 \sin\phi_2 - \sin\phi_1 \cos\phi_2 \cos\psi & \sin\phi_1 \sin\psi \\ \sin\phi_1 \cos\phi_2 + \sin\phi_2 \cos\psi \cos\phi_1 & -\sin\phi_1 \sin\phi_2 + \cos\phi_2 \cos\psi \cos\phi_1 & -\sin\psi \cos\phi_1 \\ \sin\psi \sin\phi_2 & \sin\psi \cos\phi_2 & \cos\psi \end{bmatrix}. \quad (\text{A.2.25})$$

Les axes du cristal peuvent ensuite être exprimés à partir de la matrice G_E^C (appelés \vec{X}^c , \vec{Y}^c et \vec{Z}^c). Ce sont respectivement les première, seconde et troisième colonne de la matrice :

$$G_E^C = \begin{bmatrix} X_x^c & Y_x^c & Z_x^c \\ X_y^c & Y_y^c & Z_y^c \\ X_z^c & Y_z^c & Z_z^c \end{bmatrix}_B. \quad (\text{A.2.26})$$

À partir de cette matrice, les axes du cristal peuvent être exprimés dans la base souhaitée, qui est celle du modèle éléments finis. Ceux-ci seront exprimés dans la base $\mathcal{B}_{I(\vec{X}_{ref}, \vec{Y}_{ref}, \vec{Z}_{ref})}$, qui coïncide avec le repère éléments finis. Comme présenté dans la Figure A.2.2, les vecteurs sont dans la base du détecteur EBSD $\mathcal{B}_{(\vec{A}_1, \vec{A}_2, \vec{A}_3)}$. L'équivalence avec le repère de référence $\mathcal{B}_{I(\vec{X}_{ref}, \vec{Y}_{ref}, \vec{Z}_{ref})}$ est donné par :

$$\begin{cases} \vec{X}_{B_I}^c = [X_y^c & X_x^c & X_z^c] \\ \vec{Y}_{B_I}^c = [Y_y^c & Y_x^c & Y_z^c] \\ \vec{Z}_{B_I}^c = [Z_y^c & Z_x^c & Z_z^c] \end{cases}. \quad (\text{A.2.27})$$

Ces axes sont exprimés directement depuis le repère EBSD $\mathcal{B}_{(\vec{A}_1, \vec{A}_2, \vec{A}_3)}$ vers la base de référence $\mathcal{B}_{I(\vec{X}_{ref}, \vec{Y}_{ref}, \vec{Z}_{ref})}$ par équivalence entre les axes (permutations). Les données sont exportées dans fichier .ang qui a ensuite été importé avec MTEX.

Une fois les données importées dans MTEX, il a été généré les deux cartographies de la Figure A.2.4 : en a) avec l'option « convertEuler2SpatialReferenceFrame » et en b) via l'option « convertSpatial2EulerReferenceFrame ». Ces deux cartographies n'ont pas le même la même repère ($\mathcal{R}_{(O,\vec{x},\vec{y},\vec{z})}$ en a) et $\mathcal{R}_2(O,\vec{x}_{rotate},\vec{y}_{rotate},\vec{z}_{rotate})$ en b)). Les axes ont été présentés sur les figures pour mettre en évidence la rotation du repère de la cartographie avec l'option de correspondance de la Figure A.2.4 b)). Ceux-ci nécessitent d'être orienté de cette manière via la commande « setMTEXpref » afin d'obtenir les grains orientés de la même manière. Après l'import des données post-traitées dans MTEX, une comparaison va être faite avec un repère de référence noté $\mathcal{B}_I(\vec{X}_{ref},\vec{Y}_{ref},\vec{Z}_{ref})$, orienté comme le repère du modèle éléments finis.

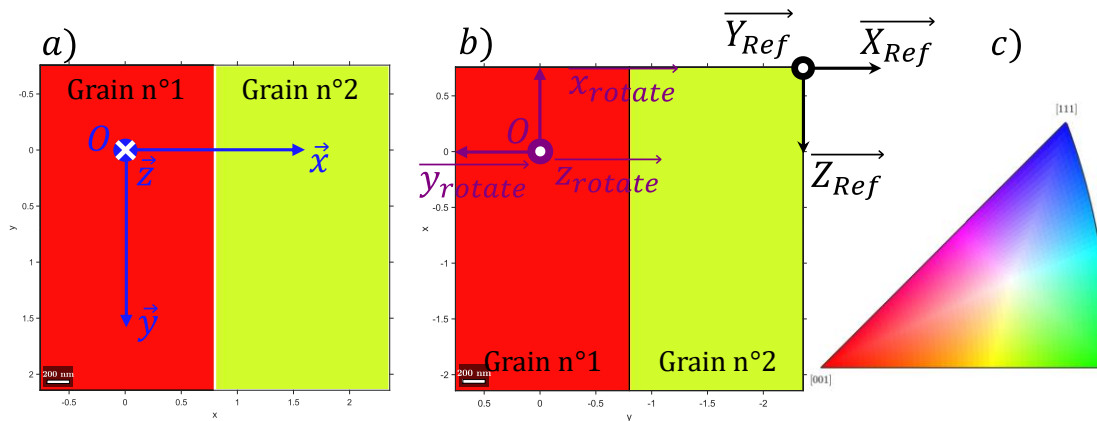


Figure A.2.4 : Cartographie MTEX des grains utilisés pour la vérification. En a) la cartographie avec l'option d'import $\mathcal{B}_{(\vec{A}_1,\vec{A}_2,\vec{A}_3)} \Rightarrow \mathcal{R}_{(O,\vec{x},\vec{y},\vec{z})}$. En b) avec l'option d'import $\mathcal{R}_{(O,\vec{x},\vec{y},\vec{z})} \Rightarrow \mathcal{B}_{(\vec{A}_1,\vec{A}_2,\vec{A}_3)}$.

Ces vecteurs serviront de référence pour la vérification, que l'on cherche par la suite à retrouver en fonction des différents imports disponibles avec MTEX. Le fichier test est importé dans MTEX avec les deux options d'import. Dans le premier cas on utilise l'option d'import a) de la Figure A.2.4. Dans ce cas, l'équivalence entre la base de référence $\mathcal{B}_{(\vec{X}_{ref},\vec{Y}_{ref},\vec{Z}_{ref})}$ et le repère $\mathcal{R}_{(O,\vec{x},\vec{y})}$ doit être faite car avec cette option le repère des angles d'Euler coïncide avec la base. L'équivalence est la suivante :

$$\begin{cases} \vec{X}_{\mathcal{R}}^c = [X_x^c & X_z^c & X_y^c] \\ \vec{Y}_{\mathcal{R}}^c = -[Y_x^c & Y_z^c & Y_y^c] \\ \vec{Z}_{\mathcal{R}}^c = [Z_x^c & Z_z^c & Z_y^c] \end{cases} \quad (\text{A.2.28})$$

Pour la seconde option d'import b), l'équivalence entre $\mathcal{R}_2(O,\vec{x}_{rotate},\vec{y}_{rotate},\vec{z}_{rotate})$ avec la base de référence $\mathcal{B}_{(\vec{X}_{ref},\vec{Y}_{ref},\vec{Z}_{ref})}$. Ainsi :

$$\begin{cases} \vec{X}_{\mathcal{R}_2}^c = -[X_y^c & X_z^c & X_x^c] \\ \vec{Y}_{\mathcal{R}_2}^c = [Y_y^c & Y_z^c & Y_x^c] \\ \vec{Z}_{\mathcal{R}_2}^c = -[Z_y^c & Z_z^c & Z_x^c] \end{cases} \quad (\text{A.2.29})$$

Une fois les équivalences trouvées entre les différents repères, on exprimer peut les vecteurs de la base du cristal :

		X_{Ref}	Y_{Ref}	Z_{Ref}
Grains n°1	\vec{X}^c	0.997540983258729	0.006254383109560	0.069805941087610
	\vec{Y}^c	-0.069696382151818	-0.016293225045122	0.997435183424255
	\vec{Z}^c	0.007375705671717	-0.999847695156391	-0.015817251856639
Grains n°2	\vec{X}^c	0.097050261987489	0.026976929991631	0.994913811290398
	\vec{Y}^c	0.851829314563110	0.514750488585588	-0.097050261987489
	\vec{Z}^c	-0.514750488585588	0.856915503272712	0.026976929991631

Tableau A.2.2 : Axes du cristal dans la base de référence des deux grains test.

Afin de valider les orientations, une dernière vérification du module d'élasticité en traction a été effectuée. Nous avons exprimé le module d'élasticité analytique des différentes orientations des grains étudiés. Ces modules sont comparés avec des simulations de traction dans le logiciel éléments finis Ansys couplé avec MFront. L'orientation est pilotée par MFront via la brique @OrthotropicBehaviour. Il est donné en entrée les vecteurs \vec{X}_c et \vec{Y}_c de la base du cristal à MFront via Ansys. Le repère du logiciel éléments finis Ansys coïncide avec la base $\mathcal{B}_{(\vec{x}_{ref}, \vec{y}_{ref}, \vec{z}_{ref})}$. Le vecteur \vec{Z}_c est calculé par MFront, puis le matériau est orienté comme désiré. Le module d'élasticité est finalement comparé avec celui obtenu analytiquement. Ces résultats sont présentés à la Figure A.2.5.

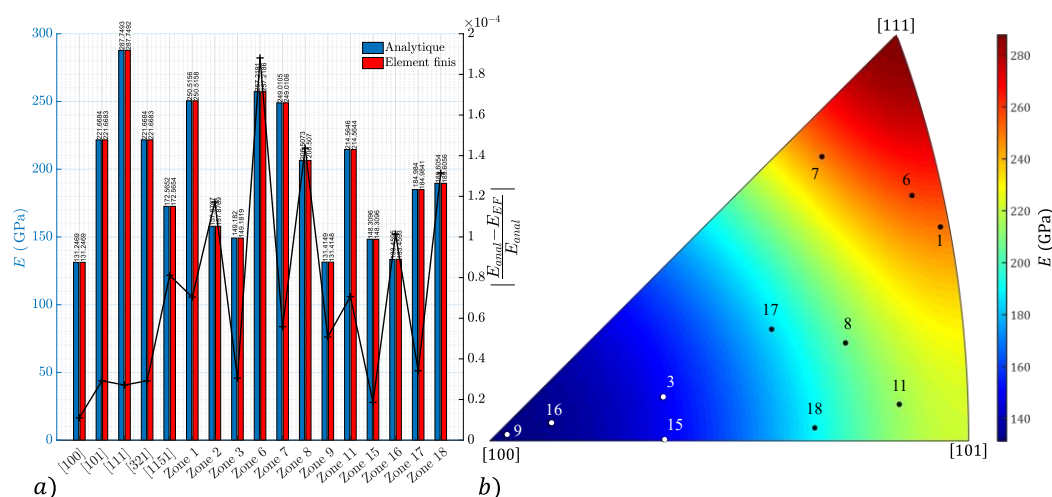


Figure A.2.5 : a) comparaison des modules élastiques analytiques E_{anal} et éléments finis E_{EF} . b) représentation des orientations des orientations cristallographique des différents grains sur une figure des pôles inverses décrivant l'anisotropie élastique (obtenue avec MTEX).

A.2.3. Correspondance des repères EBSD, AFM et EF

La vérification précédemment introduite permet d'exprimer la base du cristal et celle de la base expérimentales (EBSD) dans une même base dite de référence. La base de référence et la base numérique sont identiques à un détail près : une rotation autour de la direction d'indentation. Cette rotation est définie entre le repère de la simulation $\mathcal{R}_{(\vec{X}_{Ansys}, \vec{Y}_{Ansys}, \vec{Z}_{Ansys})}$ et la base de référence $\mathcal{B}_{(\vec{X}_{ref}, \vec{Y}_{ref}, \vec{Z}_{ref})}$. Faire correspondre la base de référence et le repère éléments finis permet de finaliser la correspondance entre simulation et expérience. De plus, le repère dans lequel la mesure EBSD a été faite et celui dans lequel la mesure à l'AFM a été effectuée diffèrent, et ces deux référentiels diffèrent également du repère numérique. Pour les représentations graphiques, nous avons fait le choix de toutes les représenter dans le repère EBSD.

Les topographies expérimentales dans le repère AFM sont représentées à la Figure 2.26. Un exemple de la topographie du grain n°3 dans ce repère est présenté à la Figure A.2.6 a). Sur cette figure sont représentés le repère de l'AFM $\mathcal{R}_{3(O, \vec{x}_{AFM}, \vec{y}_{AFM}, \vec{z}_{AFM})}$ et le repère EBSD $\mathcal{R}_{2(O, \vec{x}_{rotate}, \vec{y}_{rotate}, \vec{z}_{rotate})}$. On tourne ainsi l'ensemble des topographies expérimentales dans le repère EBSD par rotation de 90° vers dans le sens horaire, comme représenté de la Figure A.2.6 a) à b). On remarque que c'est l'orientation dans laquelle sont l'ensemble des topographies pour les comparaisons présentées au Chapitre 4.

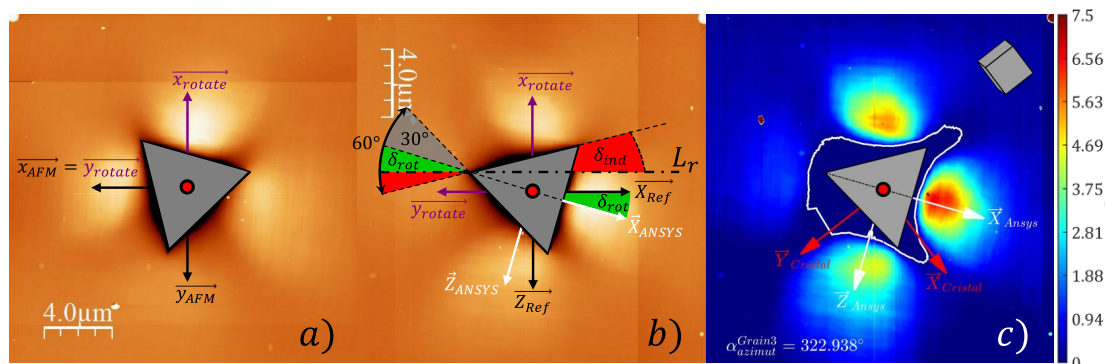


Figure A.2.6 : Correspondance entre les repères des mesures expérimentales et celui qui est utilisé numériquement. a) topographie mesurée par AFM, le cœur de l'empreinte est filtré via WSxM. b) topographie orientée comme lors de la mesure EBSD. Représentation de l'orientation expérimentale de l'indenteur δ_{ind} utilisée pour orienter les données EBSD. c) topographie avec la colorisation utilisée pour l'identification, les axes projetés du cristal, les axes du modèle éléments finis, le niveau zéro de la topographie et le cube représentant l'orientation cristallographique.

Ensuite pour faire une simulation, il faut récupérer la topographie numérique puis la comparer avec la topographie expérimentale, quelques étapes supplémentaires sont nécessaires. La désorientation de l'indenteur dans le plan est calculée à partir de l'angle entre une arête de l'indenteur et la ligne L_r tracée sur l'image optique à la Figure 2.11. Cette ligne est reportée à la Figure A.2.6 b), ce qui permet de fixer l'orientation de l'indenteur par rapport aux différentes bases et repères, et par rapport à l'orientation cristallographique. L'angle δ_{ind} a été mesuré sur les images AFM. On obtient un angle $\delta_{ind} = 14^\circ$ de désorientation de l'indenteur par rapport à

ligne verticale des marques de repérage L_r . Une fois cette valeur fixée, on peut calculer l'expression de l'angle de rotation de l'indenteur δ_{rot} autour de la direction d'indentation. Son expression est simplement déterminée par :

$$\delta_{rot} = 30^\circ - \delta_{ind} = 16^\circ. \quad (A.2.30)$$

Pour orienter les topographies numériques comme celles expérimentales afin de les comparer, le protocole établi est donc le suivant :

- Faire une rotation du cristal de l'angle δ_{rot} pour avoir les axes du repère EBSD et du repère Ansys alignés
- Obtention de la matrice de passage de la base du cristal vers celle de l'échantillon G_E^C , décrite à l'équation (A.2.25), dans la base EBSD tournée de δ_{rot}
- Récupération des vecteurs de la base du cristal via l'équation (A.2.29) à partir de l'orientation moyenne de chaque grain orienté de δ_{rot}
- La simulation finie, les topographies obtenues sont réorientées de l'angle δ_{rot} pour être comparées avec les topographies expérimentales.

Du point de vue des angles d'Euler, ceux-ci changent dans la base orientée :

Grains	Angles d'Euler			Indices de Miller					
	$\phi_1(^{\circ})$	$\psi(^{\circ})$	$\phi_2(^{\circ})$	(hkl)			$[uvw]$		
1	309.48	47.00	115.42	5	11	11	11	-3	8
3	157.71	163.60	284.19	-1	3	11	7	5	-1
6	204.06	134.05	30.19	-5	9	10	9	2	3
7	219.68	64.79	123.35	-5	-6	9	7	6	8
8	1.57	57.09	79.71	-1	4	6	6	0	1
9	81.12	1.60	201.09	0	0	1	9	-2	0
11	14.60	128.18	94.0	1	8	10	10	-2	1
15	308.56	106.04	269.88	2	0	7	11	-9	3
16	75.45	91.63	5.58	0	1	10	4	1	0
17	79.75	64.07	348.88	5	-2	10	7	2	-3
18	199.84	149.86	357.68	0	7	12	11	-4	2

Tableau A.2.3 : Angles d'Euler et indices de Miller des grains dans la base EBSD désorientée de δ_{rot} .

L'angle ϕ_1 est changé uniquement, auquel est ajouté δ_{rot} par rapport au Tableau 2.1. Les indices $[hkl]$ ne changent pas, seuls les indices $[uvw]$ sont affectés. Les topographies peuvent ensuite être comparées, comme procédé au Chapitre 4.

A.3 Protocole d'indentation

Il est ici présenté l'ensemble des courbes d'indentation réalisées dans les différents grains. Le grain n°3 étant déjà présenté dans le chapitre 2.3.2, il est ici présenté toutes les courbes des autres grains.

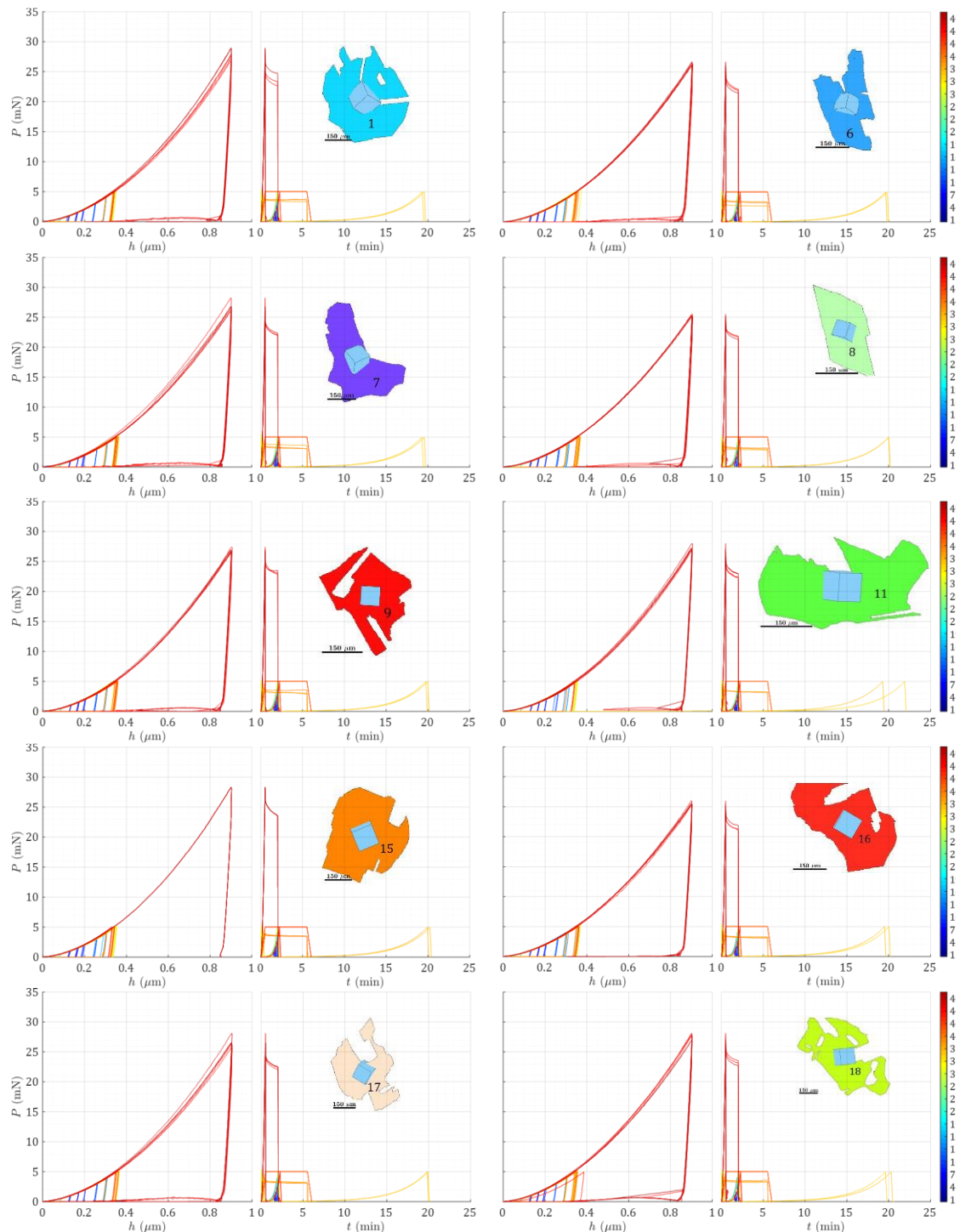


Figure A.3.7 : Protocole d'indentation présenté pour toutes les zones. La numérotation des courbes est représentée par le code couleur illustré sur les échelles de valeurs à droite des courbes. Les limites des axes sont identiques pour l'ensemble des courbes.

A.4 Algorithme de minimisation de MIC2M

L'ensemble des identifications présentées dans ce manuscrit est obtenu avec un algorithme adapté de celui de Levenberg-Marquardt (Levenberg, 1944; Marquardt, 1963). L'algorithme complet implémenté dans MIC2M est présenté par les auteurs (Richard, 2017, 1999). Il permet de tenir compte des problèmes non-linéaires avec une convergence rapide du point de départ $\{\theta\}^{(0)}$ vers la solution finale $\{\theta\}^*$. Cet algorithme calcule à chaque itération l'incrément $\{d\theta\}^{(k)}$ au fil des itérations k , qui s'exprime par :

$$\{\theta\}^{(k+1)} = \{\theta\}^{(k)} + \{d\theta\}^{(k)}. \quad (\text{A.4.31})$$

Tout le contenu informatif nécessaire au calcul de $\{d\theta\}^{(k)}$ avec l'algorithme de Levenberg-Marquardt provient de la fonction coût. Une estimation de la fonction coût par développement limité permet d'introduire tous les éléments nécessaires à l'algorithme. Le développement limité à l'ordre 2 au voisinage de $\{\theta\}$, noté $\tilde{\omega}(\{\theta\})$, s'écrit de la manière suivante en fonction du résidu \bar{r}_i :

$$\tilde{\omega}(\{\theta\}) = \sum_{i=1}^N \frac{\bar{r}_i}{2} \left[\begin{array}{c} \bar{r}_i + 2 \cdot \{\nabla_{\theta} \bar{r}_i\}^T \cdot \{d\theta\} + \\ \{d\theta\}^T \cdot \left[\{\nabla_{\theta} \bar{r}_i\} \cdot \{\nabla_{\theta} \bar{r}_i\}^T + [\nabla_{\theta}^2 \bar{r}_i] \right] \cdot \{d\theta\} \end{array} \right]. \quad (\text{A.4.32})$$

L'indice i représente la $i^{\text{ème}}$ composante du vecteur-résidu $\{\bar{r}\}$, qui est de dimension $1 \times N$.

La première information contenue dans ce développement est l'incrément des paramètres $\{d\theta\}$, qui est la variation des paramètres qui est recherchée à chaque itération. Celui-ci donne un sens, une direction et une amplitude de déplacement au sein de l'espace des solutions des paramètres aux cours des itérations. C'est l'inconnue de l'algorithme, dont l'objectif est de le calculer itérativement. La deuxième information est le gradient $\{\nabla_{\theta} \bar{r}_i\} \cdot \bar{r}_i$, qui permet de sonder localement l'espace des solutions afin d'en appréhender la topographie locale. La dernière information qui vient perfectionner ce sondage est la matrice hessienne $\{\nabla_{\theta} \bar{r}_i\} \cdot \{\nabla_{\theta} \bar{r}_i\}^T + [\nabla_{\theta}^2 \bar{r}_i]$. Celle-ci permet de récupérer le contenu informatif lié à la courbure locale de l'espace des solutions.

C'est à partir de ces trois informations contenues dans l'approximation de la fonction coût que l'algorithme de Levenberg-Marquardt est construit. Le gradient $\{g\}$ de la fonction coût $\omega(\{\theta\})$, définie à l'équation (A.4.32), s'exprime par :

$$\{g\} = \sum_{i=1}^N \{\nabla_{\theta} \bar{r}_i\} \cdot \bar{r}_i = [J]^T \bar{r}, \quad (\text{A.4.33})$$

avec $[J]$ la sensibilité du résidu aux paramètres, et la matrice hessienne $[H]$ est exprimée par :

$$[H] = [J]^T [J] + \sum_{i=1}^N \bar{r}_i \cdot [\nabla_{\theta}^2 \bar{r}_i]. \quad (\text{A.4.34})$$

Dans l'expression de la hessienne $[H]$ de la fonction coût $\omega(\{\theta\})$ apparaît une dérivée du second ordre du résidu par rapport aux paramètres, qui ne peut pas être exprimée dans un contexte FEMU. Le premier point à soulever est que les dérivées secondes quantifient la courbure de la fonction coût. Lors du processus de descente, l'hypothèse selon laquelle $|\nabla_{\theta}^2 \bar{r}_i| \ll |[J]^T [J]|$ est totalement justifiée et le gradient pilote la descente. Ce n'est pas le cas aux abords de la solution optimale où la courbure devient importante. L'évaluation d'une dérivée seconde est néanmoins très coûteuse d'un point de vue temps de calcul. Chacun des termes de la matrice nécessite une évaluation par calcul éléments finis. Dans le cas d'une identification à 10 paramètres, comme dans le cadre de ces travaux, une itération de l'algorithme en conservant cette dérivée seconde nécessite au total 111 calculs éléments finis. Pour ces deux raisons, la matrice hessienne sera approximée par la pseudo-hessienne, où matrice de Gauss-newton $[G]$, qui est définie par :

$$[H] \approx [G] = [J]^T [J]. \quad (\text{A.4.35})$$

On observe ainsi que c'est à partir de l'hypothèse évoquée plus tôt que la matrice de Gauss-Newton est déterminée, en négligeant la courbure de la fonction coût contenu dans la hessienne. Cette pseudo-hessienne possède également l'avantage d'être composée uniquement de la sensibilité du résidu aux paramètres tout comme le gradient, ce qui ne demande pas de coût de calcul supplémentaire pour son estimation. Elle possède également un lien direct avec l'étude d'identifiabilité des paramètres aux différents observables menée dans ces travaux, présentée dans la partie 3.3.1.

La variation des paramètres est obtenue à partir d'un développement limité du gradient de la fonction coût $\vec{\nabla}_{\theta} \omega(\{\theta\})$ à l'ordre 1 au voisinage de la solution optimale $\{\theta\}^*$, qui doit être nulle aux abords de la solution optimale :

$$\{g\} + [G] \cdot \{d\theta\} = 0. \quad (\text{A.4.36})$$

C'est à partir de cette équation que la variation des paramètres $\{d\theta\}^{(k)}$ à chaque itération est calculé de la manière suivante à partir de la quasi-hessienne $[G]$ et du gradient $\{g\}$ de la fonction coût :

$$\{\underline{d\theta}\}^{(k)} = - \left([\underline{G}]^{(k)} + \lambda^{(k)} [I] \right)^{-1} \cdot \{\underline{g}\}^{(k)}, \quad (\text{A.4.37})$$

La barre en dessous $\{\underline{d\theta}\}$ signale l'adimensionnement introduit par Levenberg-Marquardt $\{d\theta\}$, décrit à l'équation (A.4.38). L'équation (A.4.37) ressemble beaucoup à celle de l'algorithme de Gauss-newton, qui peut être écrite par $\{d\theta\} = -[G]^{-1} \cdot \{g\}$. Deux différences fondamentales existent entre ces deux formulations : la première différence réside dans l'utilisation d'une perturbation de la diagonale par un paramètre de perturbation λ , dont la valeur initiale $\lambda = 10^{-3}$ est suggérée par

Marquardt (Marquardt, 1963). La matrice $[G] + \lambda[I]$ est mieux conditionnée que la matrice $[G]$, améliorant ainsi la stabilité de l'algorithme (Marquardt, 1963). La seconde différence réside dans les pondérations du gradient, de la matrice de Gauss-newton et la variation des paramètres. Les composantes pondérées sont données par :

$$\underline{G}_{ij}^{(k)} = \frac{G_{ij}^{(k)}}{\sqrt{G_{ii}^{(k)} G_{jj}^{(k)}}}, \underline{g}_i^{(k)} = \frac{g_i^{(k)}}{\sqrt{G_{ii}^{(k)}}} \text{ et } d\theta_i^{(k)} = \frac{d\theta_i^{(k)}}{\sqrt{G_{ii}^{(k)}}} \quad (\text{A.4.38})$$

À l'équation (A.4.38), il ne faut pas faire la sommation sur les indices i et j .

A.5 Relaxation en nanoindentation du nickel

Dans cette annexe est présentée une vérification des paramètres viscoplastiques de la loi de Méric-Cailletaud K et n utilisés. Une première section présente l'essai de relaxation en nanoindentation, puis la simulation d'un essai de nanoindentation.

A.5.1. Essais et analyses d'essais de relaxation en nanoindentation

Les essais de relaxation permettent de faire apparaître les temps caractéristiques de relaxation du matériau. Dans la loi de Méric et Cailletaud, la dépendance temporelle dans la réponse du matériau est pilotée par deux paramètres K et n .

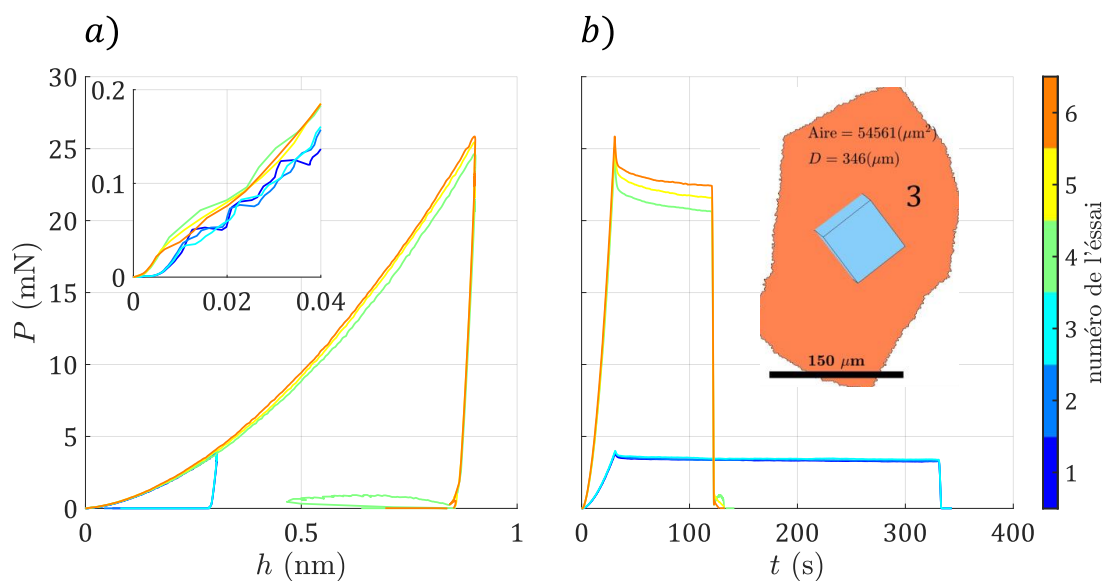


Figure A.5.8 : Les six courbes d'indentation en relaxation réalisées dans le grain n°3. Trois courbes sont réalisées à une profondeur de 300nm et trois autres à une profondeur de 900nm, chacune respectivement avec des temps de relaxation de 300s et 90s. En a) les courbes forces en fonction de la profondeur indentée et en b) les courbes forces en fonction du temps.

On peut voir à la Figure A.5.8 b) six essais de relaxation numérotés de 1 à 6. Deux temps de relaxation ont été imposés : 300s (essais 1 à 3) et 90s (essais 4 à 6). La vitesse de chargement est différente pour les deux essais : la charge se fait en 30s dans les deux types d'essais mais la profondeur indentée diffère. Pendant le palier de relaxation, le déplacement de l'indenteur est maintenu à la profondeur maximale pendant toute la durée de la relaxation. On observe la diminution de la force en fonction du temps jusqu'à atteindre un palier pour les essais à faible profondeur. Mais pour les essais avec seulement 90s de maintien, aucun palier n'apparaît. On observe deux types de relaxation du matériau. Une première relaxation très rapide, de l'ordre de la seconde, qui fait chuter fortement et rapidement la force. Puis celle-ci continue de diminuer au cours du temps, mais plus faiblement. On note ainsi

expérimentalement deux temps caractéristiques de relaxation. Dans la loi de Méric-Cailletaud, l'effet viscoplastique est introduit dans le multiplicateur plastique $\dot{\lambda}^s$ qui est présenté équation (1.59). Le comportement viscoplastique de type Norton décrivant la viscoplasticité dans le modèle ne peut traduire qu'un seul temps caractéristique.

Pour une première approche expérimentale de la relaxation, il a été choisi de la décrire avec une double exponentielle. On peut ainsi vérifier, en amont, si deux temps caractéristiques suffisent à décrire la relaxation. La double exponentielle est décrite par l'équation :

$$P(t) = ae^{-\frac{t}{\tau_1}} + be^{-\frac{t}{\tau_2}}. \quad (0.39)$$

On voit sur les Figure A.5.9 a) à c) que ce type de modèle fonctionne bien pour les relaxations à faibles profondeurs (essais 1 à 3 de la Figure A.5.8). Pour de plus fortes profondeurs, une exponentielle supplémentaire serait nécessaire pour décrire la courbe. L'augmentation de la profondeur indentée redécompose le premier stade de relaxation en deux stades de relaxation, comme on peut le voir aux Figure A.5.9 d) à f). Cette tendance est retrouvée sur l'ensemble des zones testées.

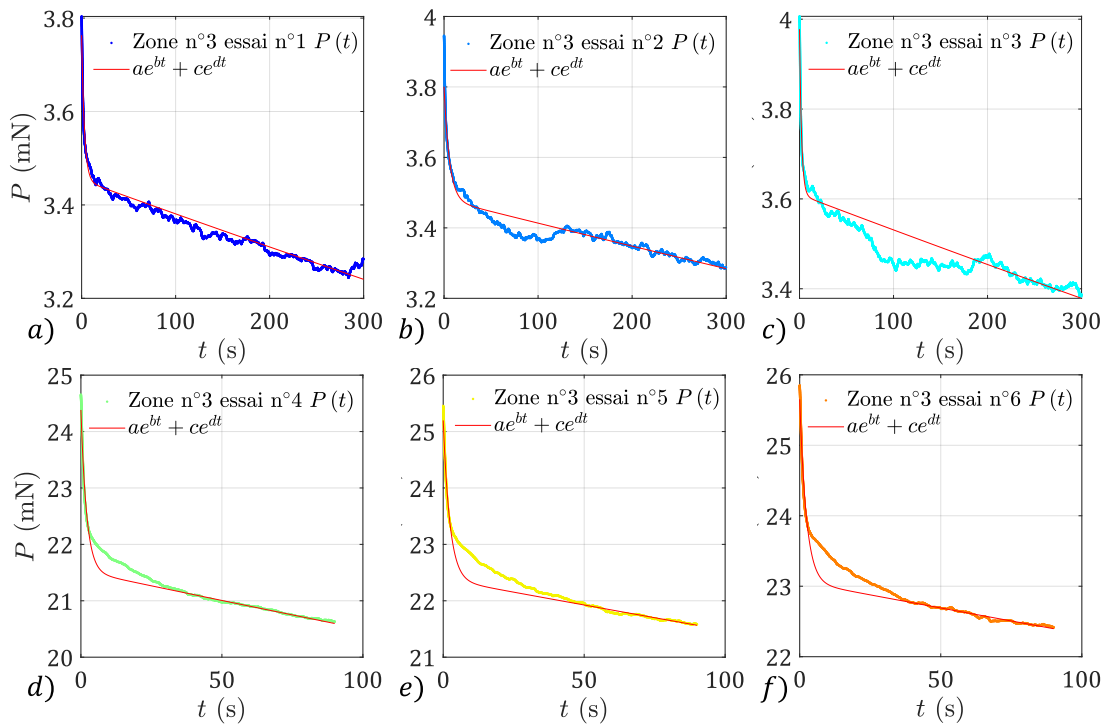


Figure A.5.9 : Relaxation isolée dans le grain n°3 pour les six essais de la Figure A.5.8 avec l'interpolation par une double exponentielle. Ici $b = -\frac{1}{\tau_1}$ et $d = -\frac{1}{\tau_2}$.

Ce procédé a été étendu à l'ensemble des essais de relaxations effectués dans les différents grains, ils sont reportés dans la Figure A.5.10. Hormis pour quelques essais, τ_1 varie de 1 à 6 secondes. En dehors de quelques valeurs extrêmes, les valeurs de τ_2 sont comprises entre 30 minutes et 2 heures. Ainsi le premier temps de relaxation est de l'ordre de la seconde, puis le second phénomène est quant à lui de l'ordre de

l'heure. On peut voir sur la figure qu'une grande dispersion est observée pour les essais à 300 secondes de relaxation, contrairement aux essais à 90 secondes de relaxation. Une moyenne se dégage ainsi des essais de relaxation à 90 secondes, avec un premier temps de relaxation $\tau_1 = 2.3 \pm 0.3s$ et un second $\tau_2 = 43 \pm 12min$.

Du point de vue modélisation, il faudrait introduire plusieurs lois puissance de Norton pour avoir des temps de relaxations différents. Cela revient à écrire l'équation (1.31) sous la forme suivante :

$$\Psi^s(f^s) = \sum_{i=1}^{N_N} \frac{K_i}{n_i + 1} \left(\frac{f^s}{K_i} \right)^{n_i+1} . \quad (0.40)$$

Dans cette équation N_N est le nombre de lois puissance de Norton utilisées pour prendre en compte les différents temps de relaxation présents dans la réponse du matériau. Chaque loi puissance supplémentaire ajoute deux paramètres viscoplastiques, un compromis est donc à faire dans le cas d'une identification paramétrique.

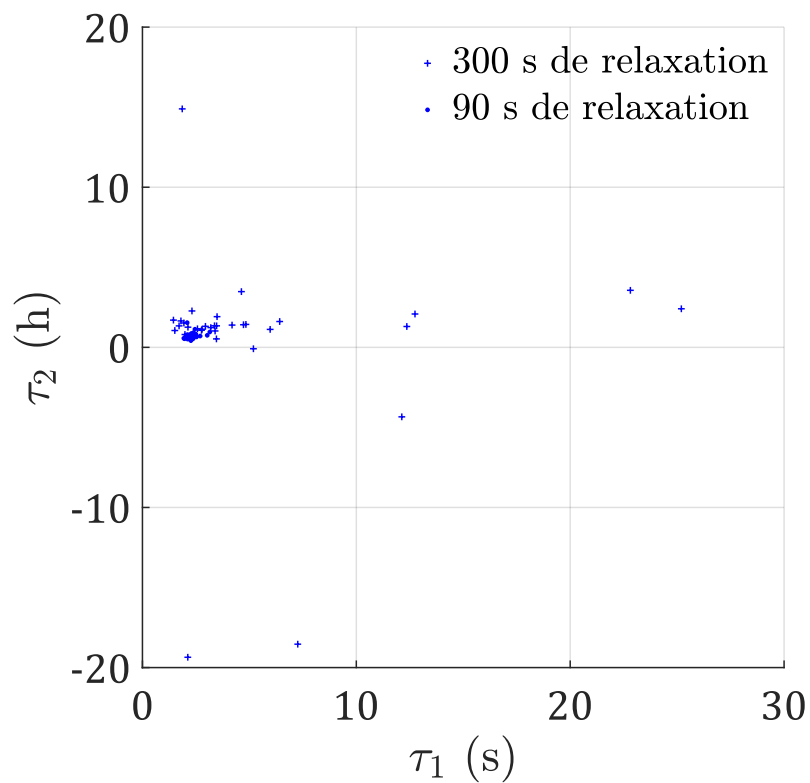


Figure A.5.10 : Valeurs de τ_1 et τ_2 pour toutes les zones. Un de total de 3 essais de 90s et 3 essais de 300s secondes par zone sont représentés.

A.5.2. Simulation d'un essai de relaxation en nanoindentation

Cette annexe porte sur la validation des paramètres visqueux sélectionnés. Pour ce faire, nous avons sollicité le matériau par un essai de relaxation en nanoindentation. Nous avons ensuite comparé la réponse du modèle avec celle expérimentale afin de valider les paramètres utilisés.

Nous avons utilisé ici les paramètres $\{\theta_{MK}\}$ comme point de départ. Comme présenté dans le Chapitre 2 à la section 2.3.5.2, le matériau présente un effet d'échelle. Nous devons donc avant de confronter la réponse expérimentale et numérique, effectuer une « mise à l'échelle » du matériau. Cette mise à l'échelle du matériau est effectuée sur la base des travaux de Ma et al. (Z.S. Ma et al., 2012b). Cette étude introduit une manière phénoménologique de prendre en compte la longueur interne présente dans le matériau : une variation de la limite élastique en fonction de la profondeur indentée.

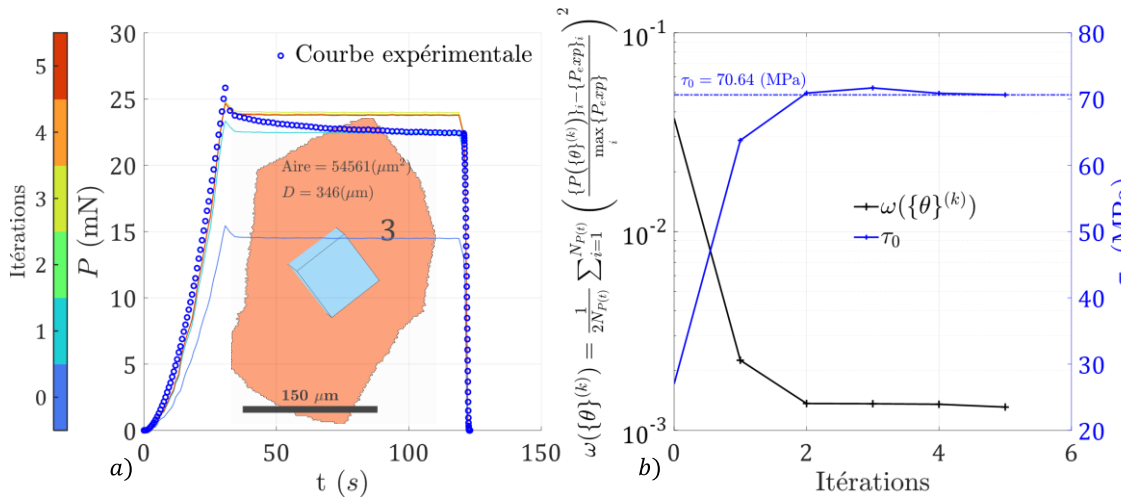


Figure A.5.11 : Vérification des paramètres visqueux pour le grain n°3. En a) l'évolution de la courbe $P(t)$ en fonction des itérations en comparaison avec la courbe expérimentale. En b) l'évolution de la fonction coût $\omega(\theta)$ ainsi que la contrainte projetée critique τ_0 au fil des itérations.

Nous avons identifié la contrainte projetée critique τ_0 afin de « mettre à l'échelle » notre matériau. Les résultats obtenus sont présentés à la Figure A.5.11. En a) la courbe de relaxation simulée est montrée au fil des itérations, par comparaison avec la courbe expérimentale. Comme le matériau est plus dur à une petite échelle, la limite élastique augmente d'un facteur 2.6 entre l'identification sur la courbe de traction et celle en relaxation en nanoindentation. L'évolution de τ_0 est présentée à la Figure A.5.11 b), ainsi que l'évolution de la fonction coût $\omega(\{\theta\})$ au fil des itérations.

Comme montré à la Figure A.5.9, deux temps de relaxations sont normalement nécessaires pour bien décrire la réponse du matériau. On observe néanmoins que la réponse visqueuse du matériau, une fois « mis à l'échelle », moyenne le comportement observé lors de la relaxation. La première phase de relaxation est bien représentée, la valeur du maximum et celle du plateau le sont moins. Une investigation plus poussée aurait pu être effectuée, mais nous nous sommes contentés de cette validation car ce n'est pas l'objectif de ces travaux.

Titre : Identification des coefficients d'interaction entre les systèmes de glissement d'un cristal CFC par analyse inverse à partir d'empreintes de nanoindentation Berkovich

Mots clés : Identifiabilité, Nanoindentation, Plasticité cristalline, Analyse inverse

Repousser les performances de composants industriels critiques (aéronautique, nucléaire) nécessite l'utilisation de lois de comportement matériaux décrivant de plus en plus finement les mécanismes de déformation. L'augmentation de la puissance de calcul permet désormais de simuler des composants de taille industrielle par un modèle de plasticité cristalline. Cependant, ceux-ci sont pilotés par de nombreux paramètres caractéristiques du matériau considéré. C'est particulièrement le cas des coefficients d'interaction entre les systèmes de glissement, dont l'identification expérimentale n'a été explorée que partiellement. Ces travaux de thèse proposent une méthodologie pour l'identification de paramètres de plasticité cristalline. Plus particulièrement, ce sont les coefficients d'interactions entre les systèmes de glissement qui sont visés dans ces travaux.

Les paramètres de plasticité cristalline sont identifiés en utilisant des topographies d'empreintes d'essais de nanoindentation Berkovich. Une méthodologie originale est appliquée en amont de l'identification afin de poser au mieux le problème inverse à partir de la base de données expérimentales établie. Cette étape est suivie d'un processus de sélection des données guidé par une analyse d'identifiabilité. Il en résulte un design numérique basé sur l'expérience, à partir duquel l'identification paramétrique est effectuée. Finalement, les paramètres de plasticité cristalline obtenus font l'objet d'une validation a posteriori. Les résultats révèlent un classement unique des interactions par rapport à la littérature existante. Deux groupes émergent de ce classement : les interactions de type verrou qui sont identifiées dominantes, suivies par les interactions de type glissile.

Title: Interaction coefficients between slip systems identification in a CFC crystal using inverse analyses from Berkovich nanoindentation imprints

Keywords: Identifiability, Nanoindentation, Crystal plasticity, Inverse analysis

Abstract: Improving the performances of industrial components, particularly in aeronautics and nuclear industries, requires the use of behaviour laws that accurately describe the deformation mechanisms. The increase in computational power now allows industrial scale components to be simulated using crystal scale plasticity model. Those are, however, governed by several crystal parameters, which experimental identification has been only partially explored so far. This is particularly the case for the coefficients driving the interaction between slip systems. This thesis presents a new approach for identifying crystal plasticity parameters, with a focus on the interaction coefficients between slip systems.

Crystal plasticity parameters are identified using Berkovich nanoindentation topographies. An original methodology is applied prior to the identification process, to ensure a well-posed inverse problem using an experimental database. This is followed by a data selection process guided by an identifiability analysis. This results in a numerical design based on experiment, from which parametric identification is performed. Finally, the identified crystal plasticity parameters undergo a posteriori validation. The results reveal a unique ranking of interaction compared to existing literature. Two groups emerge from this ranking: lock-type interactions, which are dominant, followed by glide-type interactions.