

Champ de Contrainte dans les Polycristaux à l'Echelle du Micron (POEM)

Olivier Castelnuau (LPMTM), Michel Bornert (UR Navier)

Contexte

Les approches micromécanique ont connu des progrès importants au cours de la dernière décennie en raison d'avancées significatives et simultanées concernant notamment :

- les outils de changement d'échelle théoriques (méthodes d'homogénéisation) ou numériques (calculs de microstructure par FEM ou FFT),
- la caractérisation expérimentale de microstructures en surface (EBSD) ou en volume (microtomographie, 3DRXD en rayonnement synchrotron) et de leur évolution en cours de chargements thermomécaniques,
- l'analyse des mécanismes élémentaires de déformation (Dynamique Moléculaire, DDD,...),
- la caractérisation des champs de déplacement de surface (corrélation d'images numériques (CIN) optique ou électronique) ou de volume (à partir d'images de microtomographie) jusqu'à une résolution micrométrique, et du champ de température (thermographie Infra-Rouge).

Appliquées à la plasticité de matériaux polycristallins, l'ensemble de ces techniques met en évidence une localisation systématique des déformations, rendant parfois difficile la définition d'un Volume Élémentaire Représentatif. Cependant, la mise en place d'une démarche prédictive consistant à estimer le comportement du matériau en liaison avec sa microstructure se heurte au problème quasi-systématique de la méconnaissance (parfois profonde) du comportement du matériau à l'échelle du grain. L'identification de ce comportement à partir de mesures macroscopique est souvent hasardeuse, et l'utilisation de mesures de champs de déplacement sur la surface libre se heurte au problème délicat de l'influence de la microstructure sous-jacente sur les déformations en surface. La caractérisation du comportement local sur des échantillons monocristallins ou à gros grains de même nature n'est guère plus satisfaisante (difficulté d'élaboration, effets de taille, de composition chimique, ...).

Concernant les mesures de champs, on ne peut que constater que si la communauté a réussi à développer des méthodes et outils robustes pour la caractérisation des champs cinématiques, notamment à partir de CIN, les avancées dans le domaine des champs statiques sont nettement moins spectaculaires. Pourtant, ce sont bien les contraintes locales à l'échelle du micron et leur hétérogénéité spatiale qui déterminent l'activation des mécanismes de plasticité, d'endommagement, de maillage,... Les contraintes ne peuvent être mesurées directement; mais elles peuvent être caractérisées à partir du champ de déformation élastique qu'elles engendrent, notamment en mettant en œuvre des techniques de diffraction. La disparité entre le développement des mesures de champs cinématique et statique provient certainement dans la précision qu'il s'agit d'atteindre dans la mesure du champ de déformation élastique, qui doit être meilleure que 10^{-4} . Dans ce contexte, atteindre une résolution spatiale micrométrique n'est pas simple.

Des tentatives sont menées actuellement (e.g. LPMM, Mines St-Etienne, ..) à partir de l'analyse fine des clichés de Kikuchi en MEB, mais dont la qualité est très fortement influencée par la préparation de la surface de l'échantillon, ou des clichés de Kossel (MEB) mais pour lesquels le rapport signal/bruit est voisin de 1.

Méthode

Nous pensons que la caractérisation du champ de contrainte avec les résolutions voulues est désormais possible à partir d'une technique de microdiffraction Laue en rayonnement synchrotron, dont l'avantage indéniable par rapport aux techniques MEB de laboratoire est d'une part la très grande flexibilité dans le montage expérimental, d'autre part la disponibilité de faisceaux, d'optiques, et de systèmes de détection (ainsi que des compétences associées) du meilleur niveau. La microdiffraction Laue consiste à focaliser le faisceau polychromatique de rayons X à l'aide d'optiques achromatiques dédiées, jusqu'à atteindre une section (sub)micrométrique, et en scannant l'échantillon devant le faisceau. On obtient à chaque point de mesure un cliché de Laue (figure) qui contient une très grande quantité d'informations (orientation cristallographique, arrangement des dislocations, ...). Cette technique est disponible depuis ~10 ans notamment sur certains synchrotrons américains (ALS-Berkeley, APS-Chicago), et en France depuis 2 ans sur la ligne BM32 de l'ESRF avec qui nous collaborons.

Cependant, parmi les nombreux articles publiés sur le sujet, pratiquement aucun n'indique de résultats quantitatifs (ou alors sans trop de détails) concernant l'analyse des déformations élastiques. L'extraction de cette information requiert l'analyse précise de la position relative de chacune des taches du diagramme de Laue, avec typiquement une résolution de 0.1 pixel. La méthode classiquement utilisée, notamment dans le logiciel d'analyse XMAS développé à l'ALS et largement utilisé par la communauté, passe par un fit gaussien des taches. On obtient alors systématiquement des contraintes de l'ordre du GPa, quelque soit le matériau étudié, valeur qui n'est en fait reliée qu'aux imprécisions dans le traitement des images.

La méthode d'analyse que nous souhaitons développer dans le cadre de ce projet, et qui pourrait donner la précision en contrainte souhaitée, est basée sur la CIN appliquée aux images de Laue. En effet, nous avons développé il y a quelques mois une procédure permettant de superposer, au micron près, deux mesures réalisées sur un même échantillon à différents niveaux de chargement. La CIN entre les deux Laue au même point de mesure permettrait d'obtenir le champ de déplacement des taches de Laue entre deux états mécaniques, et donc les incréments de déformation élastique (et de contrainte), avec une précision suffisante pour les études micromécaniques.

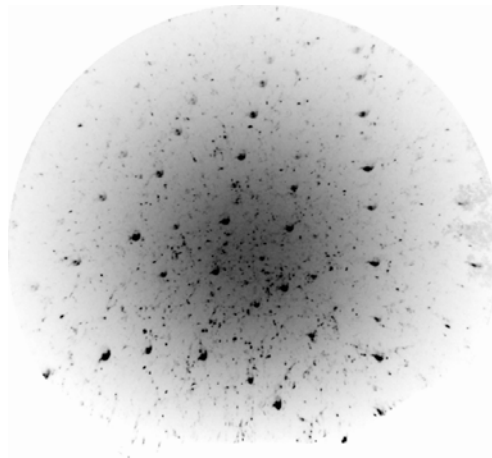


Diagramme de Laue typique obtenu en microdiffraction Laue, lors d'une traction in-situ sur un échantillon de tungstène (ESRF, ligne BM32). Chaque tache correspond à la diffraction d'un plan cristallin particulier du grain mesuré. Section du faisceau de RX : $\sim 1 \times 2 \mu\text{m}^2$.

Place du projet dans la F2M

Le projet s'attachera à mettre en commun l'expertise de O. Castelnaud dans les techniques synchrotron, de M. Bornert dans les techniques de CIN, les compétences partagées dans le domaine des approches micromécaniques, tout en s'appuyant sur une collaboration avec la ligne BM32 de l'ESRF. Nous nous baserons dans un premier temps sur les séries de mesures réalisées à l'ALS et à l'ESRF, certaines étant des expériences tests (traction in-situ sur du W polycristallin, cas pour lequel les champs locaux recherchés sont connus) permettant de valider la technique et d'en quantifier précisément les incertitudes. Nous tenterons également la première expérience de mesure simultanée des champs cinématique et statique en déformation in-situ, possible grâce à la présence d'un microscope optique adapté sur le ligne BM32.

Si le traitement proposé s'avère fructueux, les débouchés à termes sont très larges : localisation des contraintes dans les composites (au sens large) cristallins, les AMF, les TRIP, caractérisation du comportement local (e.g. par couplage avec les mesures de champs cinématiques), analyse des contraintes en fond de fissures, Procédés (ex. chocs et usinage Laser), ... Ce projet rentre donc dans l'immédiat dans les thématiques MIVA et Matériaux hétérogènes, mais à terme la portée peut être beaucoup plus importante.

L'aspect "risque" est réel, car aucun traitement adapté des images de microdiffraction Laue n'a été proposé depuis 10 ans. Nous pensons cependant disposer de l'ensemble des compétences et outils pour y arriver.

Nous demandons un financement pour une année de Post-Doc (40k€).