



# THÈSE

En vue de l'obtention du

## DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

**Délivré par** *l'Université Toulouse III - Paul Sabatier*  
**Discipline ou spécialité :** *Science et Génie des matériaux*

---

**Présentée et soutenue par** *Marion LE FOURNIER*  
**Le 3 décembre 2012**

**Titre :** *Etude d'un alliage d'aluminium pour l'aéronautique par les techniques avancées de microscopie électronique en transmission*

---

### JURY

*Pr Guy Dirras*  
*Dr Anne Joulain*  
*Dr Christophe Sigli*  
*Pr Bernard Viguier*

*Rapporteur*  
*Rapporteur*  
*Examinatrice*  
*Examineur*

---

**Ecole doctorale :** *Science de la matière*  
**Unité de recherche :** *CEMES-CNRS, UPR 8011*  
**Directeur(s) de Thèse :** *Joël Douin, Florence Pettinari-Sturmel*



# Remerciements

« La thèse est une expérience transformante » - Armand Coujou - 2008. Je n'aurais jamais pu imaginer à quel point cette phrase était criante de vérité. Et il s'agit ici de remercier tous ceux qui ont été acteurs, conscients ou moins conscients, de cette transformation.

Cette thèse s'est déroulée au Centre d'Elaboration des Matériaux et d'Etudes Structurales (CEMES) de Toulouse, laboratoire dirigé successivement par Jean-Pierre Launay et Alain Claverie que je remercie de m'avoir accueillie au sein de cette structure.

Je souhaite ensuite remercier Guy Dirras et Anna Joulain pour avoir accepté d'être rapporteurs de ma thèse, pour l'attention qu'ils ont portée à mon travail ainsi que pour leurs remarques pertinentes.

Je remercie également Bernard Vigier et Christophe Sigli pour avoir participé à mon jury de thèse, pour avoir examiné mon travail ainsi que pour leurs remarques judicieuses. Je remercie également Bernard Viguier d'avoir accepté de présider mon jury.

Je tiens à remercier particulièrement Joël Douin et Florence Pettinari-Sturmel car ils m'ont tout simplement fait grandir. Joël, je te remercie pour tes précieux conseils scientifiques, pour ta patience pendant mes premiers pas dans les scripts de digital, pour tes recommandations avisées pour valoriser mon travail dans mes présentations. Merci de m'avoir fait confiance, de m'avoir laissé suffisamment d'autonomie pour me permettre de me faire confiance et de repousser mes limites. Florence, je te remercie pour toute l'attention que tu as portée à mon manuscrit, pour tes conseils judicieux et pour tes encouragements. Merci pour ta bonne humeur, merci d'avoir risqué ta vie avec moi dans ce taxi entre Belur et Bangalore, merci pour nos longues conversations qui m'ont fait comprendre beaucoup de choses. Merci à vous deux de m'avoir permis de participer à autant de conférences, de découvrir de nouveaux pays et de me rendre compte à quel point la communication était importante pour moi. Merci d'avoir largement contribué à être celle que je suis aujourd'hui.

Je souhaite maintenant remercier les personnes avec lesquelles j'ai travaillé, occasionnellement ou pas, au cours de ces trois ans. Avant tout, un grand merci à Christophe Gatel. Merci pour les heures que tu m'as consacrées au Tecnaï, pour ton aide avec les scripts de Digital, pour ta disponibilité, pour m'avoir poussée à faire un certain chèque et pour m'avoir appris à améliorer mes trajectoires... Je souhaite ensuite remercier Florent Houdellier et Sébastien Joulé du service microscopie, pour avoir partagé leur expertise et conseils. Merci à Jacques et Cathie Crestou et Dominique Lamirault du service prépa pour leur accueil, leur bonne humeur, leur écoute, leurs encouragements, leur passion et leur curiosité. Je tiens à remercier Benoit Appolaire pour son programme et parce qu'il a été ma lueur d'espoir au début de ma troisième année. Un grand et chaleureux merci à Patricia Donnadiou : merci pour le partage de tes connaissances sur les  $T_1$ , pour m'avoir mise en confiance, pour m'avoir secourue un jour où j'en avais besoin. Je souhaite également remercier Armand Coujou. Merci de m'avoir amenée à réfléchir pendant mes études et pendant ma thèse.

Un grand merci aux docs, post docs et « autres » (même si j'ai toujours détesté le nom de cette catégorie), toujours là ou non. Merci pour votre bonne humeur, votre écoute, votre compréhension, votre aide. Plus particulièrement, merci à Nico et Muriel, pour tout cela et bien plus encore. Merci à Donatien, Patou et Elsa d'avoir partagé mon bureau et de m'avoir encouragée dans les moments difficiles. Merci à tous les membres de ce laboratoire.

Je voudrais maintenant remercier Alicia Weiblel et Magalie Mourgues pour m'avoir fait confiance, pour m'avoir confié la responsabilité d'enseignements et pour m'avoir intégrée à vos équipes. Merci aux techniciens des salles de TP qui m'ont sauvé la mise quelques fois. Merci aux thésards et ATER avec qui j'ai partagé mes après-midis d'enseignements. Merci à mes étudiants qui m'ont parfois donné de belles leçons de vie.

Je n'oublie pas de remercier les personnes, jeunes ou moins jeunes, rencontrées aux détours des conférences. Merci d'avoir partagé votre temps, votre passion, vos réflexions, scientifiques ou existentielles. Ces voyages et rencontres ont été de vraies bouffées d'air frais et de réels moments de construction pour moi. C'est pourquoi je vous remercie d'avoir croisé mon chemin et de m'avoir laissé partager un bout de votre vie.

Je souhaite vivement remercier mes amis. Votre présence a été extrêmement précieuse pour moi autant pour l'aboutissement de cette thèse que pour ma construction personnelle. Je ne peux pas me cantonner à un simple merci anonyme. Lise, merci pour ces cinq ans de présence quotidienne, merci pour tes mails, merci d'être avec moi jour après jour. Merci d'avoir eu la patience de me laisser évoluer. Merci d'être dans tous les mauvais plans, merci d'avoir « fait mes jambes » ce mercredi après-midi, merci des scènes et moments partagés. Merci, merci, merci. Koukie, je ne sais même pas par où commencer. Peut-être par te remercier d'avoir croisé mon chemin. Merci pour tous les mondes que tu m'as fait découvrir, merci de m'avoir ouvert les yeux, merci de m'avoir permis de croire en moi, merci de ta disponibilité, de ton rire, de tes cafés, de tes coups de fil et de beaucoup d'autres choses que les mots ne suffisent pas à décrire. Camille, merci d'avoir été là, de m'avoir permis de rationaliser les situations, merci de ton écoute, merci pour ta disponibilité, tes méthodologies, tes encouragements, ton soutien. Merci à Marion, Marie, Fred, Rafa, Jean-Louis, Alix et Alice, Sophie et Sam, Ju et Laure, Manu, Anaïs, Aurélien, François, Jeanine, Jean-Pierre, les « Commandos-Percu ». Parmi vous, certains ont été prof de yoga, conseiller avisé, oreille attentive, partenaires de scène, compagnons de voyage ou simplement amis. Un très grand merci.

Mes pensées se tournent maintenant vers mes parents. Papa, Maman, merci de m'avoir soutenue, chacun à votre manière, pendant ces huit années d'études. Ces trois dernières n'ont, de loin, pas été les plus faciles et vous avez toujours été là pour m'encourager, me rassurer, croire en moi et me faire confiance. Mes mots ne sauraient décrire ma profonde reconnaissance. Je voudrais également remercier le reste de ma famille et ma belle famille. Merci d'avoir été là, jour après jour, merci pour votre soutien, votre compréhension, votre tolérance, vos bons petits plats...

Je souhaite maintenant remercier du plus profond de mon cœur mon compagnon, ma moitié, mon point d'équilibre, ma source de recharge. Tu as été ma bouffée d'oxygène, mon soutien le plus précieux, je n'y serais jamais arrivé sans toi. Metty, merci pour ta patience, pour ta compréhension, pour ta tolérance, même quand j'ai été insupportable. Merci d'avoir réussi à me faire rire, même dans les pires moments. Merci pour tes coups de gueule quand je ne voulais pas comprendre. Merci de m'avoir écoutée et aidée. Merci de croire en moi. Merci de me faire rêver. Merci d'être là. Merci de partager ma vie. Merci.

*A mon grand-père.*



# Table des matières

<b>INTRODUCTION.....</b>	<b>1</b>
<b>CHAPITREI SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE .....</b>	<b>3</b>
I.1 MATERIAUX.....	4
<i>I.1.1 L'aluminium : de sa découverte à son utilisation actuelle .....</i>	<i>4</i>
<i>I.1.2 Phases cristallographiques des alliages Al-Li-Cu de la série 2000.....</i>	<i>8</i>
I.1.2.1 Les zones de Guinier-Preston.....	8
I.1.2.2 Les précipités $\theta'$ (Al <sub>2</sub> Cu), S (Al <sub>2</sub> CuMg) et $\Omega$ (Al <sub>2</sub> Cu) .....	9
Les précipités $\theta'$ (Al <sub>2</sub> Cu) .....	9
Les précipités S (Al <sub>2</sub> CuMg).....	10
Les phases $\Omega$ (Al <sub>2</sub> Cu).....	11
I.1.2.3 Les précipités $\delta'$ (Al <sub>3</sub> Li).....	11
I.1.2.4 Les précipités T <sub>1</sub> (Al <sub>2</sub> CuLi) .....	12
Cristallographie de T <sub>1</sub> .....	12
Mécanismes de germination.....	15
Influence de l'argent et du magnésium .....	18
Phase $\Omega$ et T <sub>1</sub> .....	18
I.1.2.5 Dispersoïdes et intermétalliques.....	18
Les dispersoïdes .....	18
Les intermétalliques.....	19
I.1.2.6 Conclusion.....	19
I.2 DURCISSEMENT STRUCTURAL DES ALLIAGES D'ALUMINIUM .....	20
<i>I.2.1 Obstacles intrinsèques .....</i>	<i>20</i>
I.2.1.1 Friction de réseau.....	20
I.2.1.2 Joints de grains.....	20
<i>I.2.2 Obstacles extrinsèques.....</i>	<i>21</i>
I.2.2.1 Durcissement par écrouissage .....	21
I.2.2.2 Durcissement par solution solide.....	21
I.2.2.3 Durcissement par précipitation.....	21
<i>I.2.3 Alliages d'aluminium de la série 2000 et durcissement structural.....</i>	<i>22</i>
I.3 MESURE ET MODELISATION DE CHAMPS DE CONTRAINTES DANS UNE MATRICE AUTOUR D'INCLUSIONS.....	24
<i>I.3.1 Mesure et modélisation des champs de déformations .....</i>	<i>24</i>
<i>I.3.2 Mesurer des champs de déformation en trois dimensions .....</i>	<i>26</i>
I.4 CONCLUSION .....	27
<b>CHAPITREII MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES.....</b>	<b>29</b>
II.1 MATERIAUX ET TRAITEMENTS THERMOMECHANIQUES .....	30
<i>II.1.1 Alliage étudié.....</i>	<i>30</i>
<i>II.1.2 Traitements thermomécaniques.....</i>	<i>31</i>
II.2 TECHNIQUES DE CARACTERISATIONS .....	32
<i>II.2.1 Préparation des échantillons .....</i>	<i>32</i>
<i>II.2.2 Microscopie électronique en transmission.....</i>	<i>33</i>
II.2.2.1 Microscopes utilisés.....	33

II.2.2.2 Aberrations et leurs corrections .....	35
L'aberration de sphéricité .....	35
Le correcteur d'aberration sphérique .....	36
Les distorsions de la caméra CCD .....	37
II.3 ANALYSE DES PHASES GEOMETRIQUES / GEOMETRICAL PHASE ANALYSIS (GPA) .....	38
II.3.1 Phases et déplacement .....	39
II.3.2 Déformations .....	43
II.3.3 Résolution spatiale et erreur commise sur la mesure .....	43
II.4 MICROMECHANIQUE UTILISANT LA FFT (FAST FOURIER TRANSFORM) .....	44
II.5 CONCLUSION .....	45
<b>CHAPITRE III MESURES ET MODELISATIONS DES CHAMPS DE DEFORMATION AU VOISINAGE DES</b>	
<b>EXTREMITES DES PRECIPITES .....</b>	<b>47</b>
III.1 IDENTIFICATION DES PRECIPITES .....	48
III.1.1 Phases $\theta$ et $T_1$ mises en évidence par la MET conventionnelle .....	48
III.1.2 Phases $\delta'$ et $T_1$ mises en évidence par la MEHR .....	50
III.1.2.1 Phase $\delta'$ .....	50
III.1.2.2 Les précipités $T_1$ .....	51
III.1.3 Conclusion .....	54
III.2 MESURES DE DEFORMATIONS .....	55
III.2.1 Axe de zone $[110]$ .....	55
III.2.2 Axe de zone $[12\bar{1}]$ .....	63
III.2.3 Discussion .....	70
III.2.4 Conclusion .....	70
III.3 MODELISATIONS DES DEFORMATIONS .....	71
III.3.1 Principe .....	71
III.3.1.1 Circuit de Burgers .....	71
III.3.1.2 Vecteur de Burgers .....	73
III.3.1.3 Champ de déformation induit par deux dislocations partielles .....	75
III.4 COMPARAISON DES DEFORMATIONS MESUREES ET MODELISEES .....	76
III.4.1 Axe de zone $[110]$ .....	76
III.4.2 Axe de zone $[12\bar{1}]$ .....	82
III.5 DISCUSSIONS .....	86
III.5.1 Choix du modèle .....	86
III.5.2 Déformations mesurées et modélisées .....	88
III.5.2.1 Incertitude de la mesure .....	88
III.5.2.2 Résolution spatiale de la méthode GPA .....	90
III.5.2.3 Validité des mesures .....	91
III.5.2.4 Validité du modèle .....	93
III.6 CONCLUSION .....	94
<b>CHAPITRE IV : MESURES ET MODELISATIONS DES CHAMPS DE DEFORMATIONS AU VOISINAGE DE</b>	
<b>L'INTEGRALITE DU PRECIPITE .....</b>	<b>95</b>
IV.1 MESURES DES DEFORMATIONS AU VOISINAGE DU CENTRE DU PRECIPITE .....	96
IV.1.1 Axe de zone $[110]$ .....	96
IV.1.2 Axe de zone $[12\bar{1}]$ .....	98
IV.1.3 Discussions .....	99
IV.2 MODELISATIONS DES DEFORMATIONS INDUITES PAR LA TOTALITE DU PRECIPITE .....	101
IV.2.1 Champs de déformation induits par les dislocations .....	101
IV.2.1.1 Distribution discrète de dislocations .....	102
IV.2.1.2 Distribution discrète de dipôles de dislocations .....	103

IV.2.2 Equations de micromécanique utilisant la FFT .....	103
IV.2.2.1 Données nécessaires au calcul .....	104
IV.2.2.2 Modéliser l'influence de l'épaisseur du précipité sur la matrice .....	105
IV.2.2.3 Modéliser l'influence des extrémités du précipité sur la matrice .....	107
Principe .....	107
Axe de zone [110] .....	110
Axe de zone $[12\bar{1}]$ .....	111
IV.2.2.4 Modéliser l'influence de la totalité du précipité sur la matrice .....	113
Axe de zone [110] .....	113
Axe de zone $[12\bar{1}]$ .....	117
IV.2.3 Discussions .....	121
IV.3 CONCLUSION .....	122
<b>CHAPITRE V    MODELISATION ET MESURE DES CHAMPS DE DEPLACEMENT EN TROIS DIMENSIONS .....</b>	<b>125</b>
V.1 PRINCIPES ET NOTATIONS .....	126
V.2 CONTROLER LE PROGRAMME <i>PASSAGE EN 3D</i> .....	127
V.3 MISE EN PLACE DU PROGRAMME <i>PASSAGE EN 3D</i> .....	130
V.4 EXEMPLE D'APPLICATION DU PROGRAMME <i>PASSAGE EN 3D</i> .....	131
V.4.1 <i>Prémices et principes</i> .....	131
V.4.2 <i>Résultats</i> .....	132
V.5 DISCUSSIONS .....	134
V.5.1 <i>Analyse des sources d'erreurs</i> .....	134
V.5.2 <i>Cas idéal : le même précipité observé pour deux axes de zone</i> .....	136
V.5.3 <i>Comparaison avec l'état de l'art</i> .....	137
V.6 CONCLUSION .....	138
<b>CHAPITRE VI   DISCUSSIONS ET PERSPECTIVES .....</b>	<b>139</b>
VI.1 BILAN : COMPARAISON DES CHAMPS DE DEFORMATIONS EXPERIMENTAUX ET MODELISES AUTOUR D'UN PRECIPITE .....	140
VI.1.1 <i>Axe de zone [110]</i> .....	140
VI.1.2 <i>Axe de zone <math>[12\bar{1}]</math></i> .....	141
VI.1.3 <i>Discussions et perspectives</i> .....	142
VI.1.3.1 <i>A propos des modèles</i> .....	142
VI.1.3.2 <i>A propos des mesures des déformations</i> .....	144
VI.2 INTERACTIONS ENTRE PRECIPITES .....	144
VI.2.1 <i>Interactions entre précipités observées expérimentalement</i> .....	145
VI.2.2 <i>Mesures des déformations associées aux interactions</i> .....	148
VI.2.3 <i>Modélisations des déformations associées aux interactions</i> .....	151
VI.2.4 <i>Perspectives de l'étude de l'influence des interactions</i> .....	153
VI.3 UTILISATION D'UNE NOUVELLE TECHNIQUE DE POINTE DE LA MET : L'HOLOGRAPHIE EN CHAMP SOMBRE .....	154
VI.4 CONCLUSION .....	157
<b>CONCLUSION GENERALE .....</b>	<b>159</b>
<b>A. ANNEXE .....</b>	<b>161</b>
A.1 LA MICROSCOPIE ELECTRONIQUE EN TRANSMISSION .....	161
A.1.1 <i>Canon à électrons</i> .....	163
A.1.2 <i>Lentilles</i> .....	163
A.1.3 <i>Diaphragmes</i> .....	164
A.1.4 <i>Objet</i> .....	164
A.1.5 <i>La caméra CCD</i> .....	164
A.1.6 <i>Aberrations et leurs corrections</i> .....	164
A.1.6.1 <i>L'astigmatisme</i> .....	165

A.1.6.2	La courbure de champ .....	165
A.1.6.3	La coma .....	166
A.1.6.4	Les distorsions .....	166
A.2	MICROMECHANIQUE UTILISANT LA FFT (FAST FOURIER TRANSFORM) .....	167
A.2.1	<i>Données d'entrée</i> .....	167
A.2.2	<i>Résultats</i> .....	169
A.3	CHANGEMENT DE REPERE POUR LE PROGRAMME <i>PASSAGE EN 3D</i> .....	171
<b>BIBLIOGRAPHIE</b> .....		<b>173</b>

# Introduction

L'allègement des structures est une force motrice de la recherche menée actuellement dans le secteur aéronautique. Les enjeux écologiques, avec notamment la nécessité de diminuer la consommation de carburant pour réduire l'empreinte écologique des transports aériens, tout en garantissant sécurité, fiabilité, réduction du coût moyen par passager et par trajet ainsi que confort, sont les défis des prochaines années. Pour y répondre, un allègement d'environ 20% sur la masse totale d'un avion, est visé par rapport à la technologie des années 2000.

Dans ce contexte, les alliages d'aluminium se doivent d'être compétitifs par rapport aux matériaux composites. Les métallurgistes innovent donc constamment en développant de nouvelles nuances d'alliages et d'états métallurgiques pour répondre aux besoins de ce secteur technologiquement exigeant. Il est clairement établi que, dans les zones de très forte concentration d'efforts des structures aéronautiques (trains d'atterrissage, mâts-réacteurs, rails de volets et de becs...), les matériaux métalliques (alliages de titane, d'aluminium et de nickel, aciers) restent indispensables. Des alliages à haute résistance sont utilisés pour les pièces critiques qui sont soumises à des sollicitations extrêmes, en termes de contraintes et températures rencontrées. Leur cristallinité permet tout particulièrement de conserver une reproductibilité de leur comportement et donc une plus grande fiabilité. Pour les alliages métalliques légers, une réponse à l'allègement des structures aéronautiques réside dans l'augmentation de leurs performances mécaniques. Les alliages aluminium-lithium suscitent à nouveau de l'intérêt puisque leur densité est diminuée avec l'utilisation du lithium et leurs caractéristiques mécaniques sont bonnes.

L'alliage d'aluminium-lithium AA2198 est au cœur de cette thèse et de l'actualité notamment puisqu'il a été choisi en 2010 par Bombardier pour constituer le fuselage du CSeries. Ses propriétés mécaniques sont obtenues par durcissement structural en privilégiant la précipitation des phases  $T_1(Al_2CuLi)$ . Ces nano-précipités jouent le rôle d'obstacles à la propagation de la déformation. La prévision du durcissement structural des alliages industriels est rendue difficile par *i)* des traitements thermiques optimisés résultant en général des séquences de précipitation complexes et souvent difficiles à analyser, et par *ii)* la corrélation entre la connaissance précise des mécanismes microscopiques et le comportement mécanique macroscopique du matériau qui n'est pas aisée et nécessite des modèles de plus en plus élaborés. A l'heure actuelle, pour comprendre les propriétés physiques de ces matériaux, et les améliorer, la caractérisation fine de ces obstacles et de leur interaction avec les dislocations, est indispensable. Un nombre important d'études ont été réalisées dans le cas des alliages d'aluminium des séries 2xxx, 6xxx et 7xxx, pour caractériser la précipitation. Citons par exemple : Howe et al. 1988; Deschamps et al. 1998; Werenskiold et al. 2000; Cayron & Buffat 2000; Dumont et al. 2003; Majimel et al. 2004; Donnadieu et al. 2011. Ces études, si elles ont permis d'aboutir à une meilleure connaissance de la microstructure, souvent complexe de ces alliages, n'ont pas encore apporté tous les éléments qui permettent d'identifier précisément les interactions des dislocations avec ces phases durcissantes.

Cette thèse se propose de participer à la compréhension de l'influence des précipités  $T_1$ , à une échelle la plus fine possible, sur les propriétés mécaniques de l'alliage AA2198. Pour cela, des techniques récentes, d'observation et de détermination quantitative des propriétés microstructurales dans le domaine de la mesure des champs de contrainte locaux, sont employées. En effet, les nombreux précipités de cet alliage transforment de manière caractéristique la matrice qui les entoure. Les champs de contrainte résiduelle, autour d'un précipité dans une matrice cristalline, modifient le comportement des dislocations au voisinage de celui-ci. Leur connaissance est donc nécessaire pour comprendre le durcissement structural. Ces champs de contraintes locales, extérieurs aux précipités, sont causés par un désaccord paramétrique entre les réseaux de la matrice et des précipités cohérents ou semi-cohérents. Le champ de déformation créé dans la matrice peut être directement mesuré à partir des images de microscopie électronique en haute résolution en utilisant la méthode d'analyse des phases géométriques développée au CEMES. Ces champs de déformations présents autour des précipités doivent être modélisés afin de comparer les déformations obtenues par la modélisation avec celles déterminées par microscopie électronique en transmission. La détermination et la modélisation de ces champs de déformation selon trois directions pourra permettre in fine de remonter à l'interaction obstacles/dislocations.

Ce mémoire s'articule sur six chapitres.

Le premier chapitre propose une synthèse bibliographique des phases cristallographiques présentes dans les alliages de la série 2000 et décrit le rôle qu'elles jouent sur les phénomènes de durcissement structural. Il propose également un rappel des travaux antérieurs relatifs à la mesure et à la modélisation de champ de déformation autour d'une inclusion.

Le deuxième chapitre décrit la composition et le traitement thermomécanique de l'alliage étudié dans cette thèse. Les techniques expérimentales et les moyens de modélisations mis en œuvre sont également exposés.

Le troisième chapitre présente les résultats expérimentaux ainsi que ceux des modélisations des déformations de la matrice située au voisinage des extrémités des précipités  $T_1$  qui sont au cœur de cette étude. Ces résultats sont également discutés dans ce chapitre.

Le quatrième chapitre est la suite logique du troisième puisqu'il propose cette fois-ci les résultats expérimentaux sur la mesure et la modélisation des champs de déformation dans la matrice située autour de la totalité des précipités. La comparaison entre résultats expérimentaux et modélisation amène à les discuter.

Le cinquième chapitre décrit un outil développé pour reconstituer les champs de déformations expérimentaux à trois dimensions.

Les discussions menées au sixième chapitre sur le bilan des résultats exposés dans les précédents amènent à détailler quelques perspectives de cette thèse à la fois sur les techniques expérimentales et de modélisations utilisées ainsi que sur l'approfondissement de la caractérisation des effets de précipités sur la matrice.

# **Chapitre I Synthèse bibliographique**

Dans ce chapitre, nous nous attachons à décrire le contexte actuel du développement des alliages d'aluminium dans le secteur aéronautique et les différents acteurs de la précipitation dans les alliages de la série 2000. Puis les phénomènes de durcissement structural dans ces alliages sont exposés. Finalement, la description de l'état de l'art en termes de mesures et modélisations de déformation autour d'inclusions est réalisée.

# I.1 Matériaux

## I.1.1 L'aluminium : de sa découverte à son utilisation actuelle

Henri Sainte-Claire-Deville obtient son premier lingot d'aluminium en 1856 par un procédé chimique permettant de réduire le chlorure d'aluminium et de sodium en aluminium de bonne qualité. Le coût de production est alors très élevé.

Pendant vingt ans, des recherches sont menées de chaque côté de l'atlantique, sans concertation, sur l'électrolyse de l'aluminium. Le français, Paul Héroult et l'américain, Charles M. Hall déposent chacun un brevet en 1886 qui se révèle être le même procédé d'obtention de l'aluminium. Il s'en suit une production massive et son prix est divisé par trente. L'aluminium pur est un métal léger ayant une densité de 2,7 mais ses propriétés mécaniques sont insuffisantes pour être utilisé industriellement sous cette forme.

Alfred Wilm augmente la résistance mécanique de l'aluminium pur en ajoutant des éléments d'addition. En effet, la limite élastique des alliages d'aluminium est jusqu'à huit fois plus importante que celle de ce même métal, de qualité standard. En 1906, il met au point industriellement le premier alliage d'aluminium et lui donne le nom de Duralumin. Le cuivre, le magnésium et le manganèse sont les éléments majoritairement ajoutés et sont présents à 4,4%, 1,5% et 0,6% en masse respectivement. Le Duralumin est donc constitué à 93,5% d'aluminium. Cet alliage se révèle résistant mécaniquement ; la limite élastique de l'aluminium est multipliée par cinq, mais il est également inaltérable et léger. Ces propriétés sont rapidement exploitées dans de nombreux secteurs d'activités.

Aujourd'hui, de nouveaux alliages d'aluminium sont régulièrement développés et ont des applications variées allant de la boîte à boisson jusqu'au fuselage d'un avion. Pour le secteur aéronautique, ils s'avèrent incontournables. Nous pouvons citer par exemple, l'airbus A340 qui est composé à 58% d'alliages légers ou l'avion militaire Rafale qui en possède 55%. Ce pourcentage peut atteindre 70%, ce qui démontre que les alliages métalliques restent concurrentiels face aux matériaux composites (Ansart 2007). Les matériaux métalliques étant de plus en plus légers, les constructeurs ont une alternative aux matériaux composites comme l'atteste la Figure I-1 qui montre une diminution de la proportion de composites dans les futurs avions.

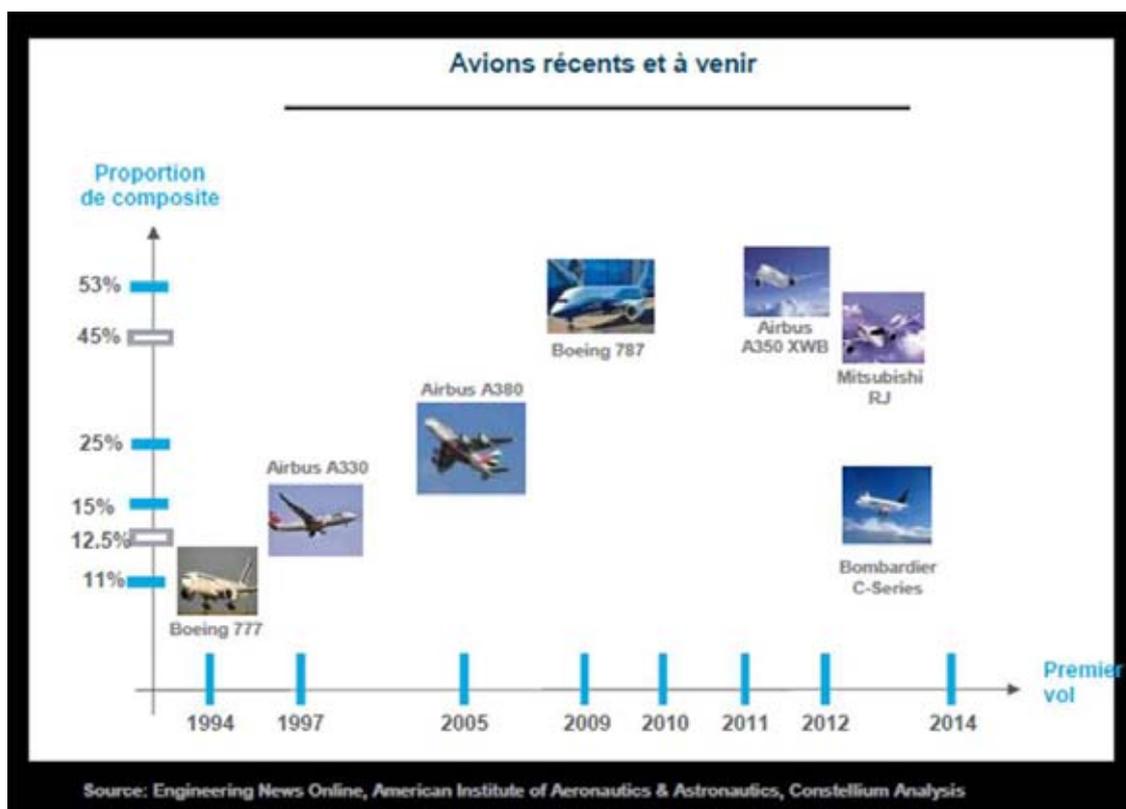


Figure I-1 : Evolution de la proportion de composite dans les avions récents et à venir (Sigli 2012).

Les alliages d'aluminium à vocation aéronautique ont évolué avec les différentes générations d'avions comme le montre la Figure I-2 qui décrit les alliages employés depuis 1960 jusqu'à aujourd'hui.

1960		Alliages
Concorde	Alliages pour Hautes températures	2618
A300	Alliages à ténacité améliorée Alliages plus facilement trempants Plaques épaisses à faibles contraintes internes	7475
B747		7010
A310	Aluminium Lithium de seconde génération	2091
B757/767		7150
A320	Développement de revenu -> résistance à la corrosion Hautes statiques & Ténacité	7449
A330/340		2056
B777	Alliage de fuselage tolérant au dommage et résistant à la corrosion	6156
A380		7x40
B787	AIRWARE™	2198
		2050
2012		

Figure I-2 : Alliages d'aluminium utilisés depuis 1960 pour le Concorde jusqu'à aujourd'hui pour l'A380 (Sigli 2012).

Le développement des alliages Al-Li-Cu(Mg), qui nous intéressent plus particulièrement, commence dès le milieu des années 1920 mais c'est en 1945 qu'I.M. Le Baron dépose le brevet de l'alliage Al-Li-Cu dit de première génération. Le lithium est choisi comme élément d'addition pour ses résultats prometteurs en termes de diminution de densité. En 1980, les alliages de deuxième génération permettent un réel allègement. Chaque pourcent massique de lithium ajouté conduit à une réduction de densité de l'alliage de 3% et une augmentation du module d'Young de 6% (Polmear 2004). Leur limite d'élasticité est proche des 700 MPa au pic de revenu et ils conservent une bonne ténacité (Starke Jr. & Staley 1996). Mais ils présentent des forts coûts de production ainsi que des problèmes de vieillissement à basse température ( $<100^{\circ}\text{C}$ ) liés à l'évolution de la phase  $\delta'$  ( $\text{Al}_3\text{Li}$ ). Actuellement, l'arrivée sur le marché des matériaux composites ainsi que l'augmentation du prix du pétrole a permis l'utilisation d'alliages Al-Li de troisième génération qui visent une réduction de la concentration de lithium (Rioja 1998). L'adaptation du rapport Cu/Li (Figure I-3), en comparaison avec les alliages des années 80, permet une augmentation de la tenue mécanique, une diminution du vieillissement en service et de la corrosion sous contrainte. Les propriétés sont privilégiées par rapport à la densité : le lithium est plus léger que l'aluminium mais l'utilisation de cet élément peut ne pas être suffisante pour, à la fois, augmenter les propriétés de ces alliages et diminuer leurs densités. Les alliages aluminium-lithium de troisième génération permettent donc d'atteindre des compromis de propriétés, les rendant utilisables sur de nombreuses pièces de structures d'un avion civil (Figure I-4). Dans le programme de l'Airbus A350 par exemple, les alliages au lithium représentent jusqu'à 20% de la masse totale de l'avion à vide, soit deux fois plus que les autres alliages d'aluminium (Air & Cosmos 2006). Un gain de masse sur la masse totale de l'avion de l'ordre de 10% est toutefois atteint sur l'airbus A380 par rapport à la génération des Airbus A320.

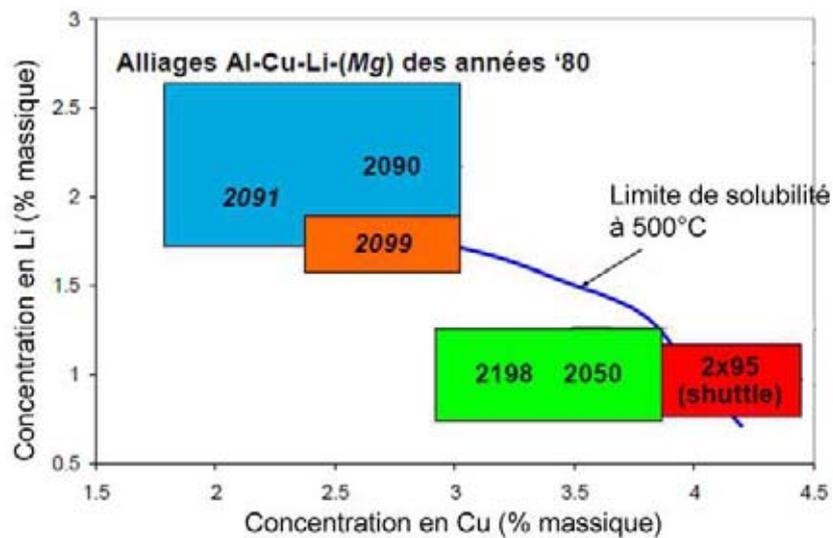


Figure I-3 : Positionnement des alliages de « troisième générations » (en vert et rouge) en comparaison avec ceux de « deuxième génération » (en bleu et orange) en fonction de la concentration en Li et Cu (Dubost 2011).

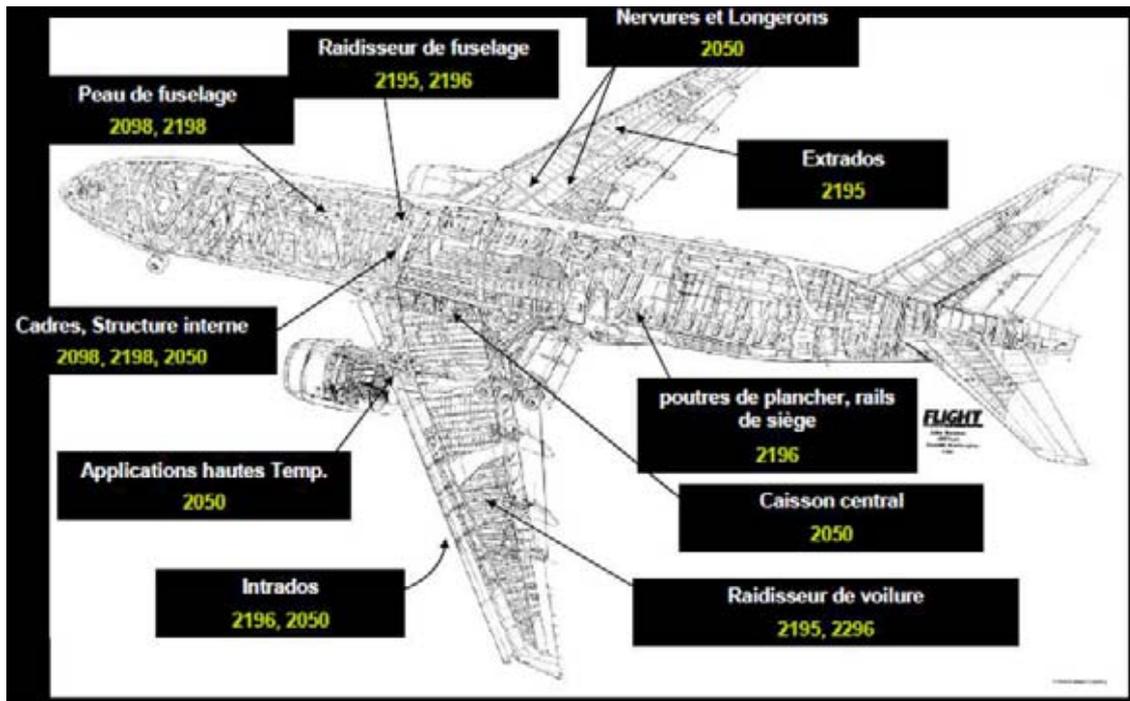


Figure I-4 : Différents alliages aluminium-lithium utilisés sur la structure d'un avion civil (Sigli 2012).

L'aluminium a joué un rôle moteur dans l'évolution de l'industrie aéronautique puisqu'il a été le matériau majoritairement présent et reste irremplaçable lorsque le critère d'allègement est primordial. Actuellement, la conception des alliages Al-Cu-Li nécessite de trouver un juste équilibre entre la concentration du lithium et celle du cuivre. La Figure I-5 illustre la complexité à diminuer la densité de l'alliage en conservant sa stabilité thermique et ses propriétés mécaniques (Warner 2006).

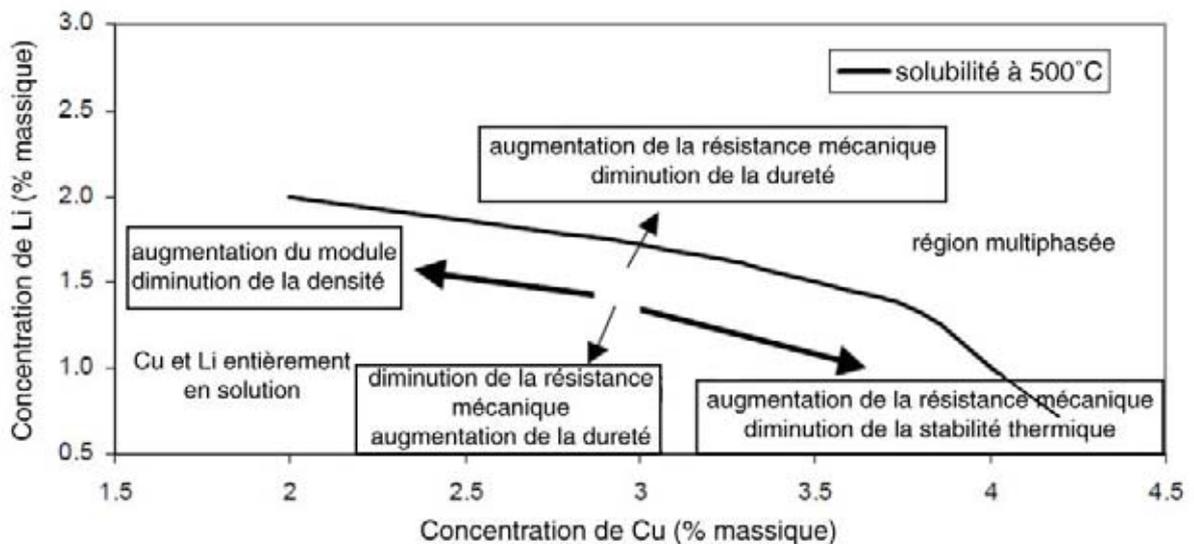


Figure I-5 : Diagramme illustrant l'évolution des propriétés des alliages Al-Li-Cu en fonction des mécanismes métallurgiques mis en jeu (d'après (Warner 2006)).

## I.1.2 Phases cristallographiques des alliages Al-Li-Cu de la série 2000.

### I.1.2.1 Les zones de Guinier-Preston

La mise en solution des éléments d'addition d'un alliage d'aluminium est la première étape de la précipitation structurale. La trempe de l'alliage permet ensuite d'obtenir une solution solide sursaturée dans laquelle les atomes sont placés aléatoirement aux nœuds du réseau Cubique à Faces Centrées (c.f.c.) de l'aluminium et forment une solution solide de substitution. Cette solution solide est métastable et évolue pendant la maturation, étape durant laquelle l'alliage est maintenu à température ambiante ou à basse température. La solution solide se décompose pour former de petits amas d'atomes de soluté appelés zones de Guinier-Preston (zone GP) du nom des deux scientifiques qui les ont mis en évidence par diffusion centrale de rayons X. Ces amas planaires d'atomes de même nature sont parallèles aux plans  $\{100\}$  de la matrice d'aluminium et sont présents en très grande densité (de l'ordre de  $10^{17}$  à  $10^{18}/\text{cm}^3$  (Guinier 1938; Preston 1938; Dubost & Sainfort 1986)). Ils sont toujours situés aux nœuds du réseau c.f.c. de la matrice d'aluminium et se présentent sous forme de disques. Les zones GP sont difficilement observables en microscopie électronique en transmission conventionnelle où elles s'illustrent uniquement par des trainées diffuses sur la figure de diffraction (Decreus 2010).

Les zones GP introduisent des distorsions élastiques dans le réseau de la matrice. En fonction de la nature chimique des éléments d'addition, le champ de déformation introduit est en compression ou en traction comme illustré sur la Figure I-6. Si l'existence de zone GP Al-Li est difficile à prouver, on relève par contre des zones GP Al-Cu, Al-Mg (Sato & Kamio 1991) et Mg-Cu et Mg-Ag (B.-P. Huang & Zheng 1998a). Le durcissement induit par ces zones GP est donc d'origine chimique et élastique ce qui explique que, dans certains cas, cette précipitation soit facilitée par la présence de défauts de structure (comme les dislocations) qui favorisent la diffusion des atomes de solutés ou accommodent les champs de déformation élastique (Dubost & Sainfort 1986).

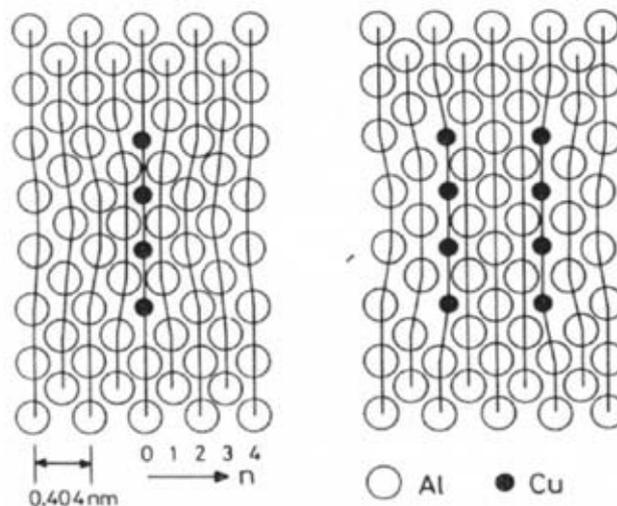


Figure I-6 : Illustration d'arrangements atomiques de zone GP (Sato & Kamio 1991)

Dans les systèmes Al-Cu-Mg, pour lesquels le rapport de concentration Cu/Mg est inférieur à 2,2, des zones Guinier-Preston-Bagaryatsky (zone GPB), qui correspondent à un arrangement d'atomes de cuivre et de magnésium en proportions égales dans les plans  $\{100\}$  de l'aluminium, sont présentes. Elles sont mises en évidence par des tâches diffuses sur la figure de diffraction en position 100 de l'espace réciproque (Decreus 2010).

La décomposition de la solution solide par dissolution des zones GP se poursuit lors du traitement de revenu qui amorce la précipitation et forme des composés intermétalliques métastables. Le traitement de surrevenu conduit à la précipitation de composés ordonnés d'équilibre. Les zones GP et GPB ne sont donc que des précurseurs à la précipitation d'autres phases. Après le traitement de revenu, les zones GP mènent à la germination des précipités  $\theta'$  tandis que les zones GPB forment les phases S. Toutes deux seront décrites dans les paragraphes suivants. Le traitement thermique complet de cet alliage est décrit au chapitre II.

### I.1.2.2 Les précipités $\theta'$ ( $Al_2Cu$ ), S ( $Al_2CuMg$ ) et $\Omega$ ( $Al_2Cu$ )

La description de ces trois précipités est regroupée car ils ne contiennent pas de lithium. Ils sont présents dans les systèmes Al-Cu et Al-Cu-Mg.

#### *Les précipités $\theta'$ ( $Al_2Cu$ )*

La séquence de décomposition des zones GP mène à la formation de précipités, qui évoluent en  $\theta'$ . La phase d'équilibre, qui provient de la décomposition des phases  $\theta'$ , correspond aux précipités  $\theta - Al_2Cu$ . Ces trois phases se différencient par leurs stabilités thermiques, leurs structures cristallographiques et leurs relations d'orientation avec la matrice.

La phase  $\theta'$  est cohérente ; la continuité des réseaux cristallographique de la matrice et du précipité est assurée dans toutes les directions cristallographiques. Ces précipités, issus des zones GP, ont tendance à germer de façon homogène sur la matrice (Decreus 2010). Ils se présentent sous forme de plaquettes parallèles aux plans  $\{100\}$  de la matrice.

La phase  $\theta'$  est métastable, de structure tétragonale, et semi – cohérente avec la matrice : la cohérence n'est assurée que le long de quelques plans ou de directions cristallographiques. Cette phase est visible en Microscopie Electronique à Transmission (MET) (Figure I-7) et se présente sous la forme de plaquettes situées dans les plans  $\{100\}$  de la matrice d'aluminium. Sa précipitation se fait préférentiellement par germination hétérogène et croissance sur les dislocations au détriment de la phase  $\theta'$  thermodynamiquement moins stable (Dubost & Sainfort 1986).

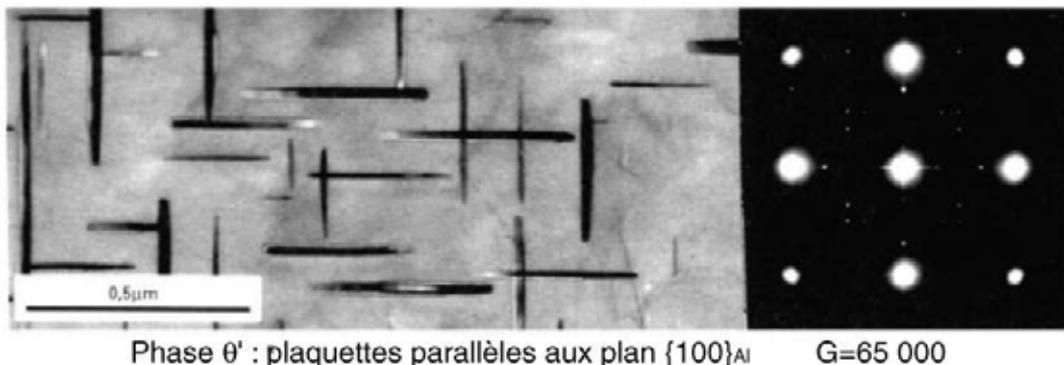
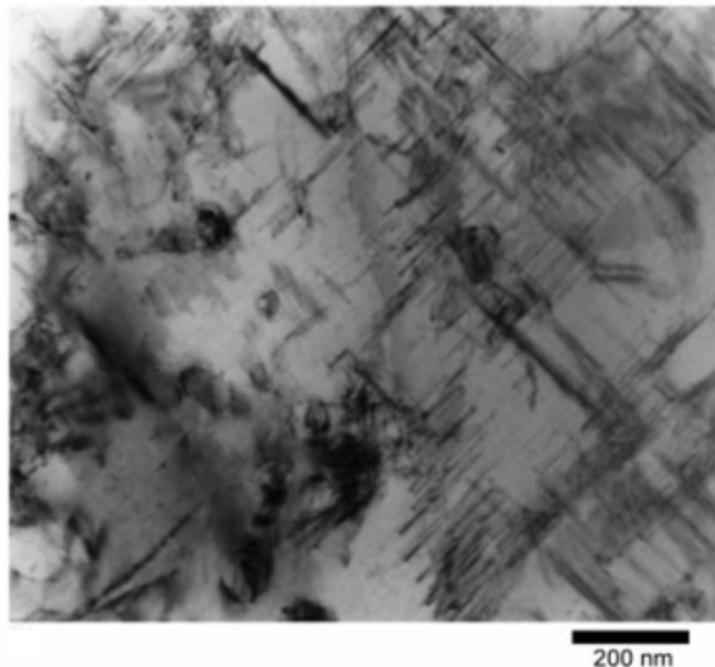


Figure I-7 : Image de MET en champ clair et figure de diffraction d'un Al-4%Cu revenu 24 heures à 250°C montrant les plaquettes de  $\theta'$  (Dubost & Sainfort 1986).

La phase  $\theta$  est la phase d'équilibre stable et ne germe que pour des températures de recuit supérieure à 300°C (Decreus 2010) par dissolution de la phase  $\theta'$ . Elle est totalement incohérente avec la matrice ; il n'existe aucune relation d'orientation cristallographique particulière entre le réseau et le précipité (Larignon 2011).

### ***Les précipités S (Al<sub>2</sub>CuMg)***

Cette phase se forme lorsque le rapport en cuivre et magnésium Cu/Mg est de 2,2. En effet, les phases S sont issues de la décomposition des zones GPB en phase de transition S'. Cette phase S' précipite par germination homogène dans la famille de plans {021} sous forme d'aiguilles suivant les directions  $\langle 100 \rangle$  de la matrice d'aluminium ou par germination hétérogène sur les dislocations sous forme de lattes ou chevrons dirigés suivant les directions  $\langle 100 \rangle$ . Le passage de la phase S' à la phase S est délicat à observer étant donnée la similarité de leur structure cristallographique qui est orthorhombique et ne se différencie que par des valeurs de paramètres de mailles légèrement différents (Larignon 2011). Il apparaît que la phase S' n'est qu'une version déformée de la phase stable S incohérente. La tendance actuelle est de désigner les phases orthorhombiques de composition Al<sub>2</sub>CuMg, déformée ou non, comme étant des phases S (Starink et al. 1999). Ces phases sont visibles en MET en champ clair dans l'axe de zone [110] (Figure I-8).



**Figure I-8 : Image en champ clair en axe de zone [110] des phases S dans Al-1,5Li-Cu-Mg recuit pendant 7 jours à 170°C (Starink et al. 1999).**

Une phase S'' est susceptible d'être présente sous forme d'aiguilles orientées suivant les directions  $\langle 100 \rangle$  de la matrice d'aluminium et cohérente avec la matrice mais de structure non entièrement établie (Radmilovic et al. 1999). Cette phase S'' se formerait, dans la séquence de composition, entre les zones GPB et les phases S'.

### *Les phases $\Omega$ ( $Al_2Cu$ )*

La structure de la phase  $\Omega$  est généralement décrite comme orthorhombique. Elle se présente sous forme de plaquettes dans les plans  $\{111\}$  de la matrice d'aluminium. Ces précipités sont visibles en MET en champ clair comme indiqué sur la Figure I-9. Ils sont observés pour un ratio massique Cu/Mg supérieur à 10. Le mécanisme de germination est à ce jour inconnu même s'il est établi que le magnésium est nécessaire à la germination et que l'argent sert de catalyseur (Decreus 2010).

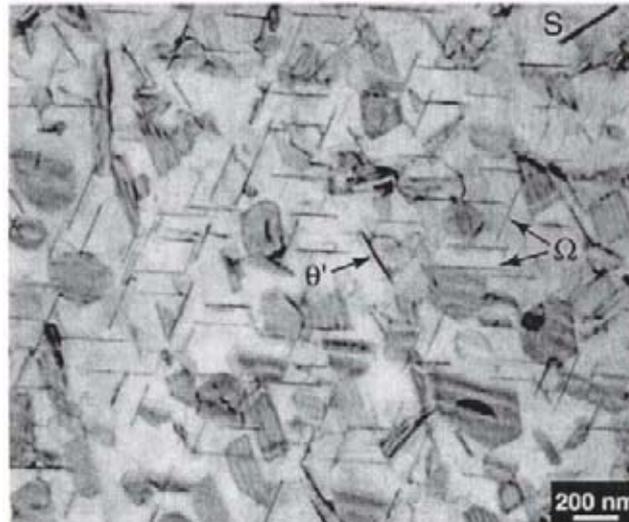


Figure I-9 : Observation MET en champ clair d'un alliage Al-4Cu-0,3Mg-0,4Ag revenu 10 heures à 250°C montrant des précipités  $\Omega$ , S et  $\theta'$ . L'axe de zone est proche de  $[110]$  (Hutchinson et al. 2001).

### *I.1.2.3 Les précipités $\delta'$ ( $Al_3Li$ )*

La phase  $\delta'$  de composition chimique  $Al_3Li$  est ordonnée et cohérente. Cette phase se présente sous la forme de précipités sphériques (Figure I-10) et germe dans les alliages contenant plus de 1% de lithium, dès les premiers stades de la maturation après la trempe. La fraction volumique de cette phase est importante, de l'ordre de 30% pour une teneur en lithium de 3%. Les précipités  $\delta'$  sont métastables et évoluent à l'état fortement survenu en phase  $\delta - AlLi$  sous forme de plaquettes aux joints de grains.

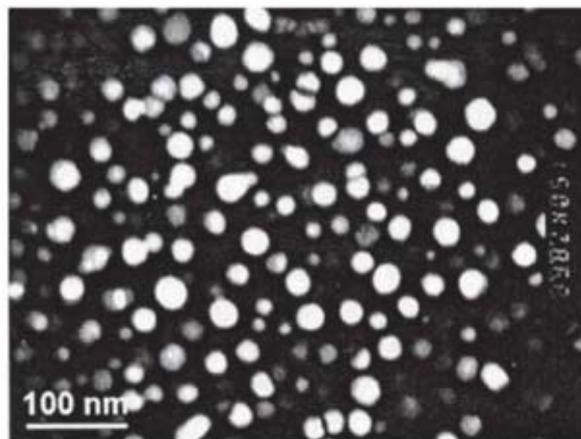


Figure I-10 : Observation MET en champ sombre de précipités  $\delta'$  (Shen et al. 2006).

Les sites de germination de  $\delta'$  sont multiples. Il pourrait s'agir de germination homogène assistée par les lacunes, de germination sur des dislocations coin ou de germination hétérogène sur des précipités  $\beta$  ( $\text{Al}_3\text{Zr}$ ) qui sont des dispersoïdes dont la brève description sera faite en I.1.2.5.

Une seconde germination de  $\delta'$  se produit après les traitements thermomécaniques classiques de revenu ou lors du vieillissement en service. On peut donc dans certains cas obtenir une distribution bimodale de précipités  $\delta'$  (Decreus 2010).

### ***I.1.2.4 Les précipités $T_1$ ( $\text{Al}_2\text{CuLi}$ )***

Les précipités  $T_1$  sont considérés comme les acteurs majeurs du durcissement structural dans les alliages Al-Li-Cu. La cristallographie et les mécanismes de germination de ces précipités sont donc plus approfondis que pour les phases précédentes.

#### ***Cristallographie de $T_1$***

En utilisant la diffraction des rayons X sur poudre sur des systèmes Al-Li-Cu, Hardy et Silcock (Hardy & Silcock 1955) montrent que  $T_1$  est une phase d'équilibre du diagramme ternaire Al-Li-Cu de structure hexagonale ( $a = 0,4965$  nm,  $c = 0,9345$  nm). La valeur du paramètre  $c$  des plaquettes de  $T_1$  est proche de la longueur formée par quatre plans  $\{111\}$  de l'aluminium. Le groupe d'espace de cette phase est établi comme étant  $P6/mmm$  ce qui n'a, à ce jour, pas été remis en cause.

A partir d'images en Microscopie Electronique en transmission en Haute Résolution (MEHR) et aux clichés de diffraction qui leur sont associés, un modèle a été construit sur des simulations de ces images et a permis d'établir la structure de cette phase (Huang & Ardell 1987) (Howe et al. 1988). Ce modèle est en très bon accord avec le diagramme de poudre de Hardy et Silcock et confirme que le paramètre  $c$  de  $T_1$  est un multiple de l'espacement des plans  $\{111\}$  de l'aluminium (0,233nm) (Figure I-11).

Howe et al. (Howe et al. 1988) indiquent qu'une maille de  $T_1$  est constituée de l'empilement de quatre plans hexagonaux (0001). De plus, l'interface entre la matrice et le précipité est composée d'aluminium pur, le centre du précipité est formé d'une couche de Li pur et entre ces couches se trouve un mélange de plans Al/Cu ordonné ou désordonné (Figure I-12). Ceci constitue une différence avec le modèle proposé par Huang et al. (Huang & Ardell 1987). Les relations d'orientations sont établies comme étant :  $\langle (10\bar{1}0)_{T_1} \parallel (1\bar{1}0)_\alpha ; [0001]_{T_1} \parallel [111]_\alpha \rangle$  (Howe et al. 1988). Quatre variants de  $T_1$  sont observés sous formes de plaquettes, dans les quatre plans  $\{111\}$  de la matrice d'aluminium (Huang 1992). La taille du précipité est d'une seule cellule selon l'axe  $c$  et 3 cellules selon le plan (ab) pour toutes les structures présentées.

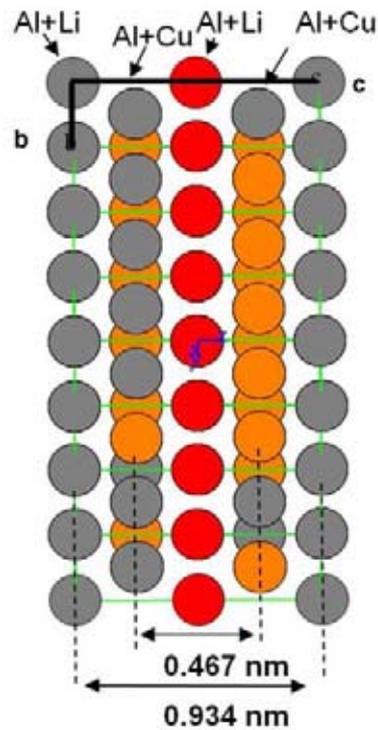


Figure I-11 : Représentation de la maille cristallographique de  $T_1$  proposée par J. Huang & A. Ardell 1987.

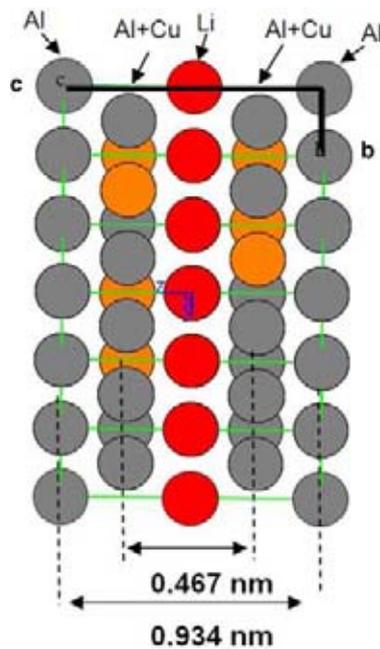


Figure I-12 : Représentation de la maille cristallographique de  $T_1$  proposée par Howe et al. 1988. La nature des atomes constituant le centre et l'interface du précipité est modifiée par rapport à la structure précédente.

Quelques années plus tard, la structure de  $T_1$  est révisée par Van Smaalen (Van Smaalen et al. 1990) à partir d'études en rayons X. Les paramètres de maille et le groupe d'espace de la phase  $T_1$  déterminés par les précédentes études sont confirmés, mais la structure cristallographique est affinée. Il s'avère que  $T_1$  n'est pas constitué d'un empilement de quatre plans hexagonaux espacés de 0,233 nm mais plutôt de couches non planes (Figure I-13).

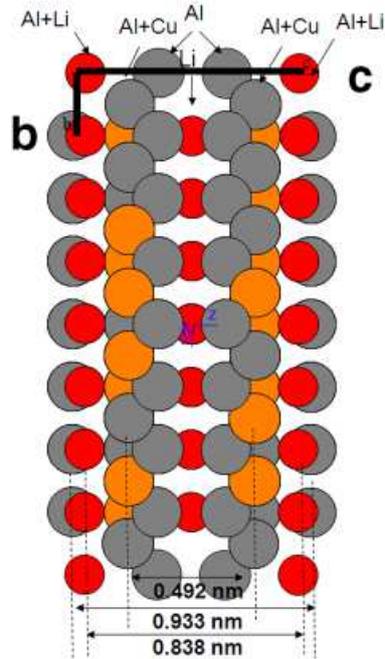


Figure I-13 : Représentation de la maille cristallographique de  $T_1$  proposée par Van Smaalen et al. 1990. La nature des atomes constituant l'interface matrice précipité et la taille de la cellule sont modifiées par rapport à la structure précédente.

L'interface entre  $T_1$  et la matrice est composée d'un mélange Al/Li. La précédente structure de  $T_1$ , basée sur l'empilement de plans hexagonaux, a été essentiellement établie sur le fait que le paramètre  $c$  est un multiple de l'espacement des plans  $\{111\}$  de l'aluminium et sur les comparaisons entre des images en MEHR et leurs simulations. Le problème principal vient du fait que, en MEHR, l'information sur les structures atomiques est obtenue en observant les contrastes de phases, paramètres également très sensibles à la défocalisation des lentilles.

Au cours de la dernière décennie, la MEHR a énormément progressé notamment en termes de résolution spatiale et de détection d'éléments chimiques grâce à l'arrivée des correcteurs d'aberration des lentilles objectives et des correcteurs d'aberration des sondes. La structure de  $T_1$  a été récemment revisitée par Donnadiou et al. (Donnadiou et al. 2011) en combinant des résultats obtenus en STEM – HAADF corrigé (Scanning Transmission Electron Mode - High-Angle Annular Dark Field) couplés à des simulations d'images, en EELS (Energy Electron Loss Spectroscopy) et en SAXS (Small-Angle X-rays Scattering). Le premier résultat concerne la structure des précipités  $T_1$  qui est proche de celle proposée par Van Smaalen (Figure I-14). Cependant, l'épaisseur des plaquettes hexagonales de  $T_1$  ainsi que la nature de l'interface avec la matrice sont discutées. Il s'avère que l'épaisseur de  $T_1$  est, en réalité, plus faible que celle définie par la structure de Van Smaalen (Figure I-15). De plus, il apparaît que l'interface précipité/matrice est plutôt constituée d'un mélange Al/Cu. Ainsi, la composition du précipité  $T_1$  est proche de celle de la phase  $Al_2LiCu$  stable. Cette étude suggère également que le premier plan compact de lithium participe à la germination des phases  $T_1$  qui sera décrite ultérieurement.

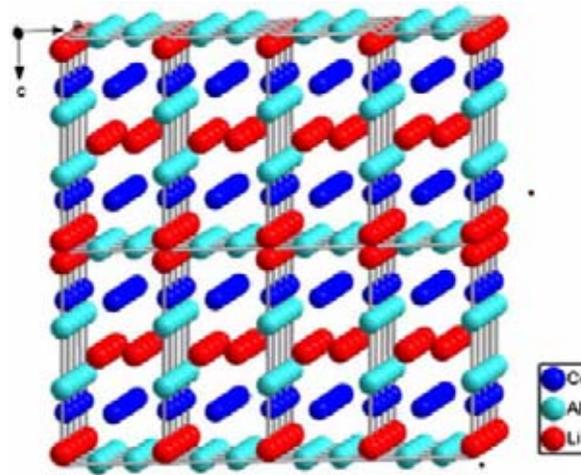


Figure I-14 : Illustration de la structure de  $T_1$  vue dans le plan (ac) proposée par (Donnadieu et al. 2011).

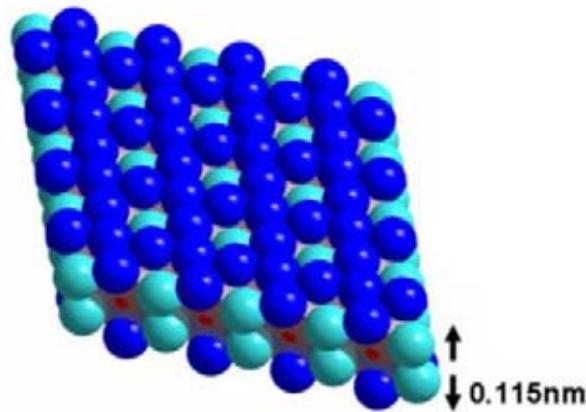


Figure I-15 : Illustration de la structure de  $T_1$  proposée par (Donnadieu et al. 2011): 2 plans Al-Cu entourent un plan de lithium. L'épaisseur du précipité est plus faible qu'une maille de type Van Smaalen.

### *Mécanismes de germination*

Cassada et al. (Cassada et al. 1991b) ont établi qu'une déformation plastique, avant le traitement de revenu d'un système Al-Cu-Li, augmente ses propriétés mécaniques. Cette déformation crée des dislocations dans la matrice qui favorisent la cinétique d'apparition des  $T_1$ . En effet, la germination de cette phase est assistée par les dislocations. Ce mécanisme est décrit par Cassada et al. (Cassada et al. 1991a) et n'est pas remis en cause à l'heure actuelle.

La germination de  $T_1$  peut être modélisée par la dissociation d'une dislocation parfaite de la matrice l'aluminium ( $\frac{1}{2}[1\bar{1}0]$ ) en deux dislocations partielles de Shockley ( $\frac{1}{6}[1\bar{2}1]$  et  $\frac{1}{6}[2\bar{1}\bar{1}]$ ) qui subit un glissement dévié sur une distance de l'ordre de un ou deux plans atomiques (111) (Figure I-16). Cette dissociation crée un défaut d'empilement dont la propagation transforme les plans {111} de la structure CFC en structure hexagonale. La germination et la croissance des plaquettes  $T_1$  est gouvernée par la capacité de déplacement de ces dislocations partielles qui se retrouvent donc à l'interface de croissance entre les bords de la plaquette et la matrice.

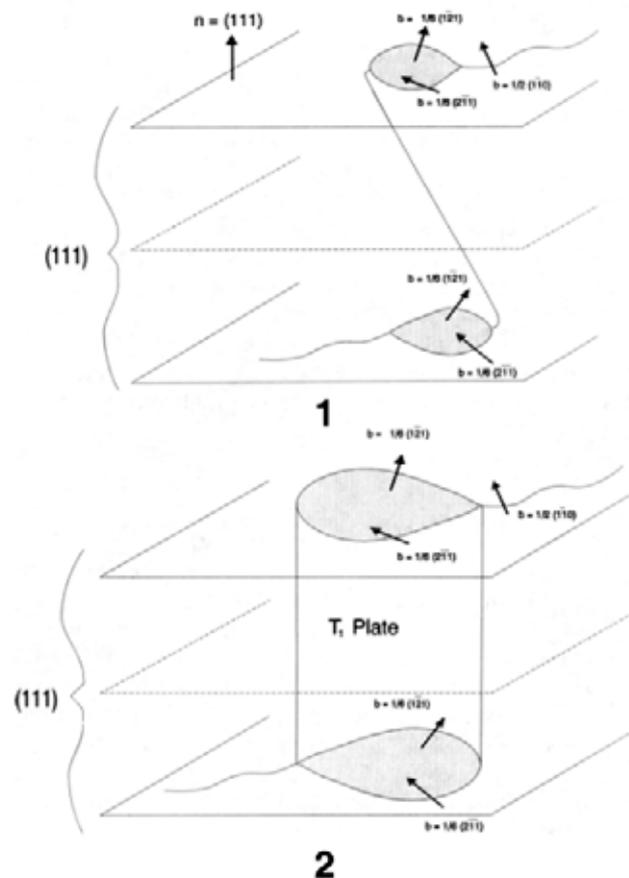


Figure I-16 : Diagramme schématique du mécanisme de nucléation des plaquettes  $T_1$  sur une paire de dislocations (Cassada et al. 1991a).

Pour raisonner sur ces mécanismes de germination et croissance, Cassada et al. observent les phases  $T_1$  en MEHR. Ils montrent (Figure I-17) que la germination initiale des plaquettes  $T_1$  produit quatre plaquettes hexagonales de type (0001), ce qui correspond à une maille de la structure décrite par Howe et al (Howe et al. 1988). En accord avec cette description cristallographique des  $T_1$ , les plans d'aluminium pur font partie de la structure du précipité ce qui est visible en axe de zone  $[\bar{1}\bar{1}2]_{Al}$  (Figure I-18). L'épaississement des plaquettes se fait donc par ajout simultané de quatre couches de  $T_1$ . En étudiant l'interaction entre les variants de  $T_1$  (Figure I-19), Cassada et al. déduisent qu'il est probable que la germination des plaquettes se produise également aux intersections des précipités. L'importance de la déformation plastique préalable sur la germination de  $T_1$  est encore soulignée puisqu'elle ne crée pas seulement des dislocations mais augmente également le nombre de sites potentiels de germination. La plaquelette marquée C sur la Figure I-19 contient clairement trois plans atomiques. Cette exception peut s'expliquer par les contrastes et l'espacement similaire des plans dans la matrice et le précipité pour cet axe de zone. Ces résultats MEHR ne correspondent pas à la description des  $T_1$  faite par Van Smaalen (Van Smaalen et al. 1990) et Donnadiou (Donnadiou et al. 2011). Ceci peut s'expliquer par l'absence de correcteur d'aberration de la lentille objectif qui modifie les contrastes de phases étudiés sur les images MEHR (voir II.2.2.2) pour déduire les structures atomiques (Donnadiou et al. 2011).

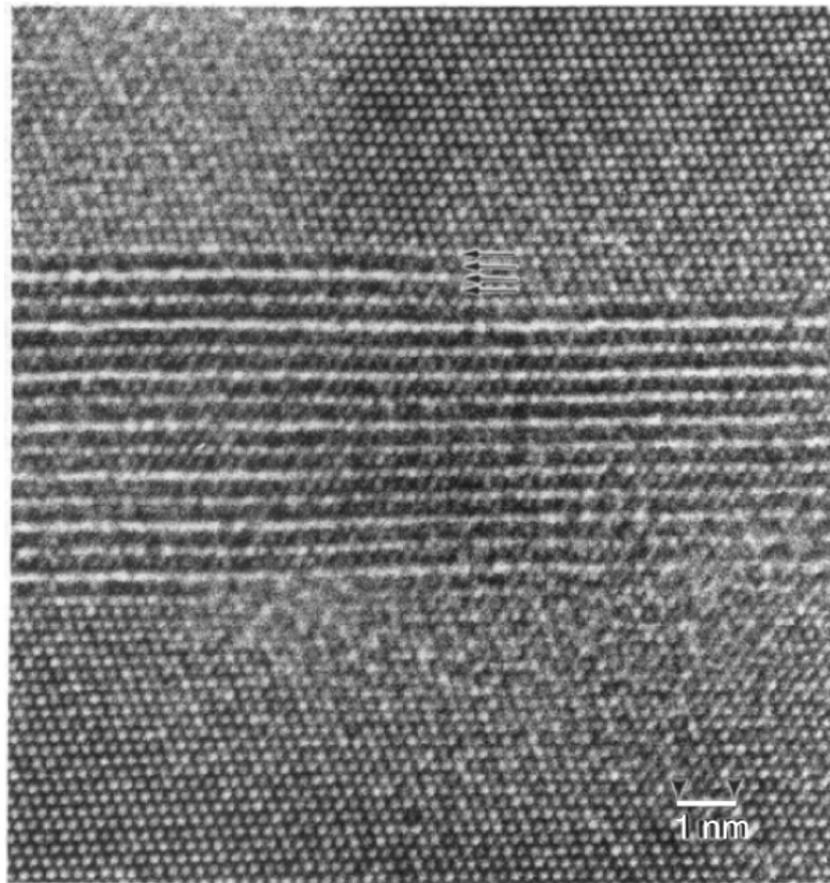


Figure I-17 : Image MEHR des plaquettes  $T_1$  en axe de zone de type  $[110]_{Al}$  montrant une étape de croissance pour un alliage revenu 550h à  $190^\circ C$  (Cassada et al. 1991 a).

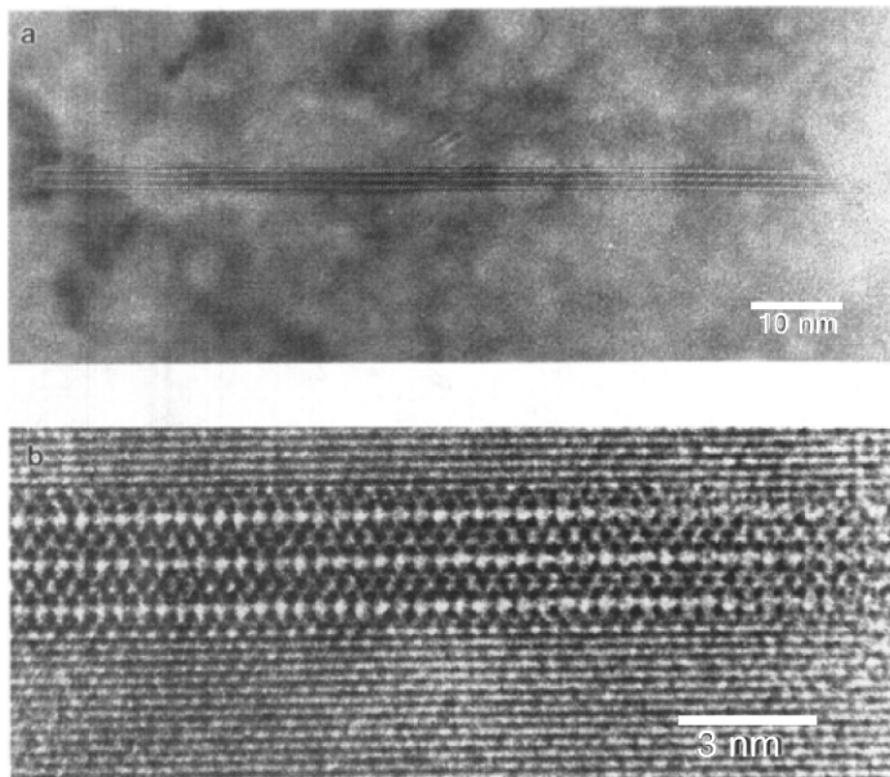


Figure I-18 : (a) Image MEHR des plaquettes  $T_1$  en axe de zone de type  $[112]_{Al}$ . (b) Agrandissement de (a) montrant l'empilement des plans  $(0001)_{T1}$  (Cassada et al. 1991a).

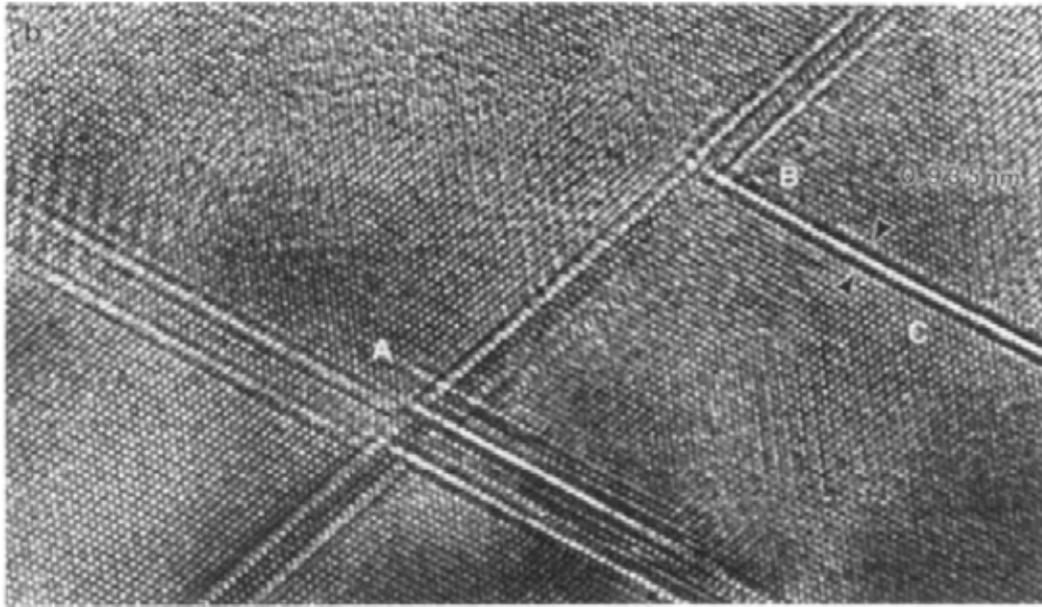


Figure I-19 : Image MEHR des plaquettes  $T_1$  en axe de zone de type  $[110]_{Al}$  montrant des intersections de précipités pour un alliage revenu 3h à  $190^\circ C$  (Cassada et al. 1991a).

### *Influence de l'argent et du magnésium*

Ces deux éléments d'addition ont un rôle significatif sur la précipitation de  $T_1$  mais il est loin d'être clairement identifié. Cependant, plusieurs auteurs ((Ringer & Hono 2000) (B.-P. Huang & Zheng 1998b)) relèvent que les éléments d'addition tels que Ag, Li et particulièrement Mg diminuent l'énergie de faute d'empilement de l'aluminium ce qui est favorable à la dissociation de dislocations et donc au mécanisme de germination de  $T_1$ .

### *Phase $\Omega$ et $T_1$*

Les phases  $T_1$  et  $\Omega$  précipitent dans les plans  $\{111\}$  de la matrice d'aluminium sous forme de plaquettes de quelques plans atomiques d'épaisseur. Il est difficile de les distinguer l'une de l'autre en MET. Quelques solutions sont cependant envisagées, comme prédire les précipités présents en fonction de la composition de l'alliage ou bien analyser directement la composition du précipité en sonde atomique tomographique. Dans le cas d'alliages de la série 2000, les rapports de concentration atomique Cu/Mg sont très inférieurs à 10 et la présence de lithium, qui favorise la précipitation de  $T_1$  (Decreus 2010), rendent thermodynamiquement peu probable l'apparition de phases  $\Omega$ .

## **I.1.2.5 Dispersoïdes et intermétalliques**

### *Les dispersoïdes*

Tous les alliages d'aluminium industriels contiennent des éléments de transition en faible quantité (0,005% à 0,8%). Les rôles principaux de ces éléments d'addition sont d'affiner le grain de coulée et d'inhiber ou de retarder la recristallisation lorsqu'ils sont par la suite travaillés à chaud. Pour les alliages d'aluminium, le zirconium, le chrome et le manganèse sont les plus utilisés et précipitent en phase binaire ou ternaire lors de la mise en solution. La précipitation se fait sous forme de particules dispersées appelées dispersoïdes (Dubost & Sainfort 1986).

Dans les alliages de la série 2000, la phase  $\beta' - Al_3Zr$  est la plus fréquente et précipite dans la matrice sous forme sphérique cohérente ayant la même structure que celle d' $Al_3Li$ . Cette phase peut servir de sites de germination préférentielle pour les phases  $\delta'$  créant ainsi un composite à structure cœur/coquille  $\beta' / \delta'$  (Decreus 2010).

### Les intermétalliques

Contrairement aux dispersoïdes, ces particules se forment lors de la solidification en combinant différentes impuretés présentent en très faibles quantités dans la solution solide avec l'aluminium, comme par exemple  $Al_7Cu_2Fe$ . Ces particules ont un effet néfaste sur les propriétés mécaniques de l'aluminium car elles se brisent facilement lors des traitements mécaniques et offrent ainsi des chemins privilégiés pour la propagation de fissure au sein du matériau.

### I.1.2.6 Conclusion

Le détail des précipités les plus couramment rencontrés dans les alliages d'aluminium est reporté dans le Tableau I-1. En fonction des traitements thermiques appliqués à notre matériau d'étude ainsi que les rapports des différents éléments présents, les phases que nous sommes susceptibles de rencontrer sont :  $\theta'$ , S,  $\delta'$  et  $T_1$ .

Précipité	Forme et relation d'épitaxie	Précurseur	Condition d'existence
GP	Disque dans les plans {100}		Présence d'éléments d'alliages
GPB	Disque dans les plans {100}		$[Cu]/[Mg] \leq 2\% \text{massique}$
$\theta''$	Plaquette dans les plans {100} $[100]_{\theta''} // [100]_{Al}$	GP	
$\theta'$	Plaquette dans les plans {100} $[100]_{\theta'} // [110]_{Al}$	$\theta''$	
$\theta$	Totalement incohérente	$\theta'$	Recuit supérieur à 300°C
S''	Aiguille orientée suivant <100>	S'	$[Cu]/[Mg] = 2,2\% \text{massique}$
S'	Aiguille orientée suivant <100> $[100]_{S'} // [100]_{Al}; [010]_{S'} // [012]_{Al};$ $[001]_{S'} // [021]_{Al}$	GPB	$[Cu]/[Mg] = 2,2\% \text{massique}$
S	Aiguille orientée suivant <100> $[100]_S // [100]_{Al}; [010]_S // [012]_{Al};$ $[001]_S // [021]_{Al}$	S'' ou S'	$[Cu]/[Mg] = 2,2\% \text{massique}$
$\Omega$	Plaquette dans les plans {111}		$[Cu]/[Mg] \geq 10\% \text{massique}$
$\delta'$	Sphères		1% massique de Li
$\delta$	Plaquette aux joints de grains	$\delta'$	Surrevenu
$T_1$	Plaquette dans les plans {111}		Présence de Mg et Ag

Tableau I-1 : Résumé des précipités potentiellement présents dans les alliages Al-Li-Cu de la série 2000. La forme, l'orientation, le précurseur et les conditions d'existence sont reportées pour chaque phase.

La composition initiale de l'alliage joue également un rôle sur la précipitation compétitive entre ces phases. Par exemple,  $T_1$  prédominera sur  $\theta'$  pour des rapports de concentration Li/Cu supérieurs à 1 (Gable et al. 2001).

$T_1$  participe à l'amélioration des propriétés mécaniques des alliages d'aluminium et nécessite la présence de dislocations pour germer. Le traitement thermomécanique permet la création de ces phases et il est d'une importance capitale pour que ces matériaux aient de bonnes propriétés mécaniques. Il s'agit maintenant de décrire le lien établi entre la microstructure des alliages et le durcissement structural.

## I.2 Durcissement structural des alliages d'aluminium

Le durcissement structural permet l'augmentation de la limite élastique et l'amélioration des propriétés mécaniques des alliages d'aluminium. Il présente l'intérêt d'être ajusté et contrôlé par un « simple » traitement de revenu. Ce durcissement résulte de la précipitation de précipités fins de phases métastables ou stables. Un matériau est déformé plastiquement par mouvement de défauts linéaires présents dans le cristal : les dislocations. Tout élément de la microstructure qui s'oppose au mouvement des dislocations est considéré comme durcissant et contrôle donc les propriétés plastiques du matériau. Ces obstacles peuvent se classer en deux catégories qui sont détaillées par la suite : les obstacles intrinsèques et extrinsèques.

Chaque dislocation est associée à son vecteur de Burgers  $\vec{b}$  ; vecteur de translation de plus faible module du réseau CFC de la matrice, soit l'un des six vecteurs  $\frac{a}{2}\langle 110 \rangle$ . Lorsque les dislocations se déplacent, elles glissent sur les plans compacts (les plans  $\{111\}$  de la matrice d'aluminium) mais elles peuvent également glisser dans des plans non compacts sous l'effet d'un apport énergétique suffisant (activation thermique, contrainte mécanique).

### I.2.1 Obstacles intrinsèques

#### I.2.1.1 *Friction de réseau*

L'aluminium pur est un matériau mou, ses liaisons interatomiques sont peu dirigées. La contrainte de Peierls, représentative de la résistance du réseau cristallin, est faible dans les métaux de structure CFC. La friction de réseau est donc négligeable dans le cas présent.

#### I.2.1.2 *Joints de grains*

Dans un matériau polycristalin, les relations d'orientations entre les grains jouent un rôle sur le mouvement des dislocations. Une dislocation se déplace sans difficulté entre des grains cohérents, mais reste bloquée sur les joints de grains non cohérents. Le durcissement par joints de grains est décrit par la loi de Hall-Petch, qui montre que la contrainte nécessaire au mouvement d'une dislocation est inversement proportionnelle à la racine carrée de la taille des grains. Dans les alliages à durcissement structural, la taille des grains varie en fonction de l'état de recristallisation mais est relativement trop importante pour que l'effet Hall-Petch soit un acteur principal du durcissement. La structure de sous joint peut par contre assurer un durcissement significatif (Decreus 2010).

## I.2.2 Obstacles extrinsèques

### I.2.2.1 Durcissement par écrouissage

La déformation plastique d'un matériau active des sources de dislocations qui glissent sous l'effet de la contrainte dans leurs plans de glissement et se multiplient. Leurs interactions donnent lieu à des obstacles qui influencent le mouvement des dislocations. Elles sont de type attraction/répulsion. Les dislocations interagissent les unes avec les autres dans des plans différents et ralentissent, créant un durcissement par écrouissage. Le mouvement d'une dislocation est donc influencé par la forêt de dislocations constitutive d'une série d'obstacles.

### I.2.2.2 Durcissement par solution solide

Le champ de contrainte au voisinage d'une dislocation crée des zones en compression ou en tension. Les atomes en solution solide interstitiels ou substitutionnels créent également des champs de contrainte en tension ou en compression autour d'eux et ils se positionnent de manière à minimiser l'énergie totale du cristal. Les champs de contrainte de la dislocation et de l'atome étranger interagissent donc, ce qui rend le mouvement de la dislocation plus difficile. La dislocation est épinglée par ces systèmes et la limite élastique du matériau est augmentée.

### I.2.2.3 Durcissement par précipitation

A l'heure actuelle, les mécanismes élémentaires d'interaction entre les précipités et les dislocations sont méconnus malgré de nombreuses études menées sur ce sujet (Howe et al. 1988; Deschamps & Bréchet 1998; Deschamps et al. 1998; Werenskiold et al. 2000; Cayron & Buffat 2000; Dumont et al. 2003; Majimel et al. 2004; Donnadiou et al. 2011). La connaissance de ces mécanismes est indispensable pour comprendre le passage du comportement microscopique local au comportement macroscopique global.

Les précipités, surtout incohérents, sont des obstacles au mouvement des dislocations. Il existe autour d'eux un champ de contrainte qui s'oppose au passage des dislocations. Il s'agit ici de décrire schématiquement les deux mécanismes de franchissement des précipités par les dislocations. En fonction de la dureté des précipités, de leur cohérence avec la matrice et de leur taille deux mécanismes de franchissement sont observés : le cisaillement et le contournement (Figure I-20). Ce dernier mécanisme conduit à la formation d'une boucle résiduelle, dite d'Orowan, qui entoure le précipité. A chaque passage, une boucle de dislocation est ajoutée.

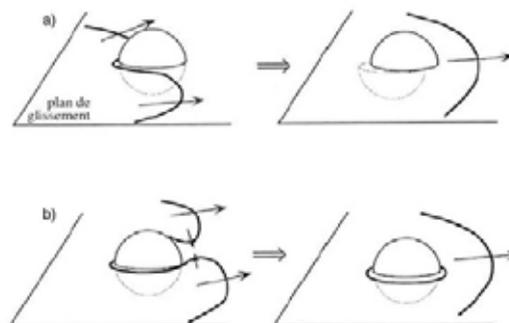


Figure I-20 : a) Franchissement d'un précipité par cisaillement ; b) Franchissement d'un précipité par contournement et fabrication d'une boucle de dislocation (mécanisme d'Orowan).

La contrainte, rajoutée par la présence de précipités et nécessaire à leur franchissement par les dislocations, varie en fonction du temps de revenu. En effet, le mécanisme de franchissement des précipités par les dislocations est différent suivant la taille des obstacles, comme l'illustre la Figure I-21. Les petits précipités sont cisailés tandis que les plus gros sont contournés. Il existe un temps de recuit pour lequel la limite élastique est maximale.

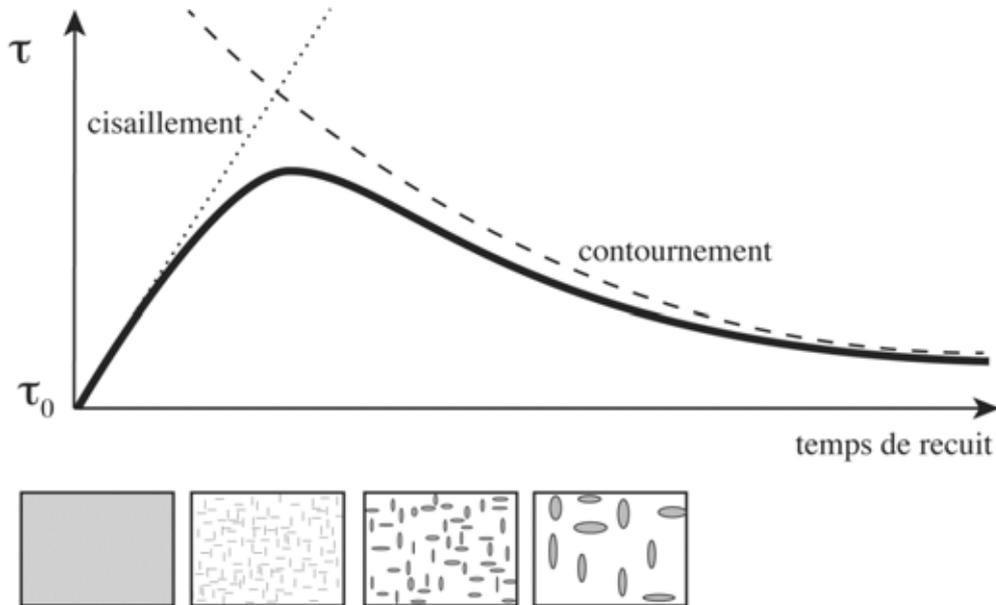


Figure I-21 : Mécanismes mis en jeu lors du franchissement des précipités par les dislocations en fonction du temps de recuit.

### I.2.3 Alliages d'aluminium de la série 2000 et durcissement structural

La contribution de chaque type de précipité au durcissement structural n'est pas quantifiée. Cependant, des pistes sont avancées. L'étude du durcissement des alliages d'aluminium de la série 2000 montre qu'une distribution de précipités sous forme de plaquettes, plutôt que sphériques, conduit au durcissement maximal (Decreus 2010). Nie et al. (Nie et al. 1996) montrent qu'une précipitation dans les plans  $\{111\}$  induit une contrainte de cisaillement plus importante que dans les plans  $\{100\}$ . Les modèles actuels de durcissement font l'hypothèse que l'épaisseur de la plaquette contrôle le durcissement (Nie & Muddle 2001).

Dans les alliages Al-Li-Cu, la dureté d'un alliage AA2195 chute de 6,4% après dissolution quasi complète de la phase  $\theta'$  (Shukla & Baeslack III 2007). L'effet durcissant de ces précipités est donc faible. La participation au durcissement des phases S et  $\delta'$  n'est pas quantifiée mais elle est jugée négligeable pour les phases S (Genevois 2004) et inférieure à celle de  $T_1$  pour  $\delta'$  (Huang & Ardell 1988).

La phase  $T_1$  contribue à environ 90% du durcissement lorsque l'alliage contient des éléments d'addition favorisant la précipitation de cette phase (Mg et Ag) et après une prétraction (Decreus 2010). La morphologie et la structure de ces précipités font qu'ils sont plus difficiles à cisailer que des précipités sphériques. La répartition de ces plaquettes dans les plans de glissement de la matrice d'aluminium assure une meilleure homogénéité de la déformation (Decreus 2010). Cependant, si le facteur de forme, défini comme le rapport de la longueur sur l'épaisseur des  $T_1$ , est trop important (supérieur à 88), les plaquettes se regroupent pour former un volume tétraédrique dans lequel les dislocations sont piégées (Figure I-22). A cause de la concentration de contraintes générée par ces dislocations piégées, les précipités sont facilement cisailés (Figure I-23) (Nie & Muddle 2001).

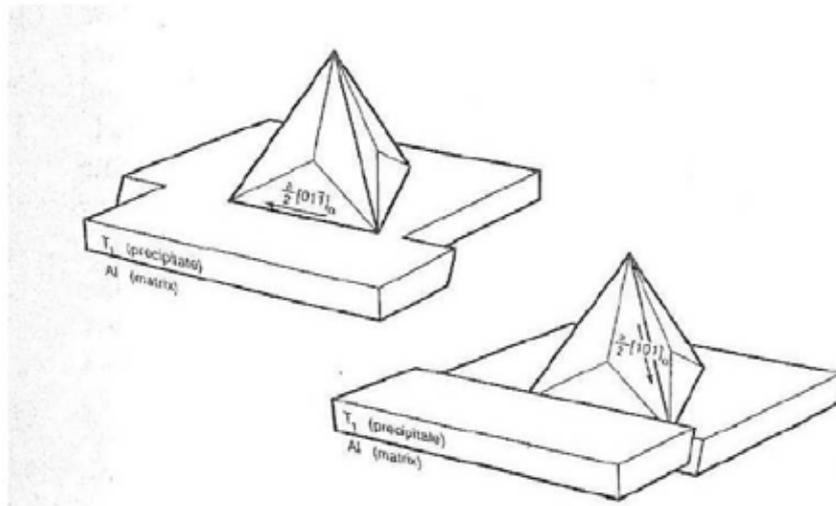


Figure I-22 : Schéma des deux vecteurs de Burgers pouvant mener au cisaillement de plaquettes  $T_1$  et illustration de l'effet de ce cisaillement sur la géométrie des plaquettes (Blankenship & E. A. Starke 1994).



Figure I-23 : Précipité  $T_1$  cisailé à plusieurs reprises dans Al-2,86Cu-2,05Li-0,12Zr (Nie & Muddle 2001).

## I.3 Mesure et modélisation de champs de contraintes dans une matrice autour d'inclusions

Pour de nombreux alliages, les inclusions durcissantes proviennent de la décomposition de solution solide sursaturée au cours du traitement thermique. Cette décomposition aboutit souvent à des précipités métastables aux structures complexes et de compositions inconnues. Les constantes d'élasticité de ces phases ne sont donc pas facilement estimables, voire même inaccessibles. Cependant, la modélisation numérique de ces champs de déformation et la comparaison avec ceux mesurés est possible (Douin et al. 2010). Tirry et al. (Tirry & Schryvers 2009) mesurent ces champs en trois dimensions. La littérature fournit d'autres exemples (Hytch et al. 2003; Hytch 2004; Cherkashin et al. 2006) de l'utilisation de l'Analyse des Phases Géométriques (GPA), cependant, seules deux publications (Douin et al. 2010; Tirry & Schryvers 2009) sont sélectionnées pour leur proximité avec le sujet traité.

### I.3.1 Mesure et modélisation des champs de déformations

Douin et al. (Douin et al. 2010) montrent qu'il est possible de mesurer précisément les champs de déformation autour de particules nanométriques imbriquées dans une matrice cristalline. Un modèle élastique simple en accord avec les mesures est également proposé pour des précipités ayant une forme de latte (Figure I-24) ou d'aiguille et de faible facteur de forme.

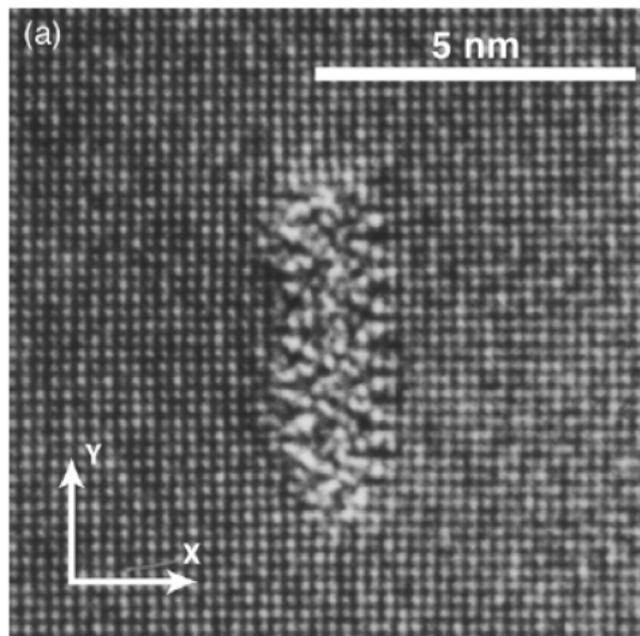


Figure I-24 : Précipité ayant une forme de latte dans l'alliage Al-6056-T6; image MEHR, le faisceau d'électrons est aligné avec la direction [100] de la matrice d'aluminium (Douin et al. 2010).

Les champs de déformation sont mesurés à partir d'images en MEHR et calculés avec GPA, technique décrite au chapitre II. Cette méthode a été développée sur des matériaux pour l'électronique ayant des structures simples (M. J. Hÿtch et al. 1998) mais s'applique ici à des matériaux plus complexes. Douin et al. (Douin et al. 2010) mesurent les champs de déformation à l'échelle nanométrique autour de précipités de structures cristallographiques et constantes d'élasticité inconnues en utilisant cet outil. Reproduire la déformation élastique induite par un dipôle de dislocations coin entourant le précipité, s'avère être un moyen efficace de modéliser ces champs. L'accord entre la mesure et la modélisation pour un précipité ayant une forme de latte est correct comme l'illustre la Figure I-25.

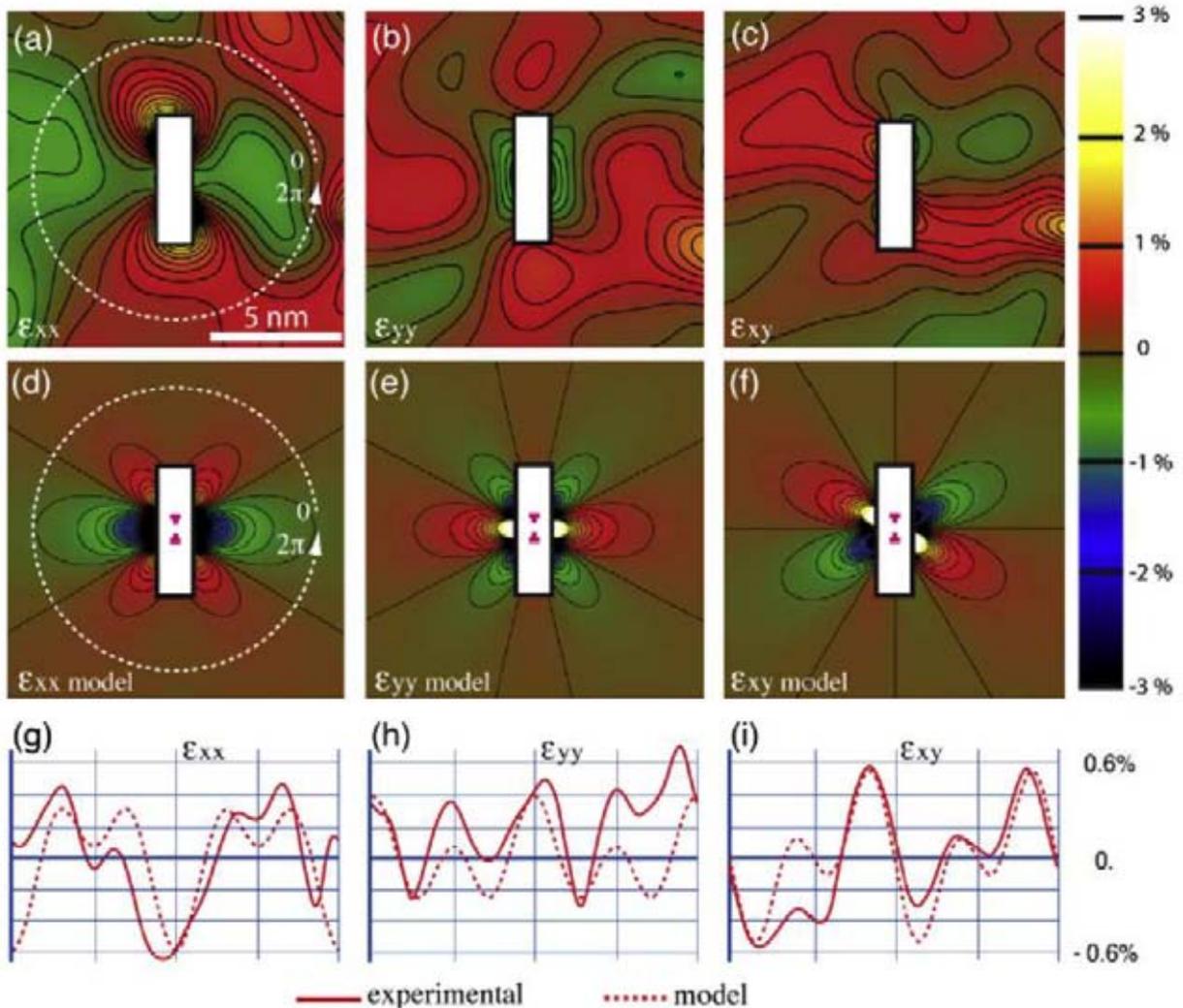


Figure I-25 : Champ de déformation expérimental, mesuré par la méthode GPA, et modélisé, par la déformation élastique induite par un dipôle de dislocations coin autour de la latte de la Figure I-24 : (a)  $\epsilon_{xx}$  ; (b)  $\epsilon_{yy}$  ; (c)  $\epsilon_{xy}$  ; (d)-(f) représentent les champs de déformation modélisés autour d'un dipôle de dislocations coin ; (g) et (h) les profils en ligne réalisés à une distance constante du centre de symétrie du précipité (le long de la ligne en pointillée sur (a)) (Douin et al. 2010).

### I.3.2 Mesurer des champs de déformation en trois dimensions

Tirry et al. (Tirry & Schryvers 2009) utilisent également GPA afin de mesurer les champs de déformation autour de nanoparticules. La combinaison des résultats recueillis sur deux images prises selon deux axes de zone perpendiculaires entre eux (Figure I-26) détermine les composantes du tenseur de déformation en trois dimensions (notée  $\varepsilon$ ). Il ne leur a pas été possible, à cause des limitations instrumentales, d'observer le même précipité dans deux orientations différentes. Les images sont donc réalisées sur deux précipités de taille similaire. Le calcul du tenseur de déformation est réalisé à partir des déformations mesurées avec GPA sur une zone de 5 nm par 5 nm sur chaque image. Les déformations sont donc moyennées sur une zone de 25 nm<sup>2</sup>.  $\varepsilon$  est représentée dans le repère (100, 010, 001). Un système d'équations est obtenu en projetant  $\varepsilon$  dans les repères d'observation des échantillons. La résolution de ce système donne les composantes de la matrice d'élasticité en 3 dimensions. Tirry et al. ne proposent pas de modélisation des champs de déformation mesurés mais comparent ces champs avec le tenseur de déformation de la transformation martensitique qui induit des déformations en accord avec celles mesurées avec la méthode GPA. Les résultats et méthodes utilisés ici seront discutés en V.5.3.

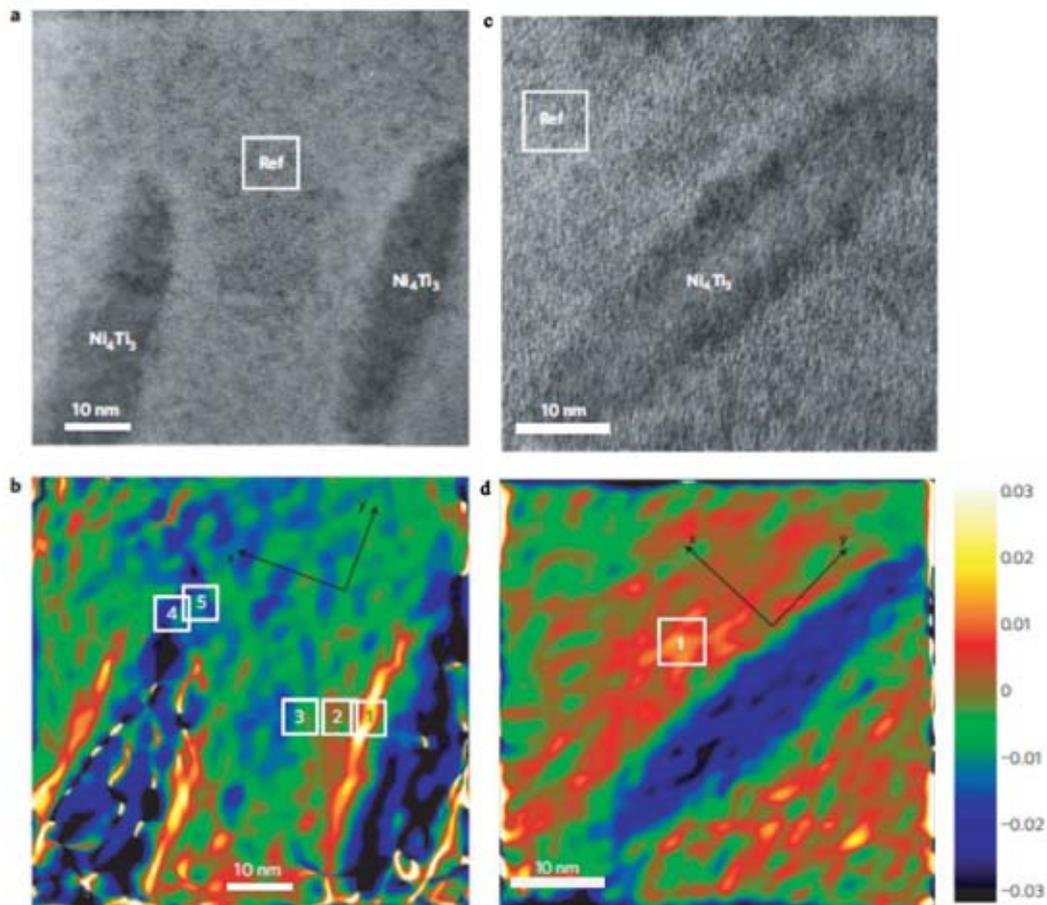


Figure I-26 : Observations de précipités de Ni<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub> en axe de zone  $[1\bar{1}1]$  (a) et en axe de zone  $[10\bar{1}]$  (c) ; (b) :  $\varepsilon_{xx}$  obtenu avec GPA à partir de (a) ; (d) :  $\varepsilon_{xx}$  obtenu avec GPA à partir de (c) (d'après (Tirry & Schryvers 2009)).

## I.4 Conclusion

Une attention toute particulière est portée aux précipités  $T_1$  qui sont majoritairement présents dans les alliages de la série 2000 contenant du lithium. Le traitement thermomécanique est d'une importance capitale pour la germination de cette phase qui se construit sur les dislocations de la matrice d'aluminium. Ces précipités sont les acteurs majoritaires du durcissement structural de par leur capacité à gêner le mouvement des dislocations au cours de la déformation du matériau.

Cependant, il est maintenant nécessaire de comprendre les propriétés mécaniques des alliages d'aluminium à l'échelle la plus fine. Nous avons donc choisi de mesurer et de modéliser, à l'échelle atomique, les champs de déformation au voisinage proche des précipités durcissant. Tirry et al. (Tirry & Schryvers 2009) ont montré que la mesure de champs de déformation en trois dimensions autour d'inclusions dans une matrice cristalline est possible sur une petite zone de l'image. Afin de comprendre certains phénomènes physiques comme l'interaction entre précipités, les facteurs influençant leur croissance ainsi que leur interaction avec les dislocations dans le durcissement structural, la mesure de ces champs de déformation en trois dimensions sur  $1370 \text{ nm}^2$ , soit la totalité de l'image, plutôt que  $25 \text{ nm}^2$ , s'avère importante. Il s'agit maintenant de décrire les techniques de caractérisation et de modélisation sélectionnées pour la détermination de ces cartes de déformation. Le but ultime de cette étude est de caractériser le comportement des dislocations en interaction avec les précipités grâce à la modélisation de ces champs qui permet une modélisation des phénomènes physiques sur de plus grandes échelles.



# **ChapitreII Matériaux et techniques expérimentales**

Ce chapitre a pour objectif de présenter l'alliage d'aluminium qui est au cœur de cette thèse et de décrire les techniques expérimentales et moyens de modélisations mis en œuvre pour l'étude de ce matériau. Nous commençons par décrire sa composition puis le traitement thermomécanique qu'il a subi. La microscopie électronique en transmission est la technique expérimentale la plus adaptée à cette étude. Nous exposons le procédé de préparation des échantillons puis nous présentons les spécificités des microscopes électroniques en transmission utilisés pour cette thèse. Nous poursuivons en expliquant la méthode de l'analyse des phases géométriques qui permet la détermination de cartes de déformation. Finalement, une technique de modélisation, basée sur la résolution des équations de la micromécanique et utilisant la FFT, est présentée.

## II.1 Matériaux et traitements thermomécaniques

### II.1.1 Alliage étudié

Cette étude porte sur un alliage d'aluminium-lithium de la série 2000, dont les références industrielles sont AA2198. Cet alliage de troisième génération est utilisé par l'industrie aéronautique pour les peaux de fuselage et pièces de voilure (Decreus 2010). Les compositions (% massiques et atomiques) des éléments d'alliages sont décrites dans le Tableau II-1. Nous pouvons noter que les éléments majoritaires sont le cuivre et le lithium. D'après le diagramme de phase de Silcock (1959-1960) (Figure II-1), après un traitement de revenu 155°C, seules deux phases ( $T_1$  et  $\theta'$ ) précipitent dans l'alliage AA2198 parmi celles potentiellement présentes et exposées au chapitre I.

	Composition en pourcentages massiques	Composition en pourcentages atomiques
Si	< 0,08	< 0,08
Fe	< 0,10	< 0,05
Cu	2,9 - 3,5	1,23 - 1,48
Mn	< 0,5	< 0,25
Mg	0,25 - 0,8	0,28 - 0,88
Cr	< 0,05	< 0,05
Zn	< 0,35	< 0,14
Ti	< 0,1	< 0,06
Zr	0,04 - 0,18	0,01 - 0,05
Na*	< 10 ppm	
Ca*	< 20 ppm	
Li	0,8 - 1,1	3,11 - 4,26
Ag	0,1 - 0,25	0,02 - 0,06

Tableau II-1 : Compositions nominales en pourcentages massiques et atomiques de l'alliage AA2198 (Decreus 2010).

Le matériau est essentiellement fourni et utilisé sous forme de tôles qui subissent des traitements thermomécaniques, ce qui donne à l'alliage une structure granulaire de laminage. Une analyse à la micro sonde de Castaing montre que la répartition des principaux éléments d'addition est homogène. On peut donc supposer qu'aucun phénomène de macroségrégation n'a lieu pendant la solidification de l'alliage (Decreus 2010).

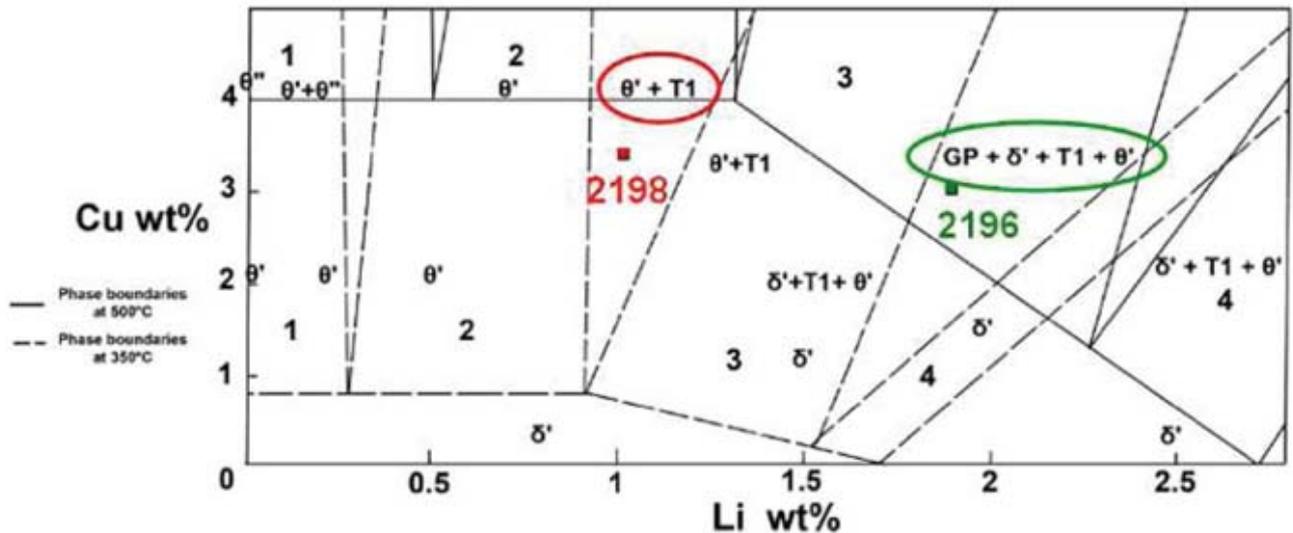


Figure II-1 : Précipités formés dans différents alliages ternaire Al-Li-Cu après 16 heures à 155°C d'après Silcock (1959-1960).

## II.1.2 Traitements thermomécaniques

L'alliage étudié est de la série 2000 et provient d'une coulée industrielle. Il a subi un ensemble de traitements thermiques et mécaniques qui conditionnent sa structure et ses propriétés mécaniques. Après la coulée, l'enchaînement complexe des traitements thermomécaniques, qui sont schématisés en Figure II-2, commence notamment par des laminages à chaud et à froid, qui donnent à l'alliage sa structure granulaire. Ces étapes forment des précipités grossiers qui sont dissous par la mise en solution. Le temps et la température de ce traitement sont optimisés afin d'éviter tout problème de fusion locale, d'appauvrissement de surface et de non conservation de structure granulaire. L'alliage est ensuite trempé par immersion ou aspersion à l'eau. Ce traitement fige la microstructure et permet l'obtention d'une solution solide sursaturée d'éléments d'addition et de lacunes qui joueront le rôle d'accélérateur de la précipitation ultérieure. Les étapes de mise en solution et de trempe induisent des contraintes internes qui doivent être relâchées. Le détensionnement est une étape industrielle qui consiste à appliquer au matériau une légère déformation plastique variant de 2% à 4%. Il s'agit le plus souvent d'une traction dans le sens de laminage de la tôle qui relâxe les contraintes internes. Cette étape est importante pour notre étude car elle est le point de départ de la formation de dislocations dans le matériau. Le stockage des tôles se fait à température ambiante et peut durer de quelques jours à plusieurs mois. Cette attente est appelée maturation. La solution sursaturée obtenue après la trempe évolue en formant des petits précipités ou des zones de Guinier-Preston. L'alliage subit ensuite un traitement thermique à une température modérée. Ce traitement de revenu permet la précipitation de phases stables et métastables qui sont au cœur du phénomène de durcissement structural. Au cours de cette étape, la dureté de l'alliage passe par un maximum appelé pic de dureté (T8) qui donne son nom au traitement thermique. Le traitement de revenu de AA2198-T8 étudié consiste en une montée en température de 20°C/h jusqu'à 155°C puis un palier à 155°C. L'alliage est finalement trempé à l'eau pour figer sa microstructure. Avec ce traitement thermique, le pic de dureté n'est pas atteint ; l'alliage est sous-revenu.

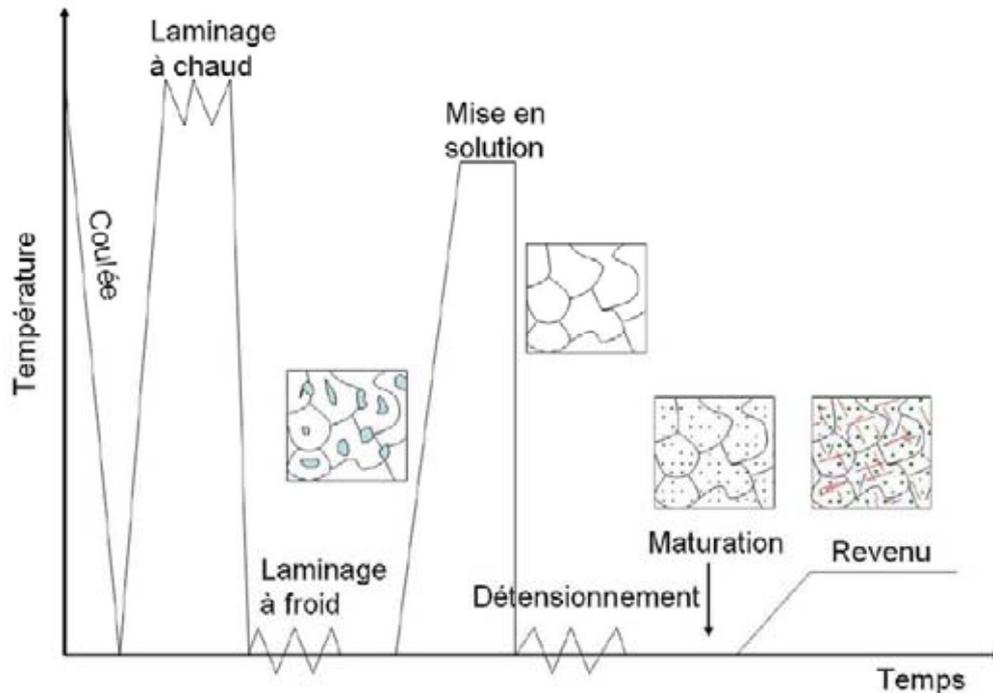


Figure II-2 : Séquence de traitements thermomécaniques utilisés dans l'industrie pour les alliages de la série 2000. La précipitation et l'évolution de la morphologie des phases  $T_1$ ,  $\theta'$  ou  $\delta'$  est constatée durant les différentes étapes.

## II.2 Techniques de caractérisations

### II.2.1 Préparation des échantillons

L'observation des échantillons en MET impose un amincissement préalable. Des parallélépipèdes d'environ 0,5 mm d'épaisseur sont découpés dans la pièce massive par électroérosion. Les échantillons sont ensuite polis mécaniquement à l'aide de papiers abrasifs ayant une granulométrie de plus en plus fine allant de 1200 jusqu'à 2400. Des échantillons d'environ 20  $\mu\text{m}$  d'épaisseur sont obtenus.

Pour continuer l'amincissement, l'échantillon est placé dans un amincisseur de type Ténupol (STRUERS©) pour un polissage électrolytique. La cellule est constituée de deux plaques porte-buse, qui constituent la cathode, et de l'échantillon, qui joue le rôle d'anode. L'échantillon doit être préalablement placé entre deux diaphragmes en platine qui fixent le diamètre du trou. La cellule est positionnée dans un bain électrolytique contenant 73% de méthanol, 24% de nitrate de cuivre et 3% d'acide nitrique. Ce mélange est amené à  $-12^\circ\text{C}$  et une différence de potentiel est appliquée entre les électrodes. Les deux faces de l'échantillon sont polies simultanément grâce au double jet formé par les buses. La variation du temps de polissage, de la température du bain et de la différence de potentiel permet d'optimiser le polissage jusqu'à ce que les bords du trou soient transparents aux électrons. L'épaisseur de l'échantillon est de l'ordre de 30nm. Il est important que la variation de l'épaisseur soit progressive à partir du bord du trou pour laisser au microscopiste le choix de la zone d'observation. Une zone inférieure à environ 30nm d'épaisseur subira rapidement des dégâts

d'irradiation sous le faisceau d'électrons (à partir de 170kV pour l'aluminium), tandis qu'une zone d'épaisseur supérieure à environ 100nm ne sera pas transparente aux électrons. Dans ces deux cas, la zone ne pourra pas être observée. Seule l'expérience du préparateur dans l'ajustement de ces paramètres donne de bons résultats.

## II.2.2 Microscopie électronique en transmission

Il s'agit ici de préciser les particularités des MET utilisés. Nous insisterons sur les corrections de l'aberration de sphéricité et des distorsions de la caméra du fait de l'importance de leurs corrections pour répondre aux problématiques de cette thèse.

### II.2.2.1 Microscopes utilisés

Les observations en microscopie conventionnelle ont été réalisées dans un MET JEOL 2010 à filament  $\text{LaB}_6$  fonctionnant à 200kV. Pour les observations en microscopie électronique en haute résolution, deux microscopes sont utilisés en fonction de la résolution nécessaire aux observations : un TECNAI F20 (FEI) (Figure II-3), fonctionnant sous une tension d'accélération de 200kV (SACTEM-Toulouse), et un TITAN<sup>3</sup> (FEI), travaillant à 300kV (INA-SARAGOSSE). Ces microscopes partagent des avantages communs : un canon à émission de champ (FEG : Field Emission Gun) et un correcteur d'aberration sphérique image, pour ne citer que ceux qui sont utilisés lors des observations. La tension d'accélération du TITAN<sup>3</sup> lui donne une meilleure résolution que le TECNAI et la résolution est encore améliorée grâce à son enceinte close, l'isolant thermiquement et acoustiquement de l'environnement extérieur (Figure II-4). En effet, les variations de température perturbent le fonctionnement des systèmes électroniques qui induisent des dérives sur les champs magnétiques des lentilles électromagnétiques et les vibrations acoustiques créent des instabilités lors de la prise d'images. La résolution du TECNAI est de 0,12nm et celle du TITAN<sup>3</sup> est de 0,05nm.



Figure II-3 : TECNAI F20 (SACTEM-TOULOUSE)



Figure II-4 : TITAN<sup>3</sup> (INA-SARAGOSSE)

Suivant l'inclinaison avec laquelle les échantillons sont observés, la résolution du SACTEM peut ne pas être suffisante. La Figure II-5(a) est un agrandissement d'une image la matrice d'aluminium dans l'axe de zone  $[12\bar{1}]$  réalisée sur le SACTEM. Les plans (110) sont espacés de 0,165 nm, valeur proche de la limite de résolution de ce microscope. La micrographie montre que les plans atomiques ne sont pas résolus dans cette direction. Le TITAN<sup>3</sup> a une résolution de 0,05 nm. La Figure II-5(b) confirme ces propos : les franges des plans (110) sont correctement définies en utilisant ce microscope.

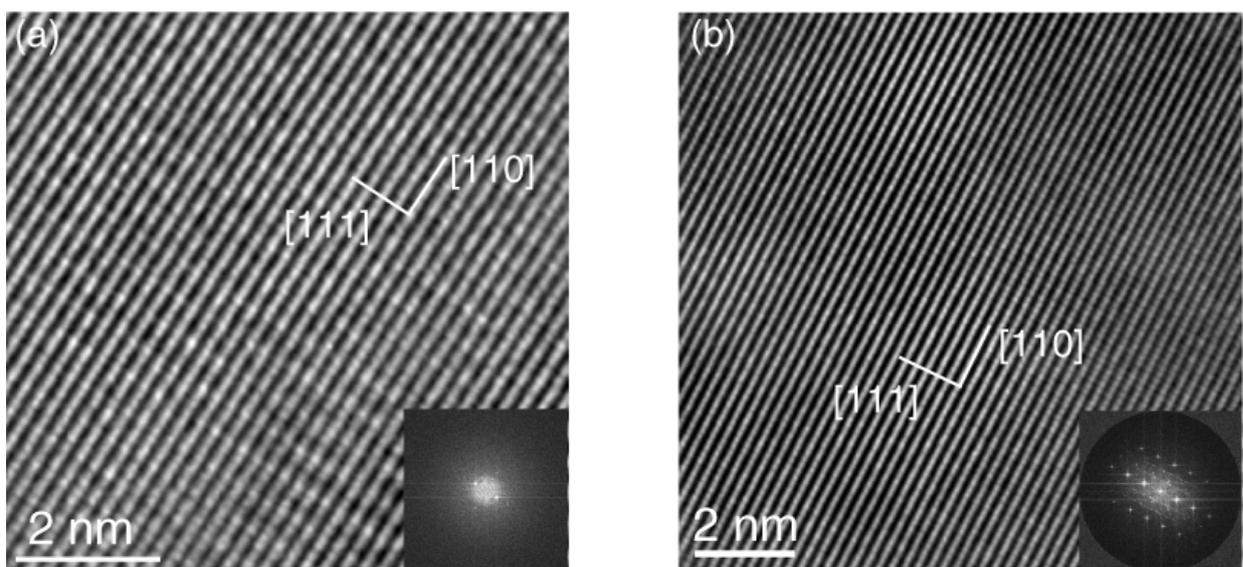


Figure II-5 : Images en haute résolution de la matrice d'aluminium dans l'axe de zone  $\langle 112 \rangle$  : (a) image prise sur le SACTEM : les plans (110) sont mal résolus ; (b) image prise sur le TITAN<sup>3</sup> : les plans (110) sont correctement résolus.

## II.2.2.2 Aberrations et leurs corrections

### L'aberration de sphéricité

Cette aberration concerne les faisceaux qui ne sont pas alignés avec l'axe optique (« off-axis ») et provient du fait que le champ de la lentille n'agit pas de manière homogène sur tous les rayons situés en dehors de l'axe optique (Figure II-6). Les rayons marginaux, très éloignés de l'axe optique, sont focalisés plus près de la lentille électromagnétique en  $F'_m$ , appelé foyer marginal, tandis que les rayons paraxiaux, proche de l'axe optique, sont moins déviés et convergent en un point  $F'_p$ , appelé foyer paraxial. La distance  $F'_m F'_p$  est appelée aberration sphérique longitudinale. La lumière s'accumule sur une surface de révolution composée de la caustique axiale et de la caustique tangentielle.

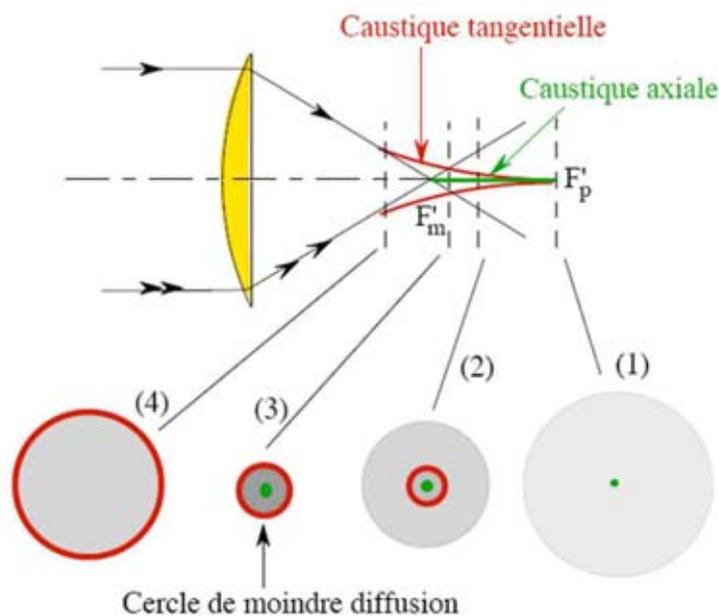


Figure II-6 : Aberration sphérique. Les rayons marginaux et paraxiaux ne convergent pas de la même manière. Le cercle de moindre diffusion correspond à une position de l'axe optique pour laquelle l'aberration est minimisée (Surrel 1999).

A cause de cette aberration, l'image d'un point situé à l'infini sur l'axe optique n'est pas un point mais une tâche de diffusion circulaire. Dans de bonnes conditions d'alignement du microscope, il existe une position du foyer image pour laquelle le diamètre de la tâche est minimum (cercle de moindre diffusion). Ce diamètre est proportionnel à une constante  $C_s$  qui dépend de la configuration du champ dans la lentille. Ainsi, la forme des lentilles électromagnétiques a été optimisée afin de limiter cette aberration mais elle n'a pas pu être supprimée et elle est le facteur limitant la résolution des microscopes électroniques en transmission.  $C_s$  est toujours positive pour ces lentilles électromagnétiques à la convergence positive.

### Le correcteur d'aberration sphérique

Le correcteur d'aberration sphérique (système développé sur le SACTEM par la compagnie CEOS) minimise et élimine même parfois complètement l'aberration de sphéricité. Il est rajouté à la colonne, entre la lentille objectif et la lentille de diffraction. Le principe de cette correction est d'associer convenablement des éléments présentant des défauts en sens contraire.

La mise au point de ce système s'est étalée sur une quarantaine d'années à partir d'une idée de Scherzer qui a été améliorée par Crewe et Beck qui espéraient introduire un  $C_s$  négatif pour annuler le  $C_s$  positif des lentilles électromagnétiques du microscope. Mais Rose (Rose 1990) a démontré en 1990 qu'un tel système introduisait un défaut supplémentaire à l'image : une forte coma d'ordre 2 (B2) (cf Annexe A.1).

Rose a décrit un correcteur ayant un grandissement unitaire, composé de deux hexapôles (HP1 et HP2) symétriques et de deux jeux de lentilles de transfert (TL11-TL12 et TL21-TL22) visibles sur la Figure II-7. Chaque hexapôle introduit un  $C_s$  négatif pour compenser le  $C_s$  positif du microscope et ainsi corriger l'aberration sphérique. Mais chaque hexapôle introduit un astigmatisme du second ordre ( $A_2$ ). Pour le supprimer, les bobines de HP1 et HP2 sont excitées de manière opposée et l'image du plan HP1 est projeté dans le plan HP2, avec un grandissement unitaire et sans inversion d'image, à l'aide du doublet de lentilles TL21-TL22.

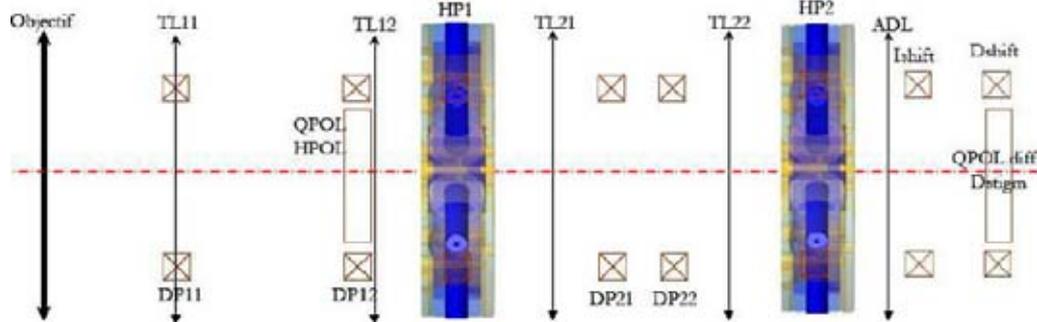


Figure II-7 : Les différents composants (lentilles de transfert, quadripôles, octopôles, hexapôles) du correcteur d'aberration sphérique (F. Houdellier 2006).

À l'entrée du correcteur, le doublet de lentille TL11-TL12 est une lentille de Stabenow : les courants de ces lentilles sont opposés pour ne pas introduire de coma et faire coïncider le plan coma-free de l'objectif avec celui de HP1 (F. Houdellier 2006).

L'astigmatisme du deuxième ordre ( $A_2$ ) est également corrigé par les quadripôles (QPOL) qui introduisent un astigmatisme compensant celui créé par les lentilles électromagnétiques. Mais ces quadripôles sont sources d'aberrations du troisième ordre qui sont rectifiées par les octopôles qui leur sont associés (Hüe 2008).

Finalement, le correcteur introduit un  $C_s$  négatif, en prenant soin de ne pas rajouter d'autres aberrations, afin que l'aberration sphérique du microscope tende vers zéro.

La Figure II-8 présente en (a) une image sans correcteur d'aberration sphérique (les hexapôles ne sont pas alimentés) et en (b) la même image avec correcteur d'aberration sphérique (les hexapôles fonctionnent). Les colonnes atomiques sont clairement mieux définies lorsque le correcteur d'aberration fonctionne.

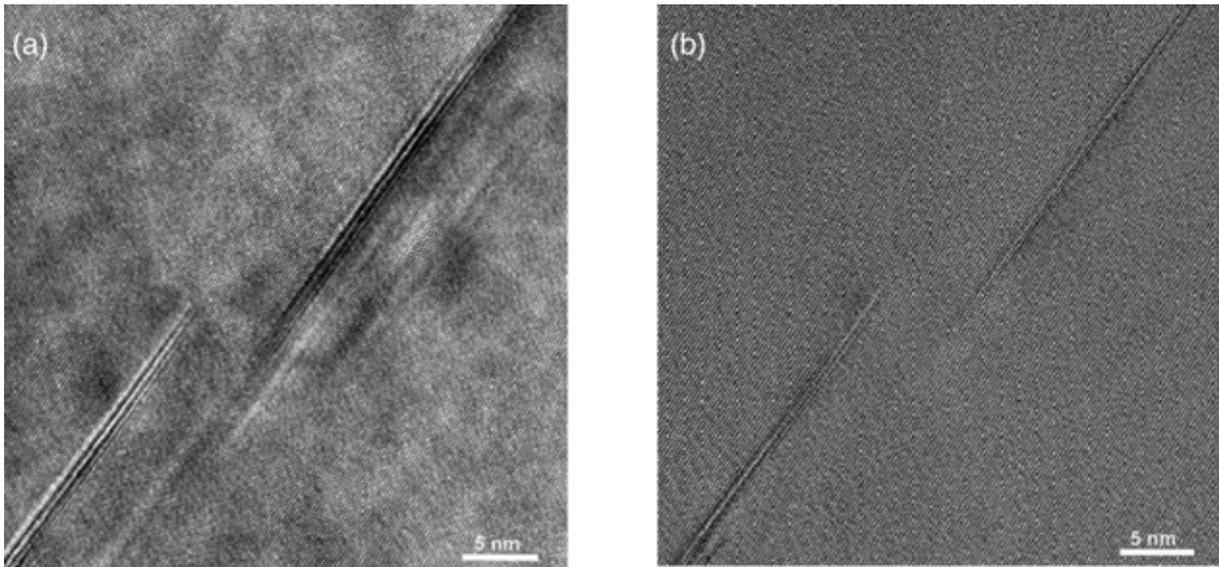


Figure II-8 : Images en haute résolution réalisées sur le SACTEM : (a) sans correcteur d'aberration sphérique ; (b) avec correcteur d'aberration sphérique.

### *Les distorsions de la caméra CCD*

La caméra CCD (Charge-Coupled Device) permet d'avoir une photographie de ce qui est observé sur l'écran du microscope. Elle possède son propre grossissement mais déforme aussi l'image, comme tous les éléments qui l'agrandissent. Cette déformation est due à l'agencement des fibres optiques de la caméra et n'est pas uniforme sur l'image.

Dans le cadre de cette étude, des déformations sont mesurées à l'échelle nanoscopique, il est donc impératif de s'affranchir de celles imputées aux conditions d'observation. Les distorsions attribuées à l'agencement des fibres optiques de la caméra CCD induisent des déphasages qui peuvent être supprimés automatiquement avec la méthode de l'analyse des phases géométriques qui est décrite en II.3. Pour ce faire, les déformations induites sur l'image par la caméra sont mesurées (Figure II-9). Une plaque lithographiée (réseau parfait) est éclairée. L'image de cette plaque est enregistrée. Les distorsions alors imagées sont à attribuer à l'agencement des fibres optiques de la caméra. Les phases de ces images sont calculées par la méthode GPA et sont retranchées au cliché en MEHR (Houdellier, communication privée). Ces rectifications des images de phase permettent de gagner en précision dans les zones où les distorsions sont importantes. En calibrant systématiquement les images de phases obtenues au SACTEM, à l'aide des phases induites par les déformations de la caméra, seules les distorsions provenant des lentilles projecteurs subsistent. Hüe (Hüe 2008) a déterminé qu'elles n'introduisent qu'une erreur de 0,06% sur les mesures, erreur beaucoup moins préjudiciable comparée à celle de la caméra.

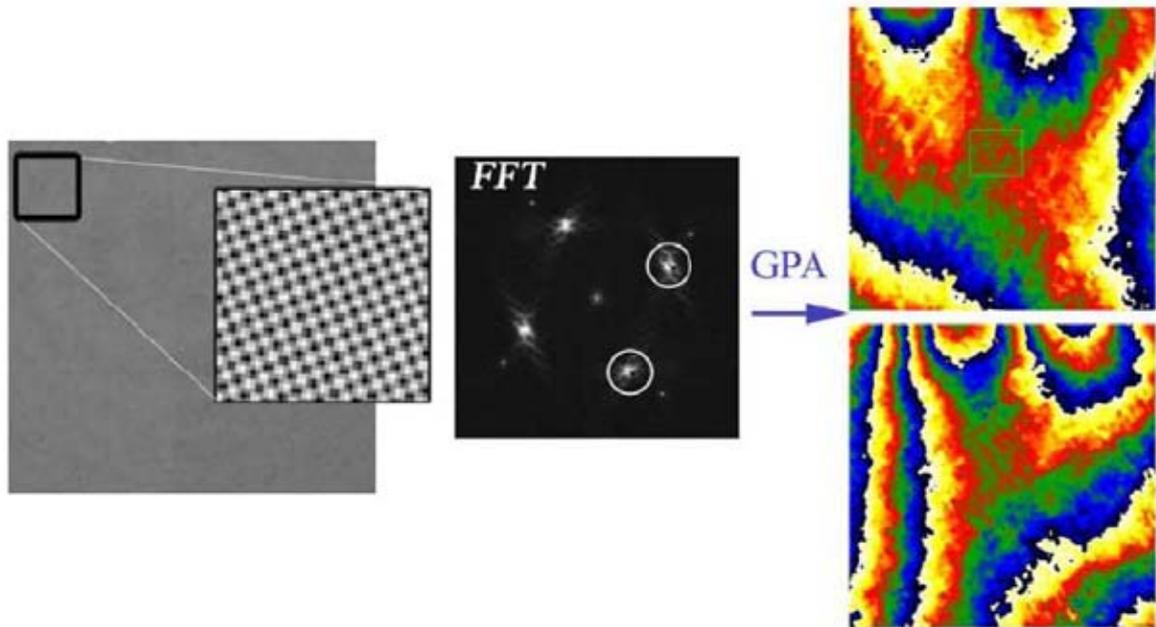


Figure II-9 : Mesure du déphasage, imputé aux fibres optique de la caméra, réalisée à partir de l'image d'une plaque lithographiée formant un réseau parfait (Houdellier, communication privée).

La mesure des distorsions de la caméra du TITAN<sup>3</sup> n'a pas été effectuée. En effet, celles réalisées en MEHR et en holographie par l'équipe de Hÿtch (Hÿtch, communication privée), ont permis d'établir que la caméra du TITAN<sup>3</sup> présente beaucoup moins de distorsions que celle du SACTEM. Ne pas retrancher ces distorsions aux images de phases n'a donc que peu de conséquences sur la mesure des déformations dans la matrice.

## II.3 Analyse des phases géométriques / Geometrical Phase Analysis (GPA)

L'analyse des phases géométriques est une technique qui permet d'obtenir les déformations locales (Hÿtch et al. 2003) d'un matériau à partir des images en haute résolution. Dans ce mode d'observation, l'échantillon est orienté en axe de zone et l'image obtenue est un réseau de franges correspondant aux interactions des différents faisceaux diffractés. En MEHR, on obtient uniquement des informations sur les plans perpendiculaires au faisceau d'électrons. Ce réseau de franges peut donc être assimilé à une projection de la maille cristalline 3D dans un plan 2D perpendiculaire au faisceau d'électrons. Ainsi, seules les déformations contenues dans ce plan peuvent être mesurées. D'autres méthodes permettent de traiter les images en haute résolution pour en extraire les déformations. Citons par exemple une méthode de détection des maxima locaux dans l'image, appelée « peak finding » (Bierwolf et al. 1993) ou la mesure de paramètres de mailles sur de petites zones en travaillant sur des transformées de Fourier locales (Ang et al. 2005). « Peak finding » s'applique dans l'espace réel contrairement à GPA qui s'applique dans l'espace de Fourier et donne l'avantage à cette technique d'être moins sensible aux problèmes d'aberrations et d'être moins perturbée pour l'analyse de défauts (Hÿe 2008).

GPA et peak finding s'appuient toutes les deux sur l'hypothèse que les colonnes atomiques sont peu (ou pas) courbées et que la relation entre l'image d'interférence en haute résolution et la position des atomes est constante sur la zone analysée (Hüe 2008). Il s'agit maintenant de décrire la méthode des phases géométriques de manière plus approfondie.

### II.3.1 Phases et déplacement

La théorie des phases géométriques, développée par Hÿtch et al. (Hÿtch et al. 1998), se base sur l'idée qu'une image en haute résolution peut être décomposée en une somme d'images de franges d'interférences. Chaque image de franges est obtenue en sélectionnant une réflexion de l'espace de Fourier soit un vecteur d'onde  $\vec{g}$  (Figure II-10). Cette image en haute résolution peut donc être décomposée en série de Fourier pour laquelle l'intensité, en fonction de la position  $\vec{r}$ , peut s'écrire de la manière suivante :

$$I(\vec{r}) = \sum_{\vec{g}} H_{\vec{g}} \exp(2\pi i \vec{g} \cdot \vec{r}) \tag{II-1}$$

Le coefficient de Fourier  $H_{\vec{g}}$  peut s'écrire comme

$$H_{\vec{g}} = A_g \exp\{i P_g\} \tag{II-2}$$

où  $A_g$  donne l'amplitude du réseau de franges  $\vec{g}$  et la phase  $P_g$  la position latérale des franges sur l'image d'origine.

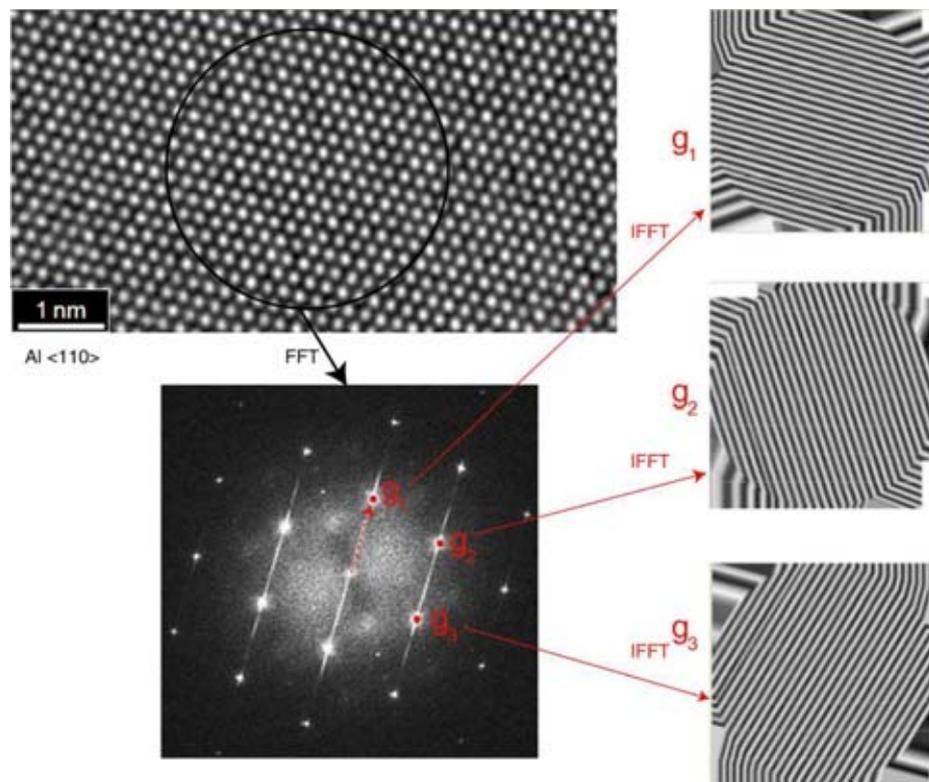


Figure II-10 : Décomposition numérique d'une image en haute résolution en une somme d'images de franges d'interférences.

Pour un réseau réel, la composante de Fourier du vecteur réciproque  $\vec{g}$  est fonction de la zone considérée. Le coefficient  $H_{\vec{g}}$  de chaque famille de plans est alors décrit comme une fonction de la position  $\vec{r}$  dans l'espace direct. L'expression ( II-1 ) devient alors :

$$I(\vec{r}) = \sum_{\vec{g}} A_{\vec{g}}(\vec{r}) \exp[iP_{\vec{g}}(\vec{r})] \exp(2\pi\vec{g} \cdot \vec{r}) \quad (\text{II-3})$$

Dans l'espace de Fourier, il est possible d'isoler une famille de plans  $\pm\vec{g}$  en utilisant un masque fréquentiel. La taille du masque utilisé définit la résolution spatiale avec laquelle il est possible d'isoler une famille de plans dans l'espace réel. Nous avons le plus souvent utilisé un masque de  $0,5 \text{ nm}^{-1}$  induisant une résolution meilleure que 2 nm. Le calcul de la transformée de Fourier inverse (IFFT) donne une image filtrée ne contenant que la distribution d'intensité de la famille de plans diffractant considérée :

$$B_{\vec{g}}(\vec{r}) = H_{\vec{g}}(\vec{r}) \exp(2\pi\vec{g} \cdot \vec{r}) + H_{-\vec{g}}(\vec{r}) \exp(-2\pi\vec{g} \cdot \vec{r}) \quad (\text{II-4})$$

Or en présence de variation dans l'image de franges, la relation :  $H_{\vec{g}} = H_{-\vec{g}}^*$  est vérifiée. Donc l'équation ( II-4 ) devient :

$$B_{\vec{g}}(\vec{r}) = A_{\vec{g}}(\vec{r}) \exp[iP_{\vec{g}}(\vec{r})] \exp(2\pi\vec{g} \cdot \vec{r}) + A_{\vec{g}}(\vec{r}) \exp[-iP_{\vec{g}}(\vec{r})] \exp(-2\pi\vec{g} \cdot \vec{r}) \quad (\text{II-5})$$

Soit dans l'espace réel :

$$B_{\vec{g}}(\vec{r}) = 2A_{\vec{g}}(\vec{r}) \cos[2\pi\vec{g} \cdot \vec{r} + P_{\vec{g}}(\vec{r})] \quad (\text{II-6})$$

où  $A_{\vec{g}}(\vec{r})$  décrit le contraste de l'image et  $P_{\vec{g}}(\vec{r})$  décrit les déplacements des plans atomiques.

S'il existe un champ de déplacement  $\vec{u}$  dans un réseau cristallin parfait, la position de la rangée atomique est telle que  $\vec{r} \rightarrow \vec{r} - \vec{u}$ . L'intensité de l'image filtrée devient alors :

$$B_{\vec{g}} = 2A_{\vec{g}}(\vec{r}) \cos[2\pi\vec{g} \cdot (\vec{r} - \vec{u})] = 2A_{\vec{g}}(\vec{r}) \cos[2\pi\vec{g} \cdot \vec{r} - 2\pi\vec{g} \cdot \vec{u}(\vec{r})] \quad (\text{II-7})$$

En égalisant l'équation ( II-6 ) et ( II-7 ), la relation entre déphasage et déplacement apparaît :

$$\boxed{P_{\vec{g}}(\vec{r}) = -2\pi\vec{g} \cdot \vec{u}(\vec{r})} \quad (\text{II-8})$$

Pour que la mesure du champ de déplacement  $\vec{u}(\vec{r})$  soit cohérente, il est nécessaire de déterminer une référence pour  $\vec{g}$ , mesurée dans une zone sans contrainte et sans gradient de phase (Figure II-11). Pour cela, une zone de référence du vecteur  $\vec{g}$  du réseau réciproque doit être sélectionnée sur l'image dans le réseau réel. Cette zone de référence doit être prise loin de toute source de déformation afin d'éliminer les gradients de phases.

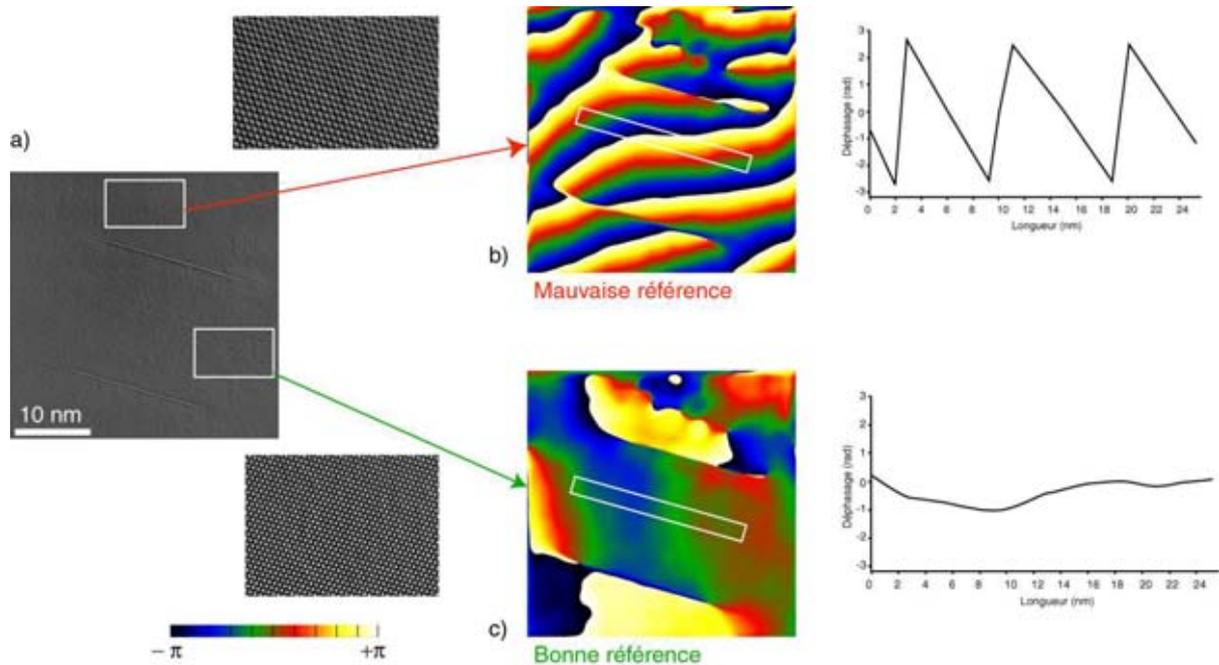


Figure II-11 : a) Image en haute résolution d'un aluminium 2108-T8 et calcul de la phase suivant  $\vec{g}_1$  ; b) Mauvais choix de référence entraînant un gradient de phase suivant  $\vec{r}$  ; c) Bon choix de référence, la phase décrit bien les déplacements des plans atomiques.

Une fois la référence bien choisie, les déphasages mesurés sont uniquement dus aux déformations du cristal, dans la mesure où l'image haute résolution 2D est considérée comme une projection parfaite du réseau 3D cristallin.

Soit  $u_{\vec{g}}(\vec{r})$ , la composante de  $\vec{u}(\vec{r})$  dans la direction  $\vec{g}$  et en rappelant que  $\|\vec{g}\| = 1/d$  la relation ( II-8 ) peut s'exprimer comme :  $P_{\vec{g}}(\vec{r}) = -2\pi \frac{u_{\vec{g}}(\vec{r})}{d}$  d'où  $u_{\vec{g}}(\vec{r}) = -\frac{P_{\vec{g}}(\vec{r}) \cdot d}{2\pi}$ . Ainsi, le champ de déplacement, dans le plan perpendiculaire au faisceau d'électrons, peut être exprimé en choisissant une base de deux vecteurs  $(\vec{g}_1, \vec{g}_2)$  non colinéaires. L'expression de  $\vec{u}(\vec{r})$  devient :

$$\vec{u}(\vec{r}) = -\frac{1}{2\pi} [P_{\vec{g}_1}(\vec{r})\vec{a}_1 + P_{\vec{g}_2}(\vec{r})\vec{a}_2] \quad (\text{II-9})$$

où  $\vec{a}_1$  et  $\vec{a}_2$  sont les vecteurs formant la base du réseau direct tels que  $\vec{a}_i \cdot \vec{g}_j = \delta_{ij}$

Ainsi, l'analyse par GPA d'une image en haute résolution permet, à partir de seulement deux directions non colinéaires, de déterminer les déphasages dans le plan de l'image qui sont proportionnels aux déplacements (Figure II-12 a)).

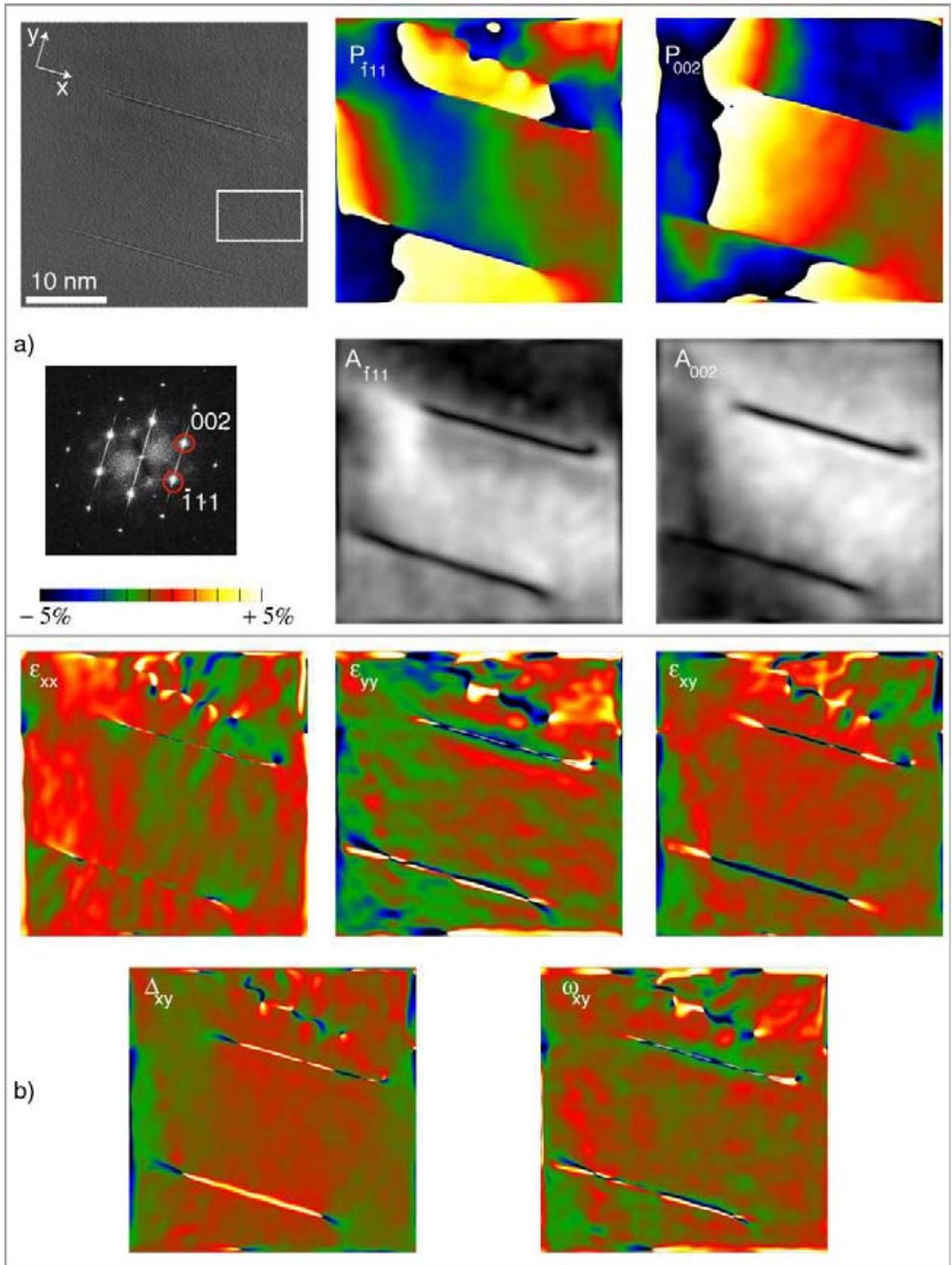


Figure II-12: Exemple de mesure des champs de déformations autour des précipités  $T_1$  dans l'alliage AA2198-T8 ; a) Image en haute résolution et calcul des phases et amplitudes suivant deux directions :  $\bar{1}11$  et 002 ; b) Détermination des champs de déformations  $\epsilon_{ij}$  dans le repère (O,x,y) ,  $\omega_{ij}$  le terme de rotation et  $\Delta_{ij}$  la déformation moyenne des mailles.

## II.3.2 Déformations

La technique GPA permet de mesurer localement les déplacements d'un réseau cristallin déformé par rapport à un réseau parfait. La dérivée de ces déplacements donne la déformation (Figure II-12 b)) et peut être décrite par les 3 équations suivantes :

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1}{2} \left( \frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right) \quad (\text{II-10})$$

$$\Delta_{ij} = \frac{1}{2} \left( \frac{\partial u_i}{\partial x_i} + \frac{\partial u_j}{\partial x_j} \right) \quad (\text{II-11})$$

$$\omega_{ij} = \frac{1}{2} \left( \frac{\partial u_j}{\partial x_i} - \frac{\partial u_i}{\partial x_j} \right) \quad (\text{II-12})$$

où  $\varepsilon_{ij}$  représentent les termes de contraction et de cisaillement,  $\Delta_{ij}$  la déformation moyenne de la maille et  $\omega_{ij}$  la terme de rotation du système (rigid-body rotation). La précision sur la mesure des déplacements locaux des colonnes atomiques influence celle des distorsions de réseau. La précision sur les déplacements est de l'ordre du picomètre (Hytch et al. 2003) ce qui se traduit par une précision sur la déformation de l'ordre de 0,2%. Les images en haute résolution utilisées pour les mesures de déformations utilisant GPA doivent être exemptes de déformations dues aux conditions d'observations (déformations des lentilles électromagnétiques, des caméras) et à la préparation des échantillons.

## II.3.3 Résolution spatiale et erreur commise sur la mesure

Le grandissement utilisé doit être adapté à la taille des précipités observés et doit permettre la sélection d'une zone de référence « non perturbée » suffisamment grande. L'influence du grandissement sur la qualité du traitement des phases est négligeable (Hüe 2008 §IV.3.) tant que la résolution atomique est conservée. Avec la pratique, un grandissement de 440 000 s'est avéré être le plus approprié.

Avant d'appliquer un traitement GPA, l'image est nettoyée numériquement pour enlever une partie du bruit qui peut être dû au gain de la caméra, aux franges d'épaisseurs du matériau ou à l'amorphe qui peut se déposer pendant la préparation des échantillons. La taille du masque utilisé dans le traitement de la FFT (II.3.1) est calibrée de manière à réduire considérablement le bruit restant mais conditionne la résolution spatiale. Dans cette étude, la taille du masque employé est de  $0,5 \text{ nm}^{-1}$  ce qui induit une résolution spatiale dans l'espace réel assez grande mais néanmoins meilleure que 2nm: une valeur moyenne est calculée sur des zones de 0,5 nm de diamètre. La taille du masque est donc le facteur limitant de la mesure mais lisse les fluctuations de l'image.

Malgré toutes les précautions prises pour limiter le bruit, il reste présent sur les images de déformation, même pour celles réalisées à partir d'une micrographie en haute résolution de très bonne qualité. La méthode GPA ne semble pas offrir la possibilité d'abaisser les fluctuations de mesures inhérentes au bruit. Le choix de la zone de travail est d'une importance capitale.

Plusieurs valeurs sont données par la littérature pour l'erreur commise sur la mesure par la méthode GPA. Tirry et al. (Tirry & Schryvers 2009) et Douin et al. (Douin et al. 2010) signalent que, pour une résolution spatiale de 2 nm, l'erreur, définie comme la déviation standard de la déformation mesurée sur une aire de  $5 \times 5 \text{ nm}^2$ , varie de 0,1% à 0,2%. Hüe (Hüe 2008) indique que l'erreur commise est de 0,3% pour des mesures de déformations allant de 1 à 3% avec un masque de  $1 \text{ nm}^{-1}$ . Les déformations mesurées dans cette étude sont dans cette gamme mais la taille du masque est de  $0,5 \text{ nm}^{-1}$ .

## II.4 Micromécanique utilisant la FFT (Fast Fourier Transform)

Les champs élastiques locaux imposés par plusieurs inclusions dans un milieu élastique peuvent être estimés par les modèles d'Eshelby (Eshelby 1957). De tels modèles ne sont pas suffisants car ils ne permettent pas de simuler de manière complète le système hétérogène (matrice et inclusions). Moulinec et Suquet (Moulinec & Suquet 1998) ont développé une méthode numérique en micromécanique utilisant la FFT qui permet de modéliser les champs élastiques locaux dans le cas d'un matériau élastique biphasé pouvant contenir plusieurs variants d'inclusion et développé par B. Appolaire (Appolaire 2011). Il s'agit ici de décrire la philosophie de cet algorithme et les avantages qu'il possède sur les autres méthodes classiquement utilisées pour de telles modélisations plutôt que ses aspects techniques car la compilation de ce programme n'est pas l'objet de notre étude. Ce procédé nous permettra de modéliser les champs de déformation imposés à une matrice par une inclusion à 3 dimensions.

Classiquement, la modélisation des champs de déformation dans un objet est faite en utilisant la Méthode des Eléments Finis (MEF). Le procédé proposé par Moulinec et Suquet présente certains avantages par rapport à cette méthode. Il peut s'appliquer à des structures complexes et s'affranchit des questions de qualité de maillage représentatif de structures réelles (comme la microstructure) puisque cette analyse numérique est basée sur les séries de Fourier. Son efficacité est donc due aux calculs des FFT : la résolution des équations de micromécanique se fait dans l'espace de Fourier. Contrairement à la MEF, il n'est pas nécessaire de calculer ni d'inverser le tenseur des constantes d'élasticité du système. Ainsi, cet algorithme présente l'avantage de converger rapidement.

La réponse d'un matériau hétérogène sollicité par des déformations et contraintes macroscopiques peut être déterminée numériquement via la résolution d'un problème local sur un Elément de Volume Représentatif du système (REV). Plus précisément, cela consiste en la résolution numérique du principe fondamental de la mécanique statique sur le REV en utilisant la FFT. L'équation ( II-13 ) résulte de l'équilibre des contraintes au sein d'un élément de matière isotrope en l'absence de force extérieure :

$$\nabla \cdot \sigma_{ij}(x) = 0 \quad (\text{II-13})$$

où  $\sigma_{ijkl}(x)$  est le champ de contrainte local fonction de la position dans le REV.

L'équation ( II-14 ) relie les tenseurs de contraintes locales avec ceux de déformations locales au point x en considérant les deux phases comme purement élastiques et en imposant une déformation de transformation  $\varepsilon_{ij}^0$  aux inclusions :

$$\sigma_{kl}(x) = C_{ijkl}(x)(\varepsilon_{ij}(x) - \varepsilon_{ij}^0(x)) \quad (\text{II-14})$$

où  $C_{ijkl}(x)$  est le tenseur des constantes d'élasticité de la matrice ou du précipité,  $\varepsilon_{ij}(x)$  est le champ de déformation local fonction de la position dans le REV et  $\varepsilon_{ij}^0(x)$  est la déformation libre en fonction de la position dans le REV. Ce dernier terme correspond, par exemple, à la déformation que l'inclusion aurait si elle était retirée du système étudié et évoluait sans ressentir l'influence de la matrice. Les équations (II-13) et (II-14) et les conditions de périodicité définissent complètement le problème local à résoudre. La résolution de ces équations est possible en élasticité isotrope et anisotrope. Ainsi, les champs de déformations créés dans une matrice par la présence d'une inclusion sont modélisés seulement à partir de la forme, la taille et la position de l'inclusion, des tenseurs des constantes d'élasticité de la matrice et du précipité, et de la déformation libre du précipité. Cette technique d'analyse numérique permet également de modéliser les interactions entre plusieurs variants de précipités. Des détails techniques complémentaires sont donnés en Annexe (A.2).

Moulinec et Suquet soulignent que la convergence du modèle n'est pas assurée pour des matériaux contenant du vide ou des inclusions rigides. De plus, les nombreux degrés de liberté du système imposent d'utiliser cet algorithme sur des ordinateurs ayant une grande capacité de mémoire.

## II.5 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons tout d'abord détaillé la composition d'alliage AA2198 ainsi que le traitement thermomécanique T8 qui lui est associé. Puis les particularités des microscopes électroniques en transmission utilisés pour cette étude ont été décrites. Le SACTEM peut être utilisé pour observer l'échantillon en axe de zone [110], à condition que les distorsions attribuées à sa caméra soient systématiquement retranchées aux images de phases. Les avantages techniques du TITAN<sup>3</sup> en font un bon candidat pour les observations en axe de zone [12].

Nous avons choisi de mesurer et de modéliser à l'échelle atomique les champs de déformation au voisinage proche des précipités durcissant. Pour ce faire, les champs de déformation induits par les précipités sont mesurés avec GPA à partir d'images en MEHR. La méthode GPA est fiable, à condition que la zone étudiée et la taille du masque soit correctement choisies. Les principaux inconvénients de ce traitement sont inhérents à la préparation des échantillons. L'utilisation du microscope n'a, en effet, que peu d'influence sur la mesure de déformation si les distorsions attribuées à la caméra sont supprimées lorsqu'elles sont importantes. La méthode GPA ne permet pas de supprimer complètement le bruit des images qui conduit à des fluctuations de mesures. Ceci sera discuté en III.5.2. La structure complexe de la phase  $T_1$  nous a conduit à choisir une méthode de modélisation numérique de ces champs basée sur la FFT.



# **Chapitre III Mesures et modélisations des champs de déformation au voisinage des extrémités des précipités**

La microscopie électronique en transmission, associée à la méthode GPA, ne permet pas d'obtenir simplement la composante du champ de déplacement parallèle au faisceau d'électrons. En effet, l'image obtenue est une projection, perpendiculairement au faisceau d'électrons, de l'échantillon. Seules les composantes des déformations dans le plan perpendiculaire au faisceau d'électrons peuvent donc être trouvées à partir de l'image en MEHR.

Après avoir identifié les différentes phases présentes dans l'alliage d'aluminium AA2198T8, ce chapitre est centré sur les phases  $T_1$ . Le cœur de cette étude consiste à mesurer puis à modéliser les champs de déformation imposés par ces précipités à la matrice, dans le plan de l'image MEHR. Dans l'intégralité de cette partie, nous nous intéressons uniquement aux déformations de la matrice située au voisinage des extrémités des précipités. Il s'agit alors de déterminer les cartes de déformations de la matrice selon deux inclinaisons, soit deux axes de zone différents de l'échantillon.

Dans un souci de fluidité de lecture, nous parlerons plutôt « d'extrémité de précipité » pour indiquer « la matrice d'aluminium située au voisinage des extrémités des phases  $T_1$  ». Les axes de zone sont toujours décrits par rapport au repère cristallographique de l'aluminium.

## III.1 Identification des précipités

L'étude bibliographique menée au chapitre I indique que seules les phases  $\theta'$ , S,  $\delta'$  et  $T_1$  sont susceptibles d'être rencontrées à cause des traitements thermiques appliqués à l'alliage d'aluminium étudié, ainsi que des rapports des concentrations des différents éléments présents. La phase  $\theta'$  se présente sous forme de plaquettes dans les plans  $\{100\}$  de la matrice alors que les plaquettes de phase S se positionnent dans les plans  $\{021\}$ . Les lentilles de phase  $T_1$  se trouvent dans les plans  $\{111\}$ . La phase  $\delta'$  se différencie des autres de part sa forme sphérique. Nous proposons ici une description des phases observées dans le matériau de cet étude, à l'échelle micro puis nanométrique, en mettant en valeur certains détails des micrographies.

### III.1.1 Phases $\theta'$ et $T_1$ mises en évidence par la MET conventionnelle

La MET conventionnelle est la technique expérimentale la plus appropriée pour une première découverte des phases présentes dans un échantillon. L'étude complémentaire des micrographies et des clichés de diffraction permet d'identifier ces précipités. Les Figure III-1 et Figure III-2 sont des micrographies obtenues en champ sombre avec un MET en axe de zone  $\langle 011 \rangle$ .

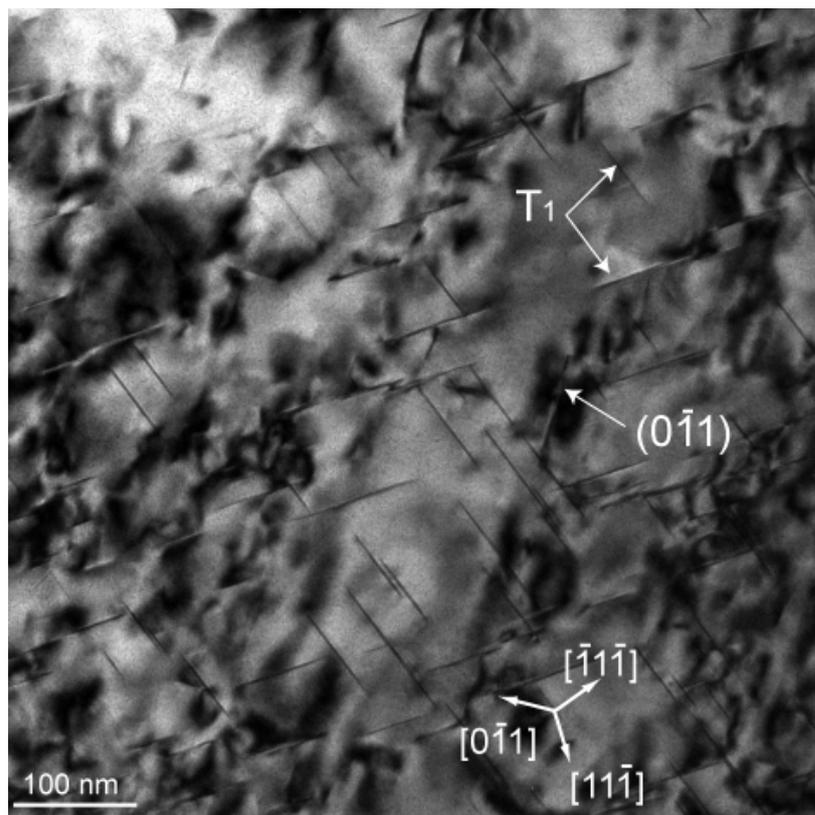


Figure III-1 : Image en MET conventionnelle en axe de zone  $\langle 011 \rangle$  de l'échantillon AA2198T8 ; mise en évidence de la présence de deux variants (visibles debouts) de phase  $T_1$  et d'un variant de phase non identifié, mais positionné dans un plan  $(0\bar{1}1)$ .

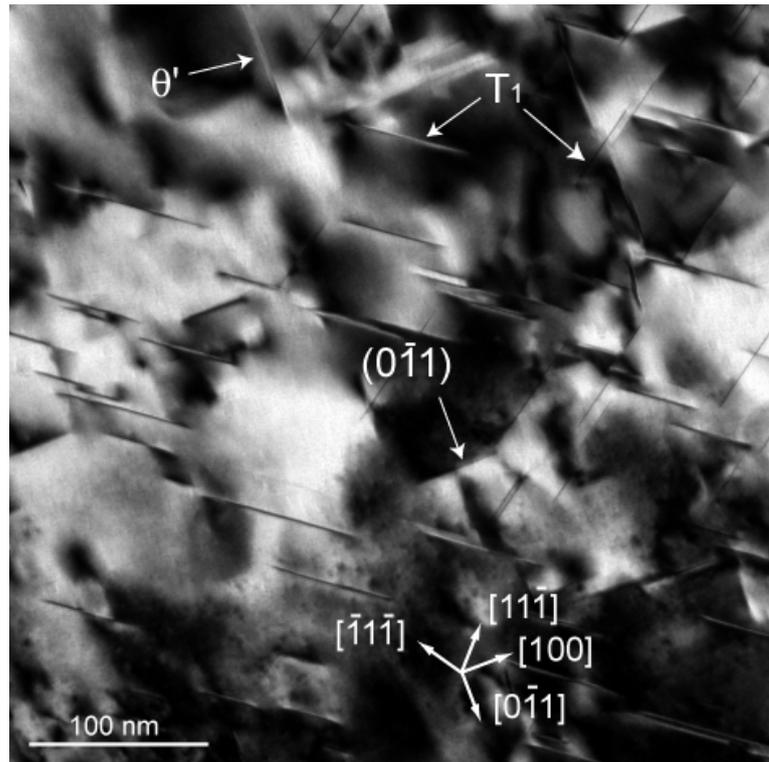


Figure III-2 : Image en MET conventionnelle en axe de zone  $\langle 011 \rangle$  de l'échantillon AA2198T8 ; mise en évidence de la présence de deux variants (visibles debouts) de phase  $T_1$ , d'un variant de phase  $\theta'$  et d'un variant de phase non identifié, mais positionné dans un plan  $(0\bar{1}1)$ .

L'observation de ces deux images indique que les précipités sont nombreux et ont une taille de l'ordre de 80 nm. L'analyse des micrographies et du diagramme de diffraction permet l'identification des phases présentes. Deux variants des phases  $T_1$  sont ainsi identifiés sur les Figures III-1 et III-2, les deux autres sont inclinés dans la lame. Une phase  $\theta'$  est également mise en évidence par ces clichés ainsi qu'une phase non identifiée positionnée dans le plan  $(0\bar{1}1)$ .

Une attention toute particulière est portée à la matrice car elle abrite les dislocations. Néanmoins, il est très compliqué d'observer ces dislocations en mode conventionnel à cause du grand nombre de précipités à l'origine de contraintes internes qui perturbent leur mise en évidence. Sur les clichés pris en microscopie conventionnelle (Figures III-1 et III-2), les contrastes dans la matrice sont perturbés au voisinage des précipités. Des contrastes inhabituels sont également repérés et encerclés en blanc sur des images en haute résolution comme sur la Figure III-3 : loin des précipités, la matrice est constituée d'une alternance de tâches blanches et noires ; près des précipités, la matrice semble comme enfoncée ou surélevée ; l'alternance de points blancs et noirs n'est plus assurée. Ces phénomènes seront étudiés en détails dans la suite de ce chapitre puisqu'il s'agit des champs de déformation imposés par les précipités sur la matrice.

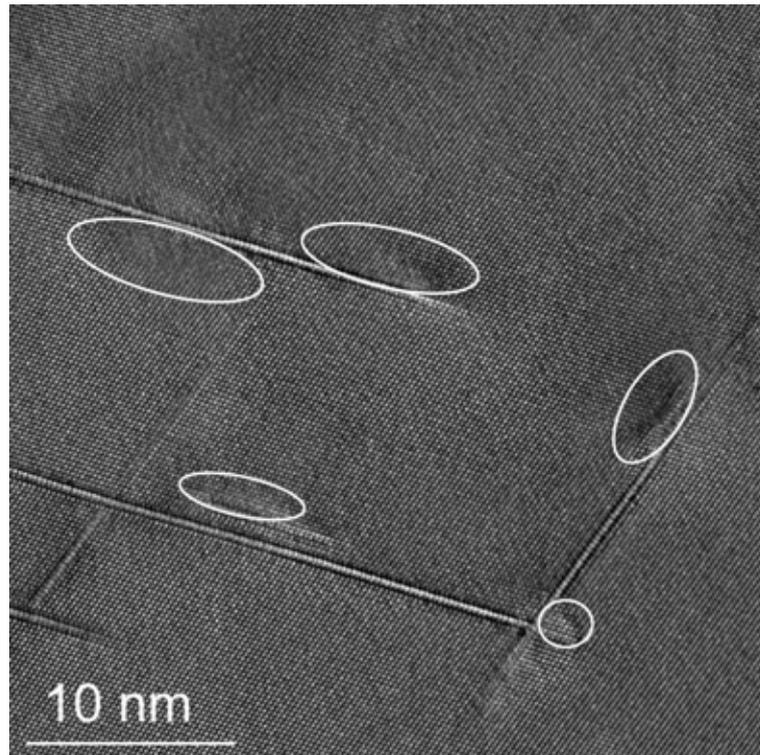


Figure III-3 : AA2198T8 observé en MEHR : mise en évidence des contrastes inhabituels de la matrice. Le faisceau d'électrons est aligné avec une direction <110> de la maille d'aluminium.

## III.1.2 Phases $\delta'$ et $T_1$ mises en évidence par la MEHR

### III.1.2.1 Phase $\delta'$

Sur la Figure III-4, un précipité  $T_1$  est présent mais une phase plus discrète est également visible dans la matrice pour l'axe de zone <110> (image (a)) et <112> (image (e)). Afin de la mettre en évidence, la transformée de Fourier de la micrographie est calculée (image (b)). Les composantes du réseau de franges de la matrice sont supprimées en appliquant un masque sur la FFT ; seules les composantes du réseau de franges des précipités sont conservées. Après application du masque, la transformée de Fourier inverse (notée IFFT : Inverse Fast Fourier Transform) donne l'image des précipités dans l'espace réel sur laquelle la matrice est « supprimée » numériquement. La phase différente de  $T_1$  est encerclée en blanc sur les images (c) et (f). Elle est donc de forme sphérique indépendamment des directions d'observations. L'image (d) met en évidence la structure cubique de ce précipité. Les réseaux de la matrice et de cette phase sont cohérents. Il s'agit bien d'un précipité  $\delta'$ , seule phase à morphologie sphérique parmi celles potentiellement présentes (cf chapitre I paragraphe I.1.2.3.).

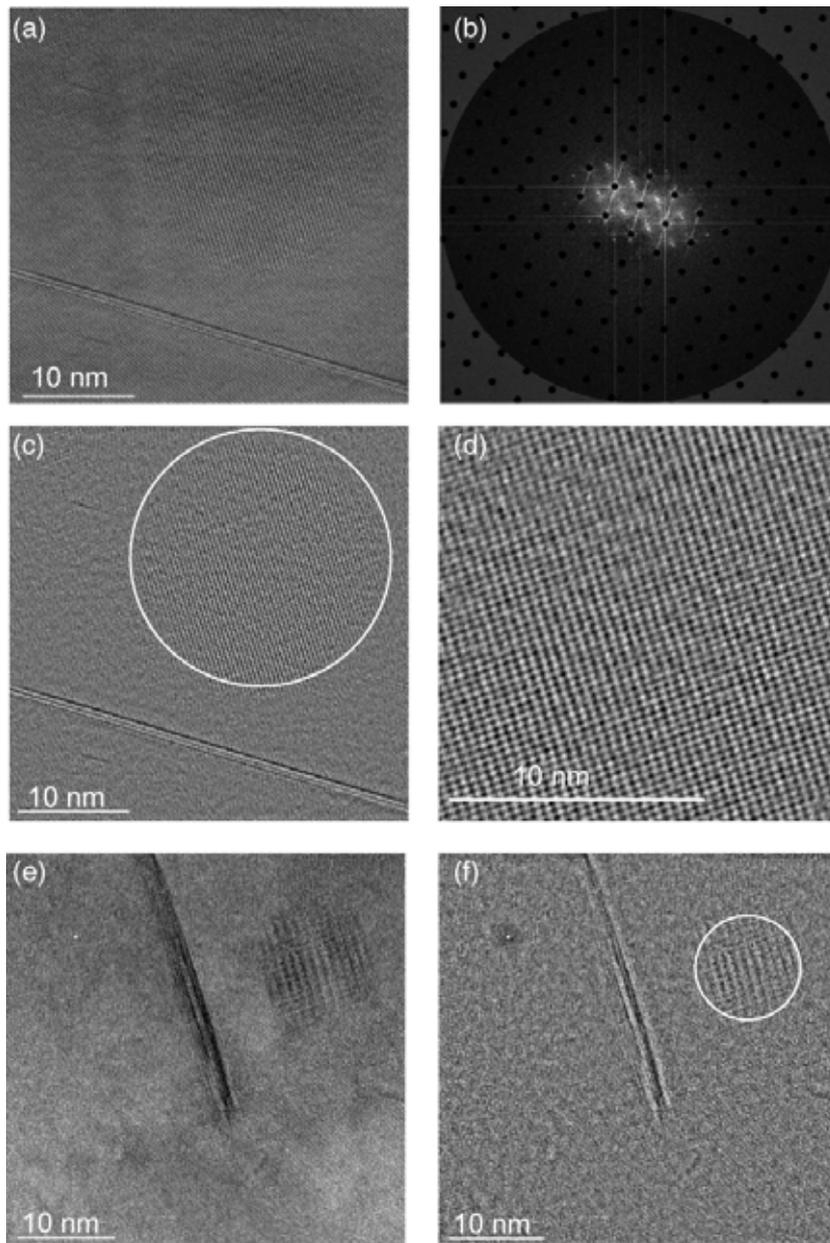


Figure III-4 : Mise en évidence de deux phases observées en MEHR dans AA2198T8 : (a) : micrographie en axe de zone  $\langle 110 \rangle$  ; (b) : FFT de l'image (a) et application d'un masque supprimant les vecteurs d'ondes de la matrice ; (c) : IFFT de (b) et phase  $\delta'$  encerclée en blanc ; (d) : agrandissement de la phase  $\delta'$  ; (e) : micrographie en axe de zone  $\langle 112 \rangle$  ; (f) : IFFT de la FFT de l'image (e), phase  $\delta'$  encerclée en blanc.

### III.1.2.2 Les précipités $T_1$

En zoomant sur les phases  $T_1$ , nous découvrons que les traits fins observés en MET conventionnelle, ont en réalité une épaisseur non négligeable. La Figure III-5 propose une sélection de micrographies représentatives des observations réalisées en axe de zone  $\langle 110 \rangle$ . Ces images fournissent un grand nombre d'informations. Il s'agit ici de donner quelques caractéristiques essentielles que l'on peut déduire.

Les précipités se présentent globalement sous la forme d'un trait noir entouré de deux traits blancs. Les images de cette Figure III-5 montrent que les précipités interagissent de manière caractéristique. Il existe des distances particulières séparant deux précipités qui sont dans les mêmes plans ou dans des plans différents. Ces interactions créent des champs de déformation dans la matrice, qui peuvent influencer le comportement des dislocations. Les phénomènes de croissance des phases  $T_1$  sont également influencés par ces interactions, comme le laisse supposer, par exemple, le plus petit précipité de l'image (d) de la Figure III-5. L'étude des interactions entre précipités ne constitue pas le cœur de cette étude mais plutôt une perspective à moyen terme. Une statistique sur la distance séparant les précipités, ainsi que l'étude de la nature des déformations induites par ces interactions et leurs modélisations est proposée dans le chapitre VI, paragraphe VI.2.

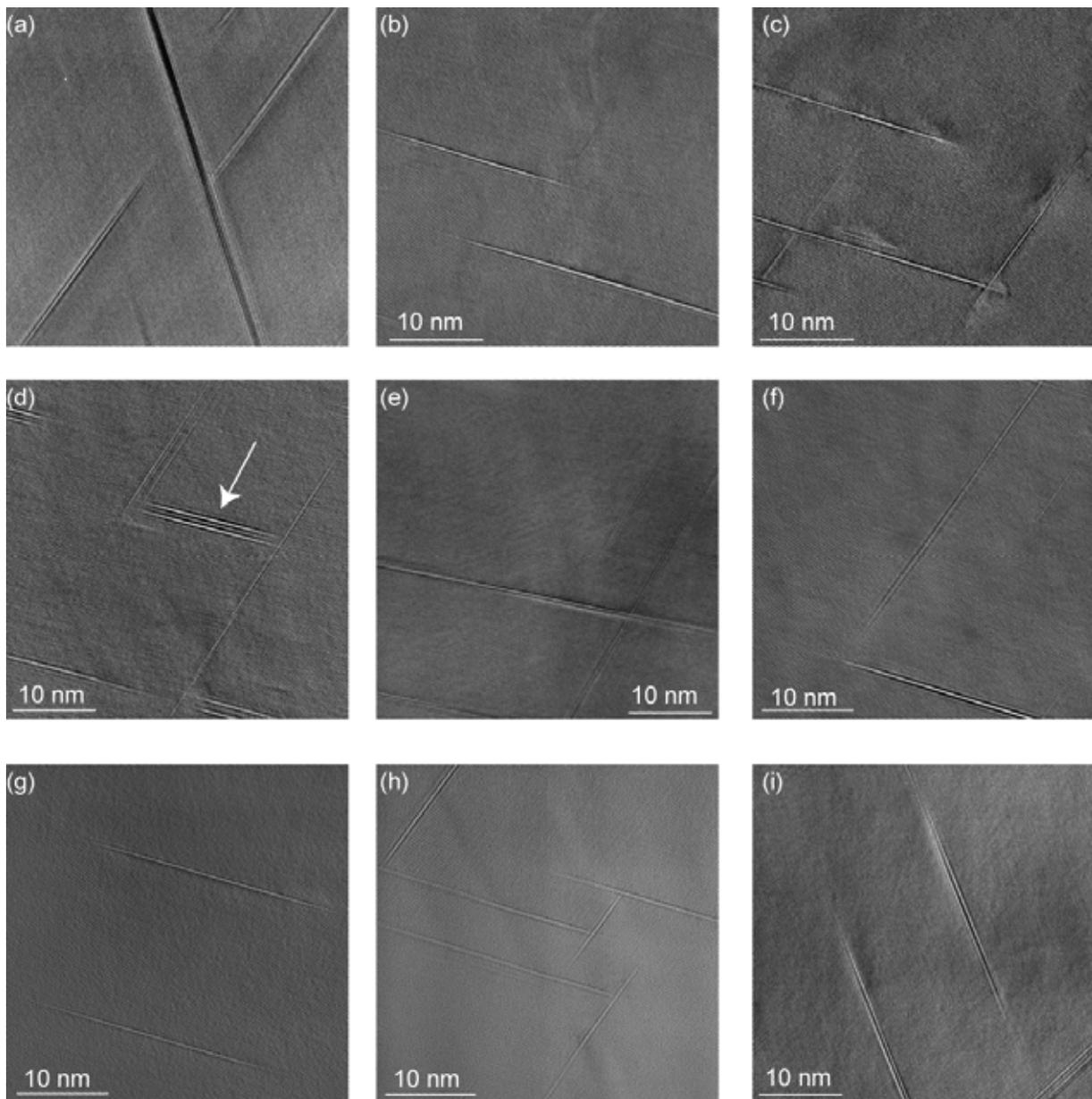


Figure III-5 : Images de précipités observés en MEHR en axe de zone  $\langle 110 \rangle$ .

La Figure III-6 propose une nouvelle sélection de précipités observés cette fois-ci suivant l'axe de zone  $\langle 112 \rangle$ . Globalement, ils apparaissent plus épais que sur les images précédentes. Le même type de configuration des interactions est retrouvée pour cette nouvelle orientation l'échantillon. La comparaison de la Figure III-5 avec la Figure III-6 montre qu'il est plus difficile d'imager les colonnes atomiques de la matrice d'aluminium en axe de zone  $\langle 112 \rangle$  qu'en axe de zone  $\langle 110 \rangle$  à cause de l'inclinaison de l'échantillon. Ainsi, en fonction de l'orientation de l'échantillon et afin de mener des études quantitatives précises, nous avons été amenés à utiliser un MET plus performant.

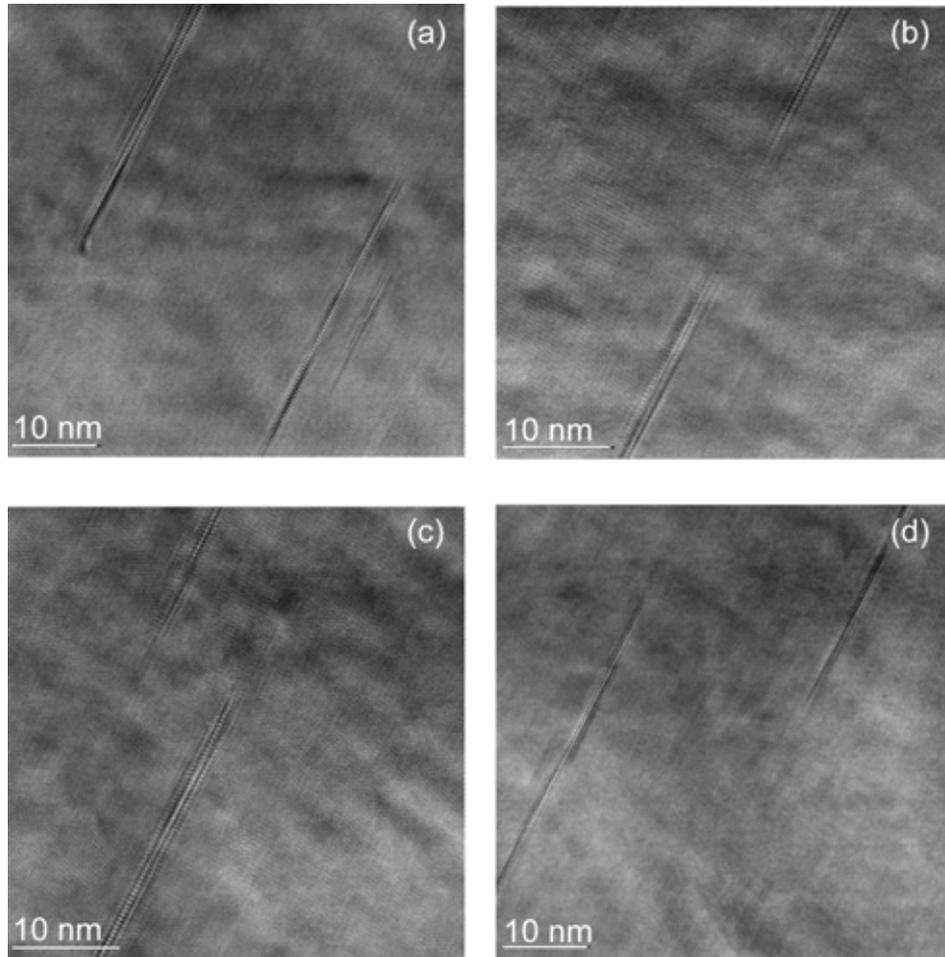


Figure III-6 : Images de précipités observés en MEHR en axe de zone  $\langle 112 \rangle$ .

L'étude de la structure interne du précipité s'avère plus complexe. En agrandissant les images précédentes, il est possible de voir que l'intérieur du précipité n'est pas constitué du même nombre de plans (Figure III-7). Par exemple, le précipité de l'image (b) est clairement composé de trois plans atomiques. Sur l'image (a), le précipité en contient plutôt deux. L'observation de l'intérieur du précipité en axe de zone de type  $\langle 112 \rangle$  montre une structure complexe pour cette orientation (image (d)).

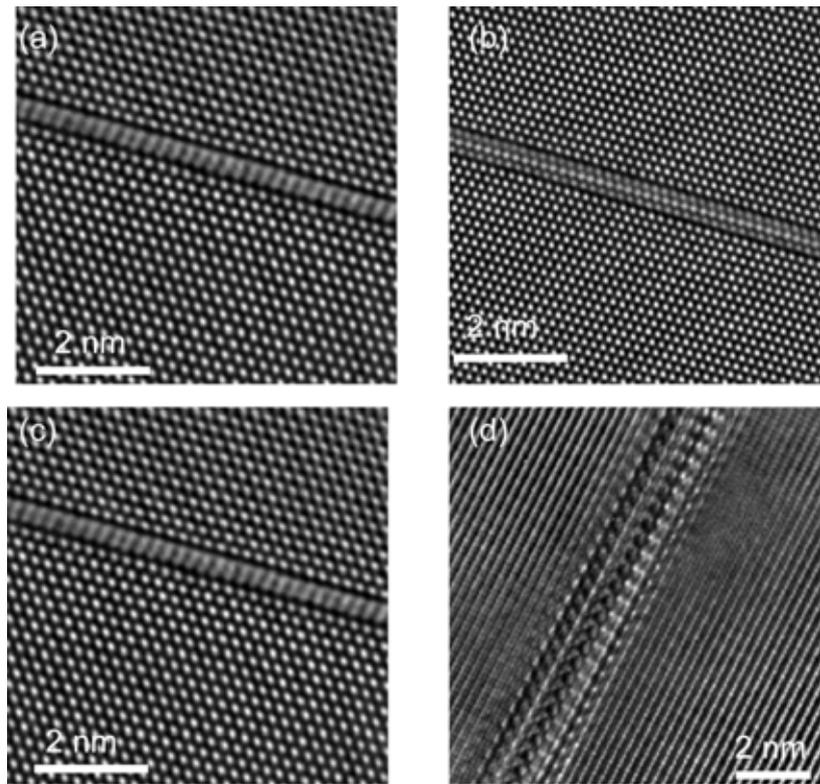


Figure III-7 : Agrandissements de l'intérieur des précipités observés en axe de zone  $\langle 110 \rangle$  en (a), (b) et (c) et  $\langle 112 \rangle$  en (d).

### III.1.3 Conclusion

Trois phases sont visibles en MET conventionnelle et en haute résolution parmi celles potentiellement présentes :  $T_1$ ,  $\theta'$  et  $\delta'$ . Les précipités  $T_1$  sont les plus nombreux et les acteurs majeurs du durcissement structural par précipitation de par leur taille importante et leur densité. Nous nous concentrerons donc, au cours cette étude, sur cette phase. La phase S n'est pas observée en MEHR dans cette étude.

La mise en évidence des phases présentes, grâce aux techniques avancées de microscopie électronique en transmission, est un premier résultat. En effet, le paragraphe, I.1.2 de l'étude bibliographique menée au chapitre I, indique que les phases  $T_1$ , S,  $\theta'$  et  $\delta'$  sont potentiellement présentes. Le diagramme de phase (Hardy & Silcock 1955), présenté au paragraphe II.1.1 du chapitre II, ne donnait que  $T_1$  et  $\theta'$  comme phases visibles. Decreus (Decreus 2010) a montré que ce diagramme de phase n'est pas pertinent, puisqu'il a observé, par MET, DSC (Calorimétrie Différentielle à Balayage) et SAXS (Diffusion des rayons-X aux petits angles) des phases  $T_1$  et  $\theta'$ . Il n'a pas pu mettre en évidence de phase S ou  $\delta'$ . Si des inclusions S n'ont pas pu être identifiées dans cette étude, les trois autres phases potentiellement présentes l'ont été. Une phase, qui n'est pas citée dans la littérature et qui se présente sous forme de plaquette ou de disque dans les plans  $\{011\}$  a été observée.

## III.2 Mesures de déformations

La mesure de la déformation se fait systématiquement en fonction d'une zone de référence matérialisée par un rectangle blanc sur les images de phases et prise aussi loin que possible de toutes sources de déformations. Nous mesurons  $\varepsilon_{xx}$  et  $\varepsilon_{yy}$  en fixant la direction  $x$  suivant le plus grand axe du précipité ; la direction  $y$  lui est perpendiculaire. Le cisaillement  $\varepsilon_{xy}$  dans ce plan est également déterminé. Une micrographie représentative est sélectionnée parmi un ensemble d'images de différentes zones d'un même échantillon.

Les résultats expérimentaux sont décrits, dans cette partie, qualitativement. L'aspect quantitatif est développé, dans le paragraphe III.4, pour la comparaison des modélisations des champs de déformation avec ceux mesurés.

### III.2.1 Axe de zone [110]

L'image en haute résolution de la Figure III-8(a) réunit toutes les conditions pour un traitement des phases géométriques exploitable : le contraste est marqué, l'épaisseur de l'échantillon semble uniforme, la micrographie présente très peu d'aberration et d'inversion de contraste. Cette image est un exemple de deux précipités  $T_1$  de l'alliage AA2198, choisis pour leur représentativité. Les précipités sont vus debout et il n'est possible d'imager par MEHR que la projection, perpendiculairement au faisceau d'électron, de ces inclusions. Cette micrographie a été réalisée sur le SACTEM.

Il existe un module d'extension de la méthode GPA dans le logiciel Gatan Digital Micrograph. Bien que le calcul des phases soit réalisé avec la transformée de Fourier complexe, cette grandeur n'est pas affichée puisqu'il faudrait montrer son amplitude et sa phase. Pour cette raison, le spectre de puissance de l'image ( $=TF \times TF^*$ ) est plutôt calculé puis visualisé (Figure III-8(b)). Ses composantes sont très intenses et se distinguent nettement du fond continu. Les images de phases sont obtenues pour les franges des plans  $(\bar{1}11)$  et  $(002)$  (Figure III-8(c) et (d)). Un saut de phase est observé à la traversée des précipités. La zone considérée comme exempte de déformation et qui sert de référence ( $\varepsilon = 0$ ) est définie par un rectangle blanc.

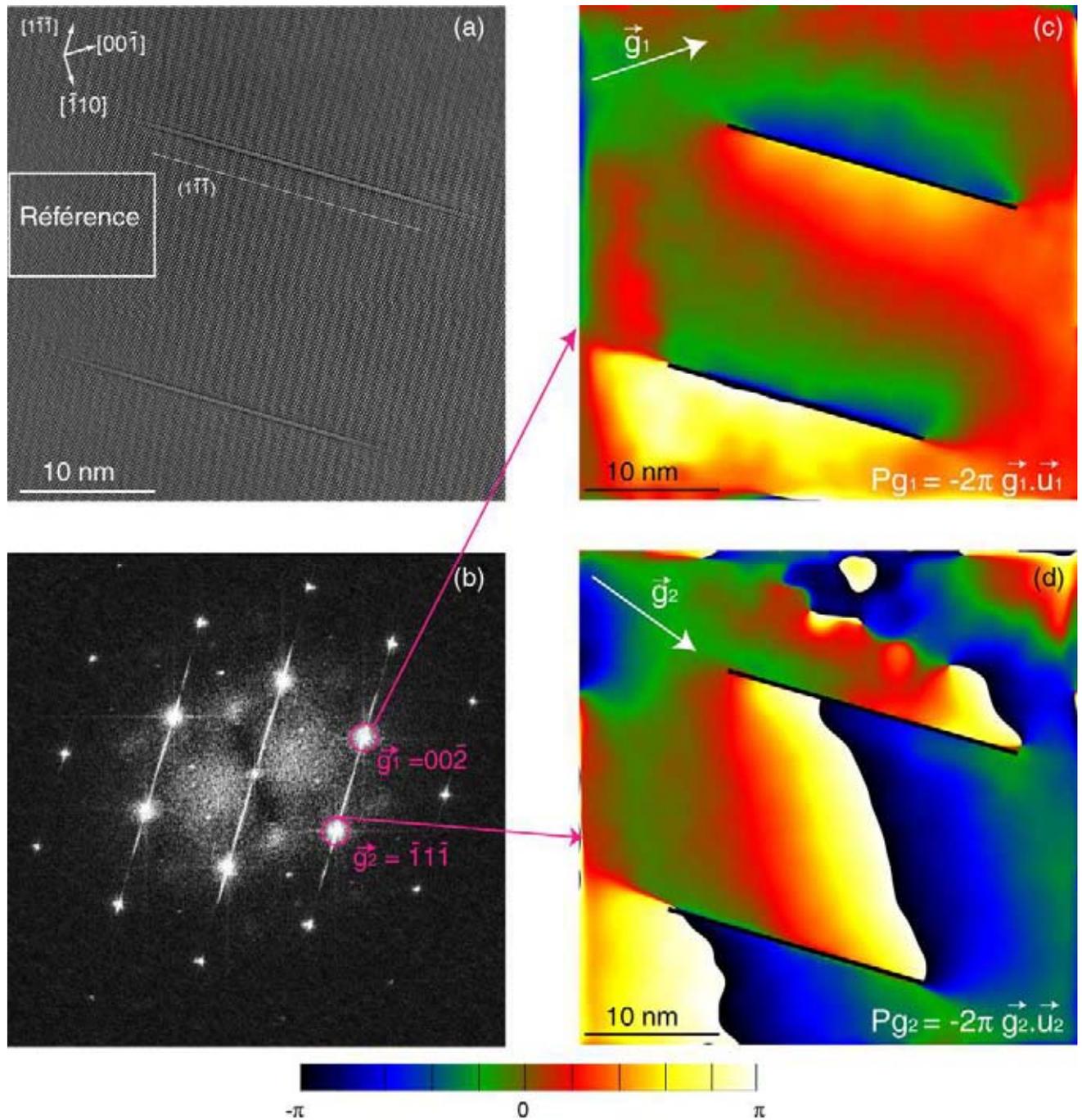


Figure III-8 : (a) Image en MEHR en axe de zone  $[110]$  de deux précipités  $T_1$  ; (b) Spectre de puissance de l'image en haute résolution : mise en évidence des vecteurs d'ondes  $\vec{g}_1 = 00\bar{2}$  et  $\vec{g}_2 = \bar{1}1\bar{1}$  ; (c) Image de phase mesurée pour  $\vec{g}_1$  : le champ de déplacement  $\vec{u}_1$  parallèle à  $\vec{g}_1$  est déduit de cette image ; (d) Image de phase mesurée pour  $\vec{g}_2$  : le champ de déplacement  $\vec{u}_2$  parallèle à  $\vec{g}_2$  est déduit de cette image.

Les déphasages attribués à la caméra sont supprimés des images de phases. A partir des images corrigées, le champ de déformation dans la matrice est calculé en considérant l'axe  $x$  parallèle à la trace du plan  $(1\bar{1}\bar{1})$  de la matrice d'aluminium, soit la direction  $[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]$  et l'axe  $y$  suivant la direction  $[1\bar{1}\bar{1}]$ . La déformation longitudinale, transverse et le cisaillement mesurés dans la matrice sont donnés en Figure III-9. Elles sont particulièrement bien visibles sur la phase  $T_1$  située en bas de l'image. Nous pouvons noter la présence, en extrémités de précipités, de lobes, pour  $\varepsilon_{xx}$  et  $\varepsilon_{yy}$  et de flambeaux, pour  $\varepsilon_{xy}$ . Pour  $\varepsilon_{xx}$ , les mesures montrent une compressions ( $\varepsilon_{xx} \leq -5\%$ , en noir) et une dilatation ( $\varepsilon_{xx} \geq +5\%$ , en blanc) de la matrice aux deux extrémités du précipité. Les zones de compression et de dilatation s'échangent à l'autre extrémité d'un même précipité. Pour la composante  $\varepsilon_{yy}$ , les positions par rapport au précipité, de la compression et de la dilatation maximale, sont échangées en comparaison de celles observées sur  $\varepsilon_{xx}$ . La composante  $\varepsilon_{xy}$  montre un cisaillement positif de la matrice aux extrémités du précipité.

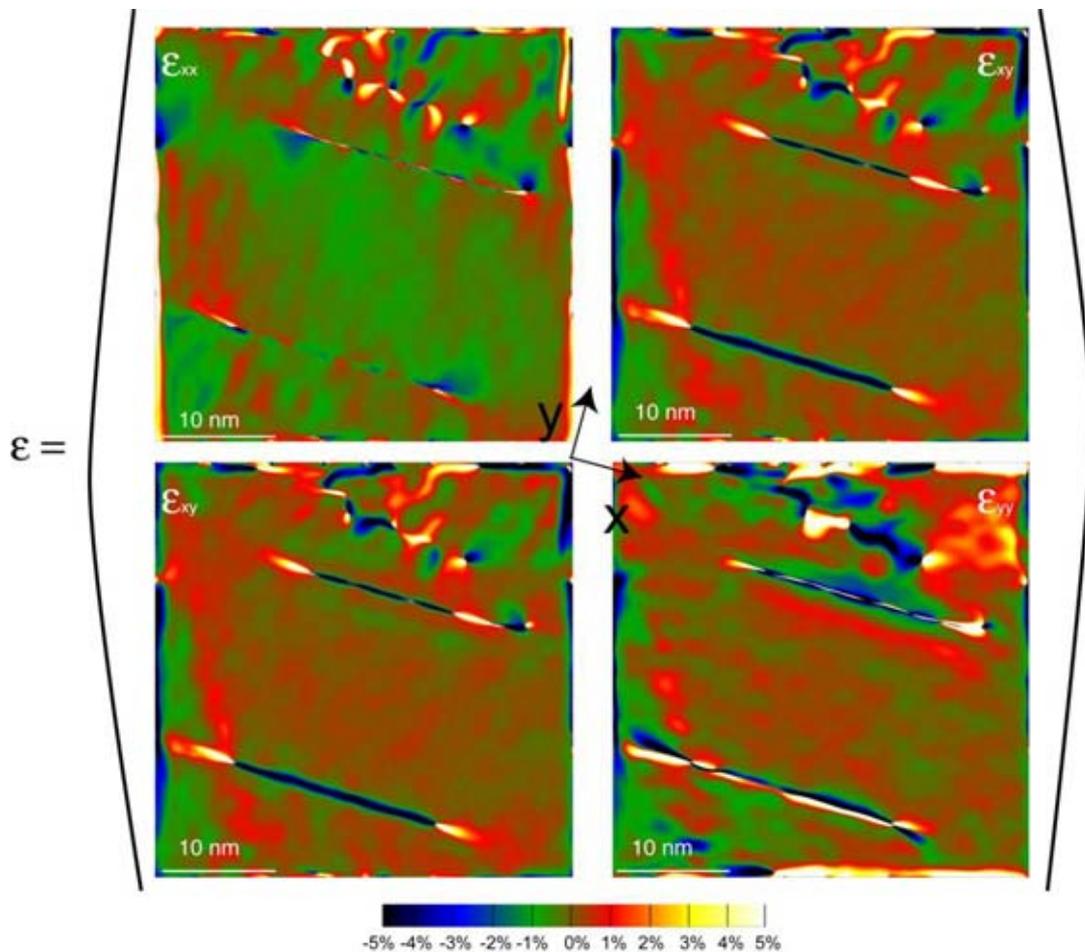


Figure III-9 : Calcul des déformations  $\varepsilon_{xx}$ ,  $\varepsilon_{yy}$  et  $\varepsilon_{xy}$  par l'analyse des phases géométriques à partir de l'image en haute résolution de la Figure III-8 en axe de zone  $[110]$ .

La Figure III-10 présente six autres micrographies de précipités  $T_1$  observés en haute résolution en axe de zone [110]. Les déformations longitudinales, transverses et le cisaillement sont mesurés par la méthode GPA de la même manière que pour le cas précédent. Les lobes de dilatation et de compression, repérés en extrémités de précipité sur le cas représentatif, sont à nouveau mis en avant sur la composante  $\varepsilon_{xx}$  de chaque micrographie (Figure III-11) avec un contraste plus ou moins bien marqué. Ces lobes sont également visibles sur  $\varepsilon_{yy}$  en extrémités de précipités mais sont nettement plus difficiles à distinguer (Figure III-12). Les images MEHR sont en effet plus bruitées, problème attribué à des inversions de contrastes liées à des variations d'épaisseur impliquant directement la préparation des échantillons et impactant la qualité de la mesure. Le flambeau observé sur  $\varepsilon_{xy}$  peut être positif ou négatif comme l'atteste la Figure III-13.

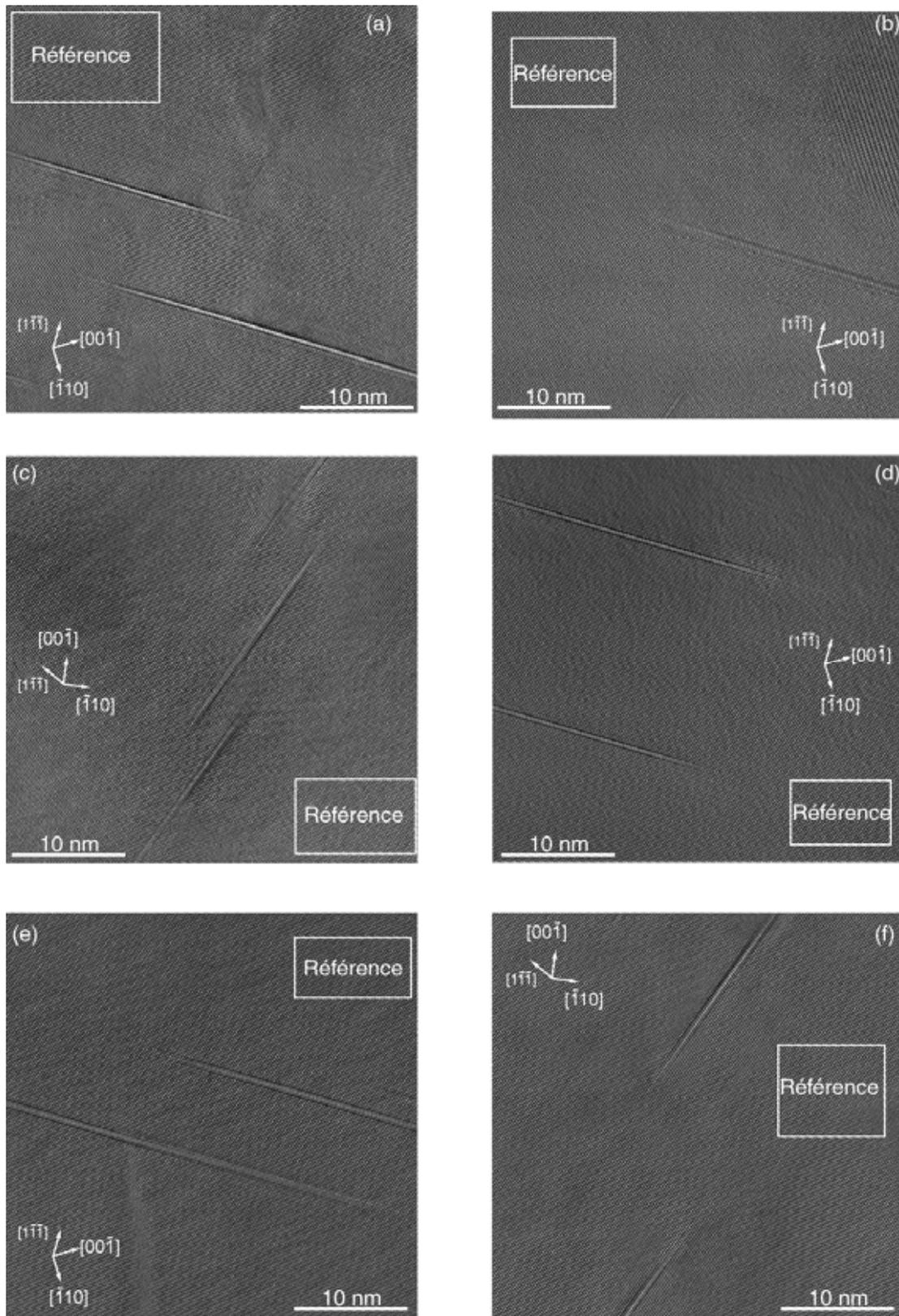


Figure III-10 : (a)-(f) Images en MEHR de précipités  $T_1$  en axe de zone  $[110]$ . Ces images sont adaptées à l'application de la méthode GPA puisqu'elles présentent un contraste marqué malgré quelques inversions de contraste des colonnes atomiques. Notons également la présence d'un autre précipité incliné en (b) et quelques variations d'épaisseurs en (a), (c) et (e).

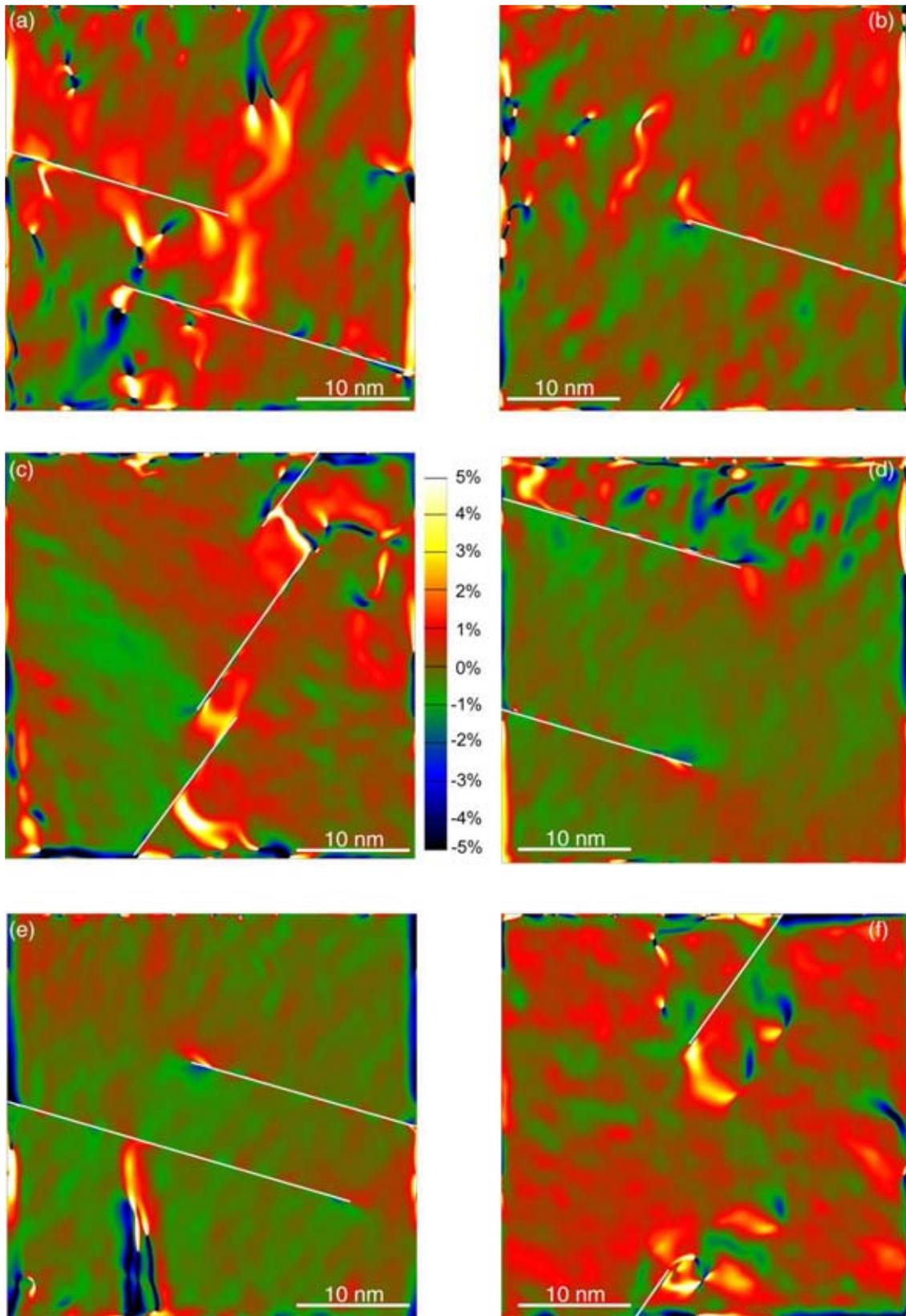


Figure III-11 : Calcul des déformations  $\epsilon_{xx}$  avec la méthode GPA à partir des images de la Figure III-10. Les positions des précipités sont mises en évidence par des lignes blanches. En extrémités de précipités, nous observons des zones de compression (en noir ou bleu en fonction de leurs intensités) et de dilatation (en blanc ou jaune en fonction de leurs intensités). Ces déformations ne sont pas toutes d'intensités égales.

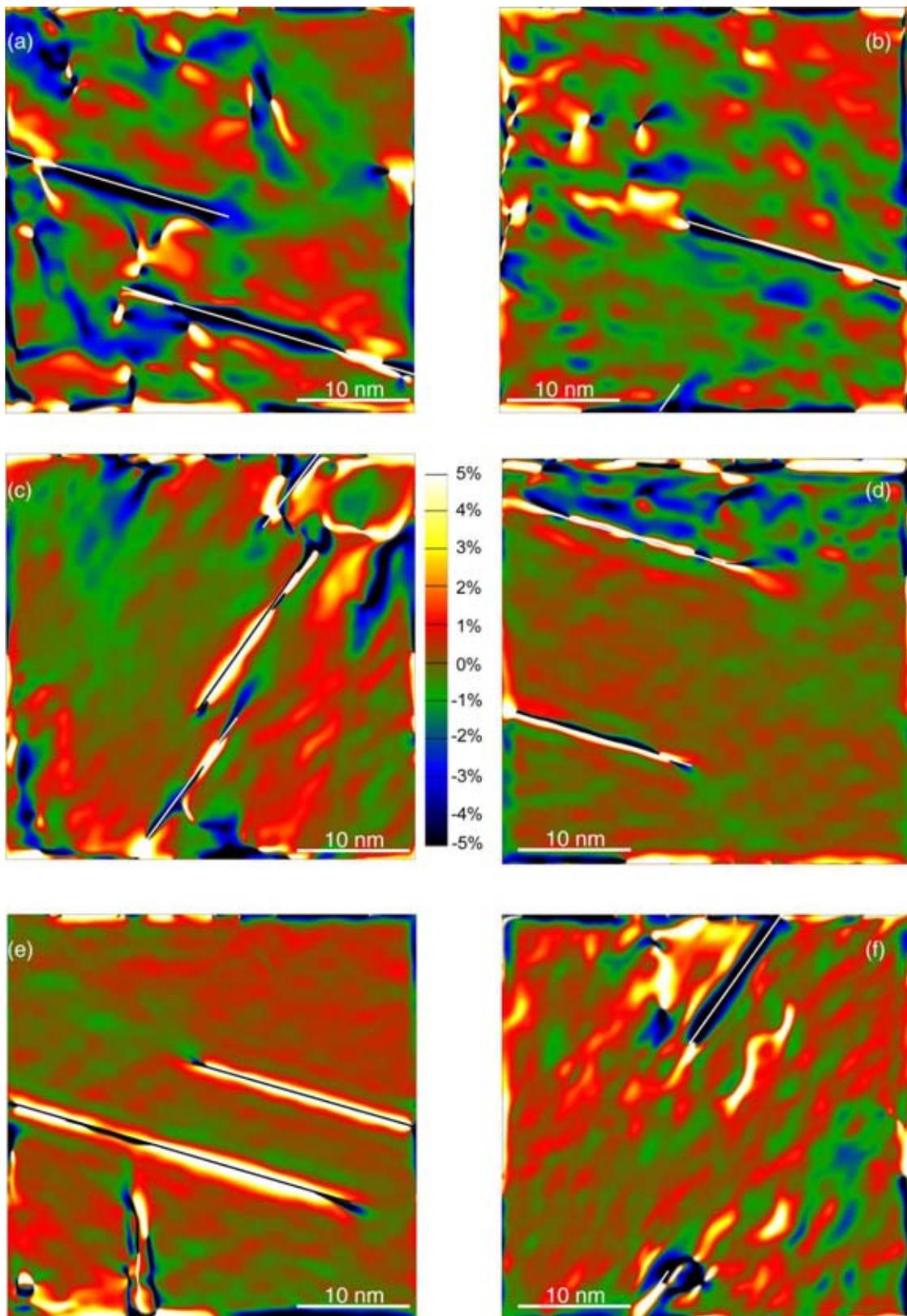


Figure III-12 : Calcul des déformations  $\epsilon_{yy}$  avec la méthode GPA à partir des images de la Figure III-10. Les positions des précipités sont mises en évidence par des lignes blanches. En extrémités de précipités, nous observons des zones de compression (en noir ou bleu en fonction de leurs intensités) et de dilatation (en blanc ou jaune en fonction de leurs intensités). Ces déformations ne sont pas facilement mises en évidence : les variations d'épaisseur et inversion de contraste génère du bruit.

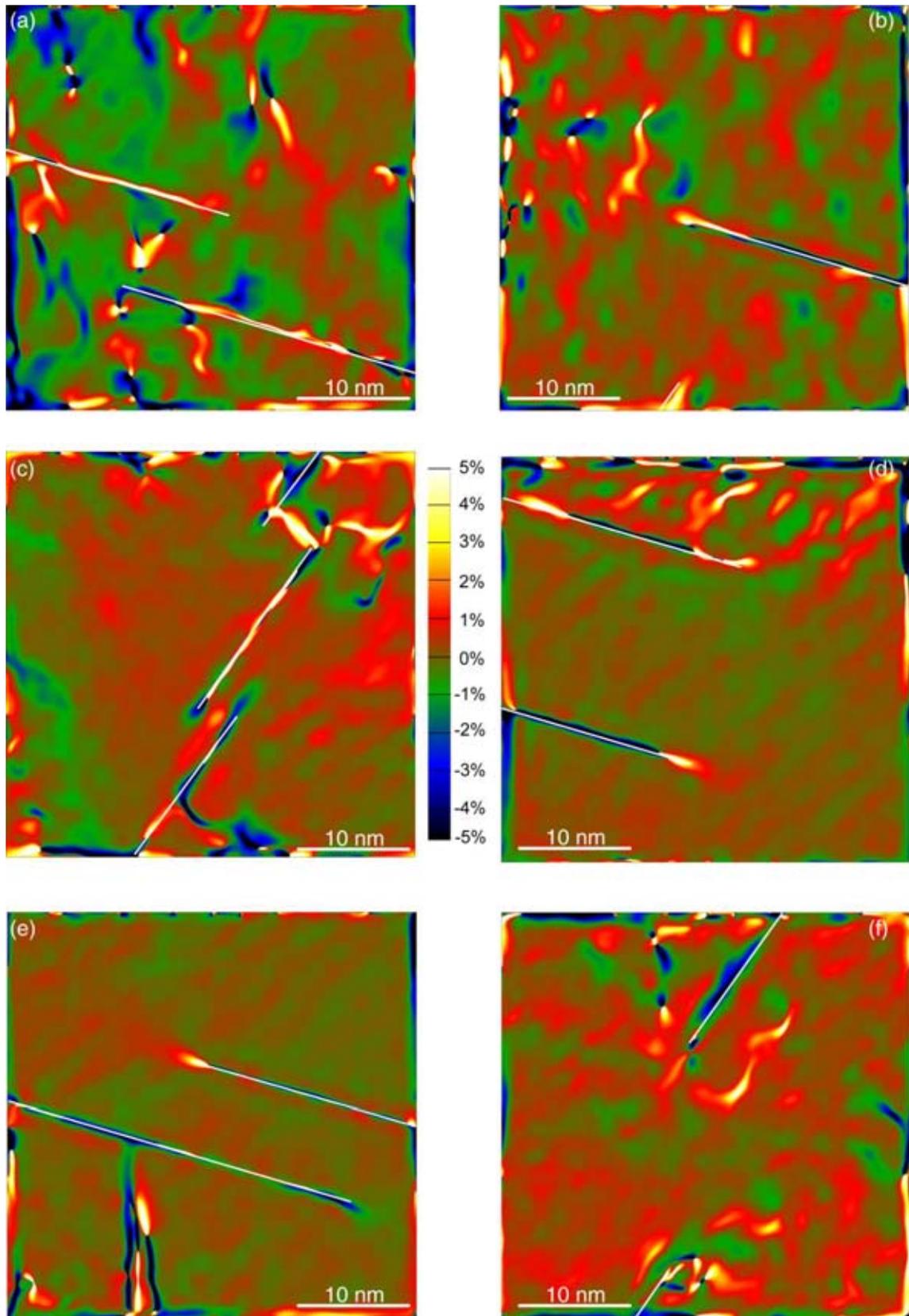


Figure III-13 : Calcul des déformations  $\epsilon_{xy}$  avec la méthode GPA à partir des images de la Figure III-10. Les positions des précipités sont mises en évidence par des lignes blanches. En extrémités de précipités, nous observons des zones de cisaillement négatif (en noir) ou de cisaillement positif (en blanc) en fonction des phases étudiées.

### III.2.2 Axe de zone $[12\bar{1}]$

La micrographie en haute résolution de la Figure III-14(a) a été réalisée sur le TITAN<sup>3</sup>. Cette image présente de nombreuses variations d'épaisseurs et inversions de contrastes qui influencent la mesure des déformations. Les images de phases sont calculées à partir du spectre de puissance (Figure III-14(b)) pour les franges des plans  $(202)$  et  $(1\bar{1}\bar{1})$  (Figure III-14(c) et (d)). Les sauts de phases, observés uniquement à la traversée des précipités dans l'axe de zone  $[110]$ , sont également visibles ici lorsque les colonnes atomiques de couleur blanche deviennent noires (franges d'épaisseurs). La zone considérée comme exempte de déformation et d'inversion de contrastes sert de référence ( $\varepsilon = 0$ ) et est définie par un rectangle blanc.

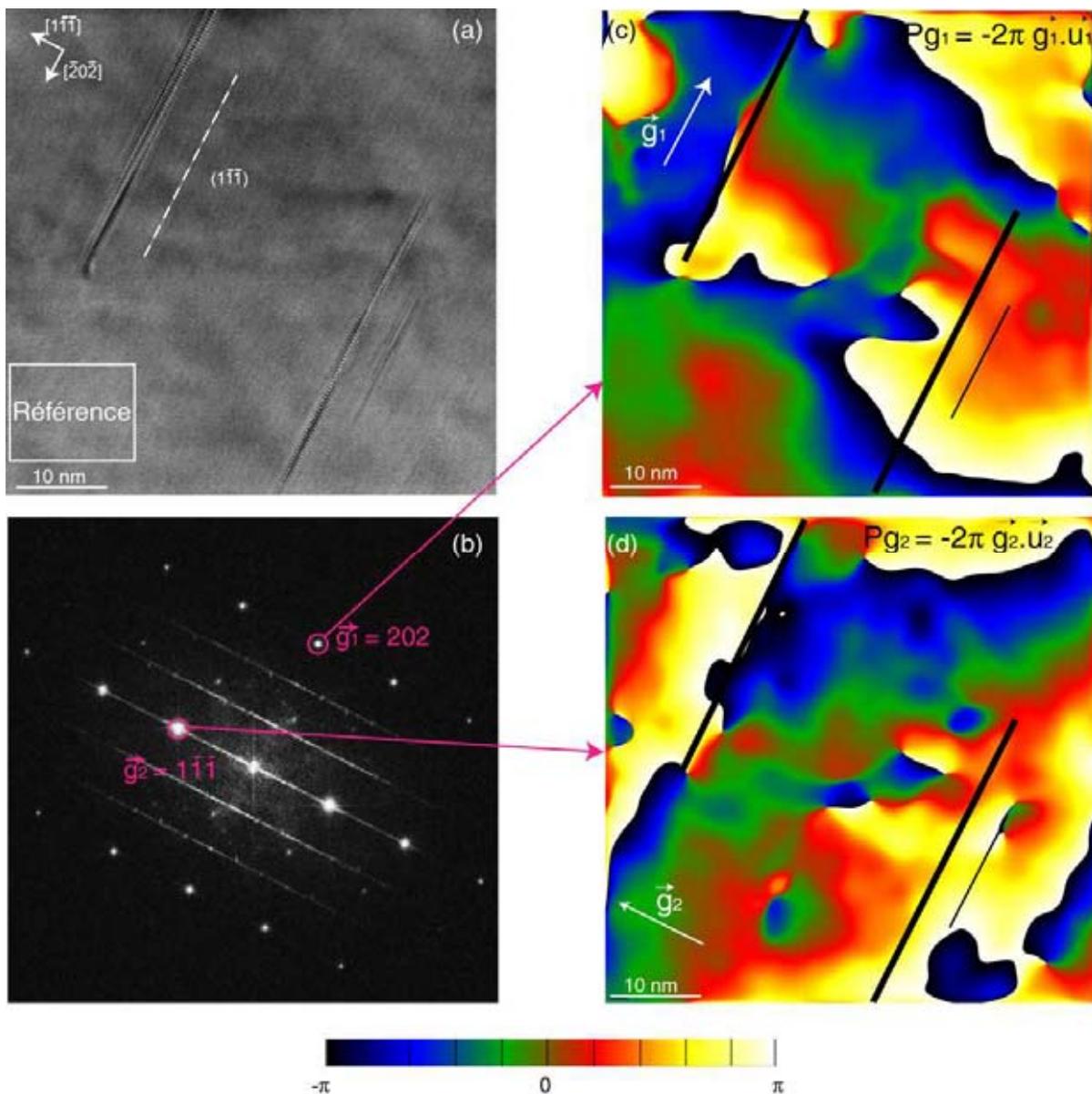


Figure III-14 : (a) Image en MEHR en axe de zone  $[12\bar{1}]$  de trois précipités  $T_1$  inclus dans la matrice d'aluminium ; (b) Spectre de puissance de l'image en haute résolution : mise en évidence des composantes  $\vec{g}_1 = 202$  et  $\vec{g}_2 = 1\bar{1}\bar{1}$  ; (c) Image de phase mesurée pour  $\vec{g}_1$  : le champ de déplacement  $\vec{u}_1$  parallèle à  $\vec{g}_1$  est déduit de cette image ; (d) Image de phase mesurée pour  $\vec{g}_2$  : le champ de déplacement  $\vec{u}_2$  parallèle à  $\vec{g}_2$  est déduit de cette image.

Les distorsions attribuées à la caméra ne sont pas supprimées des images de phases puisqu'elles sont supposées négligeables sur le TITAN<sup>3</sup> (II.2.2.2). A partir des ces images, le champ de déformation dans la matrice est calculé en considérant l'axe  $x$  parallèle à la trace du plan  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  de la matrice d'aluminium, soit la direction  $[\bar{2}0\bar{2}]$  et l'axe  $y$  suivant la direction  $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ . La déformation longitudinale, transverse et le cisaillement mesurés dans la matrice sont donnés en Figure III-15.

Un point remarquable de ces mesures est que, quelle que soit la composante  $\varepsilon_{xx}$ ,  $\varepsilon_{xy}$  ou  $\varepsilon_{yy}$  considérée, dans cet axe de zone, des déformations sont mises en évidence à une extrémité, tandis que l'autre extrémité d'un même précipité ne semble pas déformer la matrice. La plus petite plaquette (noté 3 sur la Figure III-15) illustre parfaitement cette description. La reproductibilité de ces mesures est confirmée par les phases  $T_1$  notées 1 et 2 sur la Figure III-15 : des déformations sont présentes à l'extrémité du précipité 1 tandis qu'aucune déformation n'est visible au voisinage du précipité 2. Nous avons observé ce phénomène systématiquement pour tous les précipités  $T_1$  que nous avons étudiés. Lorsque la matrice est déformée, nous pouvons relever, à l'extrémité des précipités, quelques comportements caractéristiques. Pour  $\varepsilon_{xx}$ , les mesures montrent deux lobes opposés et intenses alors que pour la composante  $\varepsilon_{yy}$ , l'intensité de la compression et de la dilatation maximale est plus faible que sur  $\varepsilon_{xx}$ . Les lobes sont très influencés par le bruit environnant déjà visible sur les images de phases. Sur  $\varepsilon_{xy}$ , l'extrémité du précipité 1 et celle du précipité 3 induisent un cisaillement de la matrice de signe opposé.

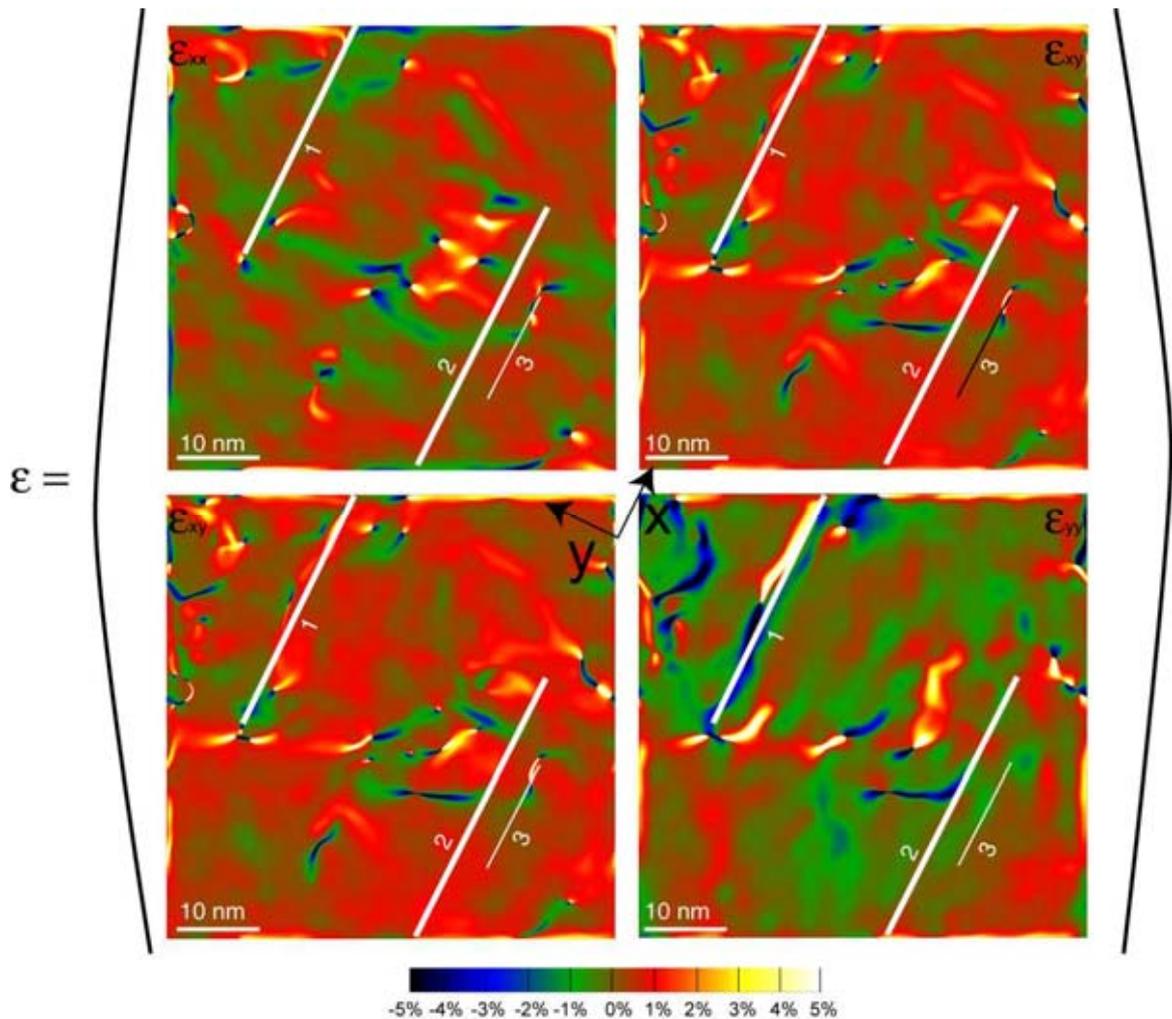


Figure III-15 : Calcul des déformations  $\epsilon_{xx}$ ,  $\epsilon_{yy}$  et  $\epsilon_{xy}$  par l'analyse des phases géométriques à partir de l'image en haute résolution de la Figure III-8 en axe de zone  $[12\bar{1}]$ .

La Figure III-16 présente quatre autres micrographies de précipités  $T_1$  observés en haute résolution et en axe de zone  $[12\bar{1}]$ . De nombreuses inversions de contrastes sont à noter et perturbent les mesures. Les déformations longitudinales, transverses et le cisaillement sont une nouvelle fois mesurés par la méthode GPA. Pour la composante  $\epsilon_{xx}$  des images (b), (c) et (d) de la Figure III-17, les lobes repérés en extrémités de précipité sur l'exemple représentatif sont retrouvés. Ils sont également visibles sur les composantes  $\epsilon_{yy}$  (images (b), (c) et (d) de la Figure III-18) mais sont nettement plus difficiles à distinguer à cause du bruit très présent sur ces images. La déformation en extrémités de précipités sur  $\epsilon_{xy}$  peut être négatif (image (b) et (c) de Figure III-19) ou positif (image (d) de la Figure III-19). La matrice de l'image (a) de la Figure III-16 n'est pas déformée au voisinage d'une extrémité du précipité, quelle que soit la composante étudiée (Figures III-17, III-18 et III-19).

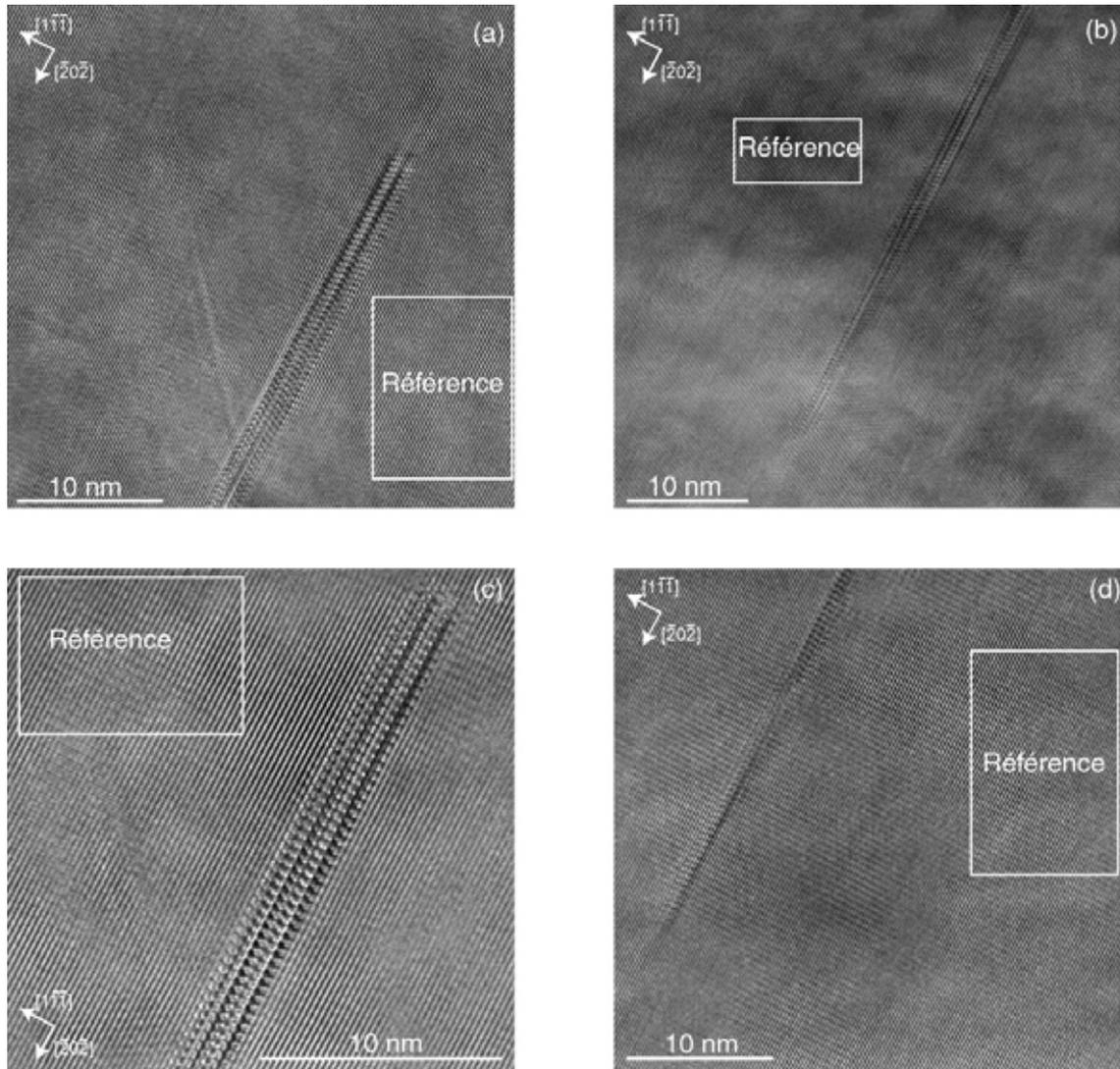


Figure III-16 : (a)-(d) Images en MEHR de précipités T1 en axe de zone  $[12\bar{1}]$ . Ces images sont adaptées à l'application de la méthode GPA puisqu'elles présentent un contraste marqué. Notons toutefois de nombreuses inversions de contraste des colonnes atomiques et quelques variations d'épaisseurs sur toutes les images.

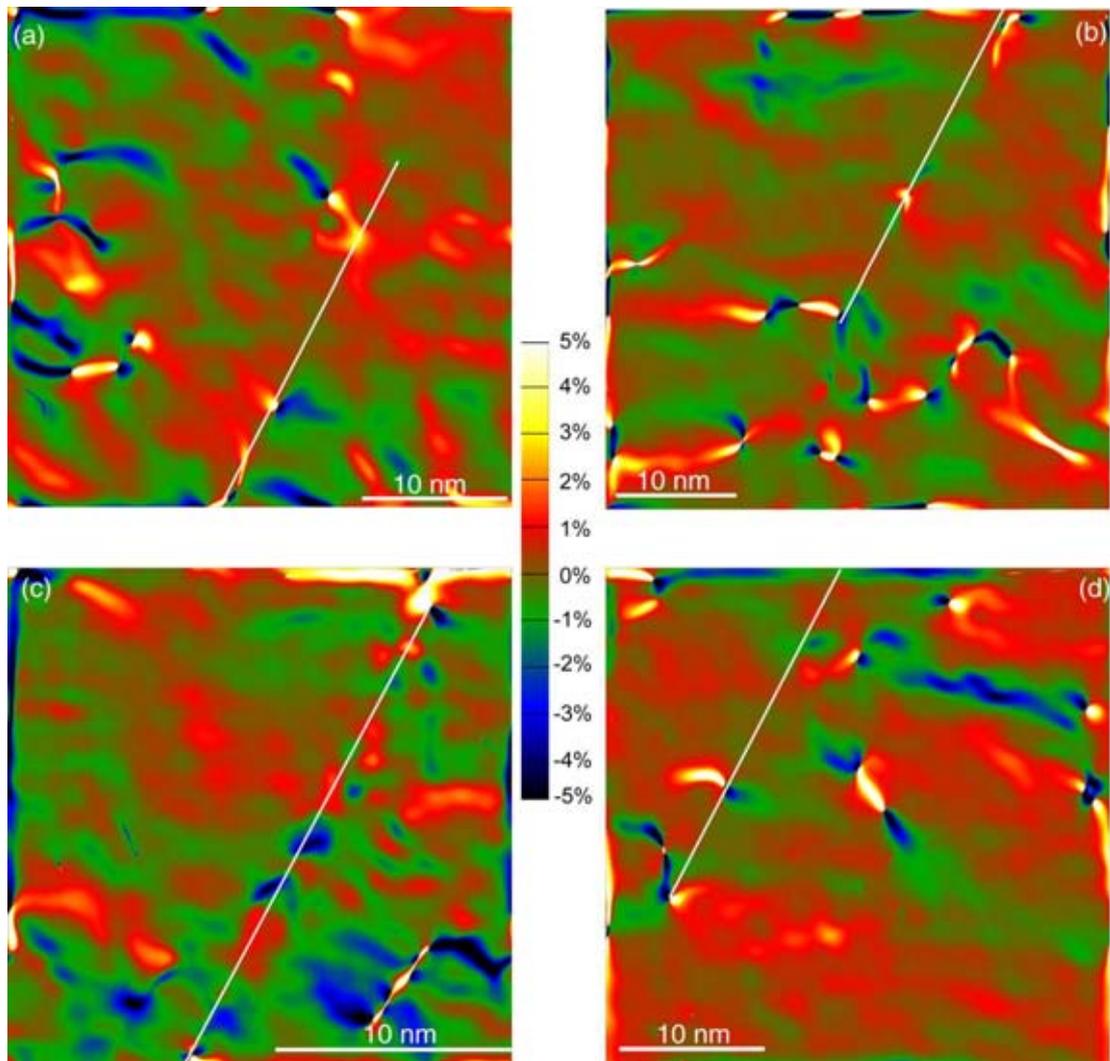


Figure III-17 : Calcul des déformations  $\epsilon_{xx}$  avec la méthode GPA à partir des images de la Figure III-10. Les positions des précipités sont mises en évidence par des lignes blanches. (a) : la matrice n'est pas déformée au voisinage de l'extrémité du précipité ; (b), (c) et (d) : en extrémités de précipités, nous observons des zones de compression (en noir) et de dilatation (en blanc). Ces déformations ne sont pas toutes d'intensités égales.

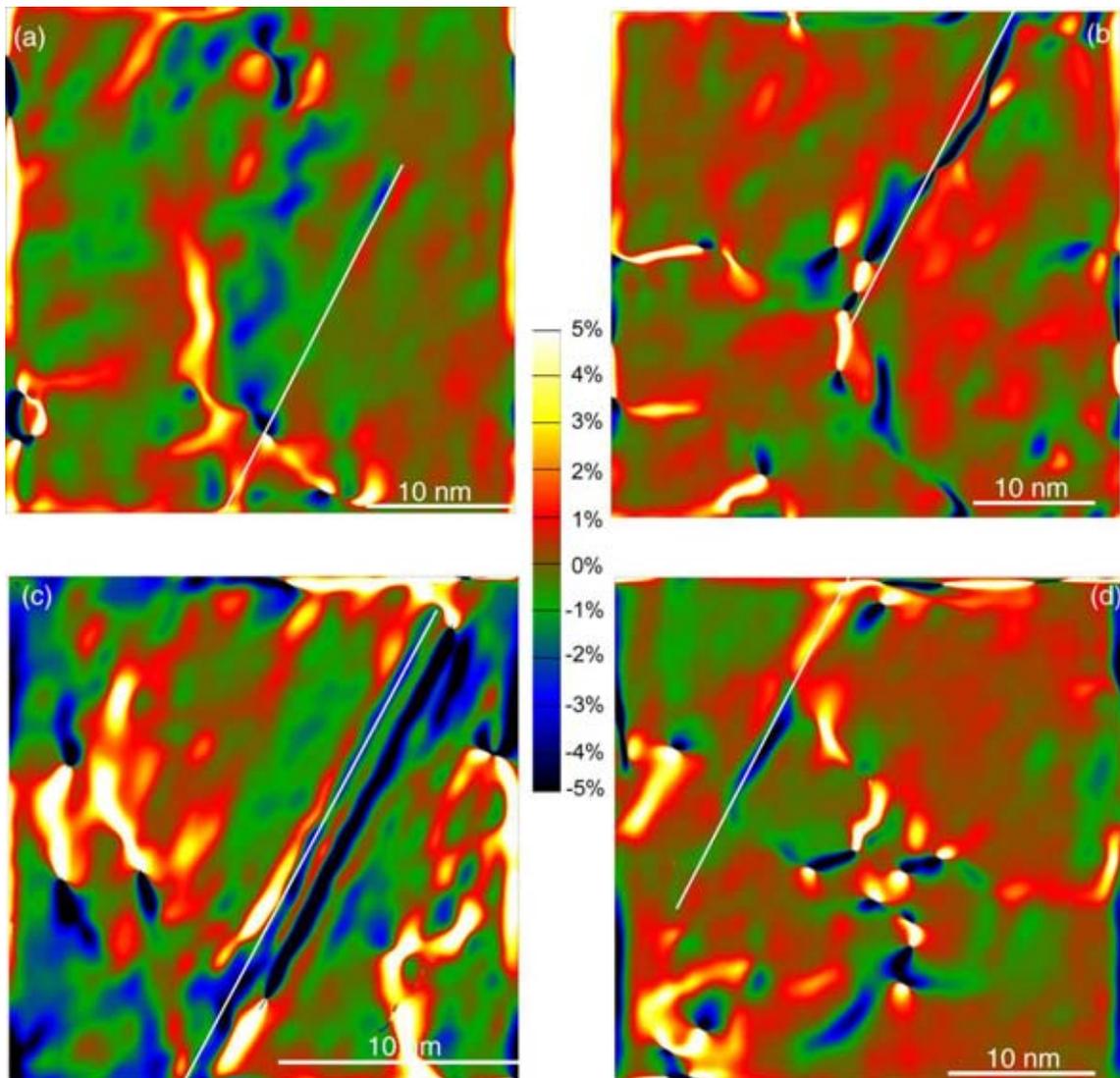


Figure III-18 : Calcul des déformations  $\varepsilon_{yy}$  avec la méthode GPA à partir des images de la Figure III-16. Les positions des précipités sont mises en évidence par des lignes blanches. (a) : la matrice n'est pas déformée au voisinage de l'une des extrémité du précipité ; (b), (c) et (d) : en extrémités de précipités, nous observons des zones de compression (en noir) et de dilatation (en blanc). Ces déformations sont difficiles à mettre en évidence car elles sont perturbées par le bruit imputé aux franges d'épaisseur.

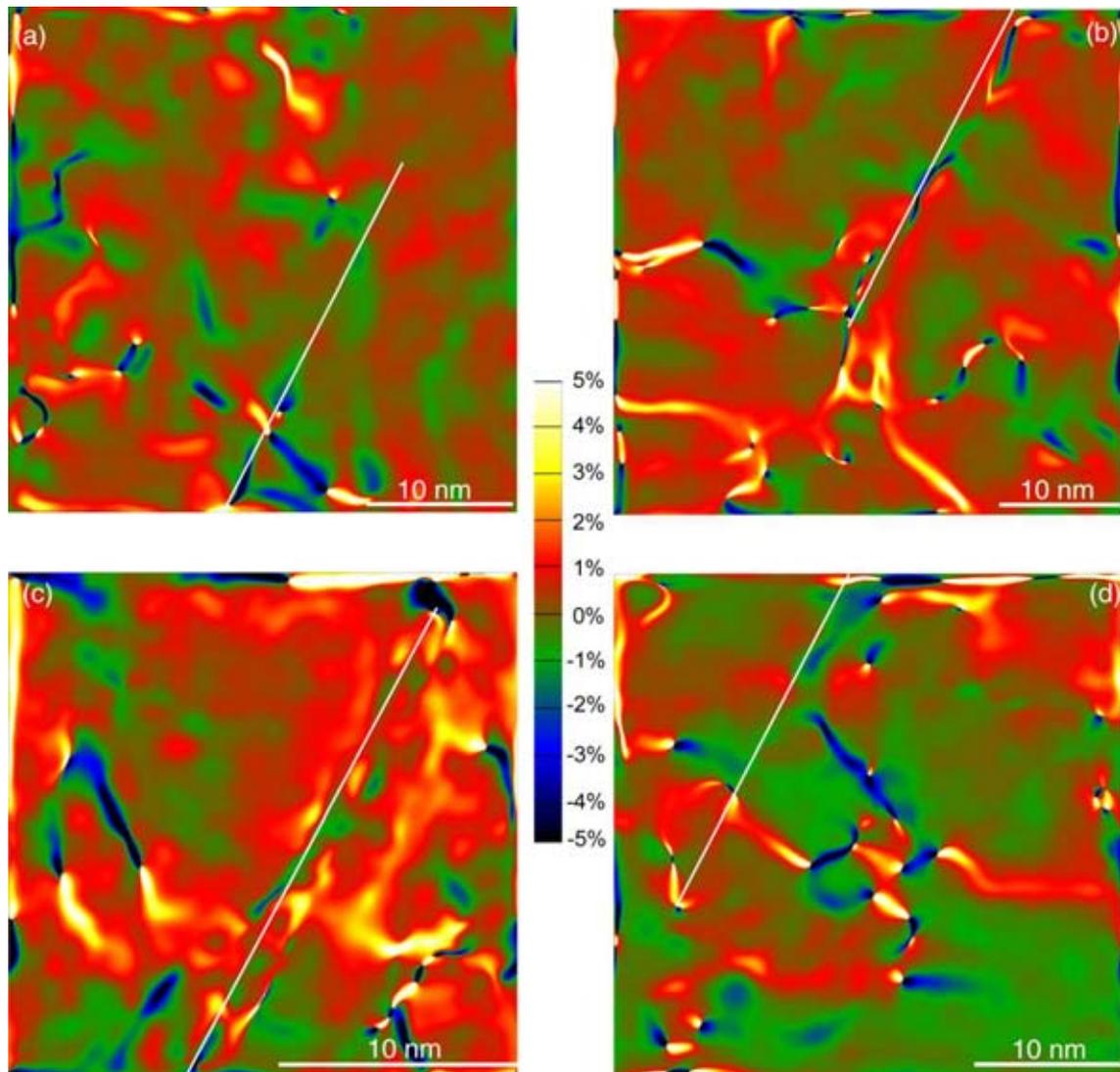


Figure III-19 : Calcul des déformations  $\varepsilon_{xy}$  avec la méthode GPA à partir des images de la Figure III-16. Les positions des précipités sont mises en évidence par des lignes blanches. (a) : la matrice n'est pas déformée au voisinage de l'extrémité du précipité ; (b) et (c) : en extrémités de précipités, nous observons des zones de cisaillement négatif (en noir) ; (d) : en extrémités de précipités, nous observons des zones de cisaillement positif (en blanc). Ces déformations sont perturbées par le bruit imputé aux franges d'épaisseur.

### III.2.3 Discussion

Certaines conditions doivent être respectées pour mesurer des déformations en employant la méthode GPA : chaque colonne atomique doit être parfaitement résolue, la micrographie ne doit contenir ni inversion de contraste, ni franges d'épaisseur ou distorsions attribuées aux conditions d'observations. Les résultats expérimentaux montrent que ces critères sont difficiles à remplir simultanément. Le nettoyage de l'image, les corrections des distorsions de la caméra et le choix de la taille du masque permettent de lisser certaines fluctuations mais limitent la résolution spatiale. Un compromis est trouvé pour un masque de  $0,5 \text{ nm}^{-1}$ . Douin et al. (Douin et al. 2010) utilisent également cette taille de masque pour l'aluminium 6056 et reportent qu'un tel choix conduit à une résolution spatiale meilleure que  $2 \text{ nm}$  et induit une erreur sur la mesure des déformations allant de  $\pm 0,1\%$  à  $\pm 0,2\%$ . Tirry et al. (Tirry & Schryvers 2009) choisissent une taille de  $0,33 \text{ nm}^{-1}$  pour un alliage de titane-nickel, ce qui fixe la résolution spatiale à  $3 \text{ nm}$  et l'erreur sur la mesure des déformations à  $\pm 0,3\%$ . Certaines fluctuations, inhérentes à la préparation des échantillons et au bruit attribué aux conditions d'observations, persistent. Elles peuvent perturber l'interprétation des cartes de déformations. La vérification de la source de déformation sur l'image de MEHR est donc systématiquement nécessaire. Nous nous intéressons uniquement aux déformations créées par les précipités  $T_1$ .

Le choix de la zone étudiée est également important pour s'affranchir des effets de relaxation de la lame mince dans le plan d'observation, résultant de la préparation des échantillons. Il est alors nécessaire de choisir une zone sans franges de Moiré qui se forment en cas de chevauchement de la matrice avec le précipité. Pour cela, seules les plaquettes, qui émergent de chaque côté de la lame, sont étudiées. En moyenne, le diamètre des phases  $T_1$  est de  $40 \text{ nm}$  ce qui est bien plus grand que l'épaisseur de la lame de microscopie. Ces précipités émergent donc lorsque la normale au plan constituant l'épaisseur de la lame est proche de l'axe de croissance du précipité. Le choix de l'axe de zone utilisé pour l'observation des échantillons est donc conditionné par l'axe de croissance des  $T_1$  ( $[110]$ ). Travailler en axe de zone  $[110]$  limite donc la zone de chevauchement entre le précipité et la matrice pour deux des quatre variants de phase  $T_1$ .

L'axe de zone  $[12\bar{1}]$  est choisi comme deuxième direction d'observation car il est accessible en inclinant l'échantillon dans le microscope à partir de  $[110]$ . L'angle entre ces deux axes de zone est de  $30^\circ$ .

La forme lenticulaire du précipité induit un chevauchement avec la matrice à son extrémité. Il est donc difficile de déterminer précisément où s'arrête le précipité et où commence la matrice. Nous avons établi que la fin des plaquettes de  $T_1$  est marquée par le début de la déformation de la matrice.

### III.2.4 Conclusion

Les précipités  $T_1$  modifient de manière caractéristique la matrice environnante. Dans ce chapitre, nous nous concentrons uniquement sur les champs de déformation au voisinage des extrémités des précipités. Nous avons montré que le champ de déformation longitudinal, transversal et le cisaillement, supportés par la matrice, peuvent être mesurés par la méthode GPA, à partir d'images en MEHR.

Lorsque l'échantillon est orienté en axe de zone [110], des déformations sont mesurées aux deux extrémités des précipités et se présentent sous forme de lobes de compression et de dilatation pour  $\varepsilon_{xx}$  et  $\varepsilon_{yy}$ . Le cisaillement peut être négatif ou positif. L'observation de l'échantillon en axe de zone  $[12\bar{1}]$  montre que la matrice est déformée de manière similaire à l'axe de zone [110] mais uniquement à une seule extrémité d'un même précipité ; l'autre extrémité ne présentant pas de déformations dans le plan  $[12\bar{1}]$ . Lorsqu'elles existent, ces déformations sont comprises entre -5% et +5%. Ces observations sont récurrentes et deux exemples représentatifs ont été décrits. Nous nous concentrerons donc uniquement sur ces deux cas pour développer un modèle représentatif des champs de déformations mesurés.

## III.3 Modélisations des déformations

### III.3.1 Principe

Cassada et al. (Cassada et al. 1991a) ont proposé un mécanisme de germination des précipités  $T_1$ , basé sur la dissociation d'une dislocation parfaite de la matrice d'aluminium en deux dislocations partielles de Shockley qui se retrouvent à l'interface de croissance entre les bords de la plaquette et de la matrice (cf chapitre I). L'hypothèse de la présence de telles dislocations, est basée sur l'observation en MET conventionnelle, à la fois en champ clair et en champ sombre, d'un fort contraste dans la matrice entourant le précipité. Ce contraste a été interprété comme le champ de déformation d'une dislocation visible en faisceau faible. L'analyse des contrastes de l'image autour du précipité, pour différents vecteurs d'onde, a permis de définir tous les vecteurs de Burgers potentiellement attribuables à cette dislocation. La présence d'une dislocation parfaite de type  $1/2\langle 110 \rangle$  n'est pas possible puisque elle devrait être visible en MET pour tous les vecteurs d'onde d'une même famille et il existe au moins une condition d'extinction pour un vecteur d'onde. Les auteurs ont donc supposé qu'il s'agissait plutôt de deux dislocations partielles visibles à chaque bord de la plaquette  $T_1$ . Aucune preuve expérimentale de cette supposition n'est fournie. Il s'agit ici de confirmer cette hypothèse sur la présence de deux dislocations partielles de Shockley et de s'en servir pour comparer les champs de déformation mesurés par la méthode GPA avec ceux modélisés par le champ de déformation induit par de telles dislocations.

#### III.3.1.1 Circuit de Burgers

L'observation directe des images de MEHR en axe de zone [110] démontre que le circuit de Burgers, tracé dans la matrice entourant la plaquette, ne présente aucun défaut de fermeture (Figure III-20(a)) contrairement à celui tracé pour chaque extrémité du précipité. Nous pouvons souligner, pour une extrémité, la présence d'un défaut de fermeture égal à  $S\vec{F}$  et orienté vers l'arrière de l'image d'après les conventions utilisées pour définir de tels défauts (Figure III-20 (b)). A l'autre extrémité d'un même précipité, un défaut de fermeture est mis en évidence par le tracé du circuit il est cette fois-ci égal à  $-S\vec{F}$ .

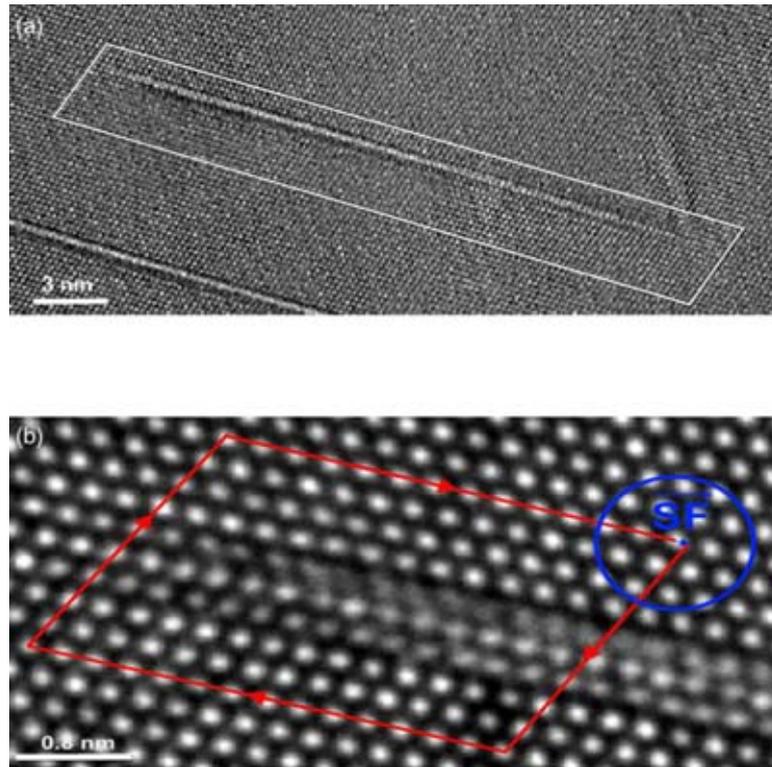


Figure III-20 : (a) Image en MEHR d'un précipité  $T_1$  vu en axe de zone  $[110]$ . Le circuit de Burgers entourant le précipité démontre que le réseau est parfait ; (b) Agrandissement de l'image (a) sur une extrémité du précipité. Nous notons la présence d'une dislocation de vecteur de Burgers  $S\vec{F}$  et de ligne  $[110]$ .

Les plans atomiques de type  $\{111\}$  de la matrice, qui croisent le précipité, sont décalés à la traversé de celui-ci (Figure III-21). En l'absence de cette inclusion, les rangées atomiques sont parfaitement alignées. L'image de MEHR en Figure III-21(a) est déformée suivant la direction verticale en Figure III-21(b) afin de mettre en évidence ces deux observations. Le désalignement des plans atomiques qui franchissent le précipité est facilement mesurable sur l'image de MEHR. Il est d'un tiers de la distance entre deux plans (111) (noté  $d$  en Figure III-21(c)) qui vaut  $\frac{a}{4}[\bar{1}1\bar{2}]$ . La projection (notée  $\vec{R}$ ), dans le plan d'observation (110), du vecteur de faute d'empilement est calculé à partir de la distance interatomique  $d$  :  $\vec{R} = \frac{1}{3}\vec{d} = \frac{1}{3}\frac{a}{4}[\bar{1}1\bar{2}] = \frac{a}{12}[\bar{1}1\bar{2}]$ . Aucun décalage de plans n'étant observable dans la matrice environnante, ce défaut d'empilement n'existe pas en dehors du précipité ; il lui est donc circonscrit. Des dislocations bordent inévitablement cette faute. Il s'agit maintenant de trouver les vecteurs de Burgers de ces dislocations.

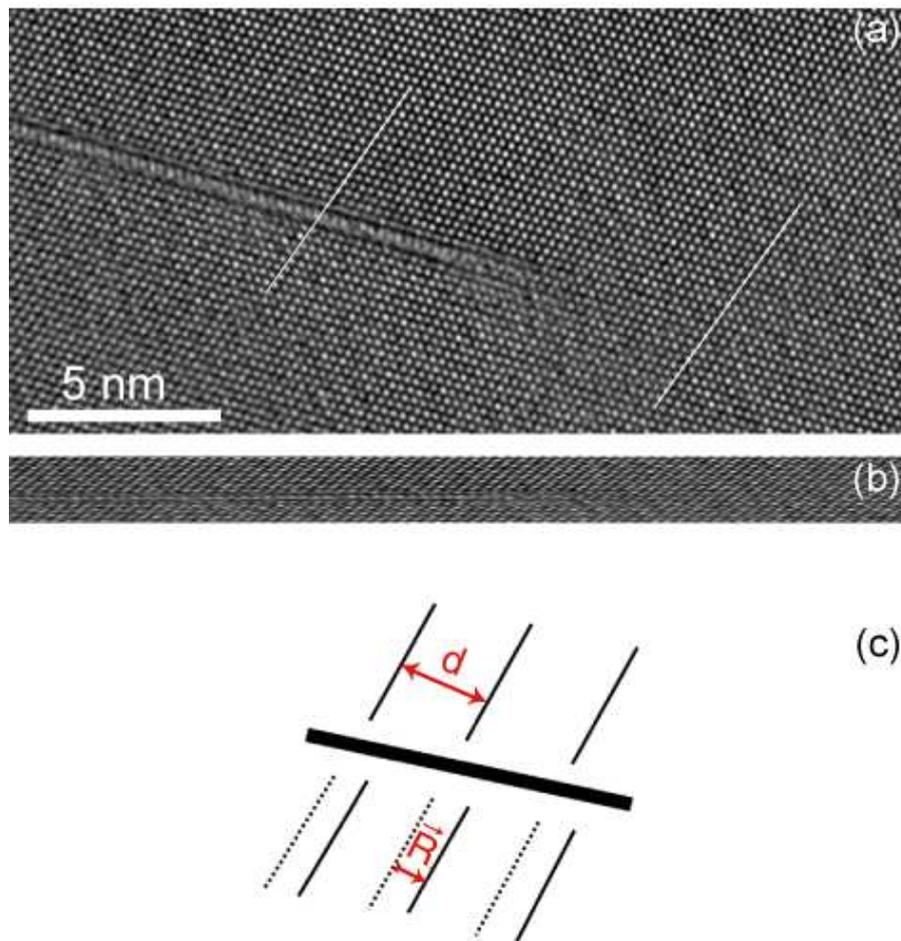


Figure III-21 : Mise en évidence du décalage des plans atomiques à la traversée du précipité dans Al2198-T8 : (a) image de MEHR en axe de zone [110] ; (b) une partie de l'image (a) déformée dans la direction verticale pour mettre en évidence le désalignement des plans atomiques à la traversée du précipité ; (c) schéma du défaut d'empilement à la traversée du précipité : le module de la projection du vecteur de faute (notée  $\vec{R}$ ) correspond à un tiers de la distance  $d$  entre plans {111}.

### III.3.1.2 Vecteur de Burgers

L'étude bibliographique (I.1.2.4. du chapitre I) a montré que les précipités  $T_1$  sont formés à partir de dislocations. Dans le paragraphe précédent, nous avons établi expérimentalement la présence d'un défaut d'empilement des plans atomiques à la traversée du précipité. Cet défaut est nécessairement bordé par une dislocation partielle. Elles ne sont pas nécessairement identiques de chaque côté de la faute. Notons  $\vec{b}_1$  le vecteur de Burgers de la dislocation partielle située à l'extrémité gauche du précipité et  $\vec{b}_2$  celui de la dislocation partielle située à l'extrémité de droite.

En microscopie électronique en haute résolution, seule la projection de l'objet, dans le plan perpendiculaire au faisceau d'électrons, peut être imagée. Ainsi en axe de zone [110], seules les projections (notées  $\vec{b}_{1\perp}$  et  $\vec{b}_{2\perp}$ ), dans le plan (110), des vecteurs de Burgers des deux dislocations partielles, peuvent être déterminées par analyse d'une image en MEHR. Cependant nous avons montré expérimentalement que des déformations ne sont pas exclusivement mesurées dans le plan (110). Il peut donc exister pour chaque dislocation partielle, une composante alignée avec le faisceau d'électrons qui induit des déformations (notées  $\vec{b}_{1//}$  et  $\vec{b}_{2//}$ ) (Figure III-22).

Par raison de symétrie, deux cas sont possibles selon que  $\vec{b}_{1//} = -\vec{b}_{2//}$  ou  $\vec{b}_{1//} = \vec{b}_{2//}$ . Le premier cas correspondrait à un précipité entouré par une seule boucle de dislocation et le deuxième cas à un précipité bordé par deux dislocations partielles différentes. Dans ce dernier cas, la somme des deux vecteurs de Burgers  $\vec{b}_{1//}$  et  $\vec{b}_{2//}$  est différente de zéro. Ce cas correspond à une dislocation dissociée.

Le schéma (a) de la Figure III-22 représente le précipité, vu dans le plan (110), bordé par les dislocations partielles qui l'entourent. Les projections des vecteurs de Burgers de ces dislocations sont directement liées à la projection du vecteur de faute d'empilement :  $\vec{R}$ . La projection du vecteur de Burgers de la dislocation de droite ( $\vec{b}_{2\perp}$ ), dans le plan (110), est égale à  $\vec{R}$  tandis que celle de la dislocation de gauche ( $\vec{b}_{1\perp}$ ) est égale à  $-\vec{R}$ . Ceci est bien en accord avec les observations expérimentales du paragraphe précédent : le circuit de Burgers entourant le précipité ne met pas en évidence de défauts donc  $\vec{b}_{1\perp} + \vec{b}_{2\perp} = \vec{0}$ .

Le schéma (b) de la Figure III-22 représente ces mêmes dislocations vues cette fois-ci dans le plan  $(1\bar{1}\bar{1})$ . Sous cet angle de vue, les parties vis des deux dislocations partielles sont visibles et proportionnelles à  $[110]$ , direction des électrons. Le vecteur de Burgers de la dislocation partielle 2 est :  $\vec{b}_2 = \vec{b}_{2\perp} + \vec{b}_{2//} = \frac{a}{6}[12\bar{1}]$  avec  $\vec{b}_{2//} = \frac{a}{4}[110]$ .

Deux cas sont, en fait, envisageables pour le vecteur de Burgers de la dislocation partielle de gauche. Dans le cas noté A, les dislocations partielles peuvent être décrites par le couple de vecteurs de Burgers :  $\vec{b}_1$  et  $\vec{b}_2$  (cas du vecteur de Burgers en trait plein sur la Figure III-22(b)). Dans le cas noté B, les dislocations partielles peut être décrites par le couple de vecteurs de Burgers :  $\vec{b}'_1$  et  $\vec{b}_2$  (cas du vecteur de Burgers en trait pointillé sur la Figure III-22(b)). Nous pouvons calculer :  $\vec{b}_1 = \vec{b}_{1//} + \vec{b}_{1\perp} = \frac{a}{6}[211]$  et  $\vec{b}'_1 = \vec{b}'_{1//} + \vec{b}_{1\perp} = \frac{a}{6}[\bar{1}\bar{2}1]$ . Les projections dans le plan (110) de  $\vec{b}_1$  et  $\vec{b}'_1$  sont identiques et égales à  $\vec{b}_{1\perp}$ .

Chaque dislocation partielle induit un champ de déformation, mesurable expérimentalement, si la projection de son vecteur de Burgers dans le plan d'observation est non nulle. Ainsi, en axe de zone  $[110]$ , le cas A ne peut pas être différencié du cas B puisque les déformations mesurées seront identiques et liées à  $\vec{b}_{1\perp}$ . En axe de zone  $[12\bar{1}]$ , ces deux cas peuvent être différenciés. Les projections dans le plan  $(12\bar{1})$  de  $\vec{b}_2$  et  $\vec{b}'_1$  sont nulles tandis que celle de  $\vec{b}_1$  ne l'est pas. Nous avons établi expérimentalement que, pour cet axe de zone, des déformations sont mesurées à une extrémité d'un précipité et aucune déformation n'est mesurée à l'autre extrémité d'un même précipité. Ceci constitue donc la preuve que seul le cas A est représentatif de cette réalité expérimentale. Nous pouvons donc affirmer que les deux dislocations partielles situées de part et d'autre des précipités  $T_1$  ont des vecteurs de Burgers égaux à  $\vec{b}_1$  et  $\vec{b}_2$  (cas A) et ceci est bien en accord avec le mécanisme de germination proposé par Cassada et al. (Cassada et al. 1991a) dont aucune preuve expérimentale n'avait été concrètement fournie.

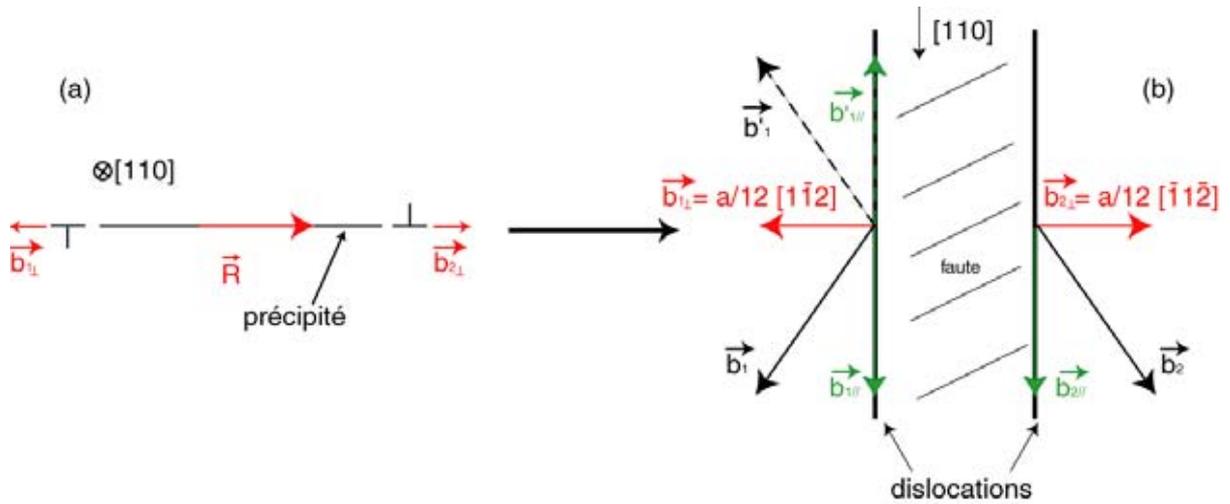


Figure III-22 : (a) Schéma du précipité vu dans le plan (110). Il est bordé par les projections des dislocations partielles qui l'entourent ; (b) Schéma des dislocations de (a) vu dans le plan  $(\bar{1}\bar{1})$ . Deux représentations sont possibles : cas A (en trait plein) ou cas B (en trait pointillé).

Le précipité peut ainsi être modélisé comme un défaut d'empilement bordé par deux dislocations partielles de la structure CFC de l'aluminium. Leurs vecteurs de Burgers sont définis à partir d'une dislocation parfaite de l'aluminium de vecteur de Burgers  $\frac{a}{2}[110]$  dissociée en deux

dislocations partielles de vecteurs de Burgers tels que :  $\frac{a}{2}[110] \rightarrow \frac{a}{6}[211] + \frac{a}{6}[1\bar{2}\bar{1}]$  comme l'illustre la

Figure III-23.

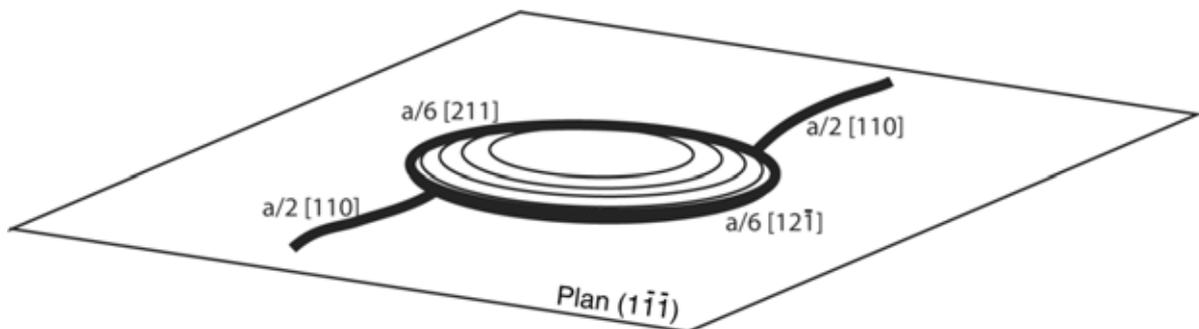


Figure III-23 : Vue schématique d'un précipité lenticulaire et de la dislocation dissociée utilisée pour le modéliser.

### III.3.1.3 Champ de déformation induit par deux dislocations partielles

Le champ de déformation autour du précipité est modélisé, en première approximation, comme la somme des champs de déformation des deux dislocations partielles à partir du champ autour d'une dislocation (Hirth & Lothe 1982) :

$$\varepsilon_{xx} = \frac{-b}{4\pi(1-\nu)} X_2 \left( \frac{(3-2\nu)X_1^2 + (1-2\nu)X_2^2}{(X_1^2 + X_2^2)^2} \right) \quad (\text{III-1})$$

$$\varepsilon_{yy} = \frac{b}{4\pi(1-\nu)} X_2 \left( \frac{(1-2\nu)X_1^2 + (2\nu-1)X_2^2}{(X_1^2 + X_2^2)^2} \right) \quad (\text{III-2})$$

$$\varepsilon_{xy} = \frac{b}{4\pi(1-\nu)} X_1 \left( \frac{X_2^2 - X_1^2}{(X_1^2 + X_2^2)^2} \right) \quad (\text{III-3})$$

qui donnent, en élasticité isotrope, les expressions du champ de déformation à la position relative ( $X_1$ ,  $X_2$ ) au cœur de la dislocation de vecteur de Burgers  $b$ , avec  $\nu$  ( $=0,347$ ) le coefficient de Poisson du matériau.

En MEHR, seule la projection de l'objet étudié, perpendiculairement au faisceau d'électrons, peut être imagée. Par conséquent, seuls les champs de déformation associés aux projections, perpendiculairement à l'axe des électrons, des vecteurs de Burgers des dislocations dissociées, sont mesurables par cette technique. Les vecteurs de Burgers de ces dislocations partielles doivent donc être projetés, en fonction de l'axe de zone utilisé pour réaliser les micrographies. Le calcul de ces projections est nécessaire pour modéliser les champs de déformation mesuré par la méthode GPA puisque ce sont ces projections qui seront utilisées dans les expressions des champs de déformation. Le résultat de cette modélisation est donné en III.4, en comparaison des déformations mesurées avec la méthode GPA.

## III.4 Comparaison des déformations mesurées et modélisées

### III.4.1 Axe de zone [110]

La composante perpendiculaire à la direction des électrons (ici [110]) du vecteur de Burgers  $\vec{b}_1 = \frac{a}{6}[211]$  et de ligne  $\vec{l}_{[110]} = [110]$  est  $\vec{b}_{1\perp}^{[110]} = \frac{a}{12}[1\bar{1}2]$ . Nous indiquerons, en exposant, l'axe de zone dans lequel la grandeur considérée est exprimée. De la même manière, la composante perpendiculaire à [110] du vecteur de Burgers  $\vec{b}_2 = \frac{a}{6}[12\bar{1}]$  et de même ligne, est  $\vec{b}_{2\perp}^{[110]} = \frac{a}{12}[\bar{1}1\bar{2}]$ . Dans cette orientation, les projections des dislocations dissociées forment un dipôle de dislocations comme l'illustre la Figure III-24.

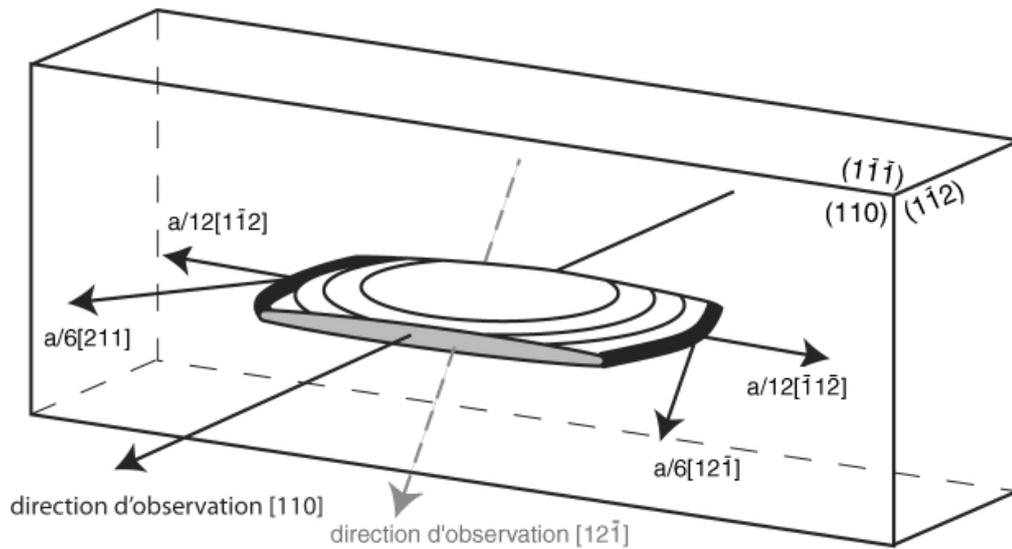


Figure III-24 : Vue schématique de la lame mince de MET montrant les vecteurs de Burgers des dislocations entourant le précipité et leurs composantes perpendiculaires en axe de zone [110].

Afin de comparer les déformations mesurées avec la méthode GPA et celles modélisées à partir des champs de déformation induits par les projections des vecteurs de Burgers des dislocations dissociées dans l'axe de zone [110], un précipité du cas représentatif est isolé : il s'agit de celui situé en bas de l'image (a) de la Figure III-8 qui est à nouveau présenté en Figure III-25. Dans cet axe de zone, le défaut d'empilement est modélisé par un dipôle de dislocations espacé de 18nm, valeur correspondant au diamètre du précipité mesuré dans la direction x sur l'image de MEHR.

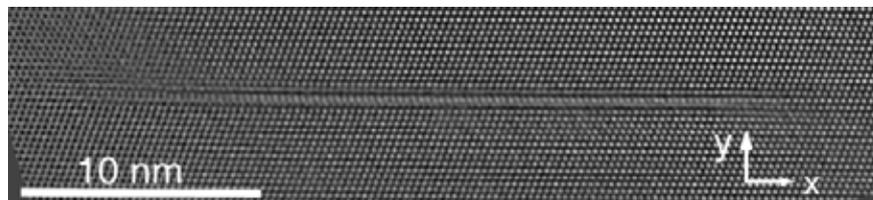


Figure III-25 : Image de MEHR du précipité sélectionné pour la comparaison des déformations mesurées et modélisées en axe de zone [110].

Les Figures III-26, III-27 et III-28 représentent  $\epsilon_{xx}$ ,  $\epsilon_{yy}$  et  $\epsilon_{xy}$  respectivement. Les images (a) de ces trois figures correspondent aux déformations mesurées expérimentalement ; les images (b) donnent les résultats des modélisations. La déformation longitudinale, transverse et le cisaillement sont très bien modélisés qualitativement : la symétrie du modèle et des déformations mesurées est identique. Les lobes de couleurs inversées sont bien présents en extrémités de précipités pour  $\epsilon_{xx}$  et  $\epsilon_{yy}$ , tandis que les flambeaux sont retrouvés en extrémités de précipités pour  $\epsilon_{xy}$ .

La comparaison quantitative est faite pour chaque extrémité de précipité : un profil de ligne est tracé perpendiculairement à la phase  $T_1$ . Les graphiques (c) des Figures III-26, III-27 et III-28 donnent l'intensité de la déformation le long du profil de l'extrémité de gauche, tandis que les courbes de (d) donnent celle le long du profil de droite. La déformation expérimentale est représentée en trait plein et celle modélisée en trait pointillé. La résolution spatiale de la méthode GPA est, dans notre cas, de 2 nm. Les mesures quantitatives des déformations sont donc faites à 3 nm suivant la direction  $x$  des extrémités des précipités. La zone de référence est prise dans la matrice ; la mesure des déformations à l'intérieur du précipité n'a donc pas de sens.

Sur  $\varepsilon_{xx}$  (Figure III-26), les profils confirment que la dilatation et la compression s'échangent aux extrémités d'un même précipité. L'amplitude de ces déformations mesurées, par exemple sur l'extrémité de gauche, n'est pas la même : la courbe en trait plein du graphique (c) n'est pas rigoureusement symétrique. La distribution de la déformation est donc différente au dessus et en dessous du précipité. La même observation peut être faite pour l'extrémité de droite (courbe en trait plein du graphique (d)). Par contre, la dilatation et la compression s'échangent bien à la traversée du précipité et la symétrie observée sur les courbes expérimentales est bien retrouvée sur les modélisations. L'amplitude des courbes n'est pas la même aux deux extrémités d'un même précipité : la déformation est globalement plus intense à gauche qu'à droite. La comparaison des déformations mesurées et modélisées montrent que l'amplitude des déformations modélisées est bien plus faible que celle mesurée. Il semble difficile d'établir un facteur représentatif de l'écart entre la modélisation et l'expérience devant le manque de ressemblance de l'évolution de ces graphiques. Par contre, les courbes tendent à converger lorsque la valeur de la déformation est prise loin (dans la direction  $y$ ) du précipité, exception faite pour la compression à l'extrémité gauche qui est probablement affectée par une source de contrainte proche. Cependant, l'intensité de la déformation, mesurée aux deux extrémités du profil (0nm et 5 nm), est faible et proche de l'erreur commise sur la mesure.

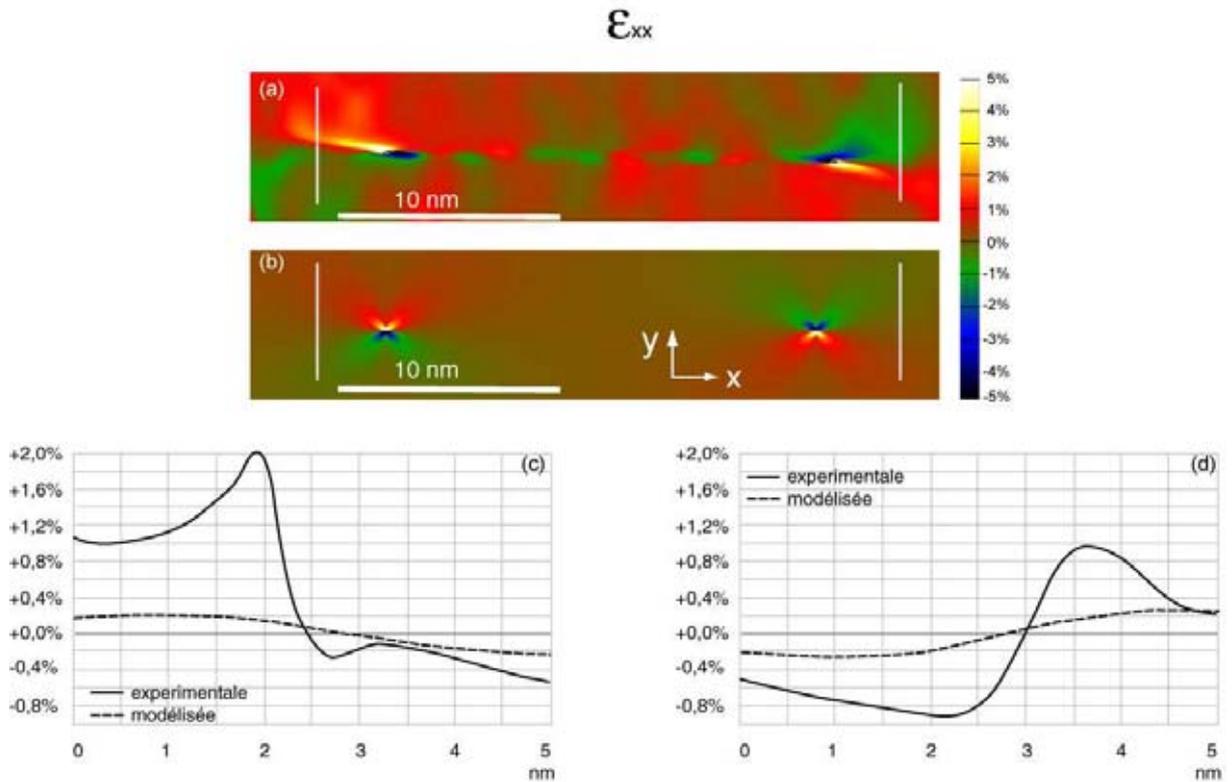


Figure III-26 :  $\epsilon_{xx}$  en axe de zone [110] : (a) mesurées avec la méthode GPA sur le précipité de l'image de MEHR de la Figure III-25 ; (b) modélisées à partir du champ de déformation créé par deux dislocations partielles ; Intensité des déformations mesurées expérimentalement (en trait plein) et modélisées (en trait pointillé) le long du profil de ligne situé (c) à l'extrémité gauche du précipité (représenté en blanc sur (a) et (b)) ; (d) à l'extrémité droite du précipité (représenté en blanc sur (a) et (b)).

Les observations faites pour  $\varepsilon_{xx}$  sont également valables pour  $\varepsilon_{yy}$  (Figure III-27), à quelques différences près. Les positions, par rapport au précipité, de la compression et de la dilatation, sont échangées en comparaison de celles observées sur  $\varepsilon_{xx}$ . Les extrema de ces déformations sont quasiment identiques en valeur absolue pour les deux extrémités du précipité. Par contre, les déformations sont toujours plus importantes à l'extrémité gauche que droite. Devant l'intensité des celles mesurées à gauche, nous pouvons nous demander si les mesures réalisées sur cette extrémité ne sont pas influencées par une source de contrainte proche. Enfin, en comparant l'amplitude des déformations aux deux extrémités, sur  $\varepsilon_{xx}$  et  $\varepsilon_{yy}$ , nous remarquons que, globalement, les déformations sont moins importantes pour  $\varepsilon_{xx}$  que pour  $\varepsilon_{yy}$ . Cette observation est en accord avec le principe selon lequel la croissance du précipité est facilitée dans la direction pour laquelle les contraintes résiduelles sont les plus faibles. La forme lenticulaire du précipité impose donc que les déformations soient plus petites dans la direction  $x$  que  $y$ . Les deux extrémités vérifient bien ce principe. Les déformations modélisées ne présentent pas cette caractéristique : leur intensité, prise à des distances comparables, est légèrement plus faible pour  $\varepsilon_{yy}$  que  $\varepsilon_{xx}$ .

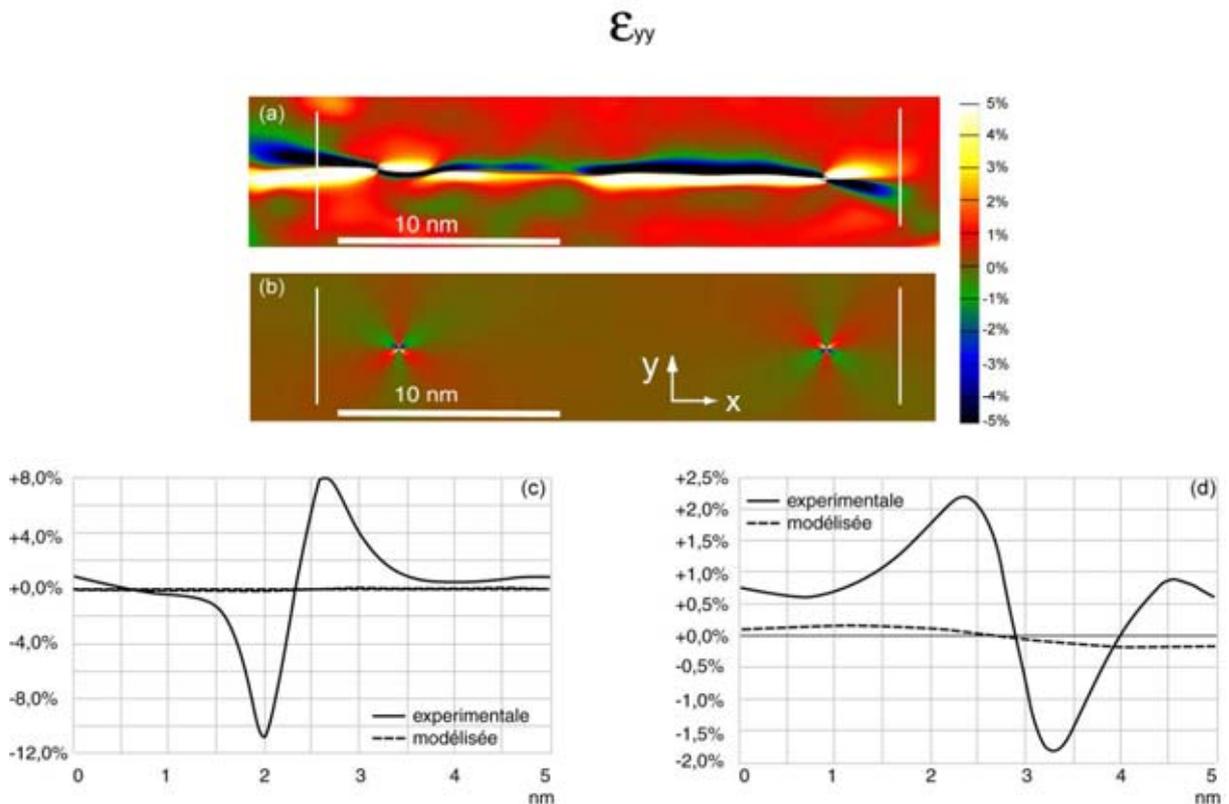


Figure III-27 :  $\varepsilon_{yy}$  en axe de zone [110] (a) mesurées avec la méthode GPA sur le précipité du bas de l'image de MEHR de la Figure III-25 ; (b) modélisées à partir du champ de déformation créé par deux dislocations partielles ; Intensité des déformations mesurées expérimentalement (en trait plein) et modélisées (en trait pointillé) le long du profil de ligne situé (c) l'extrémité gauche du précipité (représenté en blanc sur (a) et (b)) ; (d) à l'extrémité droite du précipité (représenté en blanc sur (a) et (b)).

Pour  $\varepsilon_{xy}$ , les courbes représentant la distribution de la déformation expérimentale et modélisée, sont données en (c) et (d) de la Figure III-28. Les extrema de la déformation mesurée et modélisée sont centrés sur le précipité. Nous pouvons une nouvelle fois noter un écart important entre modélisation et expérience. Le cisaillement expérimental est, une nouvelle fois, plus important à gauche qu'à droite du précipité ce qui confirme que la mesure des déformations sur l'extrémité gauche est influencée par une source de contrainte proche.

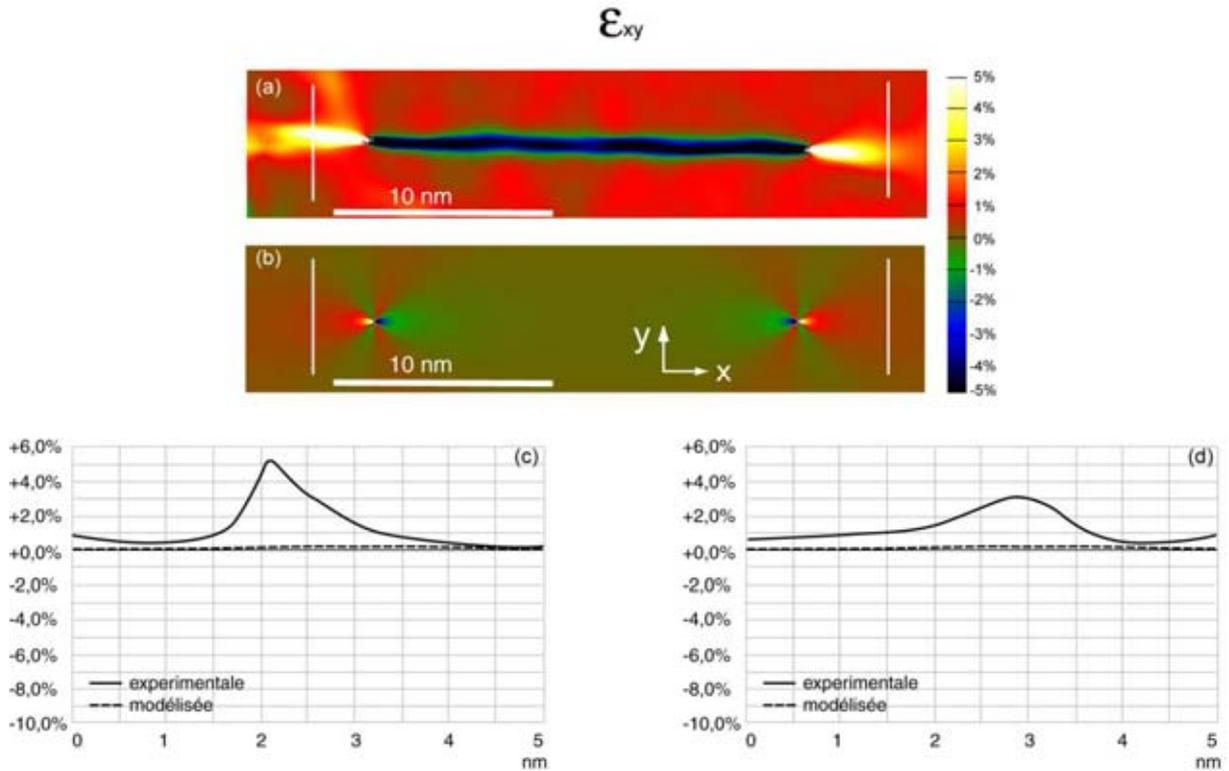


Figure III-28 :  $\varepsilon_{xy}$  en axe de zone [110] (a) mesurées avec la méthode GPA sur le précipité du bas de l'image de MEHR de la Figure III-25 ; (b) modélisées à partir du champ de déformation créé par deux dislocations partielles ; Intensité des déformations mesurées expérimentalement (en trait plein) et modélisées (en trait pointillé) le long du profil de ligne situé (c) à l'extrémité gauche du précipité (représenté en blanc sur (a) et (b)) ; (d) à l'extrémité droite du précipité (représenté en blanc sur (a) et (b)).

### III.4.2 Axe de zone $[12\bar{1}]$

Pour cette inclinaison de l'échantillon,  $\vec{b}_2 = \frac{a}{6}[12\bar{1}]$  est aligné avec le faisceau d'électrons. Pour passer de l'axe de zone  $[110]$  à  $[12\bar{1}]$ , l'échantillon pivote autour de la direction  $[1\bar{1}\bar{1}]$ . Ces deux informations permettent de définir complètement le repère lié à l'axe de zone  $[12\bar{1}]$ . La projection de  $\vec{b}_2$  dans le plan  $(12\bar{1})$  est nulle ; aucune déformation n'est engendrée par cette extrémité du précipité pour cet axe de zone (Figure III-29). De la même manière, la composante du vecteur de Burgers perpendiculaire à  $[12\bar{1}]$  pour la dislocation  $\vec{b}_1 = \frac{a}{6}[211]$  et de ligne  $\vec{l}_{[12\bar{1}]} = [12\bar{1}]$  est  $\vec{b}_{1\perp}^{[12\bar{1}]} = \frac{a}{4}[101]$ . Les champs de déformations autour du précipité sont modélisés à partir des équations ( III-1 ), ( III-2 ) et ( III-3 ).

Il est difficile de mettre en évidence le décalage des colonnes atomiques en traçant une ligne de part et d'autre du précipité ou en déformant l'image verticalement de manière analogue à l'axe de zone  $[110]$ . En effet, les colonnes atomiques dans la direction  $\langle 202 \rangle$  sont trop rapprochées. Pour cette même raison, il est difficile de dessiner un circuit de Burgers mettant en évidence, ou non, un défaut de fermeture. Cependant, nous pouvons affirmer qu'un défaut de fermeture doit apparaître lorsque la projection du vecteur de Burgers de la dislocation partielle est non nulle (pour  $\vec{b}_1$  dans cet axe de zone), et aucun défaut de fermeture ne doit être visible lorsqu'elle est nulle (pour  $\vec{b}_2$  dans cet axe de zone).

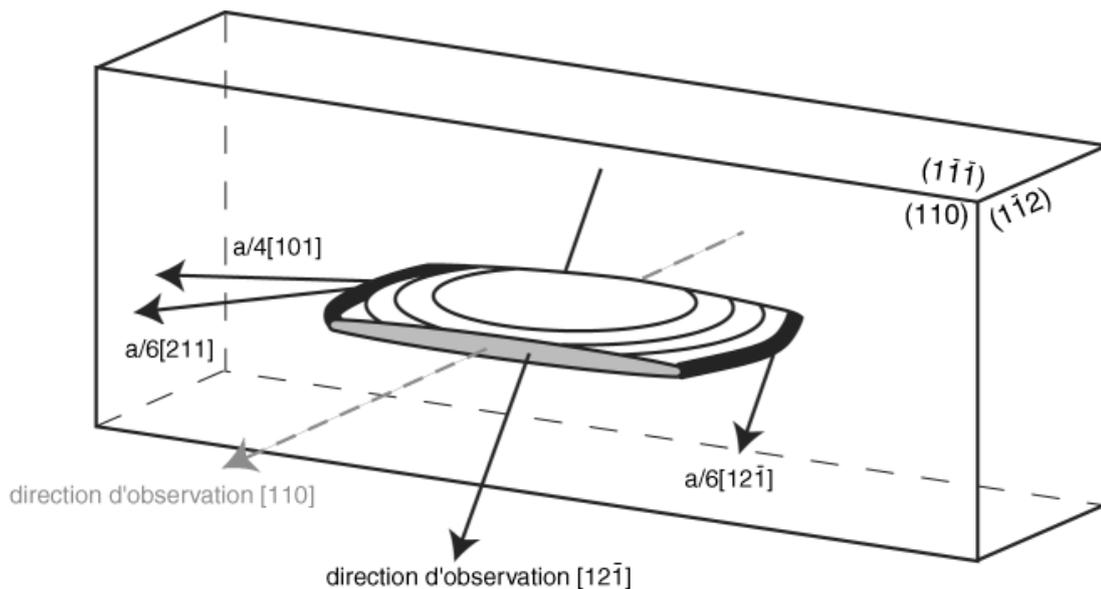
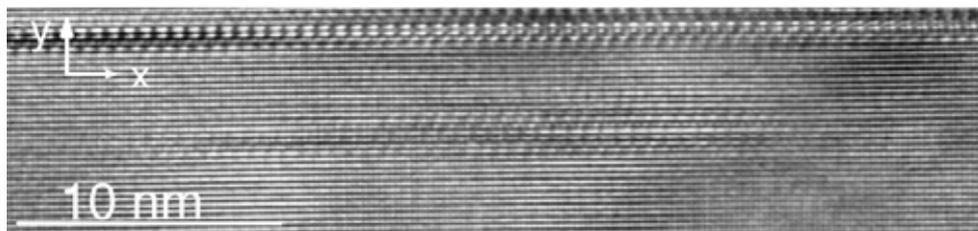


Figure III-29 : Vue schématique de la lame mince de MET montrant les vecteurs de Burgers des dislocations entourant le précipité et la composante perpendiculaire en axe de zone  $[12\bar{1}]$ .

Nous expliquerons, dans le chapitre V, qu'il est nécessaire d'observer, pour deux inclinaisons différentes de l'échantillon, des précipités ayant la même taille. Ainsi la plus petite phase  $T_1$  de l'image (a) de la Figure III-14 est sélectionné pour comparer les déformations mesurées et modélisées. Cependant, ce précipité est de taille inférieure à celui observé en axe de zone  $[110]$ . Dans l'approximation de l'élasticité linéaire, il est possible de mesurer le diamètre et l'épaisseur de ces deux précipités et d'étirer l'image obtenue pour l'axe de zone  $[12\bar{1}]$  afin de faire correspondre la taille des deux précipités. Cette manipulation numérique permet de faire coïncider les extrémités des deux précipités observés dans les deux axes de zones mais ne correspond pas à une réalité physique. L'intensité des déformations imposées à la matrice par une inclusion ayant la même taille que celle étudiée en axe de zone  $[110]$ , serait la même que celle mesurée au voisinage de ce précipité étiré en se positionnant à la même distance de l'extrémité des deux précipités. Ceci sera discuté en III.5.2. Cette manipulation permet de mesurer les déformations à 3 nm, suivant la direction  $x$ , de l'extrémité du précipité de manière analogue à ce qui a été fait en axe en zone  $[110]$ . De plus, les deux précipités étudiés ont ainsi la même taille. La Figure III-30 présente la phase  $T_1$  sélectionnée et étirée, pour cet axe de zone.



**Figure III-30 : Image de MEHR du précipité sélectionné et étiré pour la comparaison des déformations mesurées et modélisées en axe de zone  $[12\bar{1}]$ .**

Les Figures III-31, III-32 et III-33 comparent les déformations expérimentales mesurées et celles modélisées à partir des champs de déformations des projections des vecteurs de Burgers des deux dislocations partielles espacées de 18 nm, dans l'axe de zone  $[12\bar{1}]$ . Les modélisations représentent bien la symétrie des déformations mesurées avec la méthode GPA qualitativement. Les lobes de compression et de dilatation sont présents à une extrémité du précipité sur  $\varepsilon_{xx}$  et  $\varepsilon_{yy}$  tandis que l'autre extrémité ne déforme pas la matrice. Sur  $\varepsilon_{xy}$ , le flambeau est retrouvé au voisinage de l'extrémité du précipité qui impose des déformations.

La comparaison quantitative est plus complexe, exceptée lorsque les déformations expérimentales et modélisées sont proches de zéro, quelle que soit la composante étudiée (graphique (c) des Figures III-31, III-32 et III-33). Nous rappelons que la précision sur les mesures de déformations avec la méthode GPA, est annoncée comme étant de l'ordre de 0,2% pour les tailles de masque utilisées dans cette étude, ce qui renforce la crédibilité des mesures réalisées à l'extrémité gauche. Etudions maintenant l'autre extrémité.

Sur  $\varepsilon_{xx}$  (Figure III-31), la symétrie observée sur les courbes expérimentales est bien retrouvée sur les modélisations. Par contre, la transition dilatation/compression, mesurée expérimentalement, ne se produit pas exactement à la traversée du précipité (soit 2,5 nm) contrairement aux déformations modélisées. Le problème mis en évidence dans l'axe de zone  $[110]$ , est toujours présent : l'amplitude des déformations calculées est moins importante que celle des déformations mesurées. L'allure générale des deux courbes est par contre similaire (graphique (d) de la Figure III-31).

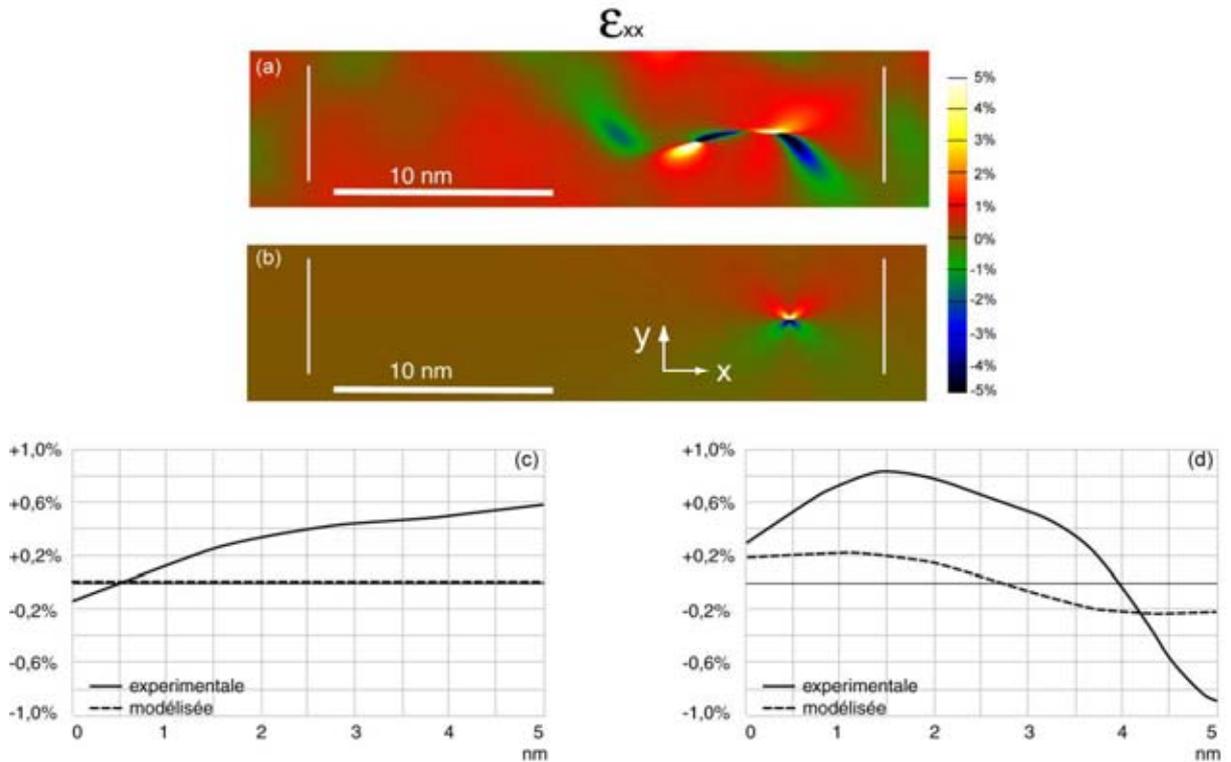


Figure III-31 :  $\epsilon_{xx}$  en axe de zone  $[12\bar{1}]$  : (a) mesurées avec la méthode GPA sur le précipité du bas de l'image de MEHR de la Figure III-30 ; (b) modélisées à partir du champ de déformation créé par deux dislocations partielles ; Intensité des déformations mesurées expérimentalement (en trait plein) et modélisées (en trait pointillé) le long du profil de ligne situé (c) à l'extrémité gauche du précipité (représenté en blanc sur (a) et (b)) ; (d) à l'extrémité droite du précipité (représenté en blanc sur (a) et (b)).

Sur  $\varepsilon_{yy}$  (Figure III-32), à 3 nm (suivant x) de l'extrémité du précipité, les déformations mesurées ne correspondent pas à celles modélisées. Cette fois ci, la matrice est en compression d'après les mesures expérimentales alors que le modèle propose une alternance de compression et de dilatation à la traversée du précipité (graphique (d) de la Figure III-32).

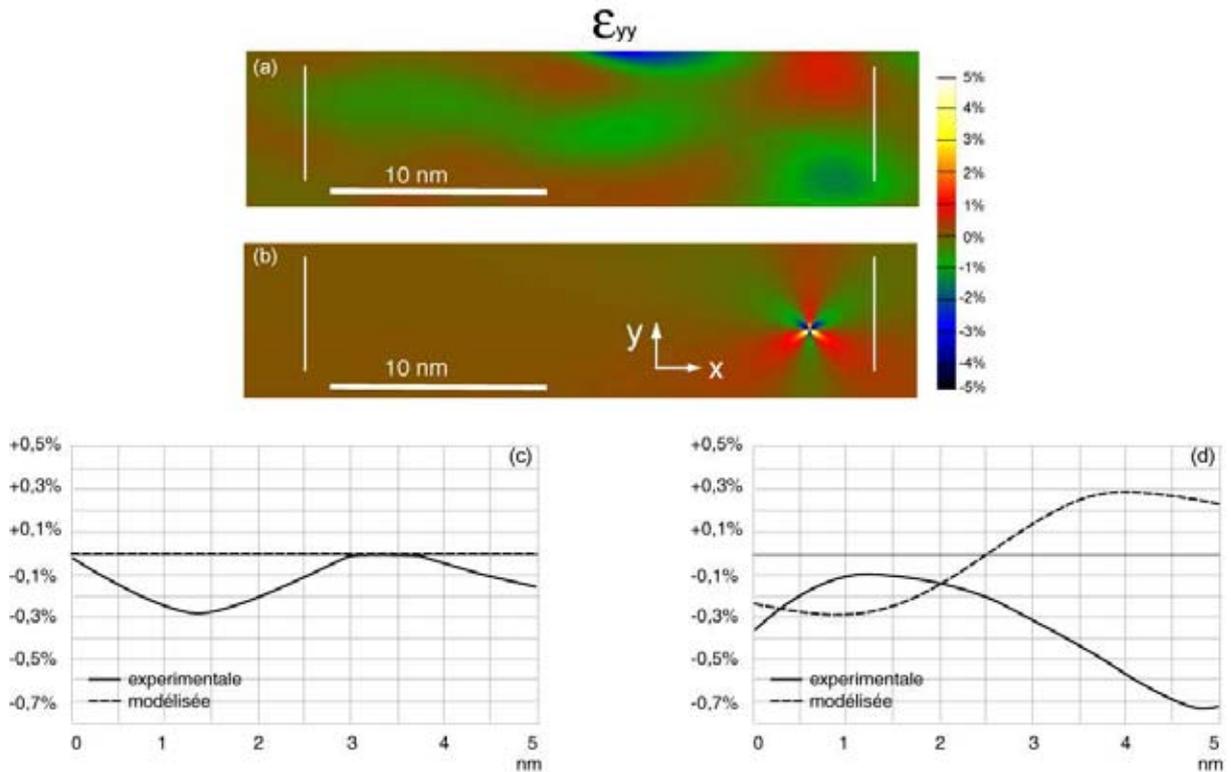


Figure III-32 :  $\varepsilon_{yy}$  en axe de zone  $[12\bar{1}]$  : (a) mesurées avec la méthode GPA sur le précipité du bas de l'image de MEHR de la Figure III-30 ; (b) modélisées à partir du champ de déformation créé par deux dislocations partielles ; Intensité des déformations mesurées expérimentalement (en trait plein) et modélisées (en trait pointillé) le long du profil de ligne situé (c) à l'extrémité gauche du précipité (représenté en blanc sur (a) et (b)) ; (d) à l'extrémité droite du précipité (représenté en blanc sur (a) et (b)).

$\varepsilon_{xy}$  (Figure III-33) est le seul cas pour lequel la déformation expérimentale est plus faible que celle modélisée. L'allure générale des courbes est équivalente, nous observons que le maximum est centré sur le précipité (graphique (d) de la Figure III-33).

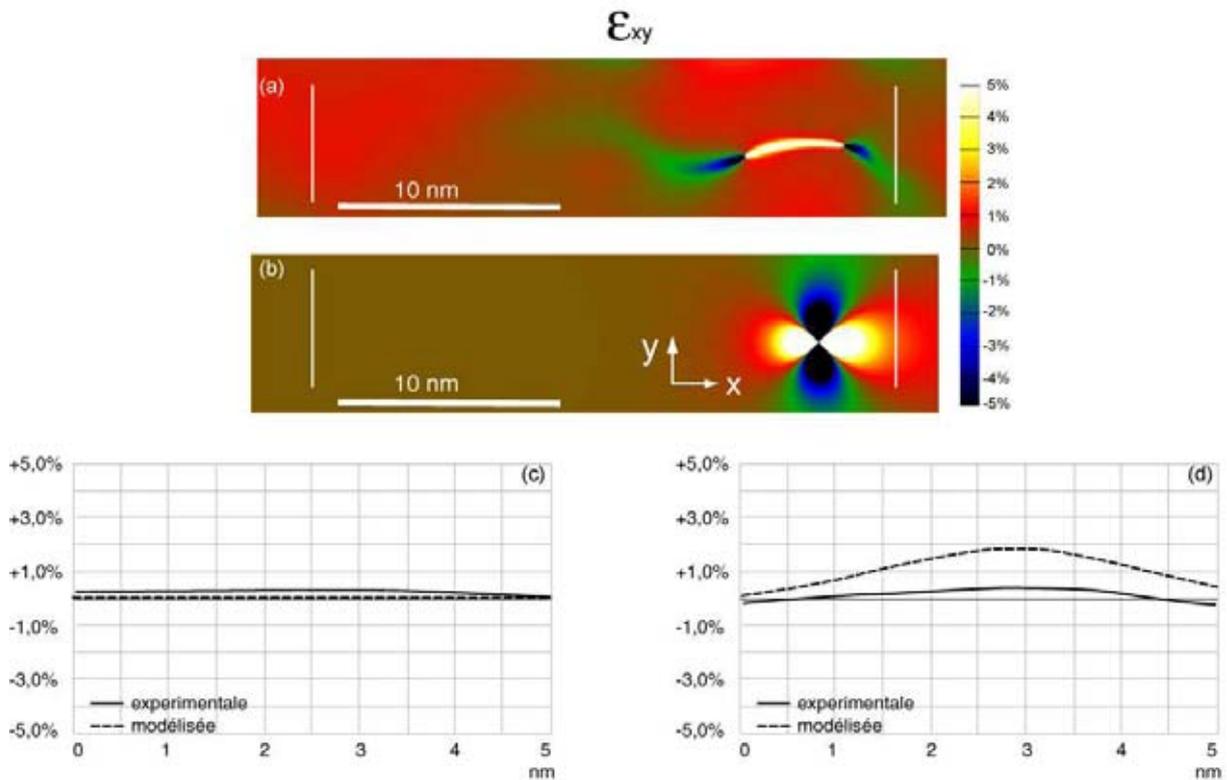


Figure III-33 :  $\varepsilon_{xy}$  en axe de zone  $[12\bar{1}]$  : (a) mesurées avec la méthode GPA sur le précipité du bas de l'image de MEHR de la Figure III-30 ; (b) modélisées à partir du champ de déformation créé par deux dislocations partielles ; Intensité des déformations mesurées expérimentalement (en trait plein) et modélisées (en trait pointillé) le long du profil de ligne situé (c) à l'extrémité gauche du précipité (représenté en blanc sur (a) et (b)) ; (d) à l'extrémité droite du précipité (représenté en blanc sur (a) et (b)).

## III.5 Discussions

### III.5.1 Choix du modèle

Le précipité est modélisé comme un défaut d'empilement bordé par des dislocations partielles. Ce choix de modèle est appuyé sur les mesures des déformations réalisées pour deux axes de zone différents par la méthode GPA et il est en accord avec le mécanisme de croissance des phases  $T_1$  proposé par Cassada (Cassada et al. 1991a) et reporté au chapitre I. Le champ de déformation, imposé par ces dislocations sur la matrice, rend bien compte, qualitativement, de celui mesuré en extrémités de précipité dans l'axe de zone  $[110]$ . Les résultats sont moins probants pour l'axe de zone  $[12\bar{1}]$  mais nous discuterons en III.5.2 de la qualité des mesures dans cette orientation. Deux autres modèles auraient pu être utilisés ; ils sont décrits ici. Nous les avons utilisés pour établir les tenseurs de déformations correspondant.

Le premier consiste à modéliser le précipité par une boucle de dislocation. Dans ce cas, la phase  $T_1$  est entourée par une boucle dont le vecteur de Burgers est, par exemple, égal à  $\vec{b}_1 = \frac{a}{6}[211]$ . Le caractère de la dislocation change en fonction de la zone de la boucle étudiée (Figure III-34). La modélisation dans l'axe de zone  $[12\bar{1}]$  met en valeur, dans ce cas, des déformations aux deux extrémités puisque les projections des vecteurs de Burgers sont les mêmes (Figure III-35). Or, les mesures montrent que, pour cet axe de zone, des déformations sont mesurées à une extrémité tandis que l'autre extrémité d'un même précipité ne déforme pas la matrice. Ce modèle n'est donc pas adapté.

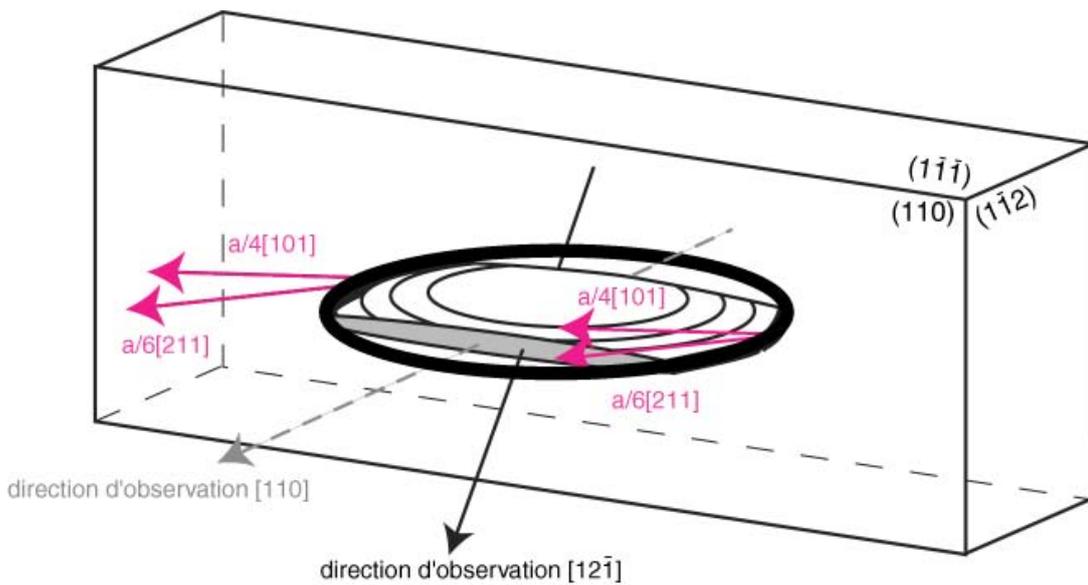


Figure III-34 : Vue schématique de la lame mince de MET montrant les vecteurs de Burgers dans le cas d'une boucle de dislocation entourant le précipité et la composante perpendiculaire en axe de zone  $[12\bar{1}]$ .

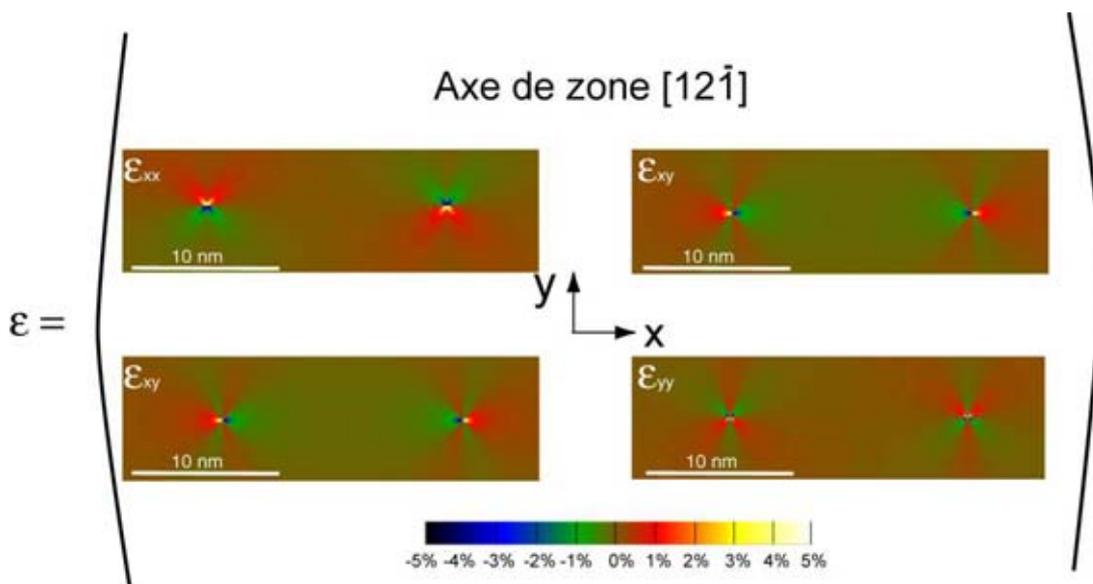


Figure III-35 : Modélisations des déformations  $\epsilon_{xx}$ ,  $\epsilon_{yy}$  et  $\epsilon_{xy}$  engendrées par une boucle de dislocation en axe de zone  $[12\bar{1}]$ .

Une autre solution est d'utiliser une boucle de Frank : le vecteur de Burgers de la boucle entourant le précipité  $T_1$  lui est alors perpendiculaire. La modélisation dans l'axe de zone  $[12\bar{1}]$  montre des déformations de même nature aux extrémités du précipité qui ne correspondent pas à celles observées expérimentalement (Figure III-36).

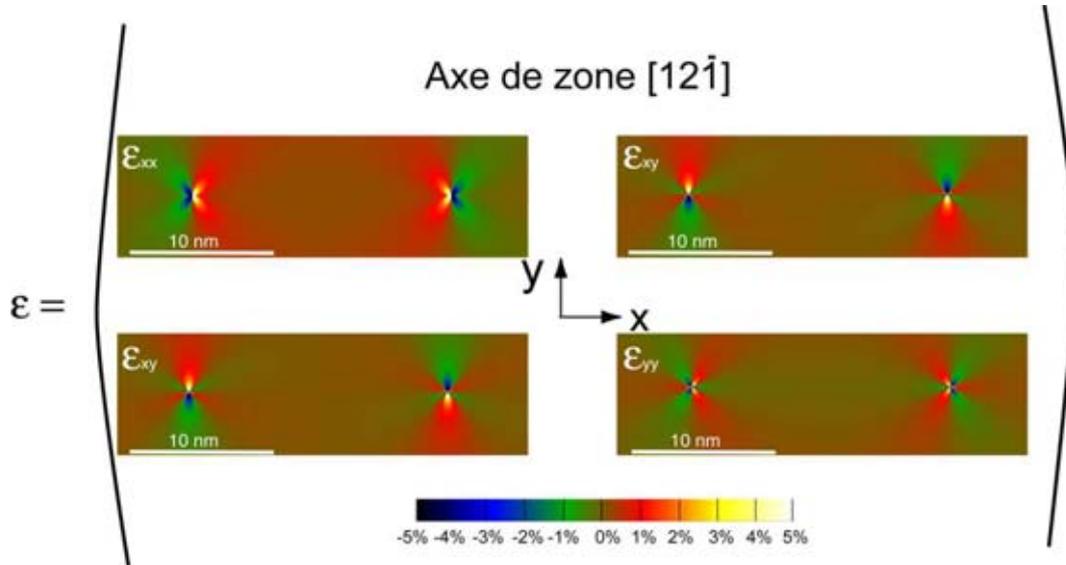


Figure III-36 : Modélisations des déformations engendrées par une boucle de Frank en axe de zone  $[12\bar{1}]$ .

Le modèle élastique d'Eshelby (Eshelby 1957) est très souvent utilisé pour modéliser le champ de déformation autour du précipité. Cependant, il suppose que le champ de déplacement est radial dans le plan perpendiculaire à l'axe du précipité avec une amplitude proportionnelle au carré de la distance  $r$  au centre du précipité :  $u_r = kr^{-2}$ . Le champ de déformation est déduit par dérivation analytique  $\epsilon_{ij} = 1/2(\partial u_i / \partial x_j + \partial u_j / \partial x_i)$ . Ce modèle ne peut donc être utilisé que pour des précipités à symétrie sphérique (Eshelby 1957), ce qui n'est pas le cas des précipités  $T_1$ .

## III.5.2 Déformations mesurées et modélisées

### III.5.2.1 Incertitude de la mesure

Afin de préciser l'erreur commise sur nos mesures, le calcul de la déviation standard, à partir de la définition de Tirry et al (Tirry & Schryvers 2009) explicité en II.3.3., est réalisé sur des zones faiblement déformées, pour les axes de zone  $[110]$  (Figure III-37) et  $[12\bar{1}]$  (Figure III-38). Les Tableau III-1 et Tableau III-2 donnent les valeurs moyennes et la déviation standard de la déformation calculée, pour différents emplacements.

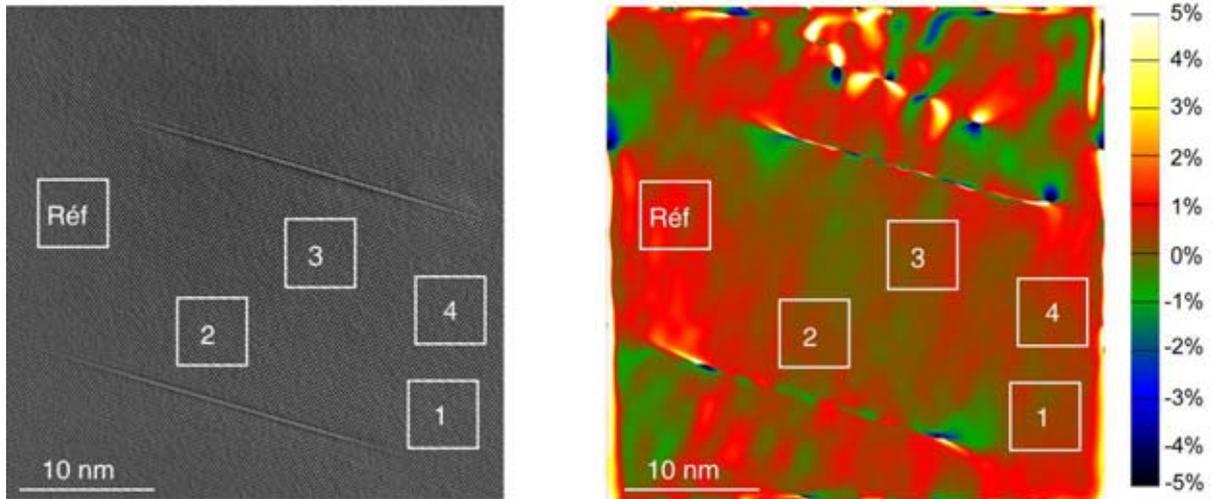


Figure III-37 : Exemple de détermination des valeurs moyennes et des déviations standards de la déformation  $\epsilon_{xx}$  en axe de zone  $[110]$ . Les valeurs calculées dans les différentes zones sont reportées dans le Tableau III-1. « Réf » correspond à la zone choisie comme étant sans déformation pour le calcul des phases.

	$\epsilon_{xx}$ moyenne (%)	Déviati on standard de $\epsilon_{xx}$ (%)
Réf.	0,13	0,17
1	0,22	0,11
2	0,17	0,12
3	0,22	0,15
4	0,33	0,18

Tableau III-1 : Valeurs moyennes et déviati on standard de la déformation  $\epsilon_{xx}$ , mesurées dans les zones définies sur la Figure III-37.

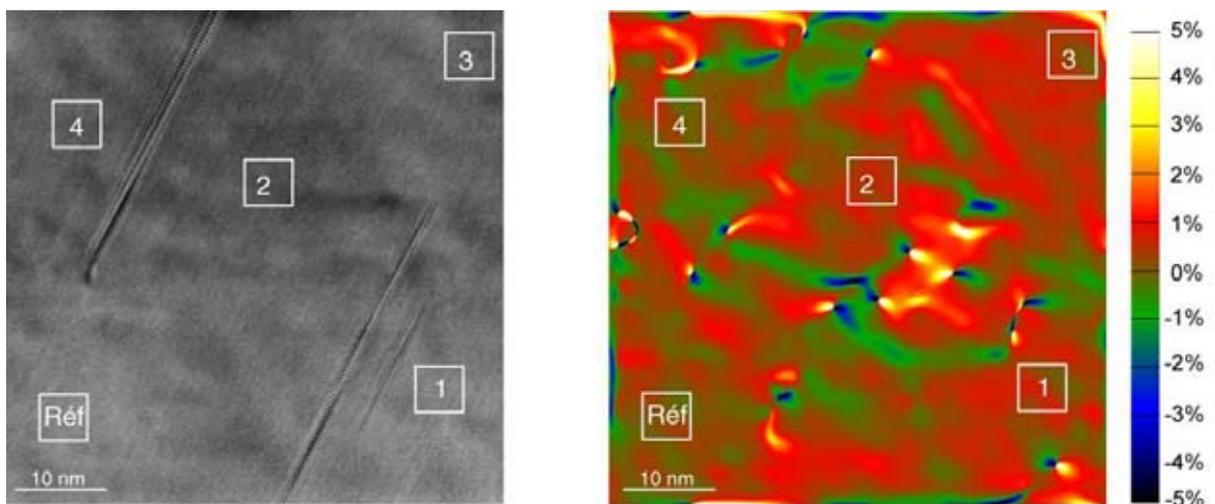


Figure III-38 : Exemple de détermination des valeurs moyennes et des déviations standards de la déformation  $\epsilon_{xx}$  en axe de zone  $[12\bar{1}]$ . Les valeurs calculées dans les différentes zones sont reportées dans le Tableau III-2. « Réf » correspond à la zone choisie comme étant sans déformation pour le calcul des phases.

	$\varepsilon_{xx}$ moyenne (%)	Déviatiion standard de $\varepsilon_{xx}$ (%)
Réf.	0,03	0,16
1	0,34	0,23
2	0,40	0,11
3	0,40	0,13
4	0,03	0,20

Tableau III-2 : Valeurs moyennes et déviatiion standard de la déformation  $\varepsilon_{xx}$ , mesurées dans les zones définies sur la Figure III-38.

Dans ces zones de l'image, la déviatiion standard dépasse 0,2% mais reste inférieure à 0,3%, valeur qui sera donc considérée comme l'erreur maximale commise sur la mesure des déformations dans notre étude. Les valeurs de la déviatiion standard sont en accord avec celles mesurées par Tirry et al. (Tirry & Schryvers 2009). Les zones de référence, choisies pour les deux inclinaisons de l'échantillon, sont celles pour lesquelles la déformation moyenne est minimale. Pour l'axe de zone [110], la déviatiion standard est du même ordre de grandeur ou plus faible que la valeur moyenne de  $\varepsilon_{xx}$  à l'exception de la zone de référence. En effet, dans cette zone, les déformations sont très faibles et la déviatiion standard est plus importante que la déformation moyenne. Cependant, elle reste inférieure à 25% de l'écart entre la valeur de déformation maximale et minimale mesurée dans cette espace. Ceci indique donc que l'intensité de la déformation fluctue dans cette zone référence. Les conditions de mesures sont donc bonnes pour cette orientation de l'échantillon. Pour l'axe de zone  $[1\bar{2}1]$ , les mêmes observations sont réalisées. Cependant, la déviatiion standard est plus souvent supérieure à la valeur moyenne de la déformation que pour l'axe de zone [110]. La méthode GPA est donc moins précise dans cet axe de zone. Ceci est à relier au fait que, pour cet inclinaison de l'échantillon, les colonnes atomiques sont très serrées et que nous nous approchons des limites du microscope.

### III.5.2.2 Résolution spatiale de la méthode GPA

Les choix qui ont été faits pour calibrer la méthode GPA, ont des conséquences sur l'exploitation des résultats fournis par cette technique. Les fluctuations des phases, sur une échelle inférieure à 2 nm, sont lissées par la taille de masque utilisé pour couper les hautes fréquences dans l'espace réciproque. La résolution spatiale de la technique GPA en est alors affectée. Pour cette raison, il n'est pas judicieux de mesurer les déformations à une distance inférieure à 2 nm du précipité. Ceci explique également pourquoi nous n'avons pas choisi de mettre en évidence la déformation maximale subie par la matrice, qui est généralement localisée très près du précipité. De plus, nous rappelons que la zone de référence est prise dans la matrice. Ainsi, les déformations calculées par la méthode GPA à l'intérieur du précipité n'ont pas de réalité physique. Pour ces deux raisons, l'interface matrice/précipité ne peut pas être étudiée, en termes de déformation, de cette manière. Les profils, permettant la mesure quantitative des déformations, sont ainsi réalisés à 3 nm (suivant la direction x) de l'extrémité du précipité. Il serait également nécessaire de s'éloigner d'au moins 2 nm suivant la direction y du précipité. A cet endroit, l'intensité des déformations est de l'ordre de 0,2%. L'incertitude de la méthode GPA étant 0,3%, il n'est pas judicieux de mesurer de si petites déformations. Ainsi, nous avons choisi de nous éloigner du précipité uniquement dans la direction x, pour réaliser la mesure quantitative des déformations.

### III.5.2.3 Validité des mesures

En axe de zone  $[110]$ , la mesure des déformations, réalisée sur l'extrémité gauche du précipité de la Figure III-9, semble être influencée par une source de contrainte proche de celui-ci ce qui remet en cause la validité des mesures pour cette extrémité. Cette remarque n'est pas valable pour l'extrémité droite pour laquelle aucun argument contre la validité des mesures n'est avancé. L'allure des courbes, comparant la distribution de la déformation mesurée et modélisée, est la même mais un écart entre leurs amplitudes est à noter. Pour cet axe de zone, la validité du modèle est plutôt à remettre en cause que celle des mesures.

En axe de zone  $[12\bar{1}]$ , la mesure quantitative des déformations à l'extrémité gauche, confirme que les déformations dans la matrice ne sont pas visibles pour cette orientation de l'échantillon. A l'extrémité droite, les déformations mesurées ne coïncident pas avec celles modélisées. La mesure des déformations peut être faussée par au moins deux causes. Il s'agit ici de les présenter et de déterminer si elles peuvent être responsables de l'écart entre l'allure des courbes modélisées et mesurées.

Du point de vue de la validité des mesures, la première cause, pouvant expliquer l'écart avec les déformations modélisées, est le bruit présent sur l'image de MEHR qui ne peut pas être lissé par l'adaptation de la taille du masque. La résolution du SACTEM étant insuffisante pour cet axe de zone, ces images ont été réalisées sur la TITAN<sup>3</sup> qui fonctionne avec une haute tension de 300 kV. Pour une telle haute tension, l'aluminium subit des dégâts d'irradiation puisque son seuil d'irradiation est de 170kV : des dislocations apparaissent sous le faisceau d'électrons et se déplacent très rapidement si le faisceau est maintenu sur la même zone. Leurs mouvements laissent des défauts d'empilement dans la matrice, visibles en MEHR. Ces dislocations induisent des déformations mesurées par la méthode GPA et interagissent avec celles présentes au voisinage des phases  $T_1$ . Ceci explique également les valeurs importantes de la déviation standard calculée pour cet axe de zone. Nous pouvons donc penser que la mesure de la déformation transversale en axe de zone  $[12\bar{1}]$  est influencée par le bruit de l'image MEHR et sera donc considérée comme non valide.

La deuxième explication peut concerner la déformation de l'image, réalisée dans l'axe de zone  $[12\bar{1}]$ , pour faire coïncider les tailles des précipités dans les deux inclinaisons de l'échantillon. Jusqu'à présent, nous avons admis que cette manipulation numérique n'avait pas d'effet : la taille des précipités a été ajustée par étirement des images mais l'intensité des déformations n'a pas été modifiée. Nous avons considéré que la déformation induite par un précipité plus grand que celui réellement étudié, serait identique à celle imposée par le précipité considéré, à condition de se positionner à la même distance de l'extrémité des deux précipités. En d'autres termes, nous avons admis que la taille du précipité n'a pas d'influence sur l'intensité des déformations mesurées à la distance fixe de 3 nm de l'extrémité du précipité. Nous pouvons affirmer que ce postulat n'est pas correct. Ainsi, il est souhaitable de se rendre compte de l'erreur commise à cause de cette manipulation sur la mesure des déformations à cette distance fixe. Pour cela, plusieurs modélisations des déformations induites par les deux dislocations partielles considérées en axe de zone  $[110]$  sont réalisées. Deux grandeurs sont modifiées pour répondre à ces questionnements : l'espacement des dislocations (noté  $l$ ), qui est équivalent à la taille du précipité, et la distance (noté  $d$ ) de l'extrémité du précipité à laquelle les déformations sont mesurées. Pour chaque cas, des profils de ligne sont calculés. En première approximation, seule l'intensité maximale (et non sa position par rapport au profil de ligne) est reportée dans la Figure III-39 permettant les comparaisons. Le cas 1 nous montre qu'en faisant varier proportionnellement  $d$  et  $l$ , les déformations ne sont pas identiques. Il ne semble donc pas judicieux de faire varier la position du profil de ligne en fonction de la longueur du précipité.

Le cas 2 nous apprend que les déformations mesurées à une distance  $d$  constante (ici 3nm) sont identiques à condition que  $l$  soit largement supérieur à  $d$ . Ceci est également vrai quelle que soit la composante de la déformation considérée (longitudinale, transversale et cisaillement). Cette interprétation du cas 2 n'est pas en accord avec les lois établies dans l'approximation de l'élasticité linéaire. Ainsi, nous pouvons comprendre que les deux dislocations n'interagissent pas si la distance qui les sépare est au maximum supérieure à 10nm. Deux conclusions peuvent être déduites. Premièrement, l'espacement entre les dislocations n'a pas d'influence sur les déformations modélisées dans ce chapitre puisque les tailles de précipité modélisées sont supérieures à 10nm. Ainsi, le modèle est plutôt à remettre en cause pour expliquer la différence entre déformations mesurées et calculées. Deuxièmement, ces modélisations ne nous donnent aucune information permettant de déterminer l'influence de la manipulation numérique visant à étirer les images sur les déformations mesurées à une distance fixe des extrémités des précipités.

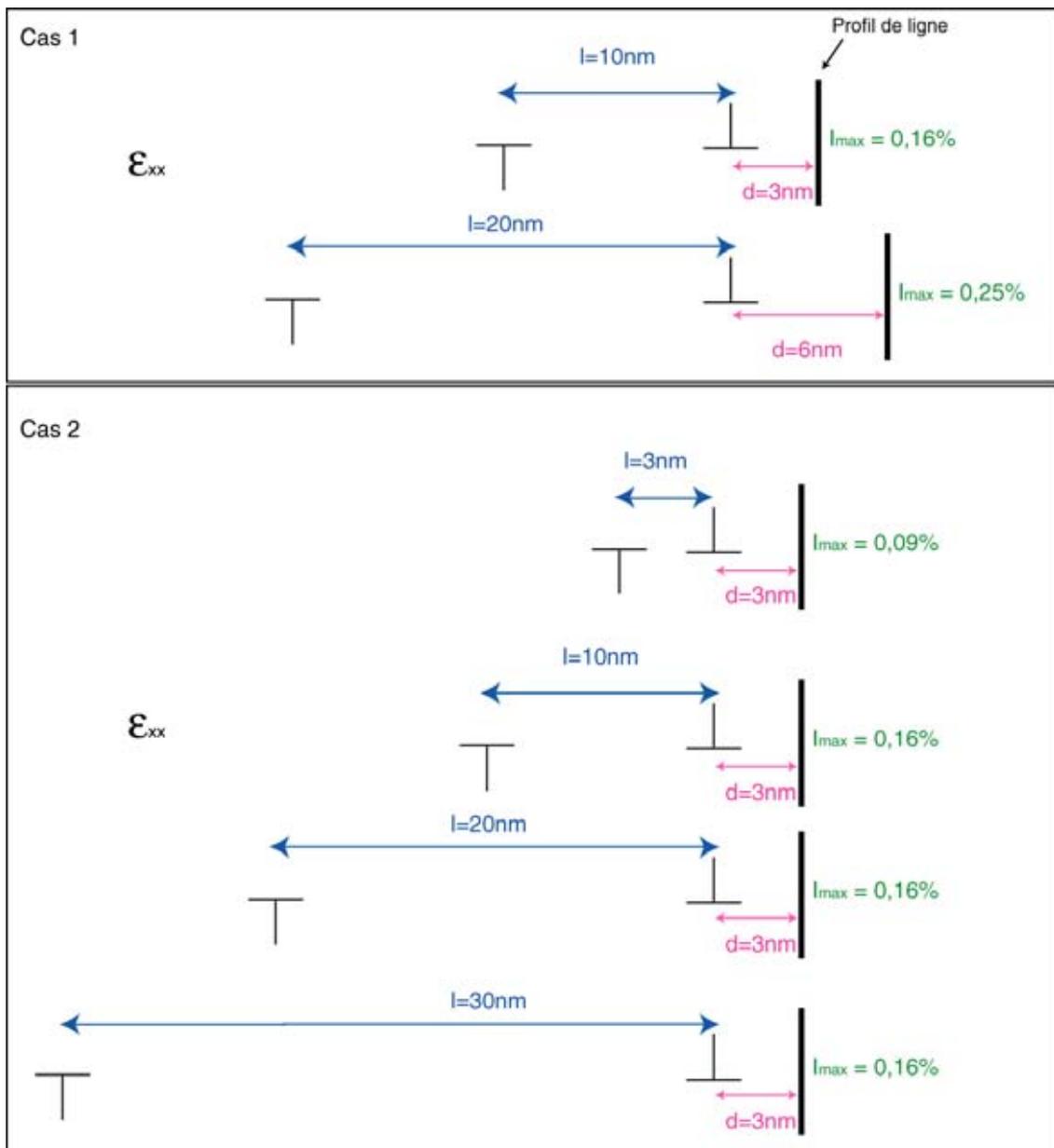


Figure III-39 : Schéma résumant l'influence de l'espacement des dislocations ( $l$ ) et de la distance de la dislocation à laquelle le profil de ligne est tracé ( $d$ ) sur l'intensité des déformations mesurées.

Finalement, les mesures quantitatives des déformations ne sont menées que sur les cas sélectionnés comme représentatifs, pour les deux axes de zone. Nous pouvons nous demander si le choix des précipités étudiés pour chaque axe de zone est judicieux. Sur les autres exemples présentés plus haut, les déformations expérimentales sont souvent influencées par la présence d'autres précipités, ou par le bruit des images, amenant ainsi encore plus d'écart avec le modèle. Aucun cas plus représentatif que ceux présentés ici, n'a été trouvé, pour des précipités plus longs par exemple.

### III.5.2.4 Validité du modèle

La symétrie des déformations mesurées est bien reproduite par le modèle quel que soit l'axe de zone choisi en considérant la mesure de  $\varepsilon_{yy}$  comme non valide pour l'axe de zone  $[12\bar{1}]$ . L'aspect quantitatif est plus complexe.

En axe de zone  $[110]$ , le modèle rend bien compte, quantitativement, de la distribution des déformations mesurées mais pas de leurs intensités. En axe de zone  $[12\bar{1}]$ , l'écart entre les valeurs mesurées et modélisées est encore plus aléatoire qu'en  $[110]$  et différent en fonction de la composante étudiée. Ceci s'explique en partie par le manque de validité des mesures dans cet axe de zone.

Utiliser un défaut d'empilement bordé par deux dislocations partielles, n'est pas suffisant pour rendre compte de l'intensité des déformations mesurées, quel que soit l'axe de zone étudié. La Figure III-39 a montré que seul le champ de déformation induit par une dislocation est modélisé et non l'interaction entre les deux. Une autre contribution doit être ajoutée. L'influence de l'épaisseur (en  $y$ ) du précipité n'est pas prise en compte par ce modèle qui ne considère que les déformations aux extrémités du précipité. Nous pouvons donc imaginer que l'épaisseur de la phase  $T_1$  déforme la matrice au voisinage du centre du précipité mais également à ses extrémités. Cette hypothèse sera développée au chapitre IV. Deux autres explications semblent encore justifier de cet écart d'intensité. Les mesures sont réalisées en point par point sur les cartes de déformations modélisées alors qu'elles sont moyennées en fonction de la taille du masque par la méthode GPA. De plus, l'aluminium est un matériau anisotrope ; ses déformations le sont également. Le modèle, basé sur les champs de déplacement induits par des dislocations, est traité dans le cas de l'élasticité isotrope. L'évolution de ce modèle est donc nécessaire. Il est possible de calculer, par une méthode numérique, ces champs de déplacement de manière anisotrope mais nous pouvons penser que cette amélioration ne modifiera pas l'écart entre les champs de déformation modélisés et calculés qui est d'un ordre de grandeur.

Douin et al. (Douin et al. 2010) montrent que les champs de déplacement élastique, induits par un précipité sous forme de latte de l'aluminium 6056-T6, peuvent être modélisés par un dipôle de dislocations coin. Cette modélisation reproduit bien la symétrie et l'intensité des champs de déplacement. Une différence est à noter entre cette phase et les précipités  $T_1$  : l'anisotropie de forme de la latte de l'aluminium 6056 est moins marquée que celle des phases étudiées ici. La comparaison des rapports de la section des précipités, observés selon leurs axes de croissance, confirme cette dernière affirmation : il est de 1:4 pour la latte de l'aluminium 6056 contre 1:39 pour les plus petits précipités  $T_1$ . Nous pouvons penser que les déformations, induites par un précipité de diamètre plus important que ces lattes, ne sont pas uniquement imputables à la présence des dislocations partielles mise en évidence expérimentalement dans cette thèse.

## III.6 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons tout d'abord mis en évidence les différentes phases observées par la MET dans cet alliage d'aluminium. Puis, nous avons montré qu'il était possible de dégager des déformations caractéristiques mesurées aux extrémités des précipités pour deux axes de zone différents. Un modèle reproduisant les déformations mesurées a également été mis en place. Rappelons les principaux résultats de ce chapitre.

A partir d'une observation attentive du désalignement des colonnes atomiques de la matrice à la traversée des phases  $T_1$  et en sachant que ces précipités se forment sur des dislocations, nous concluons que deux dislocations partielles sont présentes à l'interface matrice/extrémité de précipité. Cette observation est en accord avec le mécanisme de germination de ces phases, proposé par la littérature. Cependant, la présence de ces dislocations n'avait pas été prouvée expérimentalement. Par la mesure des champs de déformations, avec la méthode GPA, aux extrémités des précipités  $T_1$ , nous pouvons non seulement confirmer la présence de ces dislocations, mais également déterminer leurs vecteurs de Burgers.

Ce résultat a servi de fondement pour la modélisation des déformations mesurées en extrémités de précipité. La MEHR, couplée à la méthode GPA, permet l'établissement des cartes de déformations dans le plan perpendiculaire au faisceau d'électrons et en chaque point de l'image. Ainsi, le modèle rend bien compte, qualitativement, des déformations mesurées expérimentalement. Leur comparaison quantitative soulève de nombreuses questions notamment sur les précautions à prendre pour l'utilisation de la méthode GPA, sur les conditions d'observation et le choix de la zone étudiée. Du point de vue du modèle, il n'est pas suffisant de considérer le précipité comme un défaut d'empilement bordé par deux dislocations pour décrire l'intensité des déformations mesurées. Il devra donc être adapté.

# **Chapitre IV : Mesures et modélisations des champs de déformations au voisinage de l'intégralité du précipité**

Ce chapitre est centré sur la matrice, située de part et d'autre du précipité, dans la direction transverse. Il s'agit, dans un premier temps, de mesurer les déformations imposées par les précipités  $T_1$  à proximité du centre du précipité, à partir d'images en MEHR couplées à la méthode GPA. Nous parlerons des déformations au voisinage du centre du précipité puisqu'elles décrivent l'influence de l'épaisseur de l'inclusion.

Puis plusieurs modèles, susceptibles de décrire les déformations mesurées expérimentalement, à la fois au voisinage des extrémités et du centre du précipité, sont proposés. Celui qui s'avèrera être le plus efficace, est basé sur la résolution des équations de la micromécanique en utilisant la FFT à partir de la méthode proposée par Moulinec et Suquet (Moulinec & Suquet 1998), présentée au chapitre II.

Dans ce chapitre, nous parlerons du « centre du précipité » pour décrire « la matrice située autour du centre du précipité ». L'épaisseur du précipité décrit, de manière analogue à ce qui a été fait au chapitre III, la plus petite dimension de la phase  $T_1$ , orientée suivant  $y$ .

## IV.1 Mesures des déformations au voisinage du centre du précipité

### IV.1.1 Axe de zone [110]

Les déformations, induites par l'influence de l'épaisseur du précipité, sont mesurées à partir des images MEHR couplées avec la méthode GPA, de manière analogue à celles mesurées au voisinage des extrémités du précipité (cf chapitre III). Quelques cas représentatifs sont sélectionnés pour mettre en évidence les déformations caractéristiques observées.

La déformation longitudinale et le cisaillement de la matrice, proches du centre du précipité, sont donnés sur les images (a) et (c) de la Figure IV-1. Il s'agit du même précipité que celui choisi comme cas représentatif de l'axe de zone [110] et présenté au chapitre III. Les profils de ligne sont moyennés sur une zone de 25 nm<sup>2</sup>, représentée par un carré sur  $\epsilon_{xx}$  et  $\epsilon_{xy}$ . Ils sont tracés en (b) et (d) sur la Figure IV-1.

Aucune déformation n'est mesurée, qualitativement et quantitativement, le long du précipité sur  $\epsilon_{xx}$ . Le cisaillement est négatif pour la matrice située autour de la phase T<sub>1</sub>. L'intensité de cette déformation peut être lue sur le graphique (d) de la Figure IV-1. Les observations concernant le signe du cisaillement ne sont valables que pour ce cas. D'autres exemples sont visibles en Figure III-13 du chapitre III. Nous rappelons que les déformations, mesurées à l'intérieur du précipité avec cette méthode, n'ont pas de sens physique.

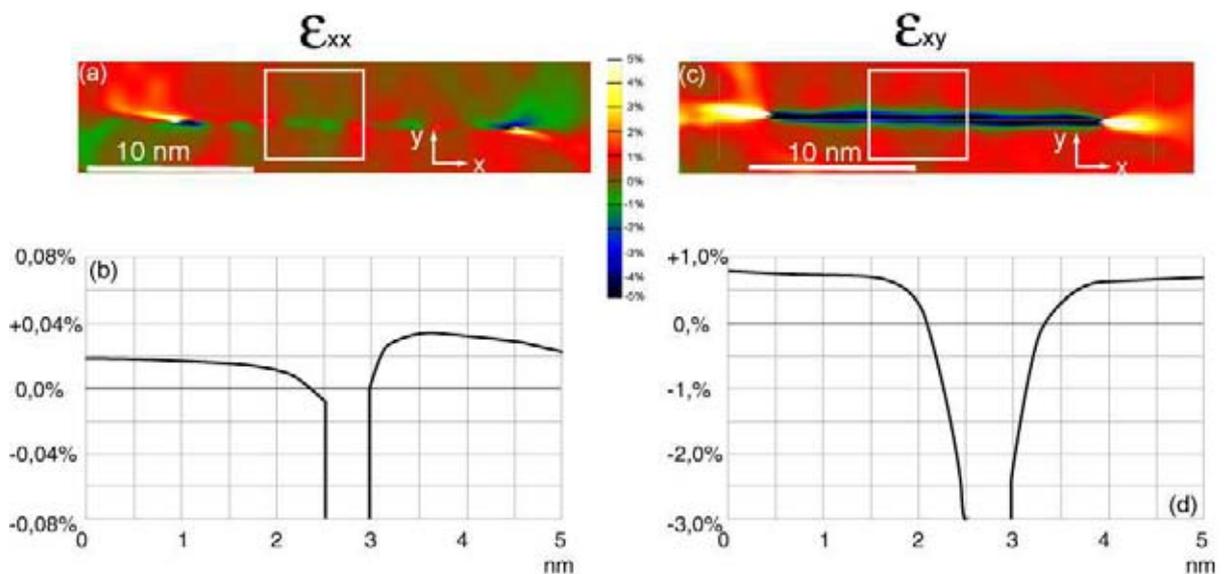


Figure IV-1 : Déformations mesurées avec la méthode GPA sur le précipité de l'image de MEHR de la Figure III-8 en axe de zone [110] et intensité des déformations mesurées le long du profil de ligne situé au centre du précipité (représenté par un carré blanc): (a)  $\epsilon_{xx}$  ; (b) la matrice n'est pas déformée ; (c)  $\epsilon_{xy}$  ; (d) le cisaillement est négatif.

L'étude de la composante  $\varepsilon_{yy}$  montre trois types de déformations mesurées dans la matrice proche du centre du précipité. La nature de celles-ci dépend du nombre de plans constitutifs de la phase  $T_1$ . Sur les images (a) de la Figure IV-2, la matrice est dilatée au voisinage du centre du précipité. L'intensité de cette déformation peut être lue sur le profil de ligne et est caractéristique d'une phase composée de trois plans atomiques qui est donc symétrique par rapport au plan médian du précipité. Les images en (b) de la Figure IV-2 présentent un cas où la matrice est compressée par le précipité. Ce comportement est caractéristique d'une inclusion constituée de deux plans atomiques et donc symétrique par rapport au plan médian du précipité. L'épaisseur (selon la direction  $y$ ) influence donc directement la nature des déformations. Les images en (c) de la Figure IV-2 mettent en évidence un cas inattendu : à la traversée du précipité, la nature des déformations s'inverse. La matrice est en effet, compressée au dessus de la phase  $T_1$  et dilatée en dessous. Le profil de ligne confirme ce comportement tandis que l'image de MEHR montre que l'intérieur du précipité n'est pas net alors que la mise au point est parfaite sur le reste de l'image.

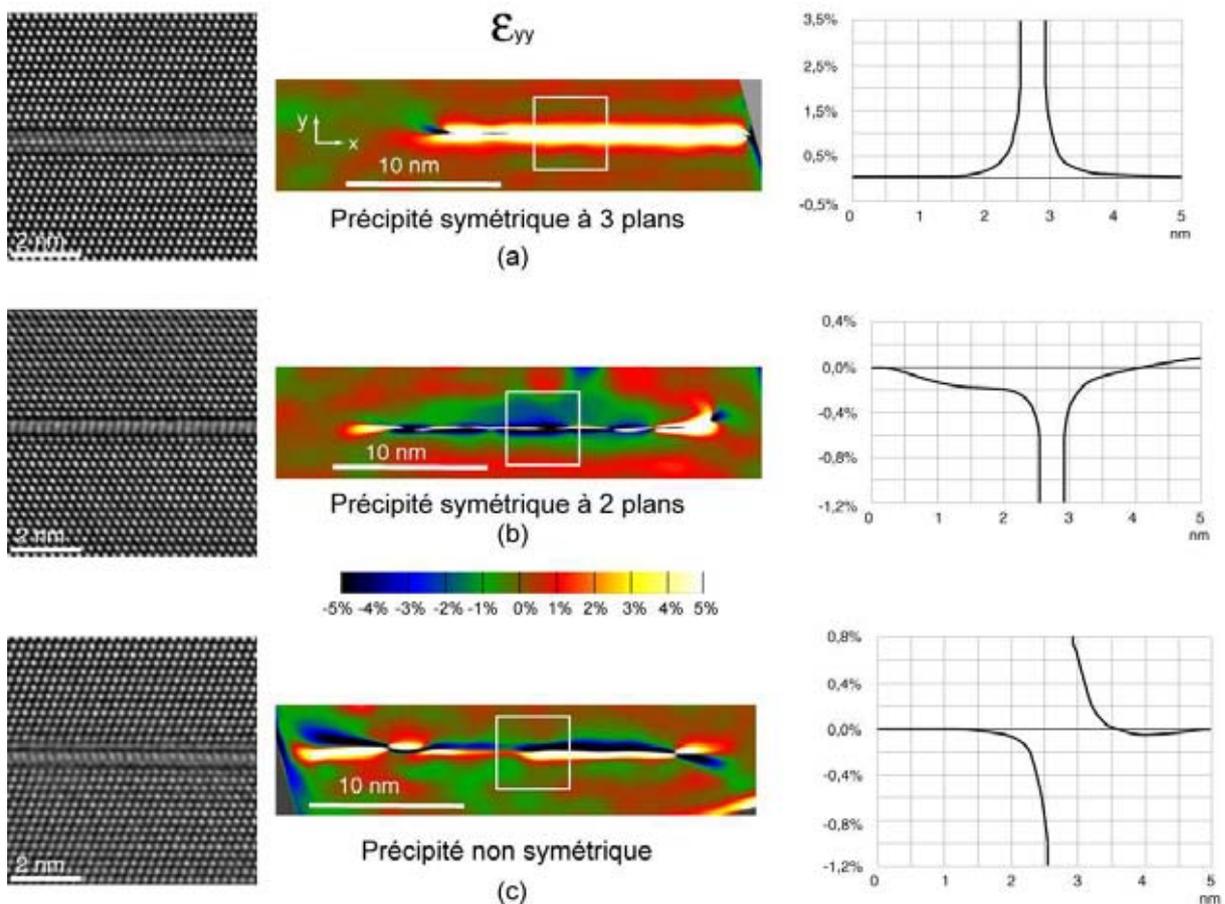


Figure IV-2 : Image en MEHR d'un précipité observé en axe de zone [110],  $\varepsilon_{yy}$  mesurée avec la méthode GPA et intensité des déformations mesurées le long du profil de ligne situé au centre du précipité (représenté par un carré blanc) : (a) précipité formé de trois plans atomiques. La matrice est dilatée ; (b) précipité formé de deux plans atomiques. La matrice est compressée ; (c) précipité non symétrique. Les déformations sont de natures différentes de part et d'autre du précipité.

Nous proposons d'autres exemples de mesures des déformations au centre du précipité. La matrice n'est pas déformée le long du précipité pour la composante longitudinale (Figure III-11). En fonction des tailles des précipités, le cisaillement dans la matrice peut être négatif ou positif au centre du précipité (Figure III-13).

La nature des déformations mesurées au centre du précipité, pour la composante  $\varepsilon_{yy}$ , est fonction de l'épaisseur du précipité. Ceci a été illustré sur trois cas choisis comme représentatifs, mais ce comportement est retrouvé pour de nombreuses phases  $T_1$ , comme l'illustre la Figure IV-3. Un précipité constitué de trois plans atomiques dilate la matrice proche de son centre, tandis qu'une phase  $T_1$  moins épaisse, formée par deux plans, la comprime. Lorsqu'il n'est pas possible de faire la mise au point, à la fois sur la matrice et sur le précipité, les déformations mesurées de part et d'autre du précipité sont de nature différente.

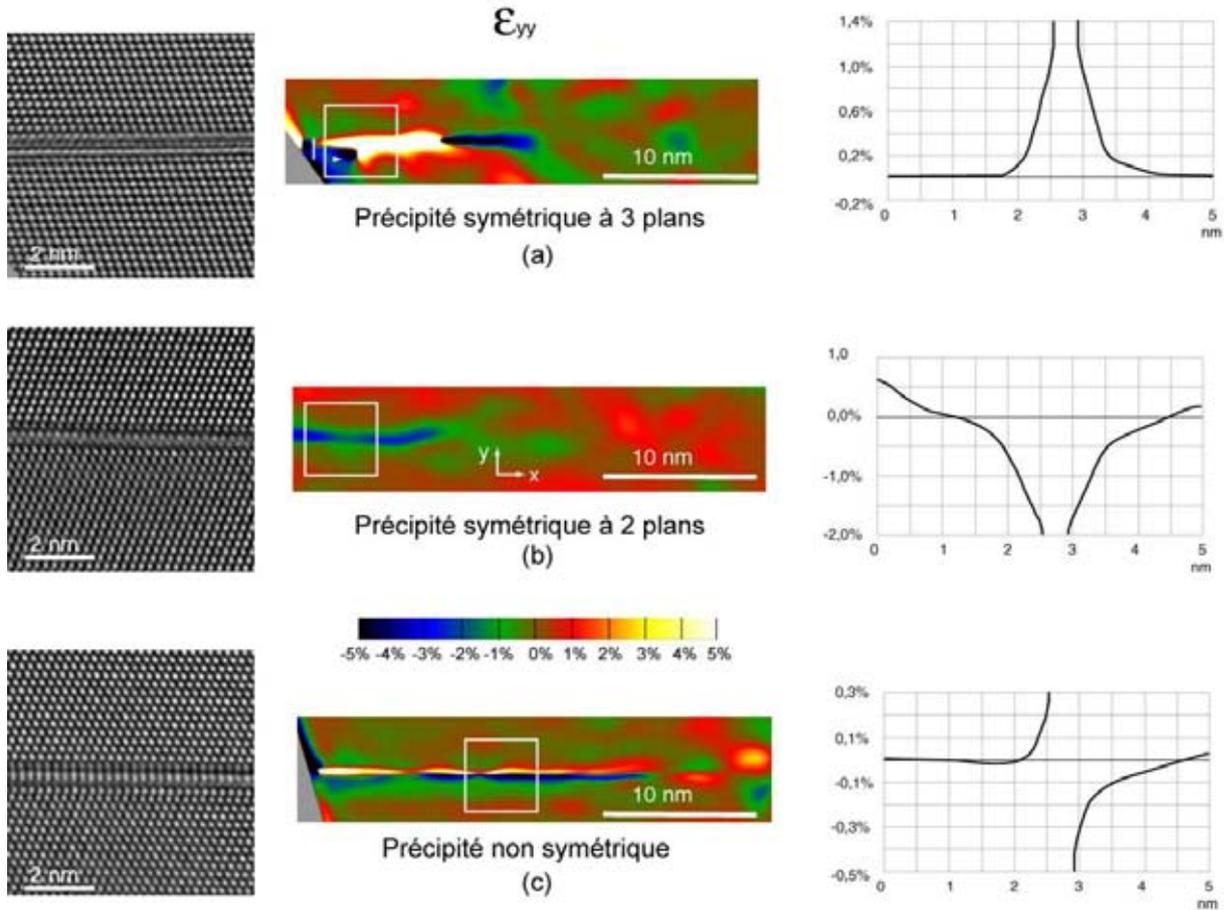


Figure IV-3 : Image en MEHR d'un précipité observé en axe de zone  $[110]$ ,  $\varepsilon_{yy}$  mesurée avec la méthode GPA et intensité des déformations mesurées le long du profil de ligne situé au centre du précipité (représenté par un carré blanc) : (a) précipité formé de trois plans atomiques. La matrice est dilatée ; (b) précipité formé de deux plans atomiques. La matrice est comprimée ; (c) précipité non symétrique. Les déformations sont de natures différentes de part et d'autre du précipité.

## IV.1.2 Axe de zone $[12\bar{1}]$

La Figure IV-4 reporte les déformations, mesurées pour le précipité choisi comme représentatif de l'axe de zone  $[12\bar{1}]$ , et présenté au chapitre III. La matrice n'est pas déformée au voisinage du centre du précipité, quelle que soit la composante étudiée. Les Figures III-17, III-18 et III-19 confirment cette observation pour d'autres exemples : les déformations mesurées près du centre du précipité sur ces images sont généralement dues à des inversions de contrastes ou à l'interface précipité-matrice.

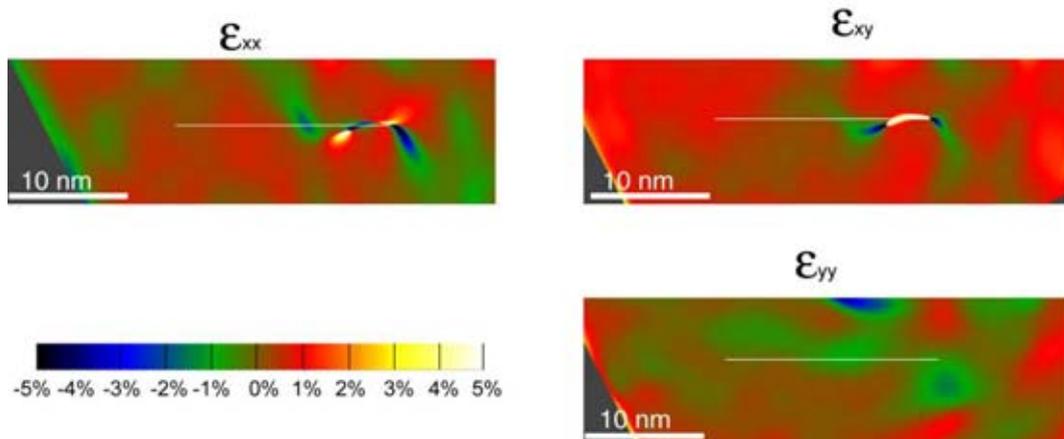


Figure IV-4 :  $\epsilon_{xx}$ ,  $\epsilon_{yy}$  et  $\epsilon_{xy}$  mesurées avec la méthode GPA sur le précipité choisi comme représentatif de l'axe de zone  $[12\bar{1}]$  : aucune déformation n'est visible dans la matrice située au voisinage du centre du précipité.

### IV.1.3 Discussions

Dans l'axe de zone  $[110]$ , aucune déformation longitudinale n'est observée au voisinage du centre de la phase  $T_1$ . Ceci est en accord avec le principe selon lequel, la croissance du précipité est facilitée dans la direction pour laquelle les contraintes résiduelles sont les plus faibles. La forme de l'inclusion impose donc que les déformations dans la direction  $x$  soient bien moins importantes que celles dans la direction  $y$ .

La déformation transversale, imposée par des précipités symétriques, peut s'expliquer. Etudions, par exemple, le cas de la compression. Le déplacement dans la matrice, provoqué par une phase symétrique, est orienté suivant la même direction mais en sens opposé de chaque côté du précipité  $T_1$ , comme l'illustre la Figure IV-5. La variation du champ de déplacement  $u$ , le long de l'axe  $y$  pour un tel cas, est représenté en Figure IV-6. La déformation est obtenue par dérivation du déplacement, elle est négative et correspond bien à une compression.

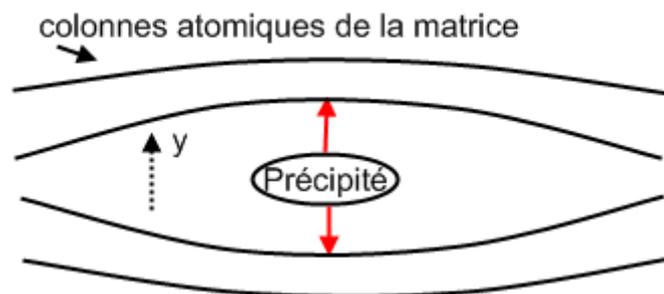


Figure IV-5 : Schéma représentant la compression imposée à la matrice par un précipité symétrique : le sens du déplacement est opposé de chaque côté du précipité.

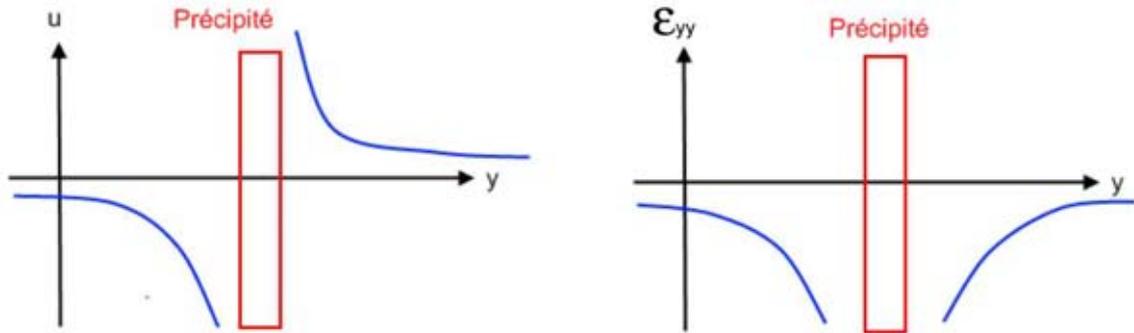


Figure IV-6 : Schéma de la variation du champ de déplacement suivant la direction  $y$  et du champ de déformation, déduit par dérivation du champ de déplacement, dans le cas d'une compression.

Le nombre de plans, constitutifs du précipité, influence la nature des déformations et donne ainsi des informations sur les étapes de croissance du précipité. Nous pouvons imaginer que l'inclusion se construit plan atomique après plan atomique. Pour les cas observés dans cette étude, la matrice environnante est dilatée lorsque le précipité n'est constitué que d'un seul plan atomique. Lorsqu'un deuxième se forme, la matrice est comprimée. L'ajout d'un troisième plan la dilate à nouveau.

Le dernier cas décrit pour la composante  $\varepsilon_{yy}$  est plus délicat à expliquer. Il est, cette fois-ci, difficile de faire la mise au point sur les colonnes atomiques situées à l'intérieur du précipité. Les déformations, engendrées dans la matrice, sont de natures différentes de part et d'autre de l'inclusion. Cette observation pourrait s'expliquer par l'accolement de deux précipités d'épaisseurs différentes, comme l'illustre la Figure IV-7. La structure cristallographique des phases  $T_1$  est décrite par Donnadiou et al (Donnadiou et al. 2011) et reportée au chapitre I. Un tel précipité peut être constitué de plusieurs cellules unitaires. Ainsi, une phase  $T_1$ , formée d'une maille, peut être accolée à une autre, formée de deux mailles. Dans une telle configuration, le faisceau d'électrons ne traverse pas la même épaisseur de précipité sur l'épaisseur de la lame mince. Une première hypothèse concerne cette variation d'épaisseur qui peut modifier les contrastes de l'image en MEHR et peut être interprétée par la méthode GPA comme des déformations qui ne sont pas réellement présentes. La deuxième hypothèse concerne la croissance des inclusions. Ces deux précipités accolés, peuvent ne pas être au même stade de croissance ; ils ne sont pas constitués du même nombre de plans atomiques et n'induisent pas les mêmes types de déformation. Cependant, la configuration décrite ici ne semble pas stable : les déformations ne sont pas de même nature de deux côtés du précipité et ne se compensent pas car elles n'ont pas la même intensité. Il semble donc que ces déformations mesurées soient à attribuer à l'interprétation que fait la méthode GPA de la variation d'épaisseur au sein même du précipité. Cette variation joue également un rôle sur l'interface matrice-précipité qui est d'autant plus difficile à déterminer dans ce cas-ci.

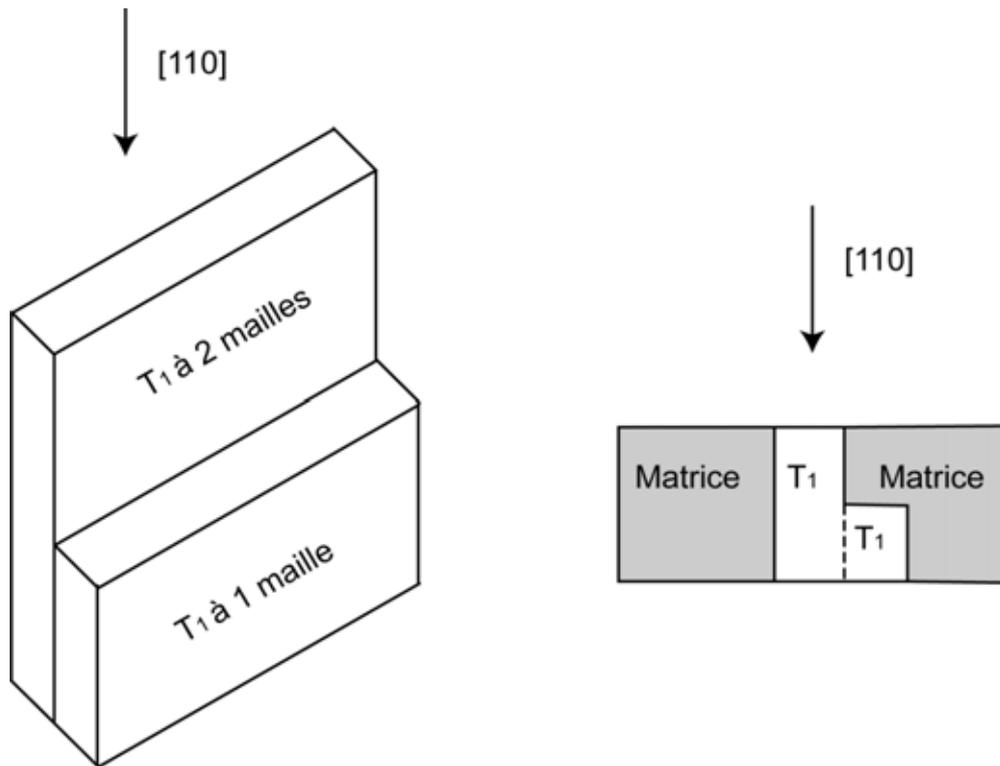


Figure IV-7 : Schéma de deux précipités, de tailles différentes, accolés, pouvant expliquer les déformations de natures différentes mesurées de chaque côté du précipité en  $\varepsilon_{yy}$ . Le faisceau d'électrons ne ressent pas la même épaisseur de précipité lorsqu'ils les traversent.

## IV.2 Modélisations des déformations induites par la totalité du précipité

Nous nous proposons de décrire les différents modèles testés pour modéliser les déformations induites par la totalité du précipité à partir de la théorie des dislocations. Nous pourrions ainsi justifier le choix d'une modélisation utilisant la résolution des équations de la micromécanique pour représenter les déformations induites par le précipité dans son intégralité.

### IV.2.1 Champs de déformation induits par les dislocations

Le modèle établi pour décrire les champs de déformations en extrémités de précipité doit être modifié afin de représenter également celles mesurées au voisinage du centre de la phase  $T_1$ . Nous nous concentrerons, pour le moment, uniquement sur l'axe de zone  $[110]$  et sur la modélisation de  $\varepsilon_{yy}$  qui présente les déformations les plus intenses. Il s'agit de modéliser les déformations de la matrice qui sont de même nature de part et d'autre du précipité. En effet, le cas pour lequel elles sont de natures différentes de chaque côté de l'inclusion ne sera pas étudié puisqu'il semble ne pas avoir de réalité physique (configuration non stable) et correspond à un artefact de la méthode GPA. Seulement deux modèles seront présentés ici parmi ceux testés.

### IV.2.1.1 Distribution discrète de dislocations

Les champs de déformation, en axe de zone [110] et en extrémités de précipités, peuvent être décrits par ceux induits par la projection, perpendiculairement au faisceau d'électrons, des vecteurs de Burgers des dislocations partielles. Pour représenter l'influence de l'épaisseur du précipité, nous souhaitons modéliser les champs de déformations induits par une distribution continue de dislocations. En étude préliminaire, nous considérons une distribution discrète de dislocations.

Nous désirons modéliser le cas pour lequel la matrice est dilatée (ou comprimée) des deux côtés du précipité. Les deux dislocations, de vecteurs de Burgers  $\vec{b}_{1\perp}$  et  $\vec{b}_{2\perp}$ , sont éloignées de 25 nm l'une de l'autre. Un précipité de cette même longueur est ainsi modélisé. Ces deux vecteurs de Burgers sont opposés, il est donc nécessaire que ce changement de sens soit décrit par la distribution discrète de dislocation. Ainsi, pour représenter l'influence de l'épaisseur du précipité, un nombre infini de dislocations devrait être ajouté. Pour notre calcul, nous avons pris 50 dislocations. Les vecteurs de Burgers de ces nouvelles dislocations sont dans le même sens que  $\vec{b}_{1\perp}$  et  $\vec{b}_{2\perp}$  en fonction de la zone du précipité considérée. Leurs modules diminuent proportionnellement au nombre de dislocations ajoutées. Au centre du précipité fictif, le sens des vecteurs de Burgers s'inverse donc. Le principe de cette modélisation est schématisé en Figure IV-8.

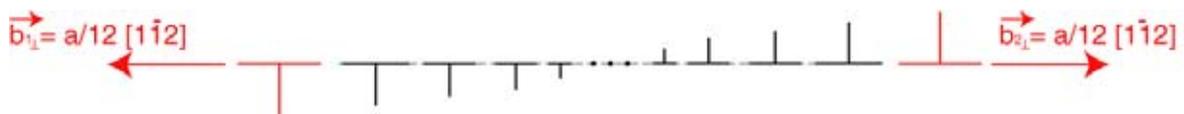


Figure IV-8 : Schéma présentant le principe de la modélisation d'une distribution discrète de dislocations. Le sens des vecteurs de Burgers change au milieu du précipité et leurs modules diminuent puis augmentent au cours de cette distribution.

Le résultat de cette modélisation est donné en Figure IV-9. Avec ce modèle, les déformations ne sont pas de même nature, ni de part et d'autre du précipité fictif, ni d'un même côté. La compression (ou la dilation), observée pour la composante transversale, ne peut pas être représentée de cette façon.

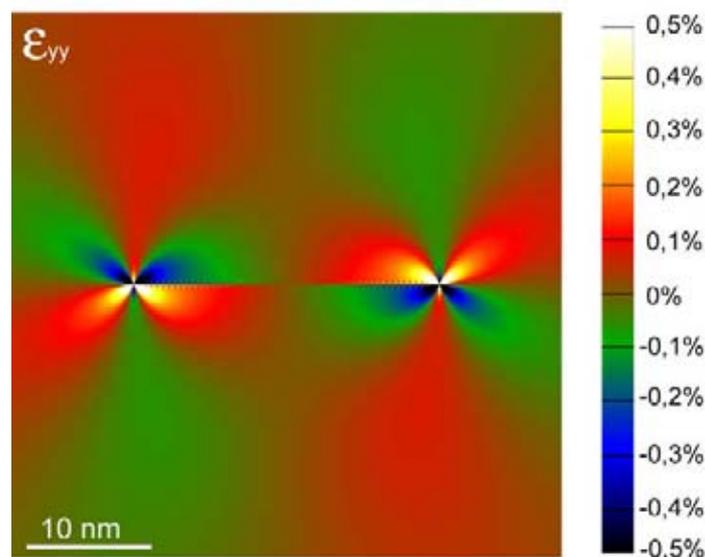


Figure IV-9 : Résultat de la modélisation basée sur le principe décrit en Figure IV-8. Il n'est pas possible de représenter le cas où la matrice est dilatée (ou comprimée) de part et d'autre et sur toute la longueur du précipité fictif.

### IV.2.1.2 Distribution discrète de dipôles de dislocations

Une autre solution, pour modéliser les déformations mesurées au centre du précipité, peut être de positionner une distribution discrète de dipôles de dislocations de part et d'autre de la ligne formée par  $\vec{b}_{1\perp}$  et  $\vec{b}_{2\perp}$ . Le sens des vecteurs de Burgers de ces deux distributions est opposé comme l'illustre la Figure IV-10.

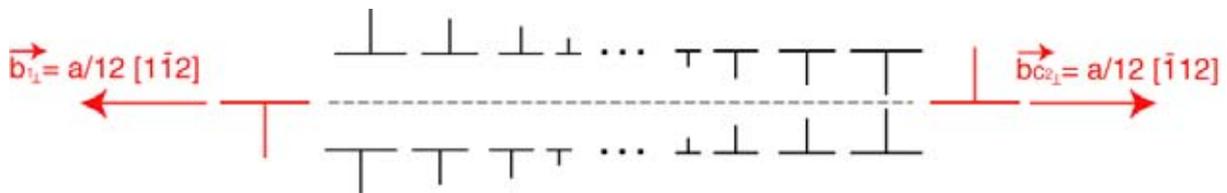


Figure IV-10 : Schéma présentant le principe de la modélisation de deux distributions discrètes de dislocations. Le sens des vecteurs de Burgers de ces distributions est opposé.

Le résultat de cette modélisation est donné en Figure IV-11. Les déformations sont de même nature de chaque côté du précipité fictif mais uniquement sur une demi longueur. Un tel modèle ne permet donc pas de représenter les déformations mesurées expérimentalement pour cette composante. Un autre moyen de modélisation doit être envisagé.

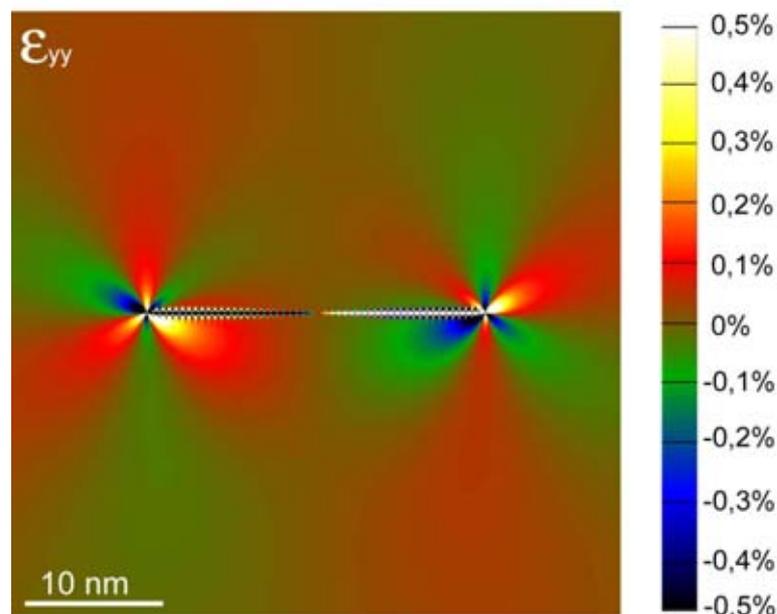


Figure IV-11 : Résultat de la modélisation basée sur le principe décrit en Figure IV-10. Il n'est pas possible de représenter le cas où la matrice est dilatée (ou compressée) de part et d'autre et sur toute la longueur du précipité.

## IV.2.2 Equations de micromécanique utilisant la FFT

Une autre solution, pour modéliser l'influence de la totalité du précipité sur la matrice, consiste à utiliser la méthode numérique développée par Moulinec et Suquet (Moulinec & Suquet 1998) pour résoudre numériquement les équations de la micromécanique par la FFT (cf Chapitre II). Dans l'intégralité de cette partie, les échelles de couleur des images sont adaptées en fonction de l'intensité des déformations mesurées et ne sont donc pas forcément les mêmes d'une modélisation à une autre.

### IV.2.2.1 Données nécessaires au calcul

Pour cette première étude, le modèle est établi en élasticité linéaire isotrope. Le tenseur des constantes d'élasticité du matériau s'exprime donc en fonction des coefficients de Lamé des différentes phases le constituant. Ceux de la matrice d'aluminium sont pris comme étant :  $\lambda_{Al} = 59,36$  GPa et  $\mu_{Al} = 26,5$  GPa (Hirth & Lothe 1982). Les constantes d'élasticité de la phase  $T_1$  ne sont, à ce jour, pas déterminées. Nous avons choisi de prendre celles d'une phase structurellement proche de  $T_1$  : la phase  $\Omega-Al_2Cu$ , décrite au chapitre I, qui a une structure orthorhombique et se présente sous forme de plaquettes dans les plans  $\{111\}$ . Ses coefficients de Lamé sont  $\lambda = 82,9$  GPa et  $\mu = 38,9$  GPa (Westbrook & Fleischer 2002).

La taille du précipité modélisé doit également être indiquée avant la résolution des équations de la micromécanique. Une statistique sur la taille des précipité  $T_1$  (Decreus 2010) montre que la majorité de ces phases ont une épaisseur de 1,3 nm et une longueur de 60 nm, donnant un rapport longueur sur épaisseur de 46. Dans le cas du précipité présenté au chapitre III et choisi comme représentatif, ce rapport est de 36. La taille du précipité modélisé ici est fonction de celle de la boîte dans laquelle le calcul est mené. L'inclusion est un ellipsoïde allongé de longueur infinie et de largeur inférieure à la moitié de celle de la boîte pour ne pas être influencée par ses bords. La méthode présente également la limitation de ne pas pouvoir modéliser une inclusion dont une des grandeurs est inférieure à 0,03 fois celle de la boîte. Afin de limiter les temps de calcul, cette taille de boîte est choisie comme petite ( $125 \cdot 10^3 \text{ nm}^3$ ) mais limite le rapport longueur sur épaisseur du précipité à 13. Nous modélisons ainsi une phase  $T_1$  moins anisotrope que celles observées jusqu'à présent. La longueur du précipité est prise de taille infinie dans une direction pour représenter la lame mince de microscopie (Figure IV-12). Elle correspond donc à celle de l'axe de zone considéré.

Le calcul étant mené en élasticité isotrope, il n'est pas nécessaire de se placer dans le repère cristallographique de la matrice d'aluminium et de positionner les plans  $(110)$  et  $(12\bar{1})$  afin de modéliser les déformations mesurées en MEHR dans ces deux plans. Nous choisissons de travailler directement dans les repères  $R_1$  et  $R_2$  associées aux axes de zone  $[110]$  et  $[12\bar{1}]$  indiqués en Figure IV-12 plutôt que dans  $R$ , le repère cristallographique lié à la maille élémentaire de l'aluminium. Les plans  $(110)$  et  $(12\bar{1})$  sont pris à mi-hauteur de la boîte pour limiter l'influence de ses bords. Les composantes longitudinale et transversale de la déformation et le cisaillement sont mesurés dans ces deux plans de manière analogue à ce qui est réalisé expérimentalement.

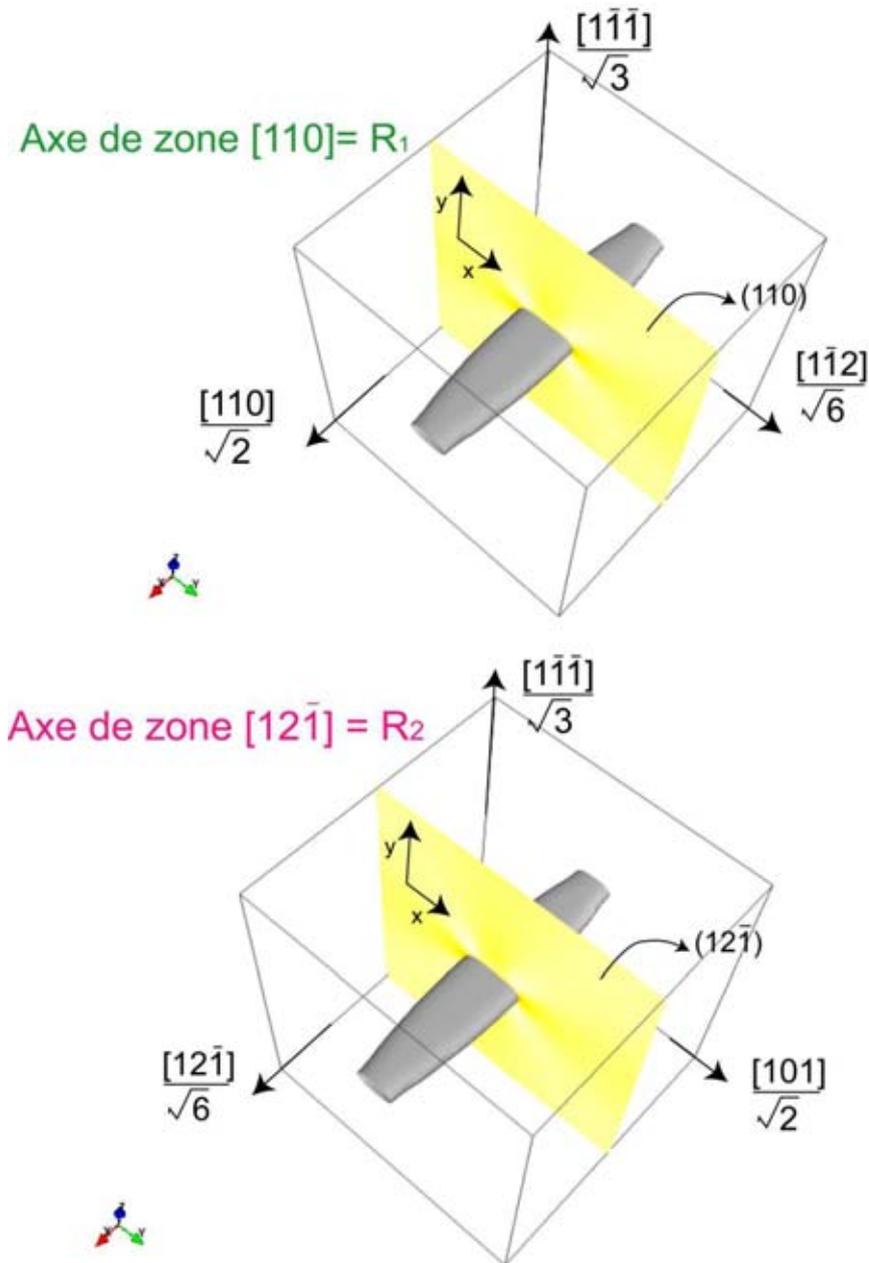


Figure IV-12 : Définition de  $R_1$  et  $R_2$ . Le précipité a une taille infinie suivant la direction des électrons pour représenter la lame mince de microscopie. Les déformations sont mesurées dans les deux plans matérialisés en jaune.

#### IV.2.2.2 Modéliser l'influence de l'épaisseur du précipité sur la matrice

Aucune déformation n'est mesurée expérimentalement dans la matrice située au voisinage du centre du précipité en axe de zone  $[1\bar{2}\bar{1}]$  contrairement à l'axe de zone  $[110]$ . Il s'agit ici de reproduire les déformations observées pour orientation  $[110]$ .

La représentation de l'influence de l'épaisseur du précipité nécessite de définir les valeurs de la compression (ou de la dilatation) du tenseur de déformation libre :  $\varepsilon_{ii}^0(x)$  (cf chapitre II). Elles sont ajustées pour s'approcher au maximum des cas expérimentaux présentés plus haut. La forme du précipité indique que la déformation libre de la direction  $[1\bar{1}\bar{1}]$  est plus importante que dans les deux autres directions. Les conditions utilisées pour cette modélisation sont décrites en annexe en A.2.

Parmi les trois cas exposés pour  $\varepsilon_{yy}$ , nous avons choisi de modéliser celui d'un précipité symétrique à deux plans. Les images (a), (b) et (c) de la Figure IV-13 présentent les résultats de ces modélisations. L'échelle de couleur des images est adaptée en fonction de l'intensité des déformations mesurées.

De très faibles déformations sont visibles au voisinage du centre du précipité sur  $\varepsilon_{xx}$ , ce qui confirme que la modélisation de cette composante est en accord avec les déformations mesurées expérimentalement dans la matrice située le long du précipité pour cette composante. Le cas de la compression mesurée sur  $\varepsilon_{yy}$  est également bien reproduit qualitativement par la modélisation. Le cisaillement est moins bien modélisé puisqu'il met en évidence des déformations quasiment négligeables et de nature opposée de part et d'autre du précipité alors qu'un seul type de déformation est mesuré expérimentalement. L'aspect quantitatif sera considéré en IV.2.2.4.

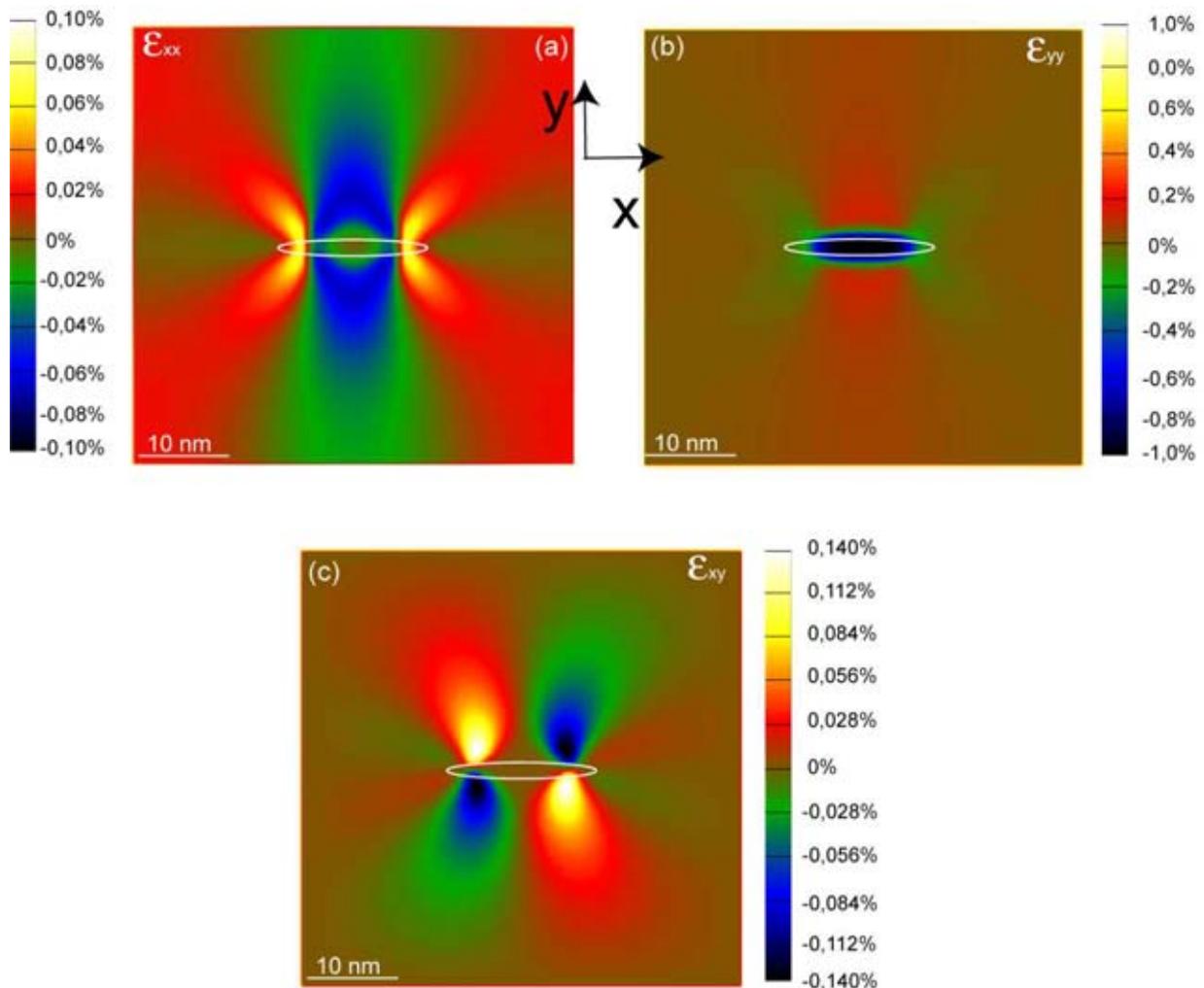


Figure IV-13 : Résultats des modélisations des champs de déformations induits par l'épaisseur du précipité, calculé par la résolution des équations de la micromécanique utilisant la FFT en axe de zone [110]. Le précipité est symbolisé par une ellipse blanche : (a)  $\varepsilon_{xx}$ , la matrice n'est pas déformée; (c)  $\varepsilon_{yy}$ , la matrice est comprimée ; (e)  $\varepsilon_{xy}$ , la matrice n'est pas déformée.

### IV.2.2.3 Modéliser l'influence des extrémités du précipité sur la matrice

#### Principe

Nous avons vu que l'influence des extrémités du précipité peut, en première approximation, être modélisée par les champs de déformations induits par deux dislocations partielles de vecteurs de Burgers  $\vec{b}_1 = \frac{a}{6}[21\bar{1}]$  et  $\vec{b}_2 = \frac{a}{6}[12\bar{1}]$  ayant la même ligne  $\vec{l}_1 = [110]$  (cf chapitre III). Cette configuration est équivalente à l'association de la dislocation de vecteur de Burgers  $\vec{b}_1$  et de ligne  $\vec{l}_1$  avec celle de vecteur de Burgers  $\vec{b}_2' = \frac{a}{6}[\bar{1}\bar{2}1]$  et de ligne  $\vec{l}_2 = [\bar{1}\bar{1}0]$ , comme l'illustre la Figure IV-14.

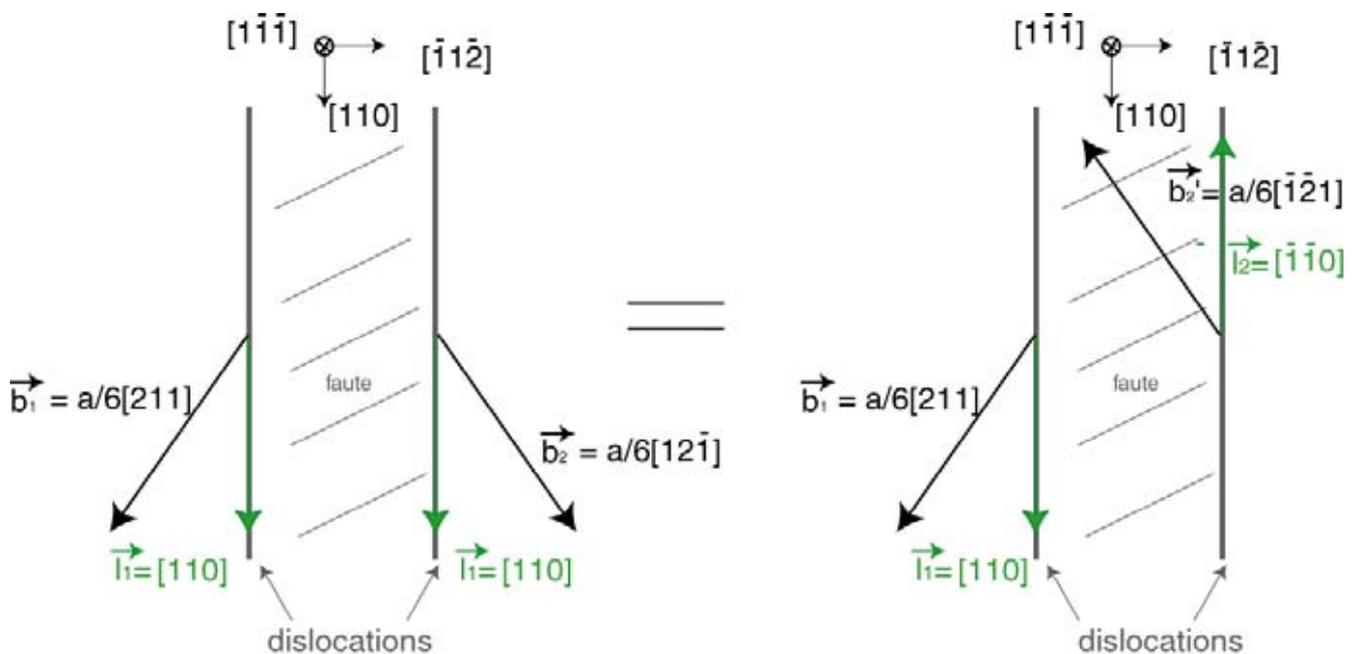


Figure IV-14 : Schéma exposant deux façons de représenter le précipité comme un défaut d'empilement bordé par deux dislocations. Dans le premier cas (à gauche), les deux dislocations ont la même ligne et des vecteurs de Burgers égaux à  $\vec{b}_1$  et  $\vec{b}_2$ . Dans le second cas (à droite), les deux dislocations ont des lignes opposées et des vecteurs de Burgers égaux à  $\vec{b}_1$  et  $\vec{b}_2'$ .

Pour modéliser l'influence des extrémités du précipité par la résolution des équations de la micromécanique utilisant la FFT, il est nécessaire de trouver comment reproduire l'effet des dislocations dissociées  $\vec{b}_1$  et  $\vec{b}_2$  sur la matrice. Or, seule la déformation induite par une boucle de dislocation peut être modélisée par cette méthode. Pour les besoins du programme, il est donc nécessaire de changer la ligne de la dislocation de vecteur de Burgers  $\vec{b}_2$ . Nous souhaitons donc reproduire les déformations induites par les dislocations de vecteur de Burgers  $\vec{b}_1$  et  $\vec{b}'_2$ , de ligne  $\vec{l}_1$  et  $\vec{l}_2$  respectivement. La littérature indique que le tenseur de déformation libre d'une boucle de dislocation s'écrit comme :  $\varepsilon_{ij}^0 = \frac{1}{2}(b_i n_j + b_j n_i)$  (Fridel 1964) avec  $\vec{b}$  le vecteur de Burgers de la boucle de dislocation considérée et  $\vec{n}_{ij}$  les composantes des normales au plan de glissement de la structure étudiée. Il est donc nécessaire de trouver comment reproduire deux dislocations dissociées en combinant des boucles de dislocation. Nous avons choisi d'associer deux boucles de tailles différentes et de vecteurs de Burgers  $\vec{b}_p$  et  $\vec{b}_g$ . La grande boucle, qui peut être considérée comme une ellipse et dont le grand axe correspond à l'écartement des deux dislocations dissociées soit la longueur du précipité, a un vecteur de Burgers  $\vec{b}_g = \frac{a}{6}[211]$ . Ses parties coin, positionnées à la place des dislocations dissociées, ont des lignes opposées. Cette grande boucle permet bien de reproduire  $\vec{b}_1$ . Le vecteur de Burgers de la petite boucle, noté  $\vec{b}_p$ , est calculé de manière à ce que  $\vec{b}'_2 = \vec{b}_p + \vec{b}_g$  soit  $\vec{b}_p = \vec{b}'_2 - \vec{b}_g = \frac{a}{6}[\bar{1}\bar{2}1] - \frac{a}{6}[211] = \frac{a}{2}[\bar{1}\bar{1}0]$ . Pour décrire  $\vec{b}'_2$ , il est donc nécessaire d'ajouter cette petite boucle de dislocation de grand axe égal à la moitié de celui de la grande boucle et de même petit axe que celui de la grande boucle. Les deux extrémités droites de ces boucles sont ajustées précisément sur des critères qui seront décrits pour l'axe de zone  $[12\bar{1}]$ . Il est ainsi possible de décrire les deux dislocations dissociées comme l'association de deux boucles de dislocation de tailles différentes et de vecteur de Burgers  $\vec{b}_g$  et  $\vec{b}_p$ .

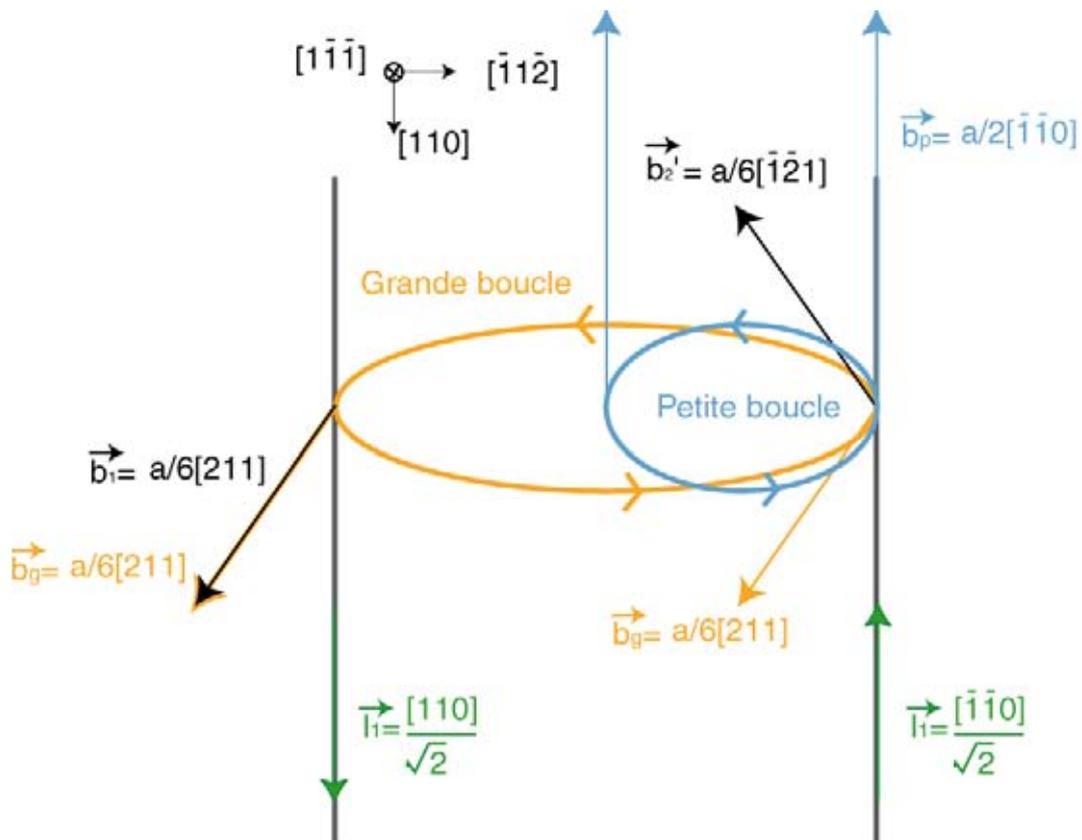


Figure IV-15 : Les deux dislocations dissociées  $(\vec{b}_1; \vec{l}_1)$  et  $(\vec{b}_2; \vec{l}_1)$  peuvent être considérées comme l'association d'une grande boucle de dislocation de vecteur de Burgers  $\vec{b}_g$  avec une petite boucle de vecteur de Burgers  $\vec{b}_p$  positionnée judicieusement l'une par rapport à l'autre.

Afin de calculer le tenseur de déformation libre, les vecteurs de Burgers de chaque boucle de dislocation sont projetés dans  $R_1$  puis  $R_2$ . La normale au plan de glissement,  $\vec{n} = \frac{[1\bar{1}\bar{1}]}{\sqrt{3}}$  dans le cas du réseau c.f.c., est également projetée dans ces deux repères. Le tenseur ne contient donc que des composantes de cisaillement puisqu'une boucle de dislocation n'induit que ce type de déformation. Les valeurs de ces tenseurs sont données en annexe A.2 .

***Axe de zone [110]***

Les résultats de cette modélisation sont donnés sur les images (a), (b) et (c) de la Figure IV-16. Les déformations longitudinales et transversales, mesurées expérimentalement, sont bien décrites qualitativement par ces modélisations puisque les lobes de couleurs opposés sont visibles et s'échangent aux extrémités d'un même précipité. Le cisaillement calculé est négatif alors qu'il est positif pour le cas sélectionné comme représentatif de cet axe de zone. Cependant, cette description ne semble pas aberrante puisque de telles valeurs de cisaillement ont été trouvées pour d'autres précipités (Figure III-13). En effet, cette méthode ne permet pas de modéliser de précipité ayant une épaisseur aussi faible que celle des phases observées expérimentalement pour le cas représentatif. L'épaisseur du précipité modélisé est de 0,85 nm contre 0,5 nm observé expérimentalement. Nous pouvons par contre indiquer que, pour un précipité symétrique à 3 plans, ayant une épaisseur de 0,80 nm, le cisaillement mesuré est négatif (image (e) de la Figure III-13). La modélisation reproduit donc bien le cisaillement induit par des précipités épais. La résolution des équations de la micromécanique utilisant la FFT, représente donc bien qualitativement les déformations mesurées à partir des images en MEHR. L'aspect quantitatif sera considéré en IV.2.2.4.

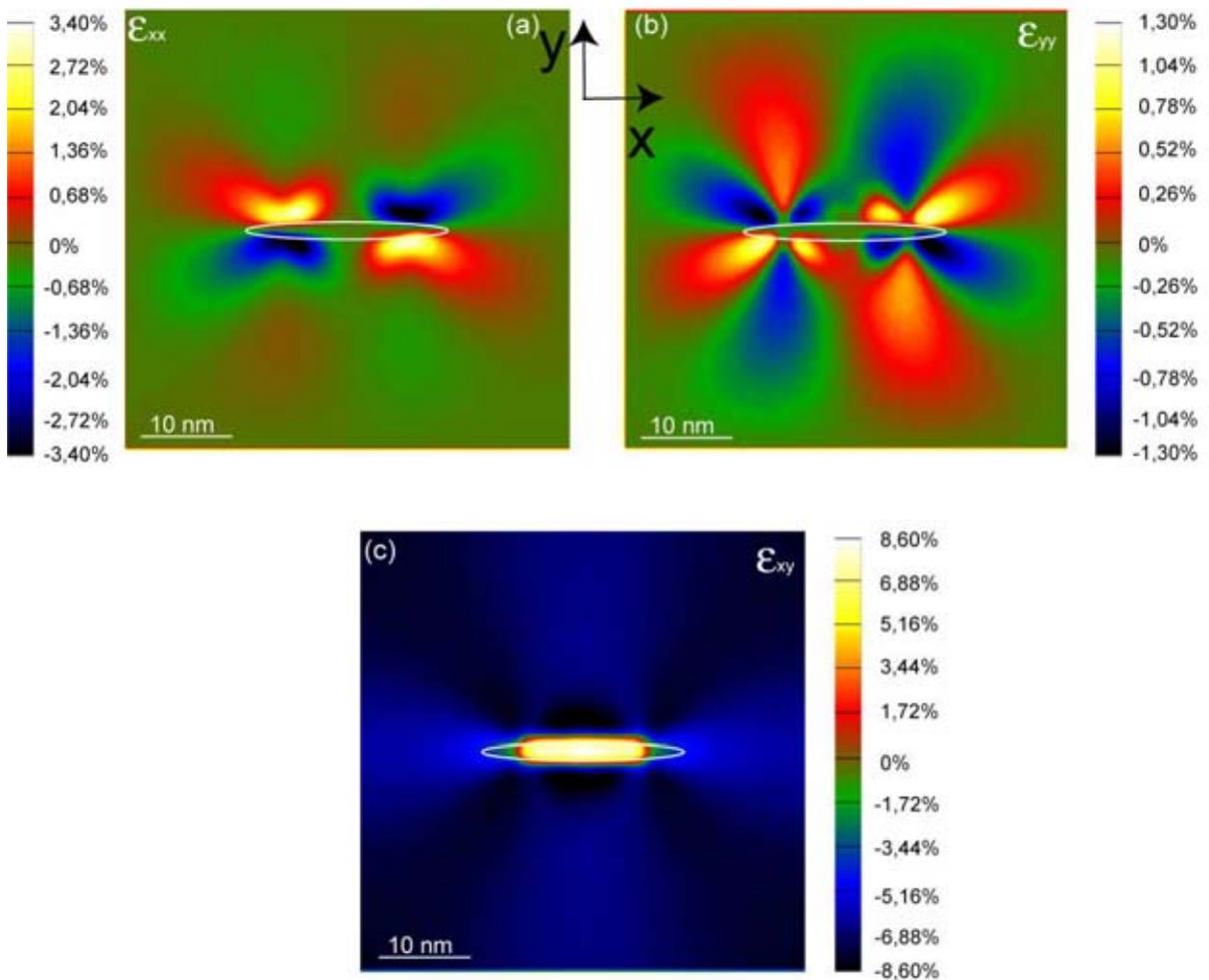


Figure IV-16 : Résultats des modélisations des champs de déformations induits par deux boucles de dislocation, calculés par la résolution des équations de la micromécanique utilisant la FFT en axe de zone  $[110]$ . Le précipité est symbolisé par une ellipse blanche. Les déformations sont de natures opposées pour une extrémité donnée : (a)  $\varepsilon_{xx}$  ; (b)  $\varepsilon_{yy}$  ; (c)  $\varepsilon_{xy}$  : le cisaillement est négatif aux deux extrémités.

### Axe de zone $[12\bar{1}]$

Les résultats de cette modélisation sont donnés sur les images (a), (b) et (c) de la Figure IV-17. Quantitativement, ils sont moins en accord avec l'expérience, pour cet axe de zone. En effet, aucune déformation n'est mesurée par la méthode GPA pour une des extrémités de la phase  $T_1$ . En modélisant le précipité par deux boucles de dislocation superposées, les déformations ne s'annulent pas complètement à droite. Ceci amène à une discussion, qui sera menée en IV.2.3, sur la possibilité de représenter deux dislocations dissociées par deux boucles de dislocations dans cet axe de zone. L'aspect quantitatif sera considéré en IV.2.2.4.

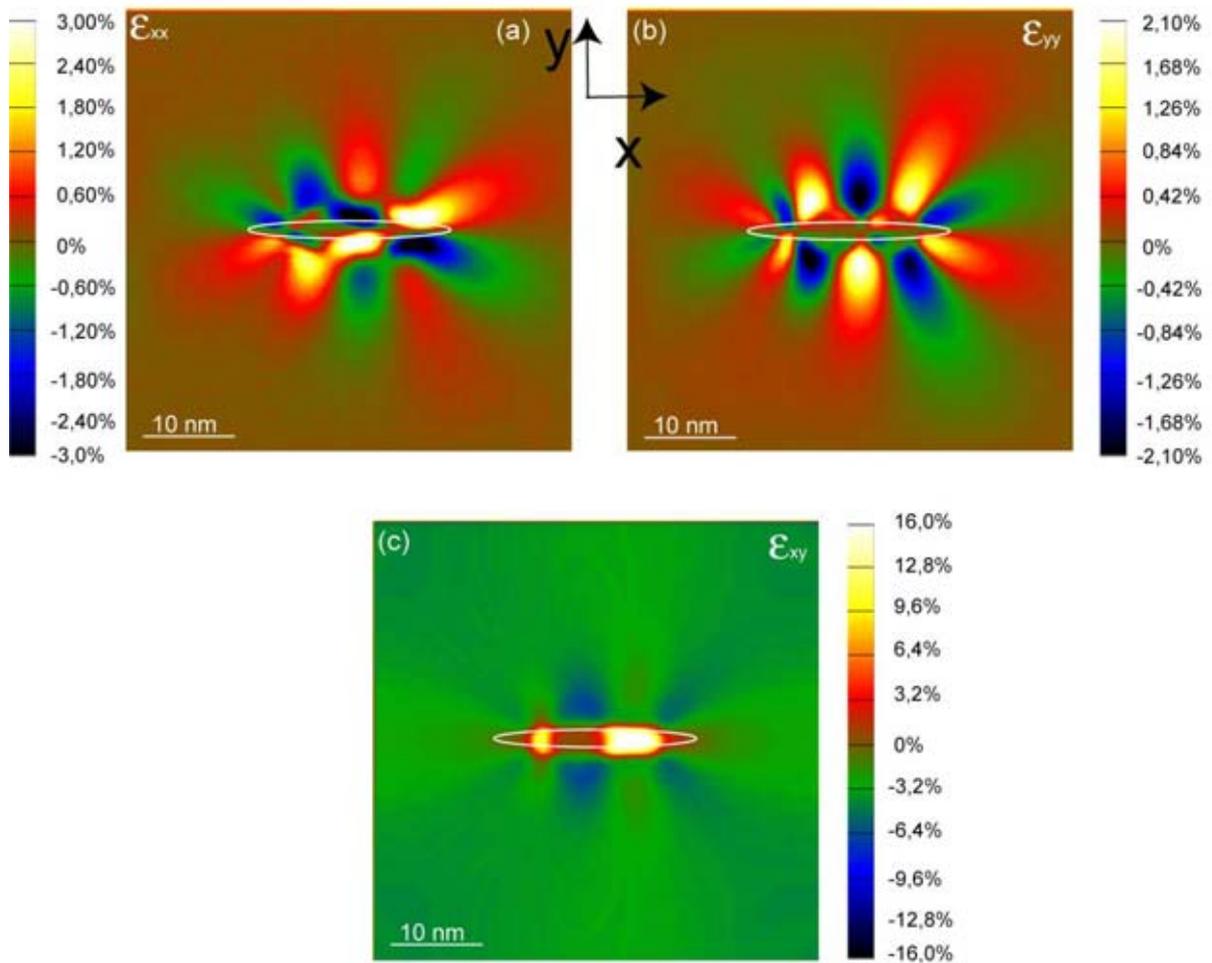


Figure IV-17 : Résultats des modélisations des champs de déformations induits par deux boucles de dislocation, calculés par la résolution des équations de la micromécanique utilisant la FFT en axe de zone  $[1\bar{2}\bar{1}]$ . Le précipité est symbolisé par une ellipse blanche. Les déformations sont de natures opposées pour une extrémité donnée : (a)  $\epsilon_{xx}$  ; (b)  $\epsilon_{yy}$  : les déformations sont de natures opposées pour une extrémité donnée ; (c)  $\epsilon_{xy}$  : le cisaillement est négatif aux deux extrémités.

La position de la petite boucle par rapport à la grande boucle est déterminée pour cet axe de zone, en faisant coïncider la position des déformations maximales pour chacune de ces boucles. Cependant, cet emplacement n'est pas le même pour la déformation longitudinale et transversale puisque seule la taille du grand axe des boucles est modifiée. Un compromis est donc trouvé induisant que les déformations ne se compensent pas parfaitement à l'extrémité gauche de la Figure IV-17.

#### **IV.2.2.4 Modéliser l'influence de la totalité du précipité sur la matrice**

Il s'agit dans cette partie de comparer quantitativement les déformations mesurées et modélisées au voisinage de la totalité du précipité. Il a été établi en IV.2.2.1 que la méthode de modélisation utilisée dans ce chapitre présente la limitation de ne pas pouvoir reproduire une inclusion dont une des grandeurs est inférieure à 0,03 fois celle de la boîte. Pour faciliter les comparaisons, les images des déformations modélisées sont déformées afin de faire correspondre la taille des précipités étudiés expérimentalement avec ceux modélisés. Cette manipulation numérique est analogue à celle réalisée sur le précipité observée en axe de zone  $[12\bar{1}]$  pour faire correspondre sa taille avec celui de l'axe de zone  $[110]$ . De manière analogue à ce qui a été fait en III.4, nous considérons, dans un premier temps que cette manipulation est sans conséquence sur la mesure des déformations à condition qu'elles soient mesurées à la même distance de l'extrémité de tous les précipités considérés.

Comme la zone de référence est prise dans la matrice, les déformations au centre du précipité ne peuvent pas être interprétées par la méthode GPA. Dans toute cette partie, elles sont donc systématiquement supprimées des profils de ligne.

##### ***Axe de zone $[110]$***

Pour modéliser l'influence de la totalité du précipité sur la matrice en axe de zone  $[110]$ , les valeurs des champs de déformation pour chaque pixel des images des Figures IV-13 et IV-16 sont additionnées avec le logiciel Digital Micrograph™. Les composantes  $\varepsilon_{xx}$  mesurées et modélisées, sont données par les images (a) et (b) de la Figure IV-18 respectivement. Les profils de ligne, réalisés au centre (graphique (c) de la Figure IV-18) et aux extrémités (graphiques (d) et (e) de la Figure IV-18), montrent un bon accord entre les déformations modélisées et mesurées. Nous rappelons que l'extrémité gauche du précipité, pour cet axe de zone, est influencée par une source de contrainte proche. Au centre de la phase  $T_1$ , modélisation et expérience montrent qu'aucune déformation n'est présente. Pour l'extrémité droite, l'allure et l'amplitude des courbes est identique. La compression et la dilatation ne s'échangent pas parfaitement à la traversée du précipité sur les déformations expérimentales contrairement à celles modélisées. L'intensité des déformations est augmentée par rapport à celle calculée en Figure III-26 où l'influence de l'épaisseur des phases  $T_1$  n'est pas considérée. Ceci confirme donc l'hypothèse établie au chapitre III qui indique qu'en considérant l'épaisseur du précipité dans la modélisation, les déformations au centre mais également aux extrémités de l'inclusion sont modifiées. Cette évolution permet l'accord du modèle avec le cas expérimental.

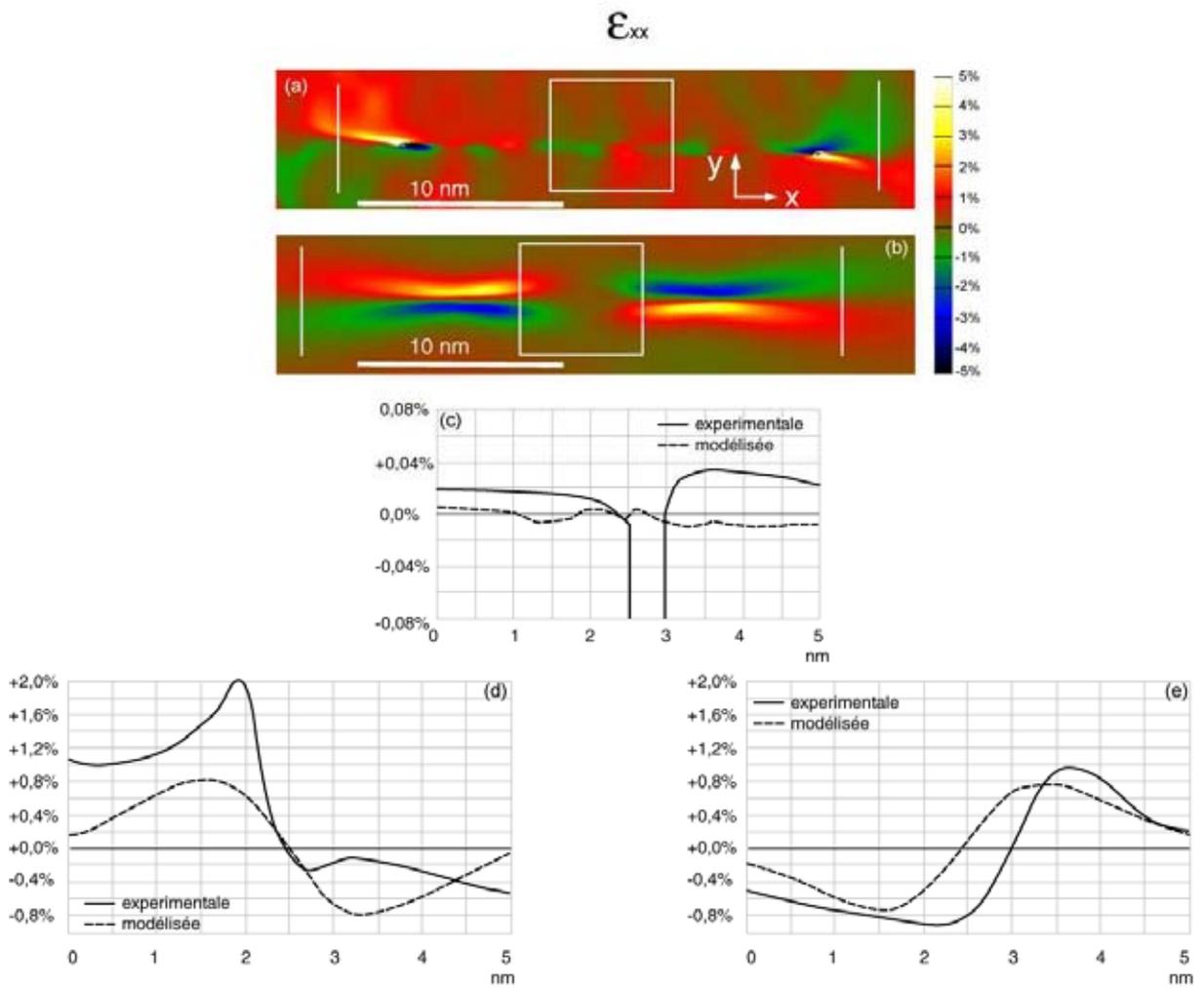


Figure IV-18 :  $\epsilon_{xx}$  en axe de zone [110] : (a) mesurées avec la méthode GPA ; (b) modélisées par la résolution des équations de la micromécanique utilisant la FFT ; Intensité le long du profil de ligne situé (c) au centre du précipité (représenté par un carré blanc sur (a)) ; (d) à l'extrémité gauche (représenté par une ligne blanche sur (a)) ; (e) à l'extrémité droite (représenté par une ligne blanche sur (a)).

Les composantes  $\varepsilon_{yy}$  mesurées et modélisées sont données par les images (a) et (b) de la Figure IV-19 respectivement. Les profils de ligne, réalisés au centre (graphique (c) de la Figure IV-19) montrent un très bon accord pour les déformations mesurées et modélisées. Aux extrémités (graphiques (d) et (e) de la Figure IV-19), le sens de variation des profils de ligne est identique. Nous considérons uniquement l'extrémité de droite puisque la gauche est influencée par une source de contrainte proche. L'intensité des déformations est également augmentée par rapport à celle calculée en Figure III-27 ce qui tend à nous rapprocher du cas expérimental.

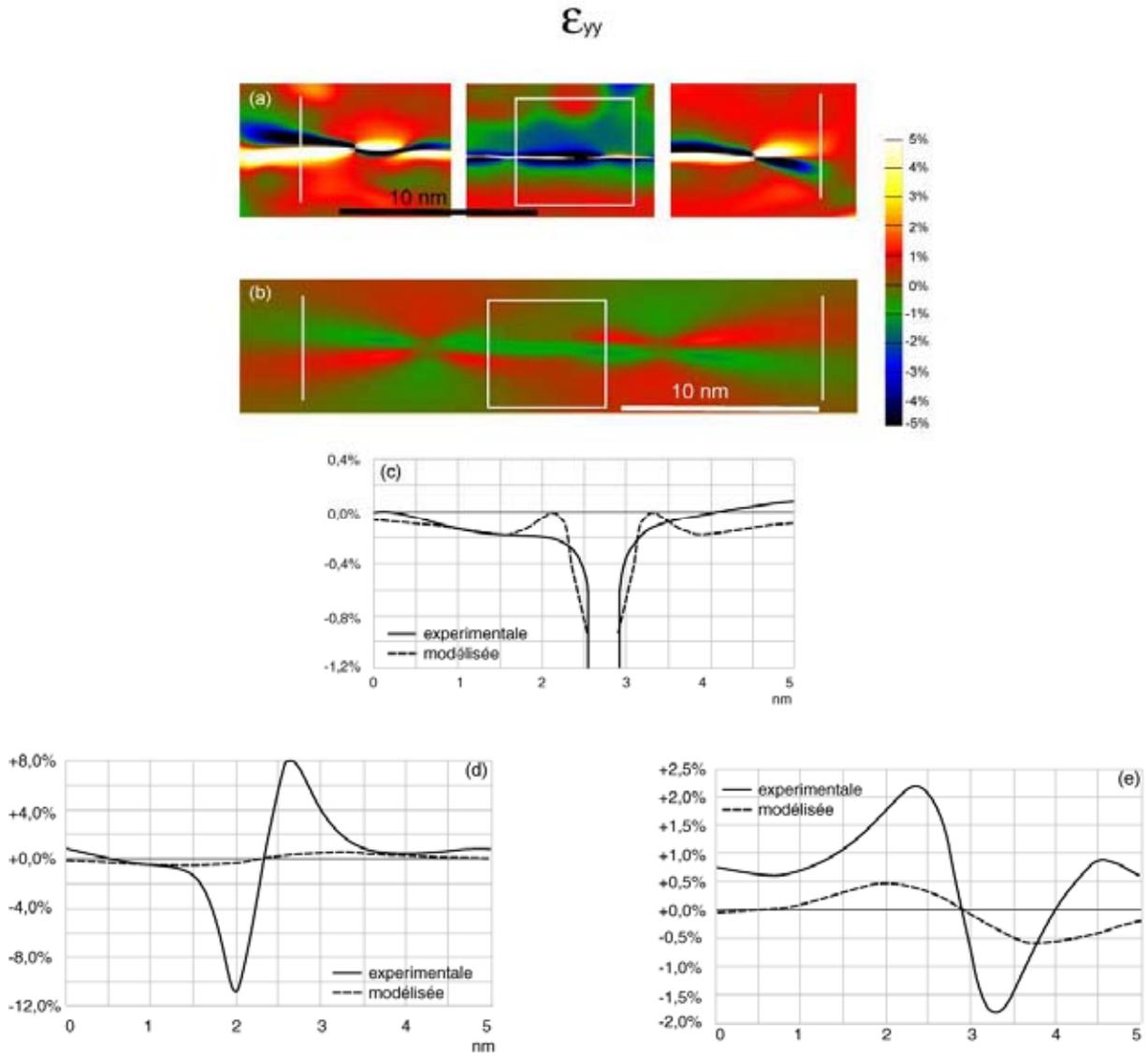


Figure IV-19 :  $\varepsilon_{yy}$  en axe de zone [110] : (a) mesurées avec la méthode GPA ; (b) modélisées par la résolution des équations de la micromécanique utilisant la FFT ; Intensité le long du profil de ligne situé (c) au centre du précipité (représenté par un carré blanc sur (a)) ; (d) à l'extrémité gauche (représenté par une ligne blanche sur (a)) ; (e) à l'extrémité droite (représenté par une ligne blanche sur (a)).

Les composantes  $\varepsilon_{xy}$  mesurées et modélisées sont données par les images (a) et (b) de la Figure IV-20 respectivement. Les profils de lignes, tracés aux extrémités (graphiques (d) et (e) de la Figure IV-20) et au centre (graphique (c) de la Figure IV-20), montrent clairement un désaccord entre l'expérience et la modélisation. Si aux extrémités du précipité, l'allure des profils est la même, la nature des déformations modélisées est différente de celles mesurées. Au centre du précipité, ni la nature, ni l'allure des courbes ne correspondent.

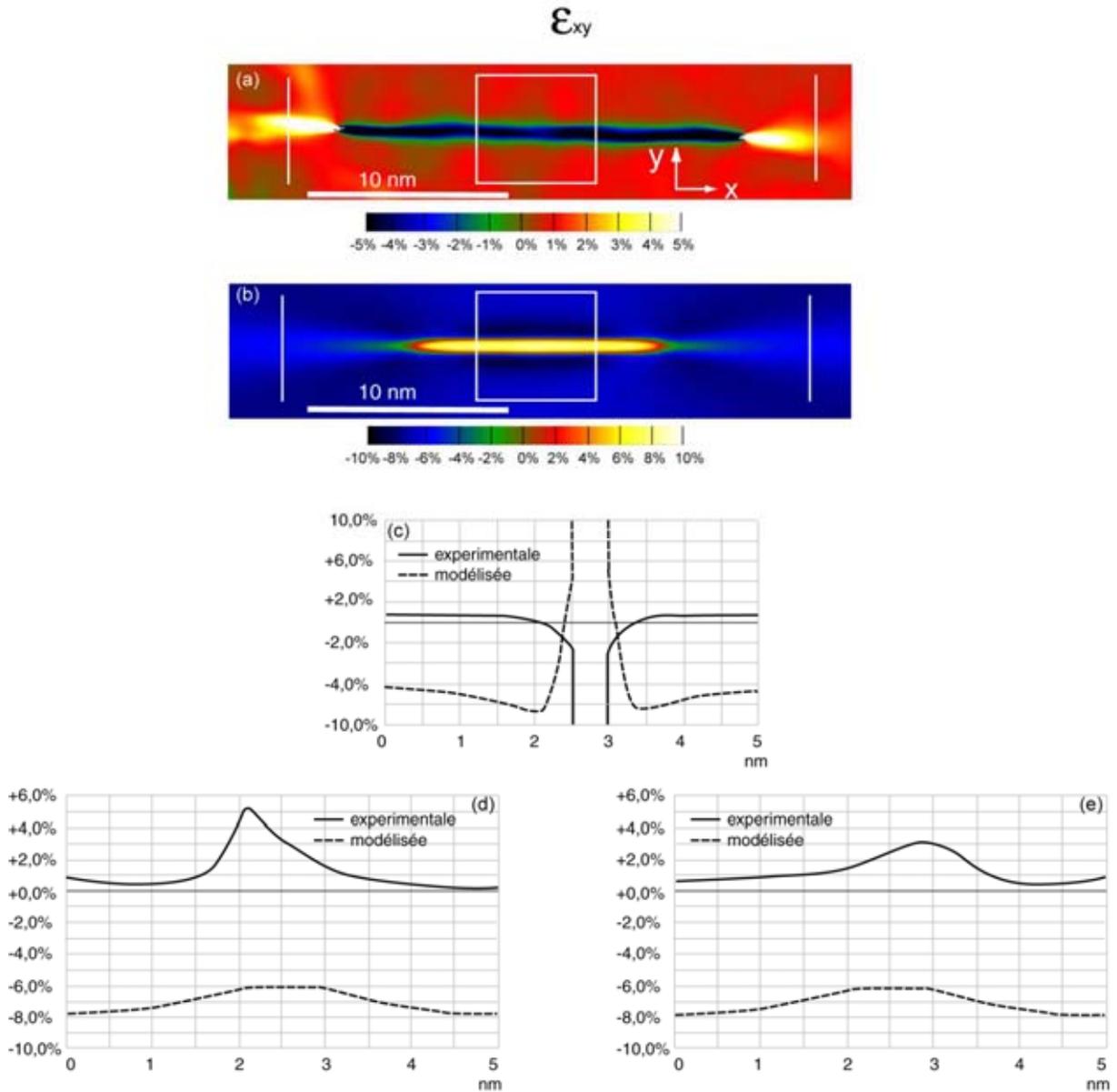


Figure IV-20 :  $\varepsilon_{xy}$  en axe de zone [110] : (a) mesurées avec la méthode GPA ; (b) modélisées par la résolution des équations de la micromécanique utilisant la FFT ; Intensité le long du profil de ligne situé (c) au centre du précipité (représenté par un carré blanc sur (a)) ; (d) à l'extrémité gauche (représenté par une ligne blanche sur (a)) ; (e) à l'extrémité droite (représenté par une ligne blanche sur (a)).

**Axe de zone**  $[12\bar{1}]$ 

Pour cette orientation de l'échantillon, aucune déformation n'est mesurée expérimentalement au centre du précipité. La modélisation de l'influence de la totalité du précipité sur la matrice est donc directement donnée par la Figure IV-17 qui est simplement étirée pour faciliter la comparaison avec le cas expérimental.

La comparaison entre les déformations expérimentales et modélisées pour  $\varepsilon_{xx}$  ((a) et (b) de la Figure IV-21) est réalisée sur les profils de ligne au centre (en (c) de la Figure IV-21) et aux extrémités (en (d) et (e) de la Figure IV-21) du précipité. Expérimentalement, des déformations négligeables sont mesurées au centre du précipité. Le modèle ne reproduit pas ceci car l'utilisation de la superposition de deux boucles de dislocation pour représenter l'influence des extrémités du précipité, amène des déformations au centre de celui-ci. Les déformations mesurées à l'extrémité gauche sont bien moins importantes que celles de l'extrémité droite. Le modèle ne reproduit pas parfaitement l'allure et l'amplitude des courbes. Pour l'extrémité gauche, l'utilisation de la superposition de deux boucles de dislocation pour modéliser le précipité ne permet pas d'annuler les déformations qui sont faibles expérimentalement. Pour l'extrémité droite, les maxima des deux courbes correspondent et le type de déformation rencontrée de part et d'autre du précipité est le même.

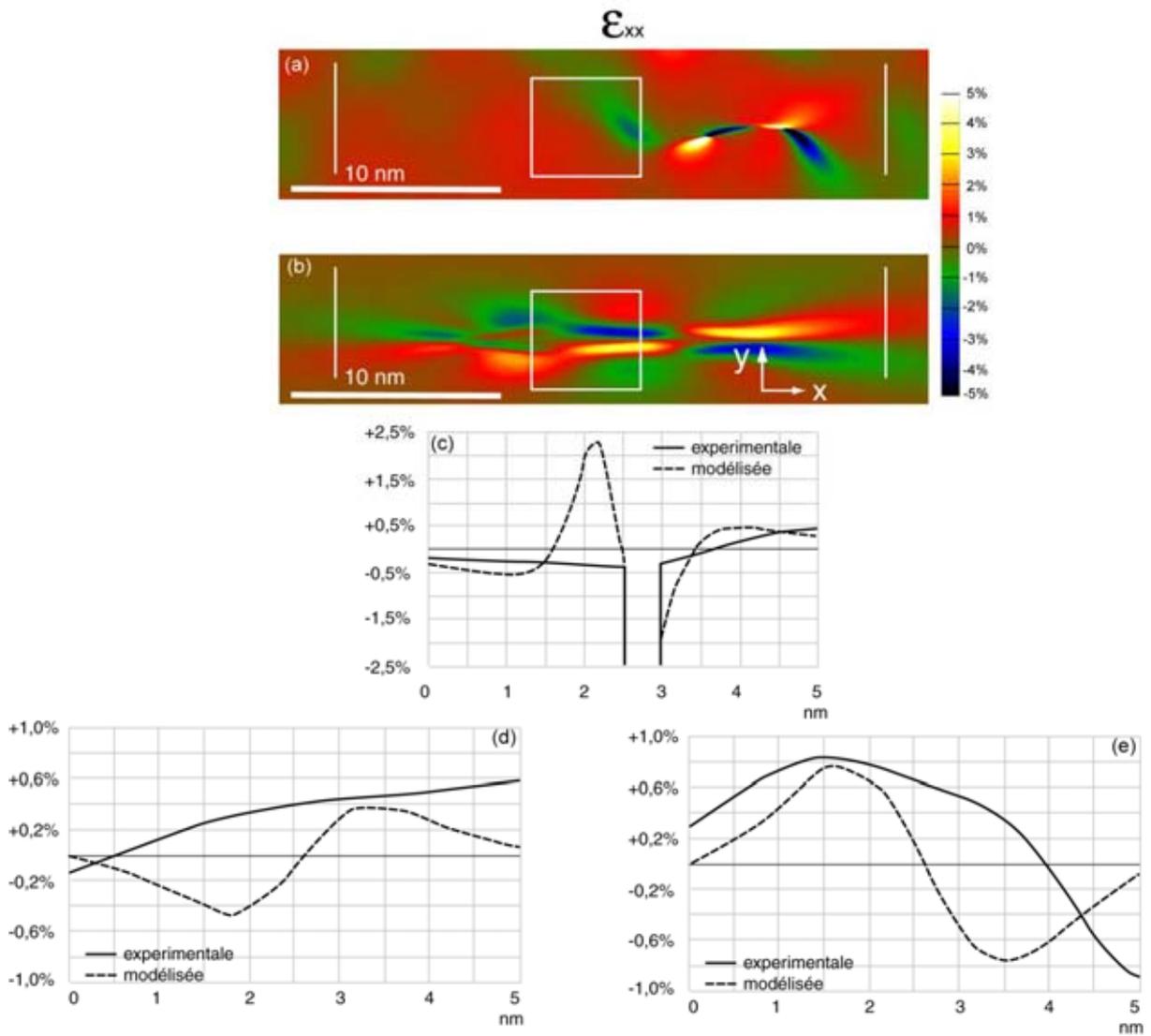


Figure IV-21 :  $\epsilon_{xx}$  en axe de zone  $[12\bar{1}]$  : (a) mesurées avec la méthode GPA ; (b) modélisées par la résolution des équations de la micromécanique utilisant la FFT ; Intensité le long du profil de ligne situé (c) au centre du précipité (représenté par un carré blanc sur (a)) ; (d) à l'extrémité gauche (représenté par une ligne blanche sur (a)) ; (e) à l'extrémité droite (représenté par une ligne blanche sur (a)).

La comparaison entre les déformations expérimentales et modélisées pour  $\varepsilon_{yy}$  ((a) et (b) de la Figure IV-22) est réalisée sur les profils de ligne au centre (en (c) de la Figure IV-22) et aux extrémités (en (d) et (e) de la Figure IV-22) du précipité. Pour les mêmes raisons que celles évoquées pour la composante longitudinale, les faibles déformations mesurées au centre et à l'extrémité gauche du précipité ne sont pas reproduites par le modèle. Pour l'extrémité droite, le modèle n'est pas en accord avec l'expérience, mais la validité de la mesure des déformations pour cet axe de zone et cette extrémité a déjà été mise en cause au chapitre III.

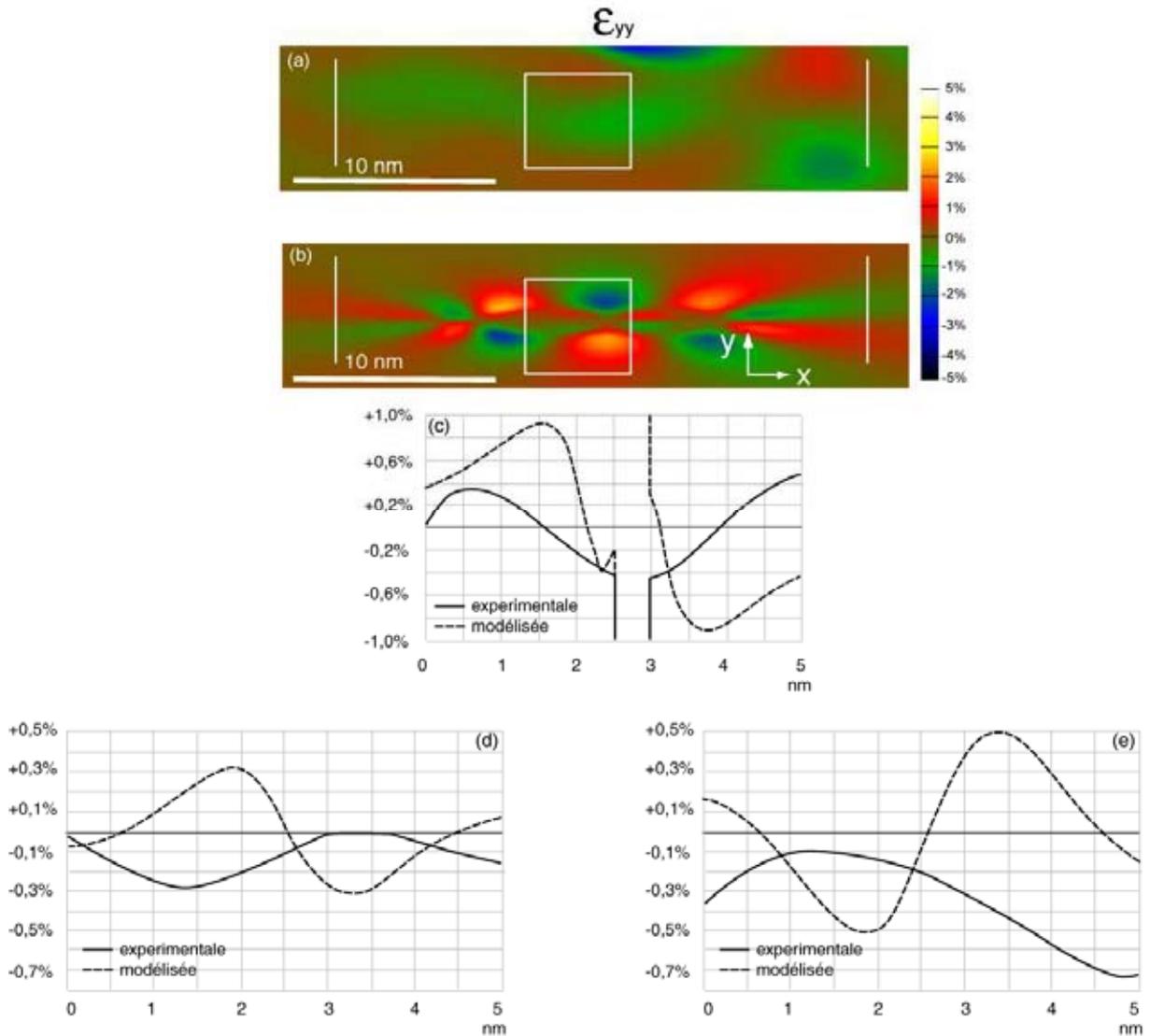


Figure IV-22 :  $\varepsilon_{yy}$  en axe de zone  $[12\bar{1}]$  : (a) mesurées avec la méthode GPA ; (b) modélisées par la résolution des équations de la micromécanique utilisant la FFT ; Intensité le long du profil de ligne situé (c) au centre du précipité (représenté par un carré blanc sur (a)) ; (d) à l'extrémité gauche (représenté par une ligne blanche sur (a)) ; (e) à l'extrémité droite (représenté par une ligne blanche sur (a)).

Les composantes  $\varepsilon_{xy}$  mesurées et modélisées sont données par les images (a) et (b) de la Figure IV-20 respectivement. Les profils de lignes, tracés aux extrémités (graphiques (d) et (e) de la Figure IV-23) et au centre (graphique (c) de la Figure IV-23), montrent clairement un désaccord entre l'expérience et la modélisation. Si aux extrémités du précipité, l'allure des profils est la même, la nature des déformations modélisées est différente de celles mesurées. Au centre du précipité, ni la nature, ni l'allure des courbes ne correspondent. Cette observation a déjà été faite pour le cisaillement mesuré en axe de zone  $[110]$ .

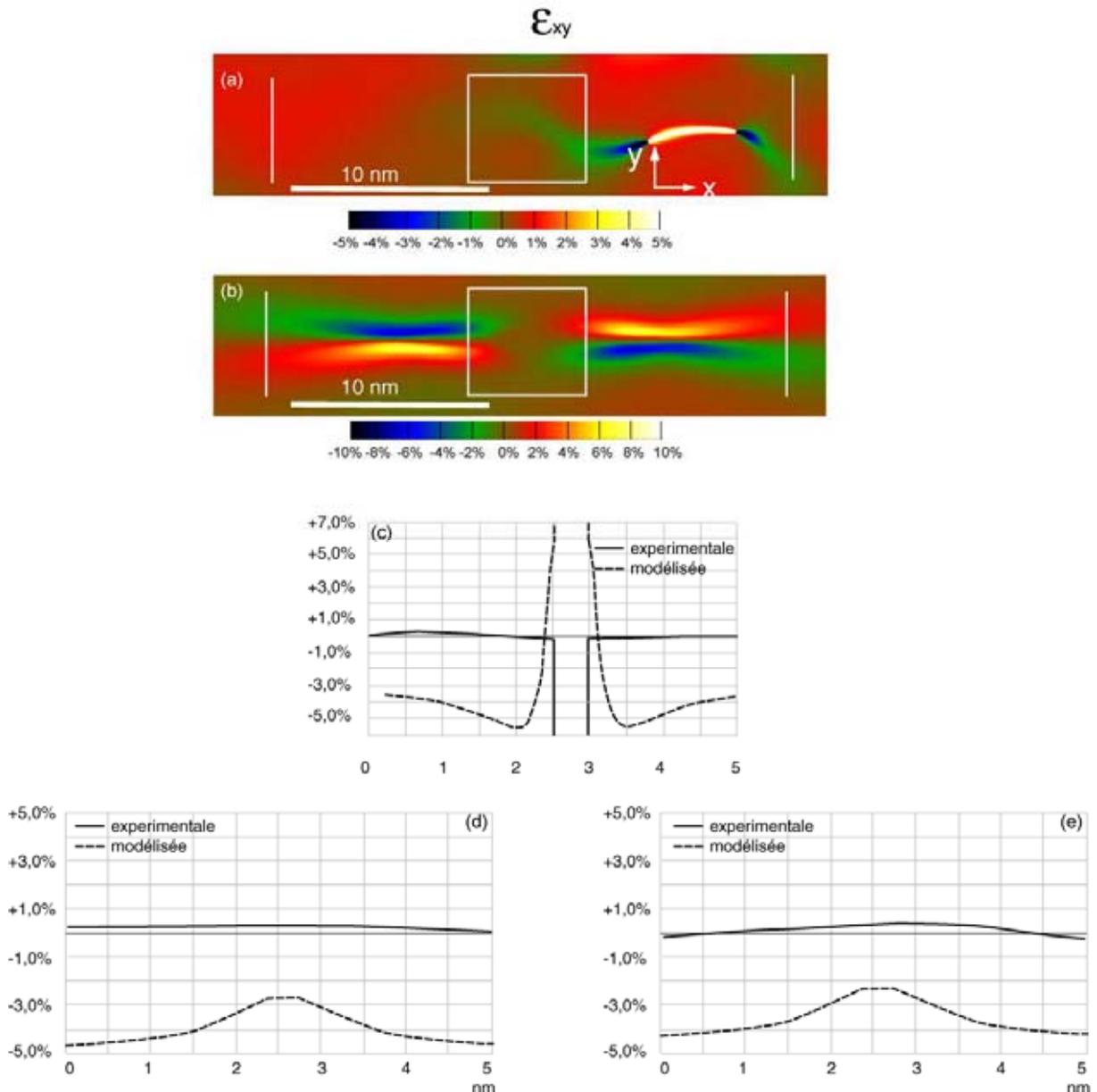


Figure IV-23 :  $\varepsilon_{xy}$  en axe de zone  $[12\bar{1}]$  : (a) mesurées avec la méthode GPA ; (b) modélisées par la résolution des équations de la micromécanique utilisant la FFT ; Intensité le long du profil de ligne situé (c) au centre du précipité (représenté par un carré blanc sur (a)) ; (d) à l'extrémité gauche (représenté par une ligne blanche sur (a)) ; (e) à l'extrémité droite (représenté par une ligne blanche sur (a)).

### IV.2.3 Discussions

La résolution des équations de micromécanique par la FFT, permet de modéliser les déformations induites par l'épaisseur du précipité sur la matrice lorsqu'elles existent. Ce modèle est pertinent en axe de zone [110]. Les déformations longitudinales et transversales, mesurées à partir des images en MEHR avec la méthode GPA, sont reproduites qualitativement et quantitativement au voisinage de la totalité du précipité. Cette observation n'est, par contre, pas valable pour le cisaillement. L'influence des extrémités est représentée ici par une boucle de dislocation ce qui ne pose pas de problème puisque, dans cette orientation de l'échantillon, il n'est pas possible de différencier une boucle de dislocation de deux dislocations dissociées. L'intensité des déformations modélisées est augmentée par rapport à celle trouvée à partir des champs de déplacement induit par les dislocations partielles (cf chapitre III). Il n'est donc pas suffisant de modéliser l'influence des extrémités des précipités par le champ induits par des dislocations dissociées. L'épaisseur du précipité a également une influence sur la matrice localisée à ses extrémités.

Ce modèle, établi par la résolution des équations de la micromécanique par la FFT, est moins adapté pour l'axe de zone  $[1\bar{2}1]$ . Il n'est possible de calculer le tenseur de déformation libre que d'une boucle de dislocation. Nous avons donc choisi de modéliser les dislocations dissociées, qui décrivent le comportement expérimental (cf chapitre III), par la superposition de deux boucles de dislocation. Ce modèle ne correspond pas parfaitement au cas expérimental pour lequel des déformations négligeables sont mesurées dans la matrice située au voisinage du centre du précipité et à une de ses extrémités. La présence de la petite boucle ainsi que des lobes de couleurs opposées, situés d'un côté précipité, sont responsables de cet écart à l'expérience. Il est donc difficile de modéliser à la fois le champ de déformation créé par les dislocations dissociées mis en évidence au chapitre III et l'influence de l'épaisseur du précipité par cette méthode. Nous pouvons alors conclure que ce modèle n'est pas adapté pour cet axe de zone.

Les mesures quantitatives des déformations, modélisées par la résolution des équations de la micromécanique, sont assurément faussées par le fait que le modèle ne permet pas de représenter des précipités ayant une épaisseur aussi fine que celle des phases  $T_1$  observées. Pour compenser ce problème, nous avons choisi d'effectuer la même manipulation numérique que celle réalisée au chapitre III pour ajuster les tailles des précipités et de tracer le profil de ligne à une distance fixe de l'extrémité des inclusions. Ces choix amènent des erreurs sur la mesure des déformations. Il n'a pas été possible de les quantifier dans le chapitre précédent. Essayons donc de comprendre s'il est possible de le faire grâce aux modélisations des déformations par les équations de la micromécanique. La Figure IV-24 schématise la situation. Pour que la modélisation représente parfaitement les phases  $T_1$  observées expérimentalement, il serait souhaitable de modéliser un précipité ayant la taille du cas 1. Le logiciel employé dans ce chapitre ne permet de modéliser que des précipités plus épais, comme schématisé dans le cas 2. L'image modélisée a été déformée jusqu'à obtenir un précipité ayant la taille de celui observé en MEHR (cas 3). Nous avons choisi de fixer la distance (noté  $d$ ) de l'extrémité du précipité à laquelle le profil de ligne est tracé. Est-il possible de compenser le fait que les intensités des déformations ne sont pas modifiées par la manipulation numérique en fixant  $d$  ? Pour répondre à cette question, il faudrait trouver à quel endroit de l'extrémité du précipité des déformations identiques (notée  $\varepsilon$ ) sont mesurées, pour le cas 1 et 2. Il faudrait ensuite comparer ces déformations avec celles mesurées sur le cas 3 (notée  $\varepsilon'$ ) pour quantifier l'erreur commise par la manipulation numérique et le choix de fixer  $d$ . Cette comparaison devrait être faite pour chaque composante de la déformation ainsi qu'au voisinage du centre et des extrémités du précipité. Le problème réside dans la manière de comparer  $\varepsilon$  et  $\varepsilon'$ . Il est possible de calculer une

valeur moyenne des déformations sur une zone donnée, mais dans ce cas, la répartition de la déformation ne sera pas prise en compte. Il n'est donc pas possible de quantifier l'influence de cette manipulation numérique grâce à ces nouvelles modélisations.

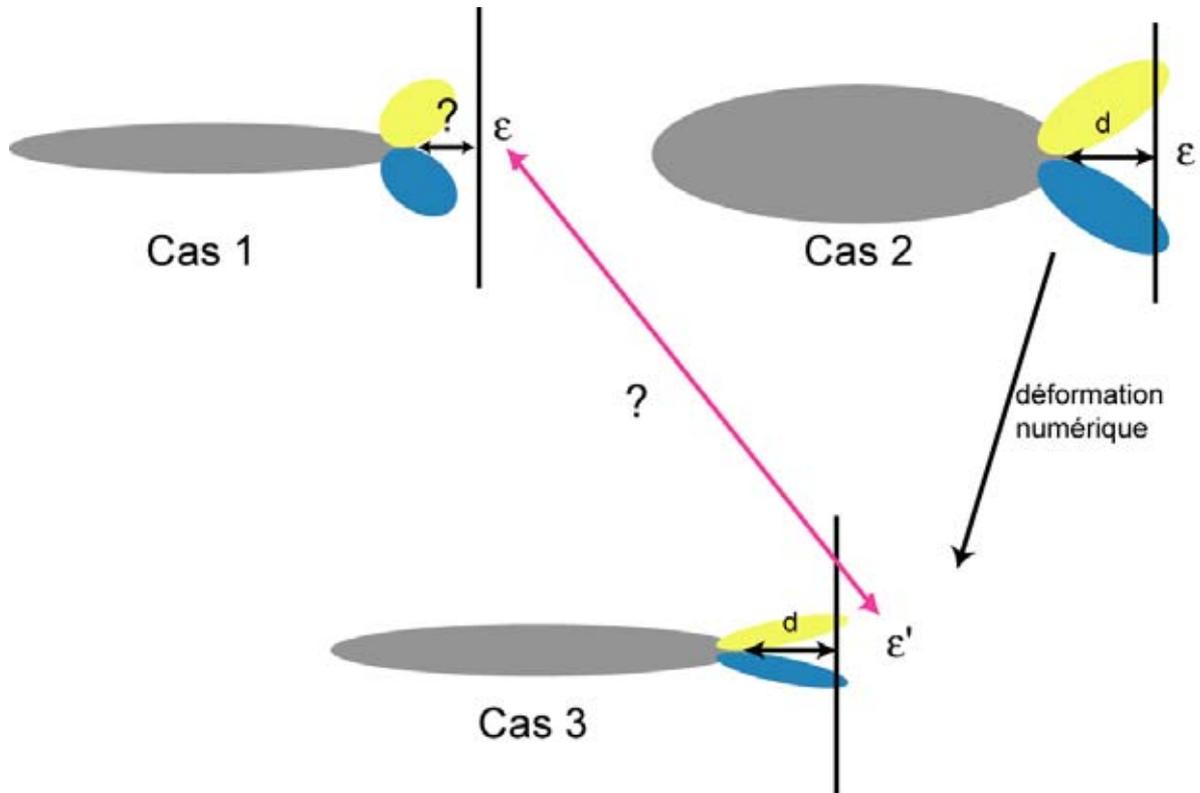


Figure IV-24 : Schéma présentant le raisonnement nécessaire à quantifier l'influence de la déformation numérique des images modélisées.

## IV.3 Conclusion

La méthode GPA permet de mesurer les déformations induites par l'épaisseur du précipité sur la matrice. Leur nature dépend de l'orientation de l'échantillon, de la composante de la déformation étudiée et du nombre de plans constitutifs du précipité.

Le modèle, établi pour représenter les déformations en extrémités de précipité au chapitre III, a été amélioré mais s'est avéré être insuffisant pour décrire l'influence de l'épaisseur du précipité. Un autre type de modèle a du être envisagé. La résolution des équations de la micromécanique par la FFT en élasticité linéaire isotrope permet, approximativement, de représenter qualitativement les déformations engendrées par la totalité du précipité en axe de zone  $[110]$ . Quantitativement, les déformations modélisées ne sont pas parfaitement en accord avec celles mesurées par la méthode GPA. Pour l'axe de zone  $[12\bar{1}]$ , ce modèle n'est pas valable. Une des explications à cet écart concerne les problèmes techniques rencontrés lors de la modélisation qui ne permettent pas de travailler avec une même taille de précipité que ceux observé expérimentalement.

Le bon accord qualitatif entre l'expérience et le modèle valide suffisamment le protocole expérimental choisi, pour exploiter plus amplement ces déformations mesurées. Ce développement sera mené au chapitre V. Dans le chapitre VI, nous proposerons des solutions concernant à la fois, les techniques expérimentales utilisées et les modèles proposés, pour améliorer l'accord entre déformations mesurées et calculées.



# **Chapitre V    Modélisation et mesure des champs de déplacement en trois dimensions**

Dans ce chapitre, un protocole est proposé afin de reconstituer les champs de déformations selon trois dimensions, sur une iso surface, à partir des champs de déformations mesurées pour les deux axes de zone. Il est mis en place à partir des modèles présentés au chapitre III qui reproduisent les déformations mesurées en extrémités de précipité.

## V.1 Principes et notations

Il s'agit ici de montrer la possibilité d'établir les cartes de déformation d'un échantillon, en trois dimensions, à partir de celles mesurées expérimentalement pour deux orientations différentes de l'objet. Les déformations, imposées à la matrice par les précipités  $T_1$ , sont donc mesurées dans deux axes de zone différents. La recombinaison numérique de ces deux images, par un programme intitulé *Passage en 3D*, doit permettre d'établir les cartes de déformation selon trois directions non colinéaires de l'espace, que nous avons choisi être les axes [100], [010] et [001] de la maille d'aluminium. La différence majeure avec ce que proposent Tirry et al. (Tirry & Schryvers 2009), réside dans l'établissement de ces cartes sur la totalité de l'image de MEHR et non sur une zone de 25 nm<sup>2</sup>. Une des particularités de ce programme est, en effet, sa capacité à effectuer un calcul sur chaque pixel constitutif d'une image. Pour mener rigoureusement cette étude, il serait nécessaire d'observer le même précipité selon deux axes de zone différents. Tirry et al. (Tirry & Schryvers 2009) signalent que les limitations instrumentales les ont empêchés de répondre à cette demande. Cette manipulation n'est pas impossible mais elle est difficile. Le même constat a, en effet, été établi pour notre échantillon pour deux raisons principales. La première concerne l'instrument de mesure et le matériau : même lorsque l'échantillon est positionné dans son plan eucentrique, son inclinaison s'accompagne d'un léger déplacement repérable en MEHR. Cette translation peut être en partie compensée, mais la zone étudiée est généralement déplacée. Cet alliage d'aluminium contient une forêt de précipités ; il est difficile de retrouver avec exactitude celui étudié dans la première orientation. La deuxième raison est liée à la méthode GPA. Au moment de l'inclinaison de l'échantillon de l'axe de zone [110] à [12 $\bar{1}$ ], l'épaisseur de la lame mince traversée par les électrons est plus importante. Les colonnes atomiques sont moins bien résolues et leur intensité est plus faible. En effet, quand l'épaisseur de l'échantillon augmente, la diffusion inélastique des électrons diminue la résolution et la méthode GPA y est sensible.

Afin de vérifier l'exactitude du programme, il est testé à partir des modélisations des déformations et non de leurs mesures. Le calcul des déformations, induites par les dislocations dissociées selon les axes [100], [010] et [001], est réalisé de deux manières différentes, dont une inclut l'utilisation du programme *Passage en 3D*. Avant de décrire cette procédure, détaillons plus concrètement le rôle du programme *Passage en 3D*.

La méthode GPA donne accès aux images de phase (notées P), qui sont fonction du vecteur d'onde sélectionné pour leurs calculs. Les phases sont en effet directement proportionnelles à la projection du champ de déplacement (noté  $u(\vec{r})$ ) dans la direction  $\vec{g}$ . Les déformations peuvent être retrouvées par dérivation des champs de déplacement. Ainsi, dans la suite de ce chapitre, nous considérerons uniquement les champs de déplacement et les phases. Ces deux grandeurs seront projetées dans trois repères différents, il est donc important de mettre au point, dès à présent, les notations. Nous écrivons  $X_b^a$  où X est la grandeur physique considérée ; a, le repère de travail nommé comme l'axe de zone auquel il est lié et b, l'axe sur lequel la grandeur X est projetée dans le repère a. Les trois repères sont choisis orthonormés et direct et  $\vec{e}_{[i]}$  est un vecteur unitaire parallèle à la direction [i]. Ces repères sont définis sur la Figure V-1 qui présente le principe du programme *Passage en 3D*. A partir de  $u_{[\bar{1}\bar{1}]}^{[110]}(\vec{r})$ ,  $u_{[\bar{1}2]}^{[110]}(\vec{r})$ ,  $u_{[\bar{1}\bar{1}]}^{[12\bar{1}]}(\vec{r})$  et  $u_{[001]}^{[12\bar{1}]}(\vec{r})$ , on peut déterminer  $u_{[100]}(\vec{r})$ ,  $u_{[010]}(\vec{r})$  et  $u_{[001]}(\vec{r})$  qui, lorsqu'ils sont additionnés forment  $u_{3D}(\vec{r})$

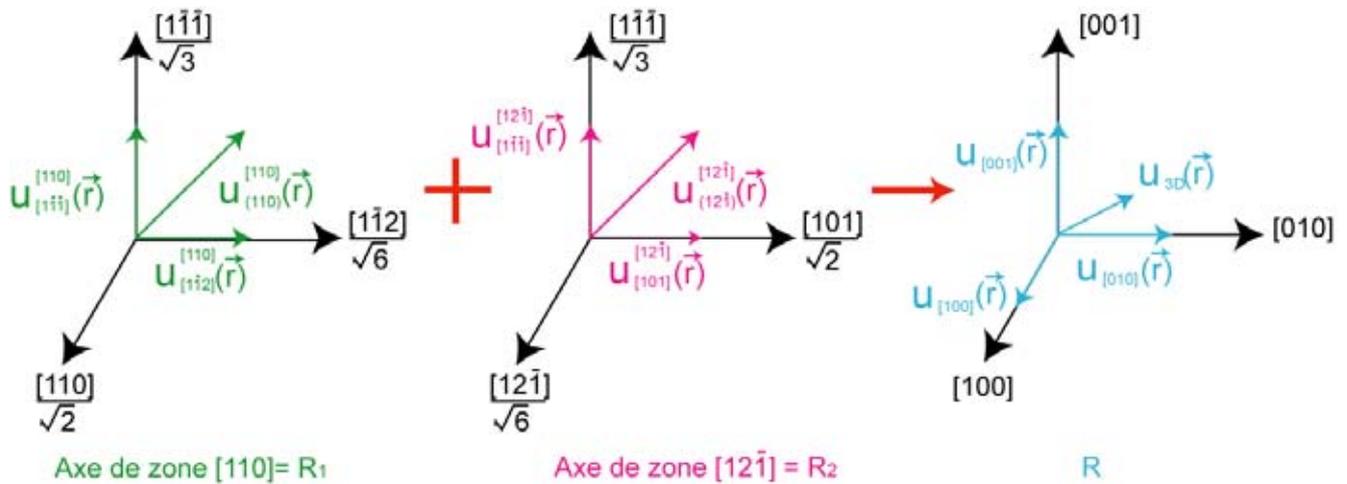


Figure V-1 : Définition des trois repères de travail et du principe de *Passage 3D*. La combinaison du champ de déplacement, mesuré dans l'axe de zone  $[110]$  et projeté sur les axes constituant le plan  $(110)$ , avec le champ de déplacement, mesuré dans l'axe de zone  $[12\bar{1}]$  et projeté sur les axes constituant le plan  $(12\bar{1})$ , donne le champ total projeté sur les axes  $[100]$ ,  $[010]$  et  $[001]$ .

Le repère lié à l'axe de zone  $[110]$  sera appelé  $R_1$ , celui lié à  $[12\bar{1}]$ ,  $R_2$  et celui lié aux trois axes de référence de la cellule cubique,  $R$ .

## V.2 Contrôler le programme *Passage en 3D*

Pour tester le fonctionnement du programme *Passage en 3D*, deux dislocations de vecteur de Burgers  $\vec{b}_1 = \frac{a}{6}[211]$  et  $\vec{b}_2 = \frac{a}{6}[12\bar{1}]$  ayant la même ligne  $\vec{l}_{[110]} = [110]$ , sont sélectionnées. Les champs de déplacement induits par ces deux dislocations sont calculés dans  $R_1$ ,  $R$  et  $R_2$ . L'application du programme *Passage en 3D* aux champs de déplacements calculés dans  $R_1$  et  $R_2$  doit permettre de retrouver ceux projetés dans  $R$ . Il s'agit maintenant de décrire cette procédure.

Nous commençons par nous positionner dans le repère  $R_1$  correspondant à l'axe de zone  $[110]$ . Les vecteurs de Burgers de ces dislocations sont décomposés en une partie coin et une partie vis, comme indiqué en Figure V-2. La somme des champs de déplacement induits par ces deux dislocations partielles donne le champ de déplacement total. Leurs parties coin créent un champ de déplacement suivant  $[12\bar{1}]$  et  $[1\bar{1}\bar{1}]$  tandis que celui induit par leurs parties vis est selon  $[110]$ .

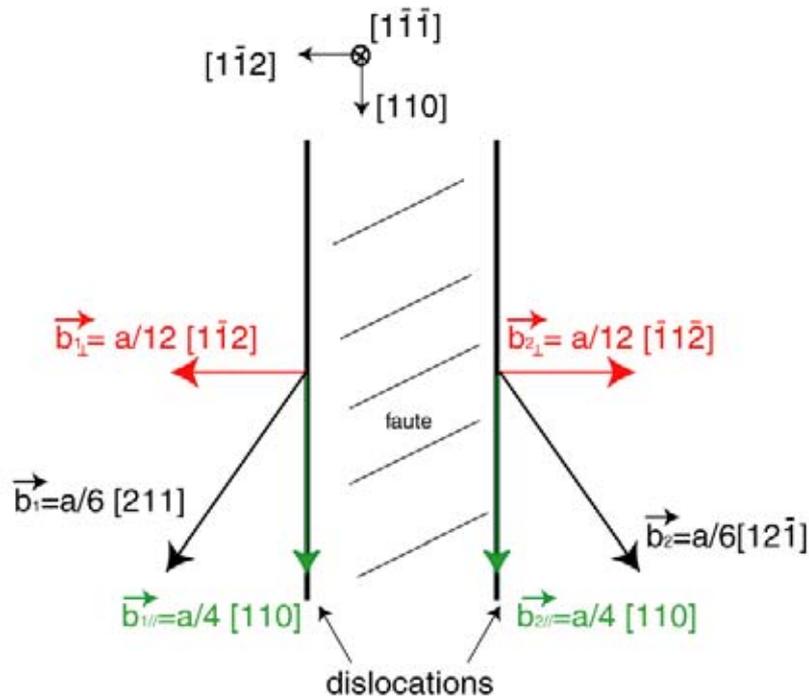


Figure V-2 : Schéma représentant deux dislocations de vecteur de Burgers  $\vec{b}_1$  et  $\vec{b}_2$  et de même ligne dirigées suivant  $[110]$  dans le repère  $R_1$ . La partie coin et vis de chaque dislocation est exprimée dans ce repère.

Le champ de déplacement total, créé par ce couple de dislocations, s'écrit dans  $R_1$  :

$$u^{[110]}(\vec{r}) = u_{[1\bar{1}2]}^{[110]} \vec{e}_{[1\bar{1}2]} + u_{[1\bar{1}\bar{1}]}^{[110]} \vec{e}_{[1\bar{1}\bar{1}]} + u_{[110]}^{[110]} \vec{e}_{[110]} \quad (\text{V-1})$$

Les trois composantes de  $u^{[110]}(\vec{r})$ , projetés selon les axes du repère  $R_1$ , peuvent être décrites par les équations suivantes (Hirth & Lothe 1982) :

$$u_{[1\bar{1}2]}^{[110]} = \frac{b_{\perp}}{2\pi} \left( \arctan \frac{X_2}{X_1} + \frac{X_1 X_2}{2(1-\nu)(X_1^2 + X_2^2)} \right) \quad (\text{V-2})$$

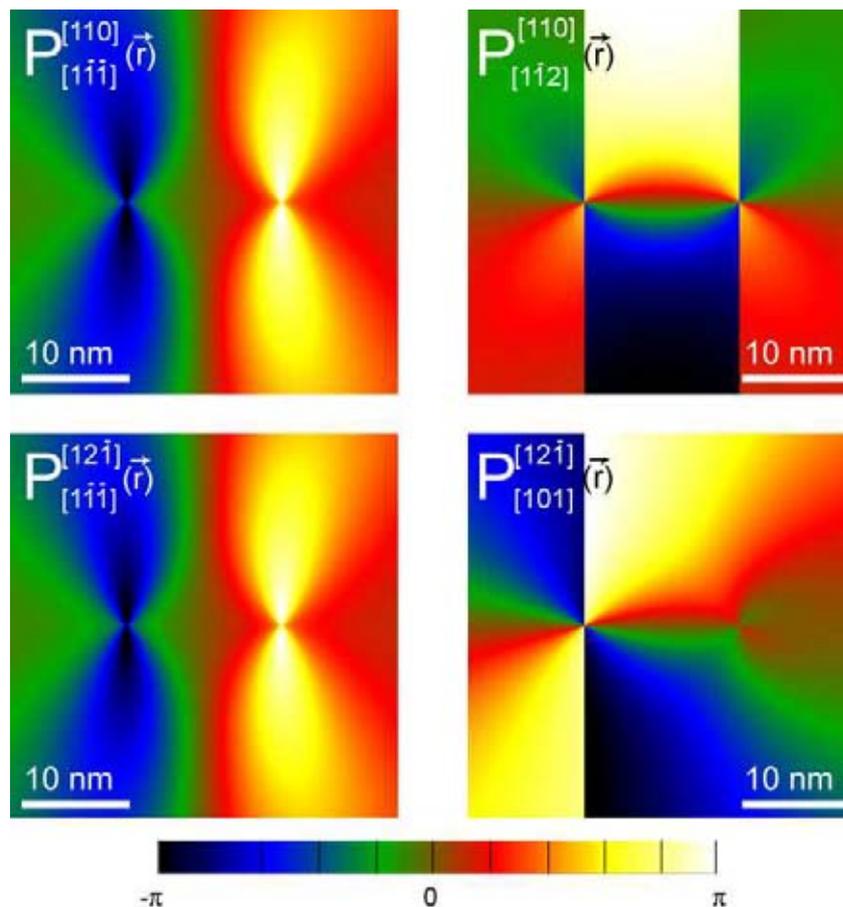
$$u_{[1\bar{1}\bar{1}]}^{[110]} = \frac{-b_{\perp}}{2\pi} \left( \frac{1-2\nu}{4(1-\nu)} \ln(X_1^2 + X_2^2) + \frac{X_1^2 - X_2^2}{4(1-\nu)(X_1^2 + X_2^2)} \right) \quad (\text{V-3})$$

$$u_{[110]}^{[110]} = \frac{b_{\parallel}}{2\pi} \arctan \frac{X_2}{X_1} \quad (\text{V-4})$$

où  $X_1$  et  $X_2$  donnent la position relative du champ de déplacement,  $\nu$  ( $=0,347$ ) le coefficient de Poisson du matériau,  $b_{\perp}$  le module de la projection perpendiculairement au faisceau d'électrons du vecteur de Burgers de la dislocation considérée et  $b_{\parallel}$  le module de la projection parallèlement au faisceau d'électrons du vecteur de Burgers de la dislocation considérée.

Afin de contrôler le programme *Passage en 3D* plusieurs changements de repères sont effectués. Le détail de ces calculs est donné en Annexe (A.3). Il s'agit ici de résumer le principe. Le champ de déplacement calculé dans  $R_1$  ( $u^{[110]}(\vec{r})$ ) est projeté dans  $R$  ( $u_{3D}(\vec{r})$ ). Ce champ de déplacement calculé dans  $R$  est ensuite projeté dans  $R_2$  ( $u^{[12\bar{1}]}(\vec{r})$ ). La combinaison de  $u^{[110]}(\vec{r})$  avec  $u^{[12\bar{1}]}(\vec{r})$  (décrite en V.3) doit permettre de retrouver  $u_{3D}(\vec{r})$ .

Le programme *Passage en 3D* s'applique à deux images de phase, calculées à partir de deux vecteurs d'onde distincts, pour les deux axes de zone, soit quatre images. La phase est déduite des champs de déplacement par la relation :  $P_x = -2\pi\vec{g}_x \cdot \vec{u}_x$ . Les quatre images, qui servent de point de départ au programme, sont :  $P_{[\bar{1}\bar{1}2]}^{[110]}(\vec{r})$ ,  $P_{[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]}^{[110]}(\vec{r})$ ,  $P_{[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]}^{[12\bar{1}]}(\vec{r})$  et  $P_{[101]}^{[12\bar{1}]}(\vec{r})$  (Figure V-3). Le résultat de *Passage en 3D* doit permettre de retrouver  $u_{[100]}$ ,  $u_{[010]}$  et  $u_{[001]}$ , calculés à partir de la projection de  $u^{[110]}(\vec{r})$  sur ces axes.  $P_{[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]}^{[110]}(\vec{r})$  et  $P_{[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]}^{[12\bar{1}]}(\vec{r})$  sont identiques puisqu'il s'agit de la projection des mêmes dislocations suivant une direction commune aux deux repères considérés.



**Figure V-3 :**  $P_{[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]}^{[110]}(\vec{r})$ ,  $P_{[\bar{1}\bar{1}2]}^{[110]}(\vec{r})$ ,  $P_{[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]}^{[12\bar{1}]}(\vec{r})$  et  $P_{[101]}^{[12\bar{1}]}(\vec{r})$  sont les quatre images servant de point de départ au test du programme *Passage en 3D*.

### V.3 Mise en place du programme *Passage en 3D*

La première étape du programme *Passage en 3D* consiste à retrouver les champs de déplacement, à partir des images de phases, par la relation :  $P_x = -2\pi\vec{g}_x \cdot \vec{u}_x$ . L'étape suivante comprend la projection de  $u_{(110)}^{[110]}(\vec{r})$  et  $u_{(12\bar{1})}^{[12\bar{1}]}(\vec{r})$  suivant les axes de R. Ainsi, les champs de déplacement, mesurés dans  $R_1$  puis projetés suivant les trois axes de référence de la cellule cubique, s'écrivent :

$$u_{[100]}^{[110]}(\vec{r}) = u_{(110)}^{[110]}(\vec{r}) \cdot [100] = \left( u_{[1\bar{1}\bar{1}]}^{[110]} \vec{e}_{[1\bar{1}\bar{1}]} + u_{[1\bar{1}2]}^{[110]} \vec{e}_{[1\bar{1}2]} \right) \cdot [100] \quad (\text{V-5})$$

$$u_{[010]}^{[110]}(\vec{r}) = u_{(110)}^{[110]}(\vec{r}) \cdot [010] = \left( u_{[1\bar{1}\bar{1}]}^{[110]} \vec{e}_{[1\bar{1}\bar{1}]} + u_{[1\bar{1}2]}^{[110]} \vec{e}_{[1\bar{1}2]} \right) \cdot [010] \quad (\text{V-6})$$

$$u_{[001]}^{[110]}(\vec{r}) = u_{(110)}^{[110]}(\vec{r}) \cdot [001] = \left( u_{[1\bar{1}\bar{1}]}^{[110]} \vec{e}_{[1\bar{1}\bar{1}]} + u_{[1\bar{1}2]}^{[110]} \vec{e}_{[1\bar{1}2]} \right) \cdot [001] \quad (\text{V-7})$$

Les expressions de  $u_{[100]}^{[12\bar{1}]}(\vec{r})$ ,  $u_{[010]}^{[12\bar{1}]}(\vec{r})$  et  $u_{[001]}^{[12\bar{1}]}(\vec{r})$  sont obtenues de manière analogue.

Il ne suffit pas d'additionner ces six composantes terme à terme pour trouver le champ de déplacement total, projeté suivant [100], [010] et [001] : un système d'équations doit être posé. Pour cela, notons  $\alpha_1$  l'angle entre [110] et  $u_{(110)}^{[110]}(\vec{r})$  et  $\alpha_2$  l'angle entre  $[12\bar{1}]$  et  $u_{(12\bar{1})}^{[12\bar{1}]}(\vec{r})$  (Figure V-4). Le champ de déplacement total  $u_{3D}(\vec{r})$  n'est pas fonction du repère utilisé et sa projection suivant les axes [100], [010] et [001], nous permet d'écrire :

$$\begin{cases} u_{[100]}(\vec{r}) = \alpha_1 [110] \cdot [100] + u_{[100]}^{[110]}(\vec{r}) = \alpha_2 [12\bar{1}] \cdot [100] + u_{[100]}^{[12\bar{1}]}(\vec{r}) \\ u_{[010]}(\vec{r}) = \alpha_1 [110] \cdot [010] + u_{[010]}^{[110]}(\vec{r}) = \alpha_2 [12\bar{1}] \cdot [010] + u_{[010]}^{[12\bar{1}]}(\vec{r}) \\ u_{[001]}(\vec{r}) = \alpha_1 [110] \cdot [001] + u_{[001]}^{[110]}(\vec{r}) = \alpha_2 [12\bar{1}] \cdot [001] + u_{[001]}^{[12\bar{1}]}(\vec{r}) \end{cases} \quad (\text{V-8})$$

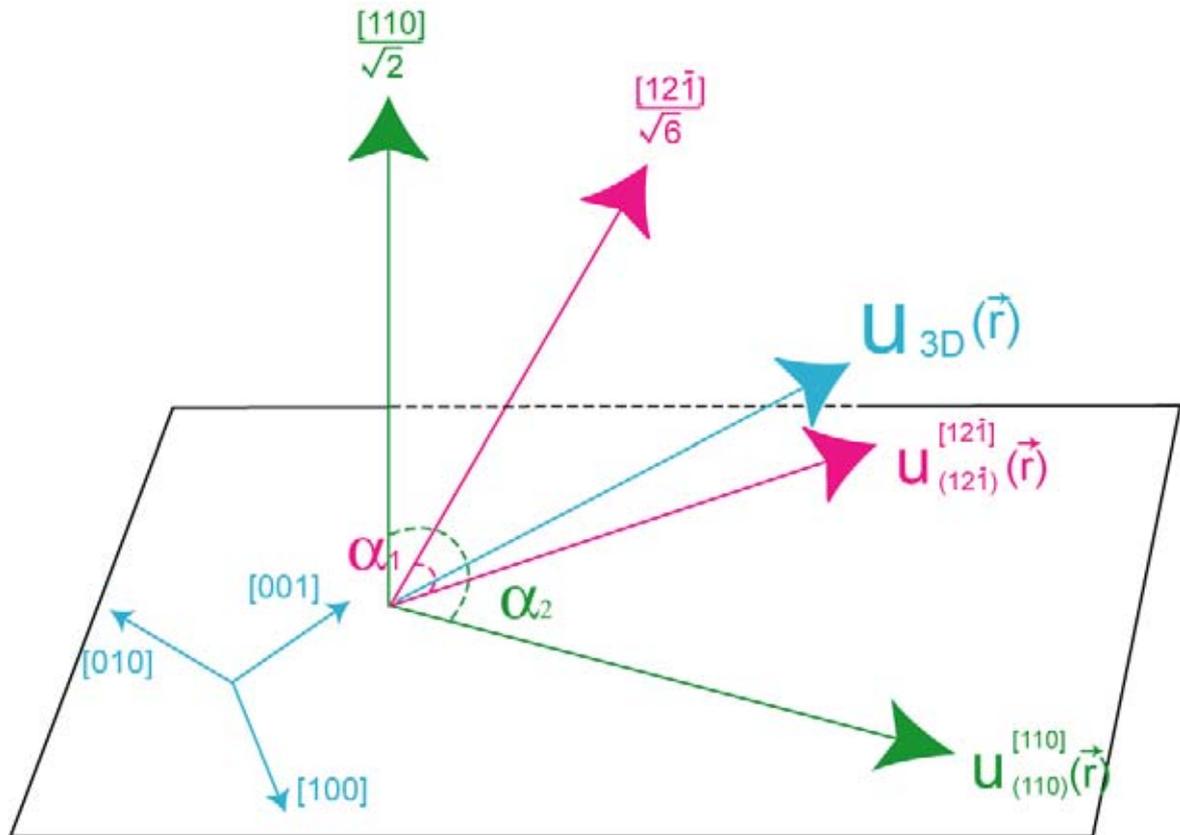


Figure V-4 : Schéma explicitant le lien entre les champs de déplacement calculés pour les deux axes de zones et  $\vec{u}_{3D}$ . Le repère  $R = \{[100], [010] \text{ et } [001]\}$  est placé arbitrairement.  $\alpha_1$  et  $\alpha_2$  sont définis.

La résolution de ce système d'équations permet d'exprimer  $\alpha_1$  et  $\alpha_2$ . En les remplaçant par leurs valeurs, le calcul de  $u_{[100]}(\vec{r})$ ,  $u_{[010]}(\vec{r})$  et  $u_{[001]}(\vec{r})$  est réalisé. Ces images des champs de déplacement sont identiques à celles de la Figure A-8 donnée en annexe, ce qui atteste de l'exactitude du programme. En effet, les champs de déplacement induits par un même objet, sont calculés dans  $R$  de deux manières différentes : à partir de la projection des champs de déplacement dans le repère  $R_1$  et à partir de la combinaison des champs de déplacement dans les repères  $R_1$  et  $R_2$ .

## V.4 Exemple d'application du programme *Passage en 3D*

### V.4.1 Prémices et principes

Il s'agit maintenant de montrer qu'il est possible de mesurer les champs de déplacement sur la totalité d'une micrographie, en appliquant ce programme à des images de phases, calculées avec la méthode GPA. Les deux cas représentatifs étudiés précédemment serviront donc d'exemple.

Le programme « Passage en 3D » devrait, en toute rigueur, être appliqué aux images de phases, obtenues à partir de deux micrographies d'un même précipité, dans deux axes de zone différents. Pour les raisons techniques explicités précédemment, nous n'avons pas pu réaliser cette manipulation. Deux phases  $T_1$ , de forme semblable et de taille proche, ont donc été isolées : le précipité du bas de la micrographie du cas représentatif en axe de zone  $[110]$  et celui numéroté 3 de celle en axe de zone  $[12\bar{1}]$ . Afin de s'approcher au maximum des conditions expérimentales idéales, nous rappelons que la taille, du plus petit des deux précipités, a été ajustée numériquement. Cependant, le programme « Passage en 3D » ne peut pas encore être directement appliqué aux images de phases calculées pour ces deux précipités : certains ajustements sont nécessaires.

Les précipités étudiés dans les deux axes de zones doivent être positionnés exactement au même endroit de la micrographie afin que les phases mesurées à une extrémité d'un précipité s'ajoutent bien avec celles mesurées à une extrémité de l'autre précipité. Il est difficile de déterminer où commence la matrice et où s'arrête le précipité, ce qui complique cette étape. Afin de palier à ce problème, nous avons décidé que le précipité se termine où des déformations apparaissent dans la matrice. En utilisant ce critère, il est possible d'attribuer les mêmes positions aux deux précipités, comme l'attesteront les images (a) et (d) de la Figure V-5.

Le programme « Passage en 3D » est ensuite appliqué sur une partie, commune aux deux axes de zone, des quatre images de phases calculées précédemment. Nous discuterons en V.2 de la possibilité de sélectionner une partie des images HREM et de recommencer le traitement GPA sur ces nouvelles zones.

## V.4.2 Résultats

Les précipités de cette étude sont à nouveau présentés sur les images (a) et (d) de la Figure V-5. Les deux micrographies sont à la même échelle, les phases  $T_1$  ont une taille similaire et sont positionnées au même endroit. Attention, sur l'image (d) de la Figure V-5, le précipité étudié est celui situé au bas de la micrographie. Les images de phases, calculées pour l'axe de zone  $[110]$ , sont données en (b) et (c) de la Figure V-5 et celles de l'axe de zone  $[12\bar{1}]$ , en (e) et (f) de la Figure V-5. Les zones de références, essentielles au calcul des déformations, sont ajustées pour chaque image de phases afin d'éliminer les sauts de phases. Cette étape n'a pas été nécessaire jusqu'à présent car la dérivation des champs de déplacement pour le calcul des déformations, supprime ces sauts de phases. Le programme « Passage en 3D » est donc appliqué à ces quatre dernières images.

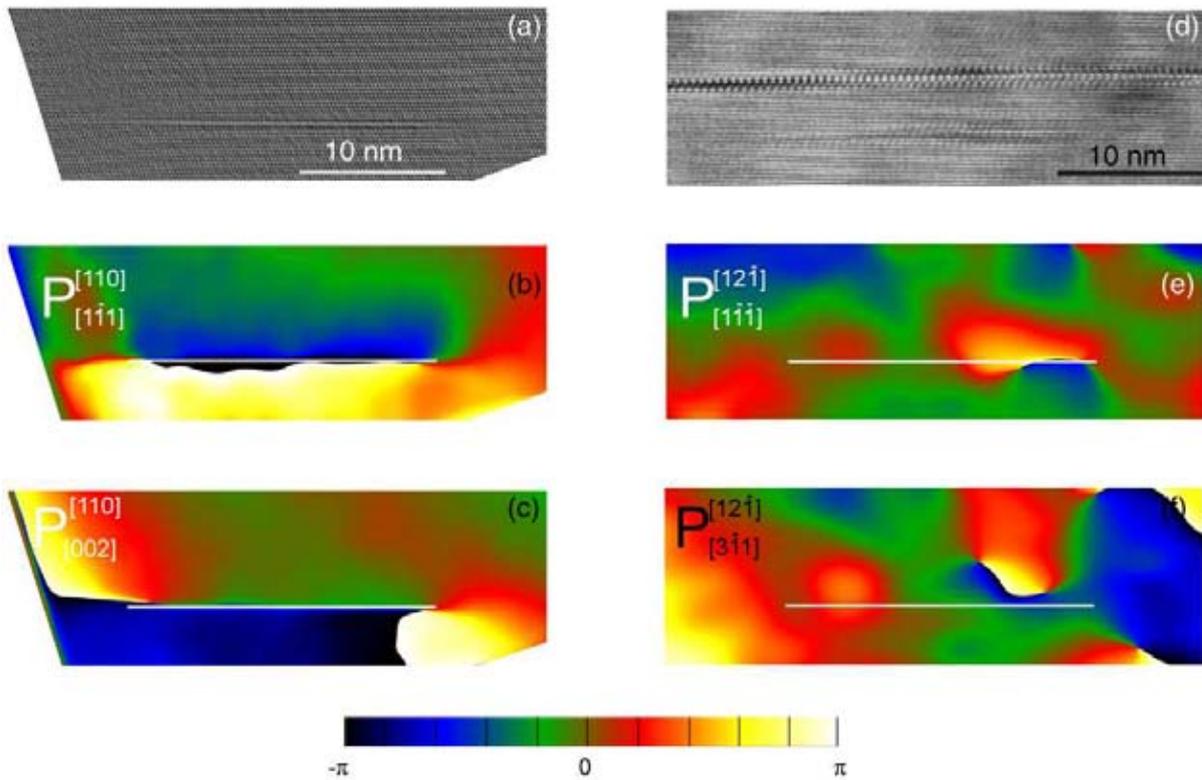


Figure V-5 : (a) Image de MEHR du précipité étudié en axe de zone  $[110]$  ; Image de phase calculée pour (b)  $\vec{g} = 110$  à partir de la FFT de la micrographie (a) ; (c)  $\vec{g} = 002$  à partir de la FFT de la micrographie (a) ; (d) Image de MEHR calibrée du précipité étudié en axe de zone  $[12\bar{1}]$  ; Image de phase calculée pour (e)  $\vec{g} = 1\bar{1}\bar{1}$  à partir de la FFT de la micrographie (d) ; (f)  $\vec{g} = 3\bar{1}\bar{1}$  à partir de la FFT de la micrographie (d). Les précipités sont matérialisés par un trait blanc sur les images de phases.

Le résultat du programme donne  $u_{[100]}(\vec{r})$ ,  $u_{[010]}(\vec{r})$  et  $u_{[001]}(\vec{r})$  (Figure V-6). Il est donc possible de mesurer la projection du champ de déplacement pour une iso surface, suivant trois directions non colinéaires, sur la totalité d'une image de MEHR. Ces cartes de déplacement ne sont pas identiques suivant ces directions.

Compte tenu des questionnements sur la qualité des mesures des déformations par la méthode GPA sur la micrographie du précipité en axe de zone  $[12\bar{1}]$ , nous ne pouvons pas donner d'analyse quantitative des déplacements mesurés ici, puisque ces cartes sont issues des mêmes images de MEHR. Le positionnement identique des deux précipités sur la micrographie, a également des conséquences sur le traitement GPA qui seront discutées en V.5. Nous nous risquons tout de même à un constat qualitatif de ces déplacements.

Quelle que soit la composante du déplacement mesuré, des lobes de couleurs opposés sont présents en extrémités de précipité, signifiant que le signe du déplacement n'est pas le même de part et d'autre d'une même extrémité du précipité. Par contre, il n'y a pas d'échange des positions des déplacements en comparant les deux extrémités. Pour  $\vec{u}_{[100]}$  et  $\vec{u}_{[010]}$ , au voisinage du centre du précipité, les déplacements sont négatifs en dessous et positif au dessus de l'inclusion. Pour  $\vec{u}_{[001]}$ , l'observation inverse peut être faite. Un saut de phase n'a pas pu être éliminé par le choix des zones de références et perturbe donc les mesures au voisinage du centre du précipité. Les champs de déformation peuvent être déduits de ces déplacements par simple dérivation mais n'ont pas été calculés ici au vue des résultats difficilement exploitables pour les champs de déplacements.

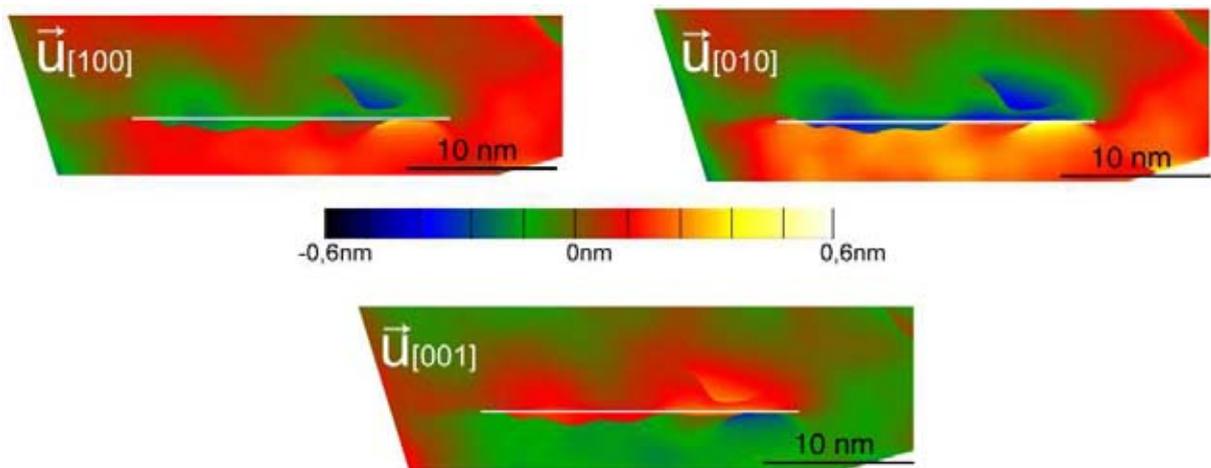


Figure V-6 : Projection du champ de déplacement, suivant trois directions différentes, calculé par le programme « Passage en 3D ». Le précipité est matérialisé par un trait blanc.

## V.5 Discussions

### V.5.1 Analyse des sources d'erreurs

Nous avons montré que les mesures des déformations réalisées dans les deux axes de zones amènent à un questionnement sur l'impact que peuvent avoir, notamment, les variations d'épaisseurs et les phénomènes d'irradiation sur la méthode GPA. Ces difficultés sont toujours présentes lors de la mesure des champs de déplacement en projection suivant trois directions puisqu'elles sont intrinsèques aux micrographies et à la méthode GPA. Cependant, de nouvelles contraintes techniques sont amenées par ce programme « Passage 3D ». Elles sont majoritairement causées par les petites manipulations numérique qu'il est nécessaire de réaliser dans la cadre expérimental de ce travail avant d'appliquer le programme, comme celle effectuée pour ajuster la taille des deux précipités. Il y a des incertitudes sur ces modifications de dimensions, qui sont imputables à une erreur de lecture de l'opérateur sur la taille des précipités ou de l'échelle, mais également aux arrondis perpétrés par les différents logiciels utilisés pour cette manipulation.

Pour avoir un maximum de précision en utilisant le programme *Passage en 3D*, il serait nécessaire de positionner les deux précipités au même endroit des micrographies prises dans les deux axes de zone et d'appliquer le traitement GPA sur une zone commune à celles-ci. Deux

problèmes majeurs nous ont empêchés de suivre cette procédure. Le premier concerne la difficulté à superposer parfaitement les deux précipités : les colonnes atomiques de la matrice de chaque micrographie doivent être confondues. Nous sommes cependant confrontés au fait qu'au voisinage du précipité, les plans atomiques sont déformés par la présence de l'inclusion. Cette déformation n'est pas la même pour les deux axes de zone. Les plans atomiques sont également tordus par le passage de dislocations, formées lors de dégâts d'irradiation ou bien à cause des variations d'épaisseur. Il est donc difficile de faire coïncider très précisément la position des colonnes atomiques des deux micrographies. Le deuxième problème concerne l'application du traitement GPA à une zone commune, mais restreinte, de chaque micrographie. En procédant de la sorte, la qualité du traitement GPA est directement affectée. En effet, en faisant pivoter les micrographies et en sélectionnant une zone commune à celles-ci, des zones sans matrice apparaissent sur les micrographies (visibles en (a) de la Figure V-5). Le traitement GPA réalisé sur une telle image, montre des sauts de phase sur ces zones qui influencent les phases calculées sur la matrice. La zone de référence ne peut également pas être prise aussi loin que nécessaire de toutes sources de déformation pour l'axe de zone  $[12\bar{1}]$ . Pour ces raisons, il n'est pas possible d'ajuster la position des précipités et d'appliquer le traitement GPA à ces micrographies découpées. Nous avons donc choisi de travailler directement sur les images de phases calculées sur la totalité des micrographies.

Plutôt que de superposer les plans atomiques pour faire coïncider les positions des précipités, ce sont donc les déformations mesurées dans la matrice qui sont alignées. Il est difficile de déterminer où commence la matrice et nous ne pouvons pas être sur que les déformations apparaissent où finit le précipité. Pour cette raison, une erreur est obligatoirement commise sur le positionnement des phases  $T_1$ , qui induit la combinaison de déformations ne provenant pas rigoureusement des mêmes zones. Si une analyse quantitative devait être menée, il faudrait trouver comment quantifier l'erreur commise sur ce positionnement et en tenir compte pour déterminer à quelle distance du précipité il est prudent de mesurer les déplacements. Si cette manipulation est faite avec une grande rigueur, nous pouvons espérer ne pas devoir nous éloigner du précipité plus que ce que la résolution de la méthode GPA impose.

## V.5.2 Cas idéal : le même précipité observé pour deux axes de zone

S'il nous avait été techniquement possible de mesurer les déformations induites par un même précipité suivant deux axes de zone, certaines manipulations auraient été évitées et le cumul de leurs erreurs également. Le traitement GPA pourrait être réalisé sur la totalité des micrographies et la zone de référence serait commune aux deux axes de zone. Cependant, l'image des précipités devrait tout de même être ajustée pour faire coïncider les extrémités des inclusions puisque la taille des deux projections des précipités ne serait pas la même pour les deux axes de zone. L'angle entre les deux orientations de l'échantillon est, dans notre cas, de 30°. Considérons un champ de déplacement  $\vec{u}$  positionné à l'extrémité du précipité (Figure V-7). Lorsque l'échantillon est incliné de 30°, la projection de ce champ, observé selon l'axe de zone  $[12\bar{1}]$ , n'est pas située au même endroit que celle observée suivant l'axe de zone  $[110]$ . Il en est de même pour l'autre extrémité. Il serait donc nécessaire de faire coïncider ces projections en un même point. L'écart, pour une extrémité, est de  $\frac{l}{\cos(30)} - \frac{l}{2}$  où  $l$  est la longueur du précipité étudié. L'image obtenue pour l'axe de zone  $[12\bar{1}]$  devrait

donc être rétrécie de  $\frac{2l}{\cos(30)} - l$ . Pour que ce cas idéal puisse être réalisé, il serait nécessaire que la

méthode GPA donne des résultats sur des échantillons épais. Un problème supplémentaire de l'observation d'un même objet sous deux inclinaisons différentes en MET, réside dans le fait que, pour une des deux orientations, l'épaisseur de l'échantillon est augmentée de l'inverse du sinus de l'angle entre les deux axes de zone.

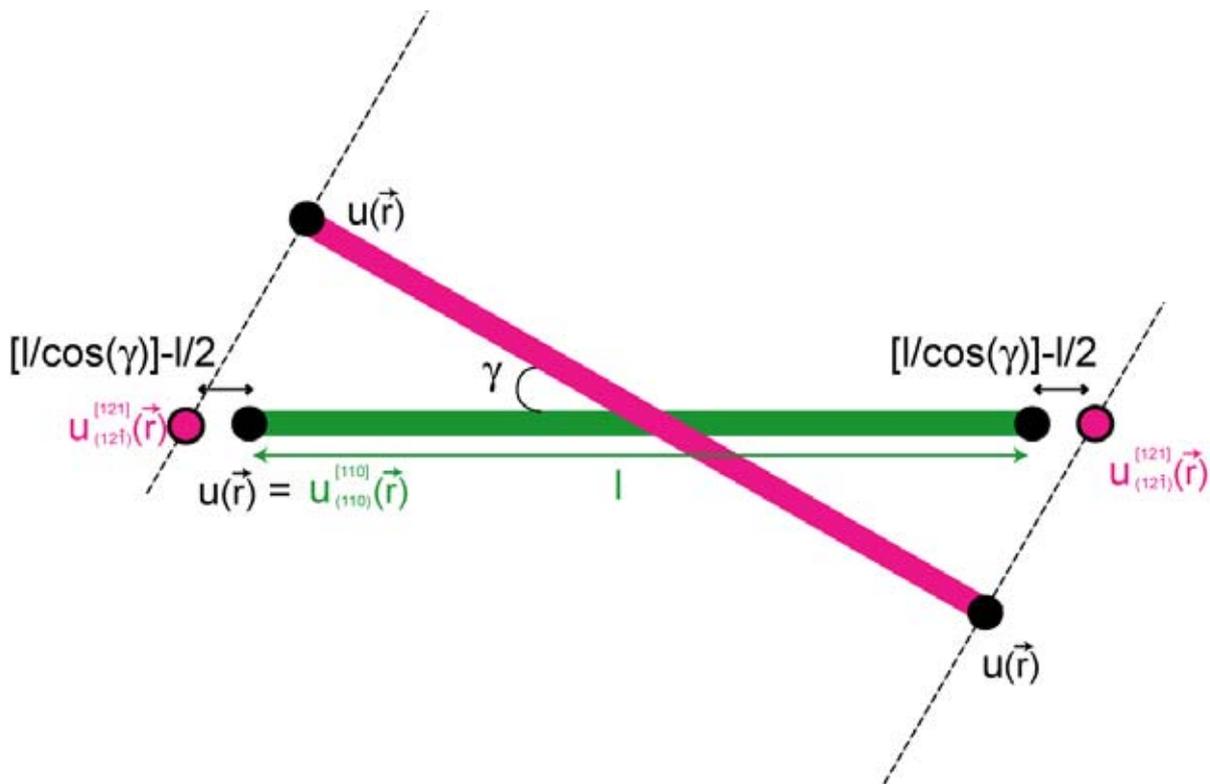


Figure V-7 : Mise en évidence de l'écart entre les projections, suivant deux directions différentes séparée d'un angle  $\gamma$ , d'un même champ de déplacement  $u(\vec{r})$ , observé pour deux inclinaisons différentes.

### V.5.3 Comparaison avec l'état de l'art

Tirry et al. (Tirry & Schryvers 2009) sont, à ce jour, les seuls à avoir tenté de calculer un champ de déformation projeté suivant les trois axes de référence de la cellule cubique, avec la méthode GPA. Il ne s'agit pas ici de comparer la nature des déformations qu'ils mesurent, puisqu'ils n'étudient pas le même matériau, mais plutôt de comparer les moyens mis en œuvre qui sont similaires à ceux employés dans cette thèse, à quelques détails près. La première différence majeure concerne le résultat final. Ces auteurs calculent la matrice d'élasticité sur une région de  $25 \text{ nm}^2$ . Ils ne fournissent donc pas d'images mais un résultat chiffré. L'intensité de la déformation est donc considérée sans tenir compte de sa répartition. Les deux inclusions étudiées dans les deux axes de zone, ont une taille similaire, mais leur forme est différente. L'influence de la différence de taille et de forme des inclusions, sur la nature et l'intensité des déformations qu'elles imposent à la matrice, n'est pas discutée. La zone, sur laquelle le calcul de la matrice d'élasticité est réalisé, est prise à la même distance des deux précipités et suffisamment éloignée de l'interface matrice/inclusion pour ne pas perturber la mesure. Le lien entre la résolution spatiale et cette distance n'est pas décrit. Le choix de cette distance n'est pas non plus discuté.

## V.6 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons utilisé les déformations mesurées en extrémités de précipités par la méthode GPA suivant deux orientations différentes de l'échantillon à partir d'images de MEHR. Nous avons montré qu'il est possible de combiner ces résultats pour établir les champs de déplacement projetés suivant trois axes pour une iso surface. Les limitations de cette technique sont liées à l'obtention d'images de bonne qualité d'un même objet dans au moins deux orientations différentes.

# **Chapitre VI Discussions et perspectives**

Ce chapitre propose, dans un premier temps, un bilan sur la comparaison quantitative des déformations mesurées expérimentalement avec celles modélisées. Il s'agit de reprendre les résultats exposés dans les chapitres précédents, pour ensuite approfondir la discussion sur la technique de microscopie employée pour mesurer les déformations à l'échelle nanoscopique et dégager des propositions pour améliorer les modèles développés.

Dans un second temps, des perspectives, dans la continuité de cette thèse, sont proposées. Nous exposons quelques résultats préliminaires à propos des déformations induites dans la matrice par l'interaction des précipités. Une nouvelle technique de microscopie électronique en transmission de pointe est ensuite présentée comme une alternative à la MEHR.

# VI.1 Bilan : comparaison des champs de déformations expérimentaux et modélisés autour d'un précipité

## VI.1.1 Axe de zone [110]

Le Tableau VI-1 est réalisé afin de pouvoir approfondir la comparaison quantitative des déformations expérimentales et modélisées. Il compare les trois composantes de la déformation de la matrice ( $\varepsilon_{xx}$ ,  $\varepsilon_{yy}$  et  $\varepsilon_{xy}$ ) déterminées de trois manières différentes. La première est expérimentale, puisque les mesures sont effectuées à partir des images en MEHR couplées à la méthode GPA (notées  $\varepsilon_{ij}^{\text{GPA}}$ ). Les deux suivantes sont issues des modélisations présentées au chapitre III et chapitre IV respectivement : celles obtenues à partir du champ de déplacement induit par deux dislocations dissociées (noté  $\varepsilon_{ij}^{\text{dislocations}}$ ) et celles calculées par la résolution des équations de la micromécanique utilisant la FFT et prenant en compte l'influence de la largeur du précipité (noté  $\varepsilon_{ij}^{\text{micromécanique}}$ ). Cette comparaison est localisée sur quelques zones de la matrice, caractéristiques de leurs positions par rapport au précipité, à savoir, le voisinage des extrémités (d'un côté et de l'autre / au dessus et en dessous) et le voisinage du centre des précipités (au dessus et en dessous). Pour déterminer les valeurs de ce tableau, une moyenne est mesurée sur une zone de  $4\text{nm}^2$ . Ainsi, l'intensité de la déformation est prise en compte alors que sa répartition ne l'est pas. Nous n'analysons donc qu'une seule information par rapport à toutes celles fournies par les images des déformations mesurées et calculées. Le choix de cette dernière analyse est fait de manière analogue à ce qui a été réalisé par Tirry et al. (Tirry & Schryvers 2009). Les observations effectuées ici seront discutées en VI.1.3.

Par exemple, pour les cas présentés dans cette thèse, la comparaison entre les valeurs des déformations expérimentales de l'extrémité droite et gauche confirment que celle de gauche semble affectée par une source de contrainte proche aux vues de ses valeurs importantes. Seule l'extrémité droite sera donc considérée. La compression et de la dilatation mesurée expérimentalement aux extrémités sont du même ordre de grandeur. Pour les modélisations, les déformations sont symétriques de part et d'autres du précipité et équivalentes à ses extrémités, pour les déformations de même nature (aux erreurs de mesures près causées par la position de la zone moyennée).

Ce tableau confirme que les déformations modélisées par la résolution des équations de la micromécanique sont plus intenses que celles calculées à partir des champs induits uniquement par deux dislocations. Pour les deux types de modèles, la nature de la déformation mesurée expérimentalement est bien reproduite au centre comme aux extrémités pour  $\varepsilon_{xx}$  et  $\varepsilon_{yy}$ . Le cisaillement modélisé n'est pas en accord avec celui mesuré. Globalement, l'intensité des déformations mesurées aux extrémités, est plus importante que celles modélisées. Le modèle issu de la résolution des équations de la micromécanique est plus approprié à cet axe de zone.

Précipité / Déformation	Au dessus d'une extrémité	Au dessus du centre	Au dessus de l'autre extrémité
	En dessous d'une extrémité	En dessous du centre	En dessous de l'autre extrémité
$\varepsilon_{xx}$ GPA	+1,58%	0,09%	-0,93%
	-0,23%	-0,34%	+0,70%
$\varepsilon_{xx}$ dislocations	+0,29%	X	-0,29%
	-0,29%		+0,29%
$\varepsilon_{xx}$ micromécanique	0,59%	0,06%	-0,59%
	-0,64%	-0,06%	+0,64%
$\varepsilon_{yy}$ GPA	-1,43%	-0,6%	+1,51%
	+2,29%	-0,55%	-0,60%
$\varepsilon_{yy}$ dislocations	-0,18%	X	+0,18%
	+0,18%		-0,18%
$\varepsilon_{yy}$ micromécanique	-0,36%	-0,16%	+0,32%
	+0,32%	-0,80%	-0,36%
$\varepsilon_{xy}$ GPA	+2,37%	+0,49%	+1,27%
	+1,10%	+0,25%	+1,53%
$\varepsilon_{xy}$ dislocations	+0,15%	X	+0,15%
	+0,15%		+0,15%
$\varepsilon_{xy}$ micromécanique	-7,17%	-7,32%	-7,17%
	-7,34%	-7,43%	-7,34%

Tableau VI-1 : Comparaison des déformations mesurées par la méthode GPA et modélisées par le champ de déplacement induit par des dislocations et la résolution des équations de la micromécanique pour toutes les composantes du champ de déplacement en axe de zone [110]. La comparaison est effectuée pour différentes localisations de la matrice : au voisinage des extrémités et du centre du précipité, ainsi que de part et d'autre de celui-ci.

## VI.1.2 Axe de zone $[12\bar{1}]$

De manière analogue à ce qui a été fait pour l'axe de zone [110], le Tableau VI-2 est réalisé pour comparer et discuter des mesures et modélisations des déformations induites par les précipités  $T_1$ . Ce tableau est construit sur le même principe que le précédent. L'extrémité dite de gauche, correspond à celle pour laquelle aucune déformation n'est mesurée dans la matrice située à son voisinage. Les observations réalisées ici seront discutées en VI.1.3.

Concernant justement cette extrémité, les modélisations et l'expérience sont en accord pour les composantes longitudinales et transversales de la déformation puisqu'elles sont du même ordre de grandeur et globalement moins intenses que celles observées pour l'extrémité qui déforme la matrice. Le cisaillement n'est pas correctement représenté par ces modèles.

L'intensité des déformations calculées par la résolution des équations de la micromécanique à cette extrémité n'est pas toujours supérieure à celle obtenue par l'autre modèle même. La petite boucle, rajoutée pour représenter les dislocations dissociées avec la méthode de la résolution des équations de la micromécanique, est cette fois-ci à mettre en cause. Globalement, l'intensité des déformations calculées est toujours plus faible que celle mesurée, quel que soit le modèle considéré. Cette observation n'est par contre pas valable pour le cisaillement. Au centre du précipité, modèle et expérience ne sont pas en accord.

Précipité \ Déformation	Au dessus d'une extrémité	Au dessus du centre	Au dessus de l'autre extrémité
	En dessous d'une extrémité	En dessous du centre	En dessous de l'autre extrémité
$\varepsilon_{xx}$ GPA	+0,05%	-0,44%	+1,00%
	+0,48%	0,38%	-1,06%
$\varepsilon_{xx}$ dislocations	0,0%	X	+0,30%
	0,0%		-0,30%
$\varepsilon_{xx}$ micromécanique	-0,30%	+0,02%	+0,48%
	+0,29%	-0,03%	-0,53%
$\varepsilon_{yy}$ GPA	-0,28%	-0,27%	-0,02%
	-0,09%	-0,39%	-0,95%
$\varepsilon_{yy}$ dislocations	0,0%	X	-0,32%
	0,0%		+0,32%
$\varepsilon_{yy}$ micromécanique	+0,11%	-1,06%	-0,18%
	-0,12%	+1,03%	+0,23%
$\varepsilon_{xy}$ GPA	+0,69%	+0,14%	+0,11%
	+0,61%	-0,09%	-0,31%
$\varepsilon_{xy}$ dislocations	0,0%	X	+0,66%
	0,0%		+0,66%
$\varepsilon_{xy}$ micromécanique	-3,77%	-4,18%	-3,90%
	-3,83%	-4,07%	-3,82%

Tableau VI-2 : Comparaison des déformations mesurées par la méthode GPA et modélisées par le champ de déplacement induit par des dislocations et la résolution des équations de la micromécanique pour toutes les composantes du champ de déplacement en axe de zone [121]. La comparaison est effectuée pour différentes localisations de la matrice : au voisinage des extrémités et du centre du précipité, ainsi qu'au dessus en dessous de celui-ci.

## VI.1.3 Discussions et perspectives

### VI.1.3.1 A propos des modèles

En ajoutant l'influence de la largeur du précipité sur les déformations qu'il induit dans la matrice, les mesures, réalisées expérimentalement en axe de zone [110], sont mieux représentées. Le modèle, établi par la résolution des équations de la micromécanique, décrit correctement les déformations mesurées de part et d'autre du voisinage du centre du précipité pour  $\varepsilon_{xx}$  et  $\varepsilon_{yy}$ . Il permet aussi de se rapprocher de celles mesurées aux extrémités des phases  $T_1$  mais il s'avère insuffisant. Il est donc nécessaire de le faire évoluer, pour cet axe de zone.

Une première solution consisterait à travailler avec une taille de boîte plus importante pour réaliser le calcul. Pour ce premier essai, les temps de calcul ont été minimisés en utilisant une taille de boîte réduite, ce qui implique que le précipité modélisé est moins anisotrope, dans un rapport de 2,7, que ceux observés expérimentalement. Nous pouvons nous demander comment ce modèle évoluerait si la taille de la boîte, et donc du précipité, était augmentée. Dans ce cas, les déformations, induites par l'inclusion sur la matrice, auraient une intensité inférieure à celles calculées pour un précipité peu anisotrope. Les valeurs du tenseur de déformation libre, pour la compression ou la dilatation pure, devraient donc être augmentées. Nous pouvons nous demander si cette augmentation aurait des conséquences sur les déformations calculées en extrémités, nous rapprochant ainsi de celles mesurées expérimentalement. Mais cette augmentation devrait également compenser la

diminution du champ de déformation, aux extrémités du précipité, qui serait une conséquence de l'anisotropie de celui-ci. Ainsi, la modélisation d'un précipité plus anisotrope, et donc plus proche de la réalité, ne ferait pas nécessairement évoluer le modèle vers les résultats expérimentaux. Une deuxième solution serait d'essayer d'ajuster les coefficients de Lamé, qui ne sont pas ceux des phases  $T_1$ , puisqu'ils sont inconnus, mais ceux de la phase  $\Omega-Al_2Cu$ . Il est cependant difficile d'avoir une idée du sens d'évolution de ces paramètres puisque les constantes d'élasticité de ces précipités ne sont pas déterminées. Une troisième solution consisterait à se rapprocher de la réalité en menant ces calculs en élasticité anisotrope. L'algorithme, qui permet la résolution de ces équations de la micromécanique, est capable de traiter cette opération. Deux modifications devraient alors être réalisées. Les constantes d'élasticité de la phase  $\Omega-Al_2Cu$  (notées  $C_{mnop}$ ) seraient exprimées, cette fois-ci, en fonction du référentiel lié au précipité et donc calculées suivant l'équation : 
$$C'_{ijkl} = \sum_{mnop} a_{im} a_{jn} a_{no} a_{lp} C_{mnop} \text{ avec } a_{xy} = \cos(\vec{x}_i, \vec{x}'_j).$$
 Deuxièmement, les plans d'observation ( $(110)$  et  $(12\bar{1})$ ) devraient être correctement positionnés dans le repère de la maille d'aluminium (R). Nous ne sommes pas capables de prédire l'efficacité ou non du modèle mené en élasticité anisotrope par rapport à celui conduit en isotrope. Une quatrième solution serait d'imaginer la présence d'un autre facteur qui influencerait l'intensité des déformations. Nous nous sommes effectivement rendus compte qu'il n'était pas suffisant de décrire les déformations mesurées en extrémités de précipité par le champ de déformation induit par deux dislocations partielles. La contribution de la largeur du précipité est également nécessaire mais peut ne pas être suffisante. Nous n'avons pas plus de pistes de réflexion à ce sujet.

Le cisaillement, dans les deux axes de zone, n'est pas correctement décrit pas le modèle basé sur la résolution des équations de la micromécanique utilisant la FFT. Ce fait amène à se demander si les tenseurs de déformation libre sont correctement choisis pour représenter cette composante.

En axe de zone  $[12\bar{1}]$ , les déformations, modélisées à partir de la résolution des équations de la micromécanique, ne correspondent pas parfaitement à celles mesurées expérimentalement, pour aucune des composantes, ni au voisinage du centre, ni au voisinage des extrémités des précipités. Ceci peut s'expliquer par la possibilité ou non de calculer les tenseurs de déformations libre de boucles de dislocation. Or, nous avons établi que, pour cet axe de zone, le cas d'une boucle de dislocation ne peut pas être confondu avec celui de deux dislocations dissociées. Il ne paraît pas possible de reproduire cette configuration par l'association de deux boucles de dislocations de la manière détaillée au chapitre IV. La taille et la position de la petite boucle pourrait encore être ajustées mais n'enlèverait en aucun cas les déformations mesurées au centre du précipité à cause de la présence de la petite boucle. Une autre solution doit être envisagée pour reproduire les déformations expérimentales de cet axe de zone avec cette technique de modélisation. Par contre, le modèle, basé sur les champs de déformation des dislocations semble être une meilleure alternative pour cet axe de zone puisqu'il reproduit bien qualitativement les déformations mesurées au centre (puisque elles sont faibles) et aux extrémités du précipité. Quantitativement, l'intensité modélisée est, par contre, trop faible pour les composantes longitudinales et transversales de la déformation et trop importante pour le cisaillement.

Finalement, pour améliorer la validité des modèles, il est possible de se tourner vers une autre technique de modélisation des déformations, peut être plus classique et plus longue que celles proposées dans cette thèse : la Méthode de Eléments Finis (MEF). Cependant, la nécessité de connaître les constantes d'élasticité des phases  $T_1$  n'est pas supprimée par l'utilisation de cette technique de modélisation. Elle pose également des questions en termes de maillage, problème

absent avec les méthodes développées ici. En effet, nous pouvons nous demander comment réaliser la jonction du maillage de la matrice, de structure cubique, avec celui du précipité, de structure hexagonale. Durand et al. (Durand et al. 2008) proposent une solution pour connecter les maillages de deux phases cristallines qui ont des paramètres de mailles différents. Cette solution, établie pour les superalliages à base nickel, repose sur la relaxation de contraintes thermiques réelles ou fictives pour modéliser l'interface entre les deux phases  $\gamma/\gamma'$ . Il serait intéressant de savoir si cette astuce est applicable dans notre étude. Il est également nécessaire de trouver les équations physiques qui régissent les déformations entre précipité et matrice ainsi que la manière dont deux dislocations dissociées peuvent être représentées avec la MEF.

### **VI.1.3.2 A propos des mesures des déformations**

Jusqu'à présent, nous avons remis en cause la validité des modèles mais pas celle des mesures des déformations réalisées à partir des images en MEHR avec la méthode GPA. Certaines observations nous ont pourtant conduites à nous poser des questions. Au chapitre III, nous avons établi que les mesures des déformations réalisées sur l'extrémité gauche de la Figure III-9, en axe de zone [110], sont influencées par une source de contrainte proche. L'interprétation de ces déformations est donc plus difficile. D'autres déformations n'ont pas non plus de réalité physique et correspondent à des défauts d'imagerie ou d'autres attribués à la préparation d'échantillon. Ceci interagit avec les déformations réellement attribuables à un phénomène physique et fausse la mesure. Pour améliorer et vérifier les résultats de cette étude, il faudrait utiliser une technique de microscopie électronique en transmission moins sensible aux défauts de préparation, moins astreignante aux conditions d'imagerie et offrant un plus grand champ de vue. Les solutions envisagées seront proposées en VI.3.

## **VI.2 Interactions entre précipités**

Les précipités interagissent les uns avec les autres et peuvent influencer les phénomènes de croissance. Il s'agit ici d'approfondir légèrement cette observation et d'avoir des pistes de réflexion sur des déformations induites par l'interaction des précipités. Dans un deuxième temps, nous proposons des idées pour modéliser ces déformations.

## VI.2.1 Interactions entre précipités observées expérimentalement

La Figure VI-1 illustre quelques interactions entre précipités observées en MEHR en axe de zone  $[110]$ . Nous pouvons penser qu'elles sont gouvernées par la nature et l'intensité de déformations présentes dans la matrice et induites par les précipités. L'observation de ces micrographies permet de dégager quelques comportements particuliers. Il existe deux distances caractéristiques séparant des précipités positionnés dans les mêmes plans et qui ne croissent pas sur une même ligne. Les images (a), (c) et (e) de la Figure VI-1 montrent une distance moyenne de 4,2 nm alors que sur les images (b) et (d) de cette même figure, l'écart entre deux phases  $T_1$  positionnées dans le même plan est de 14,4 nm en moyenne. Ces longueurs sont à la fois fonction de l'intensité des déformations créées au voisinage des extrémités et du centre du précipité. Lorsque les phases  $T_1$  sont dans des plans différents, nous pouvons relever trois distances séparant les précipités. Les images (a), (b) et (e) de la Figure VI-1 montrent que cet espace peut être nul. Les précipités peuvent être séparés de 10 nm en moyenne (images (b), (d) et (f) de la Figure VI-1) lorsqu'un précipité dans le plan  $(1\bar{1}\bar{1})$  interagit avec un autre dans le plan  $(\bar{1}1\bar{1})$ . Cet intervalle est ramené à moins de 4 nm en moyenne lorsque deux précipités dans le plan  $(1\bar{1}\bar{1})$  encadrent celui qui est dans le plan  $(\bar{1}1\bar{1})$  (images (d) et (e) de la Figure VI-1).

La micrographie (a) de la Figure VI-2 montre une interaction en axe de zone  $[12\bar{1}]$  qui n'est pas visible sur la Figure VI-1. En effet, les deux phases  $T_1$  sont dans les mêmes plans mais stoppent leur croissance l'une en face de l'autre, sans pour autant se rejoindre. La distance qui les sépare est de 16,2 nm. Les images (b) et (c) de la Figure VI-2 montrent des interactions observées en axe de zone  $[110]$ . Si la figure (c) permet de confirmer qu'une des distances caractéristiques qui sépare les deux précipités de bien de 14,4 nm quel que soit l'axe de zone considéré, la micrographie (b) illustre une nouvelle longueur comprise entre celles observées sur la Figure VI-1.

Cette première analyse sur les interactions entre précipités ne constitue qu'une perspective de ce travail de thèse car, pour être rigoureux, elle ne doit pas s'appuyer sur des cas particuliers et nécessite l'observation de l'intégralité des précipités. Dans le cadre d'une démarche scientifique, il est indispensable d'utiliser de grandes statistiques. Les micrographies décrites par les Figure VI-1 et Figure VI-2 ne constituent que des exemples et montrent que les interactions entre les précipités positionnés dans les mêmes plans et dans deux plans différents ne sont pas identiques. Au sein de ces deux catégories, il existe plusieurs distances séparant deux précipités. Les images de MEHR laissent supposer qu'elles sont fonction de la taille des phases  $T_1$ . L'intensité des déformations est, en effet, inversement proportionnelle à la dimension des inclusions. Par conséquent, il faudrait connaître la taille exacte des précipités mis en jeu pour interpréter correctement les déformations mesurées avec la méthode GPA lors de leurs interactions et donc choisir une technique de microscopie offrant un plus grand champ de vue. Il serait également nécessaire de faire une étude statistique sur un grand nombre de couples de précipités pour formaliser les interactions entre les phases  $T_1$ .

Nous souhaitons tout de même mesurer les déformations induites dans la matrice par deux précipités qui interagissent, pour deux cas particuliers, à savoir les micrographies (b) et (f) de la Figure VI-1. Nous discuterons également de la possibilité de modéliser ces déformations par la résolution des équations de la micromécanique utilisant la FFT.

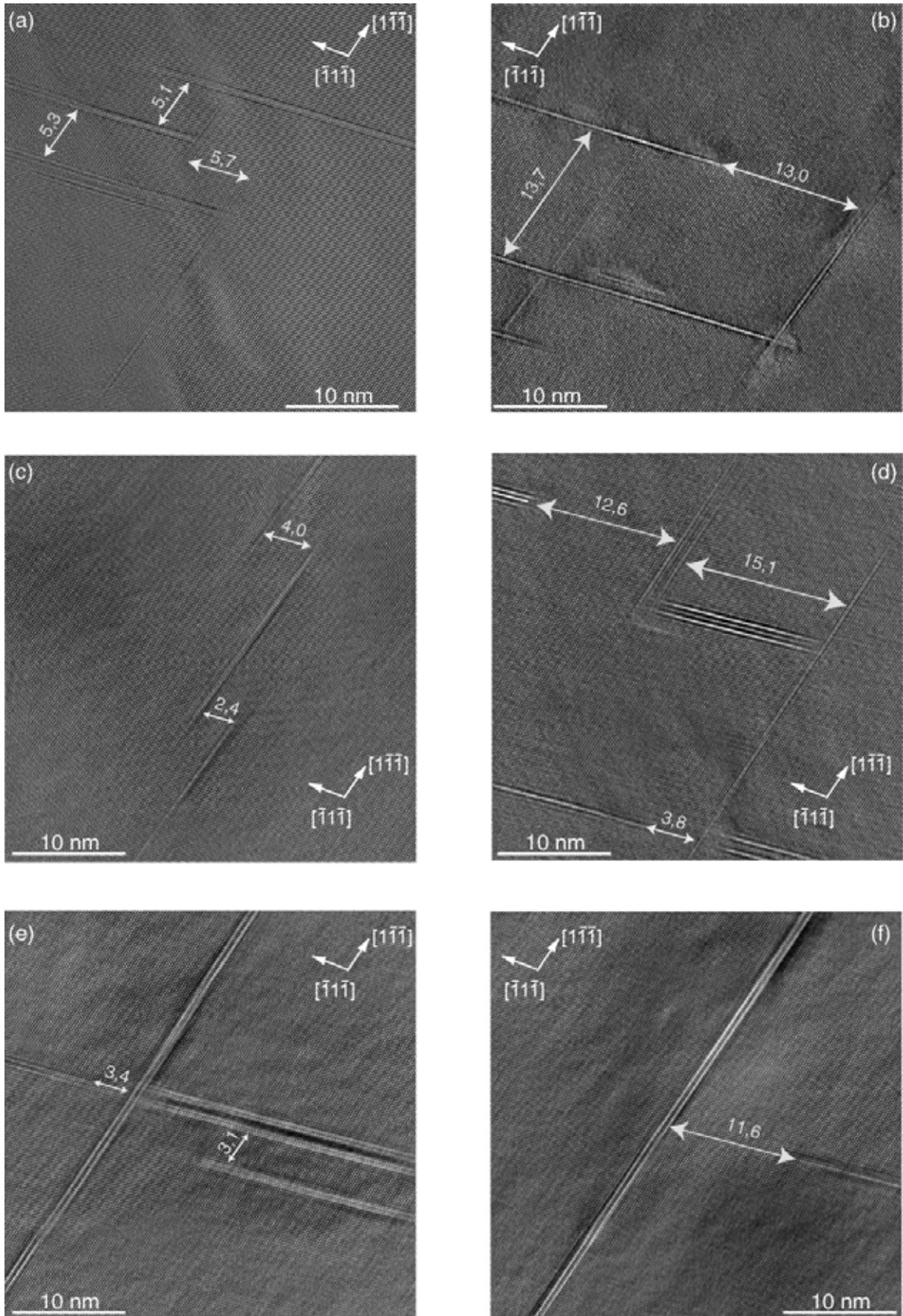


Figure VI-1 : (a)-(f) Micrographies réalisées en MEHR en axe de zone  $[110]$ . Les distances caractéristiques séparant certains précipités sont indiquées en nanomètre.

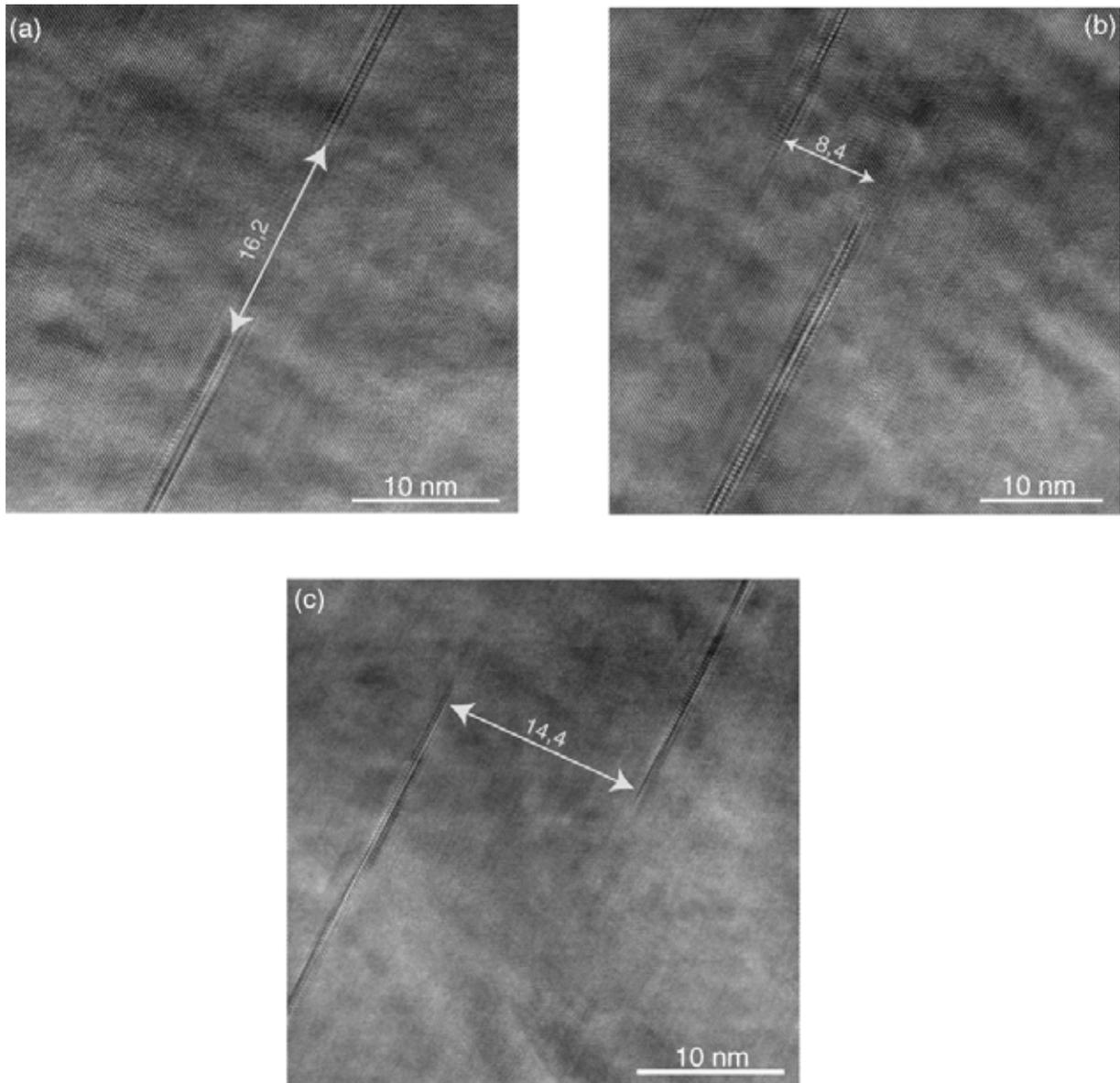


Figure VI-2 : (a)-(c) Micrographies réalisées en MEHR en axe de zone  $[12\bar{1}]$ . Les distances caractéristiques séparant certains précipités sont indiquées en nanomètre.

## VI.2.2 Mesures des déformations associées aux interactions

Le premier exemple, choisi pour évaluer qualitativement les déformations induites par deux précipités qui interagissent, est présenté en Figure VI-3. Il est sélectionné pour tenter de comprendre pourquoi le précipité positionné dans le plan  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  a stoppé sa croissance. L'étude des déformations longitudinales, transversales et du cisaillement par la méthode GPA montre qu'il existe une zone, encerclée en blanc, dans laquelle la matrice est déformée. Cette déformation freine assurément le processus de croissance du précipité. Sur  $\varepsilon_{xx}$ , la matrice est dilatée dans cet espace, tandis que les composantes  $\varepsilon_{yy}$  et  $\varepsilon_{xy}$  montrent une dilatation et une compression à ce même endroit. Ces déformations sont induites par l'interaction des deux précipités puisque les lobes de couleurs opposées ne sont plus parfaitement symétriques en extrémités de celui positionné dans le plan  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  sur  $\varepsilon_{xx}$  et  $\varepsilon_{yy}$ . Aucun commentaire ne peut être fait sur la modification ou non des déformations mesurées au voisinage du centre du précipité situé dans  $(1\bar{1}\bar{1})$  par rapport à un autre n'interagissant pas avec ses voisins. En effet, la comparaison ne peut pas être faite puisque les conditions optimales pour mesurer les déformations avec la méthode GPA ne peuvent pas être réunies simultanément pour deux orientations différentes des précipités (position de l'axe x et choix des vecteurs d'ondes). La modification de ces deux conditions entraîne des variations des déformations mesurées sur cette figure au voisinage du centre du précipité.

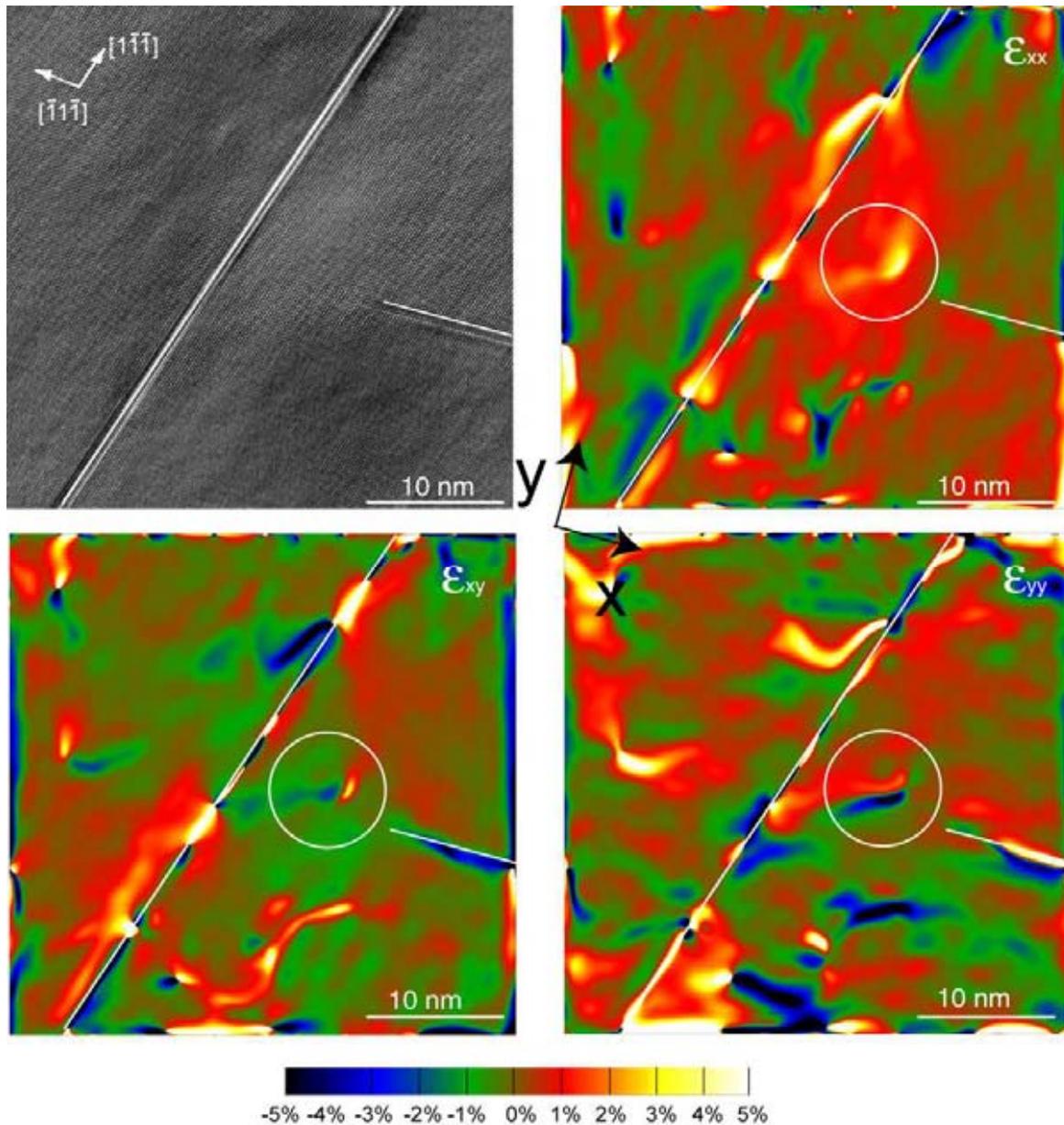


Figure VI-3 : Image en MEHR en axe de zone  $[110]$  de deux précipités interagissant. Traitement par la méthode GPA de cette micrographie donnant le cisaillement ainsi que les composantes longitudinale et transversale de la déformation. Les précipités sont représentés par des traits blancs. Une zone de la matrice, encerclée en blanc, est déformée par la présence des inclusions.

Ce deuxième exemple est sélectionné pour essayer de comprendre pourquoi deux précipités sont en contact. La Figure VI-4 montre la micrographie et le traitement GPA de plusieurs précipités qui interagissent. Nous nous intéressons uniquement à ceux encerclés, qui se sont rencontrés. Pour toutes les composantes, des zones de déformations sont relevées à la jonction des précipités. Ces déformations ne ressemblent qualitativement à aucune autre rencontre jusqu'à présent et sont très certainement issues de l'interaction entre précipités. Pour la déformation longitudinale et transversale, la matrice est dilatée après la jonction des précipités. Pour le cisaillement, elle est compressée après celle-ci.

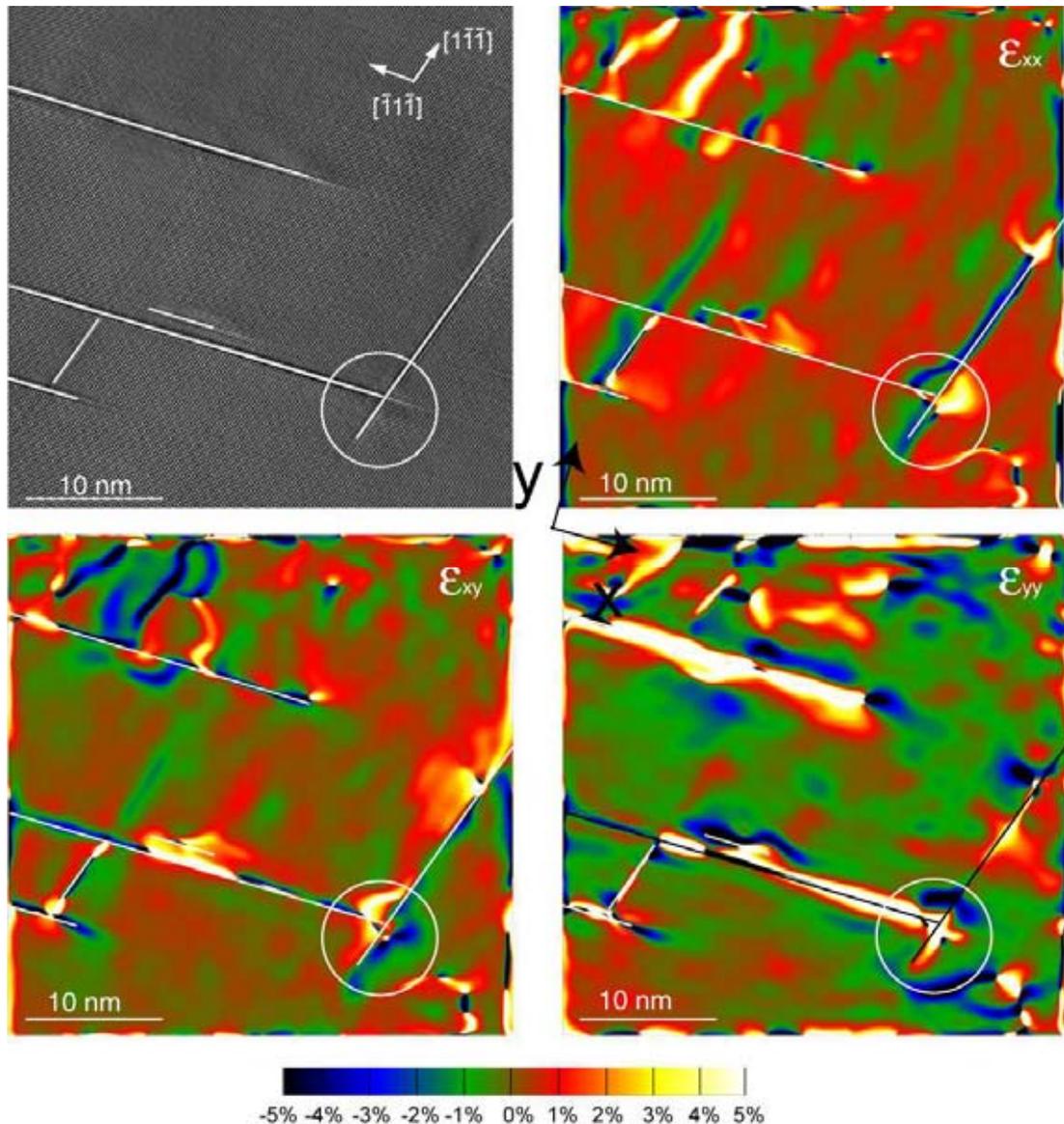


Figure VI-4 : Image en MEHR en axe de zone  $[12\bar{1}]$  de précipités interagissant. Traitement par la méthode GPA de cette micrographie donnant le cisaillement ainsi que les composantes longitudinale et transversale de la déformation. Les précipités sont représentés par des traits. La matrice située à la jonction des précipités est déformée (cercle).

Ces observations ouvrent de nombreuses questions. A partir de quelle valeur de déformation de la matrice, le précipité n'est-il plus capable de continuer de croître ? Est-il possible de trouver, qualitativement et quantitativement, des déformations différentes pour l'interaction de précipités étant dans les mêmes plans ou dans des plans différents ? Lorsque les précipités sont en contact, les déformations de la matrice sont-elles plus faibles que lorsque qu'ils ne le sont pas ? Pourquoi peut-on observer des précipités à des stades de croissance très différents ? Comment la croissance des précipités est-elle influencée par les déformations de la matrice ? Comment les dislocations se comportent face à ces zones de déformations de la matrice qui ne sont pas au voisinage très rapproché des précipités ?

### VI.2.3 Modélisations des déformations associées aux interactions

Il s'agit ici de montrer que les déformations, observées dans la matrice avec la méthode GPA dans le paragraphe VI.2.2, sont bien attribuables aux interactions entre les précipités. Pour cela, la modélisation de celles-ci, par la résolution des équations de la micromécanique utilisant la FFT, est réalisée. Les paramètres utilisés sont identiques à ceux décrits au chapitre IV ; les difficultés rencontrées seront donc les mêmes. Dans une première approche, cet essai est mené en élasticité isotrope. Chaque précipité est représenté par la grande boucle de dislocation décrite au chapitre IV ; l'influence de l'épaisseur de la phase  $T_1$  est également prise en compte. Ces déformations attribuées aux interactions sont modélisées uniquement en axe de zone  $[110]$  car cette méthode n'a pas donné de résultats satisfaisant en axe de zone  $[12\bar{1}]$ . Dans un premier temps, pour vérifier la faisabilité nous n'avons pas pris en compte la nature des plans  $(1\bar{1}\bar{1})$  et  $(\bar{1}1\bar{1})$ . Il n'est, à l'heure actuelle, pas possible de représenter avec cette méthode, des précipités de tailles différentes, ce qui ajoute une autre différence entre modélisation et expérience. La distance séparant les deux précipités est de 13,5 nm.

La Figure VI-5 donne les résultats de la modélisation des déformations observées en Figure VI-3. Les deux précipités sont représentés par des ellipses blanches et la zone de la matrice étudiée est encerclée en blanc. La composante longitudinale est bien représentée puisque la matrice est dilatée. Seule l'intensité de cette déformation n'est pas bien reproduite par la modélisation. Ce problème a déjà été rencontré et discuté au chapitre IV. Les lobes de couleur opposés, observés aux extrémités des précipités qui ne sont pas influencés par leurs voisins, ne sont plus visibles sur celui positionné horizontalement qui interagit. Cette remarque, encore valable pour  $\varepsilon_{yy}$ , a également été faite pour les déformations mesurées expérimentalement. La composante transversale représente bien celles mesurées par la méthode GPA puisque la matrice est dilatée et compressée dans la zone qui nous intéresse. Le cisaillement modélisé n'est pas représentatif de celui observé expérimentalement puisqu'un seul type de déformation, la compression, est reproduit. Il a déjà été établi que, la résolution des équations de la micromécanique utilisant la FFT, ne permet pas de modéliser cette composante.

Malgré les nombreuses approximations faites pour cette modélisation, les déformations de la matrice observées expérimentalement sont correctement représentées qualitativement. Cette première tentative confirme donc que les déformations induites par l'interaction des précipités conduit à des déformations de la matrice qui n'avaient pas été observées dans les chapitres précédents.

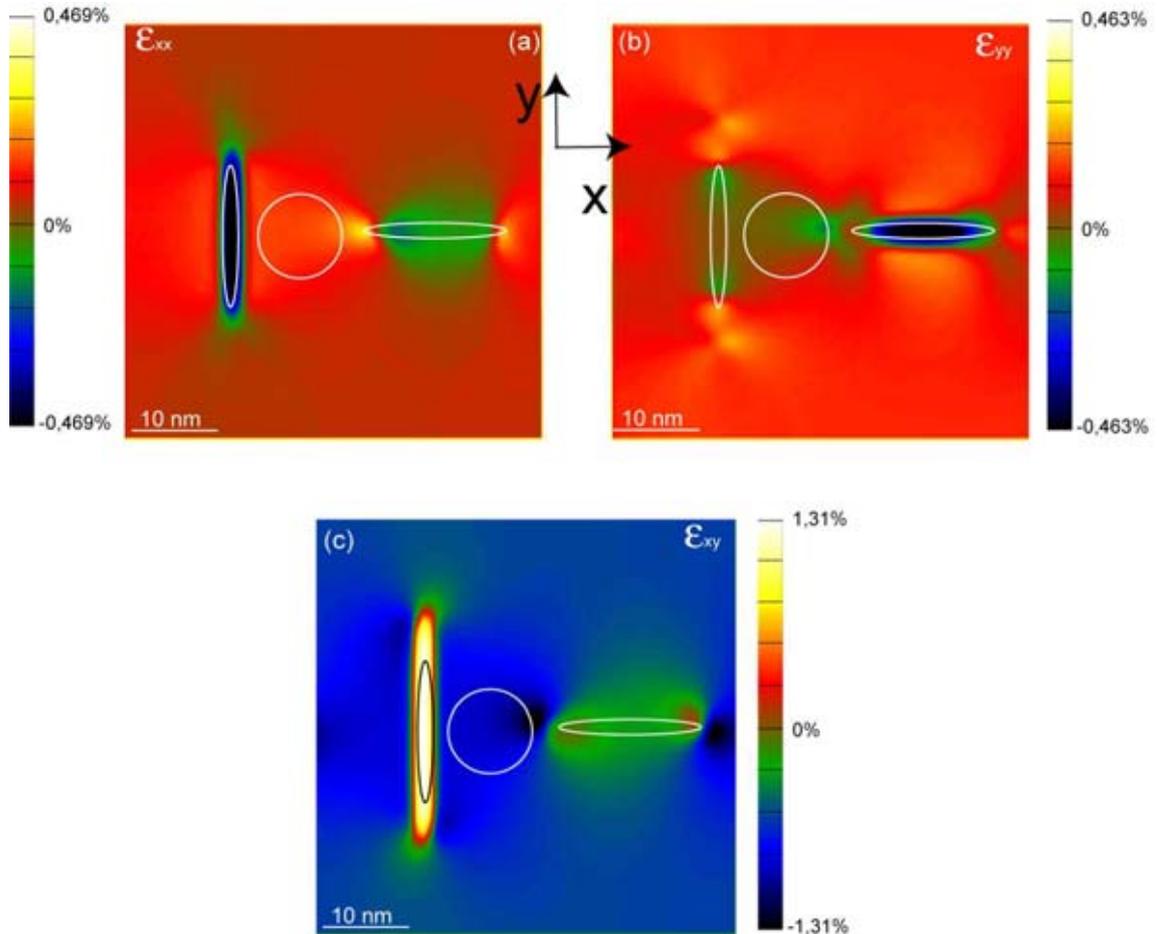


Figure VI-5 : Modélisations des déformations observées en Figure VI-3 par la résolution des équations de la micromécanique. Les déformations dans la matrice (encerclées en blanc) sont bien attribuables à l'interaction des précipités (représentés par des ellipses).

La modélisation des déformations, mesurées dans la matrice lorsque la distance séparant les deux précipités est ramenée à zéro (Figure VI-4), est donnée en Figure VI-6. Elle reproduit bien la dilatation observée après la jonction des deux précipités sur  $\epsilon_{xx}$  et  $\epsilon_{yy}$ . Pour la composante longitudinale, l'intensité de la déformation modélisée est même en accord avec celle mesurée. Le cisaillement n'est pas bien reproduit par cette méthode mais les résultats corrects obtenus pour les deux autres composantes confirment que l'interaction entre les précipités est bien à l'origine des déformations mesurées dans ces zones.

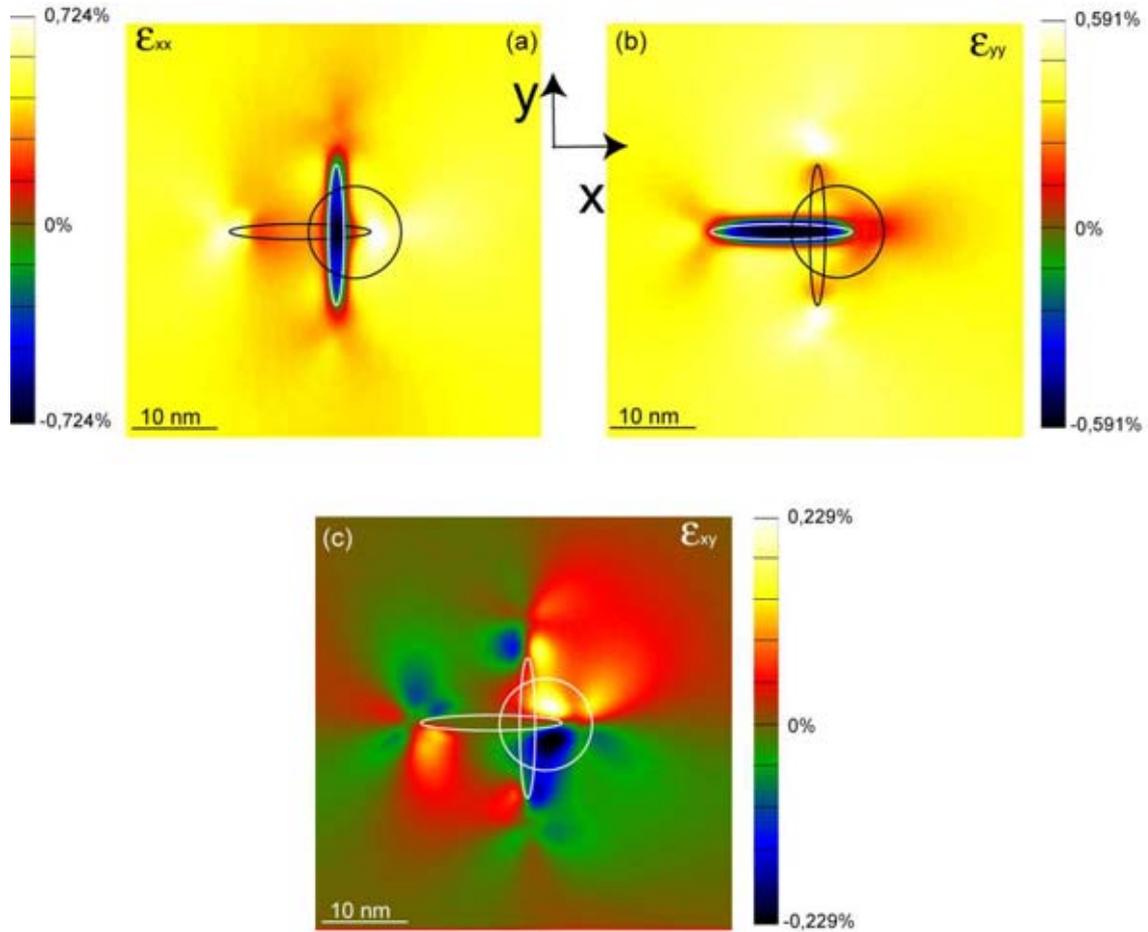


Figure VI-6 : Modélisations des déformations observées en Figure VI-4 par la résolution des équations de la micromécanique. Les déformations dans la matrice (encerclées en blanc) sont bien attribuables à l'interaction des précipités (représentés par des ellipses).

## VI.2.4 Perspectives de l'étude de l'influence des interactions

La matrice est déformée par la présence de précipités, mais également par leurs interactions qui sont de multiples natures. Elles influencent, d'une part, le mouvement des dislocations au sein de la matrice, et d'autre part, les phénomènes de croissance des précipités. Cassada et al. (Cassada et al. 1991b) discutent de ces événements en expliquant notamment que l'épaississement des plaquettes se fait par ajout simultané de quatre plans (cf chapitre I). Un tel phénomène n'a pas été observé au cours de cette thèse. Ils déduisent également que la germination des plaquettes se produit aussi aux intersections des précipités. Nous n'avons pas suffisamment analysé le lien entre croissance et interactions des précipités pour se prononcer à ce sujet. L'étude de ces interactions apporterait donc de nombreuses connaissances sur les phénomènes physiques à l'origine des propriétés mécaniques macroscopiques de ce matériau. Il est avant tout nécessaire de réaliser une étude statistique sur le type d'interactions rencontrées pour pouvoir les formaliser et dégager des comportements récurrents.

La mesure des déformations engendrées par ces interactions est ensuite nécessaire. Cependant, les phases  $T_1$  doivent être observées dans leur intégralité pour préciser la dimension des précipités qui interagissent. La MEHR permet de réaliser de telles observations pour des tailles inférieures à 25 nm pour la plus grande dimension du précipité. La majorité des phases  $T_1$  ont généralement une longueur de l'ordre de 60 nm pour cette même dimension. Il est donc nécessaire d'envisager l'utilisation d'une technique de microscopie offrant un plus grand champ de vue. Une solution sera proposée en VI.3.

La modélisation de ces interactions est également essentielle si l'on désire modéliser le mouvement des dislocations à l'approche de ces précipités qui interagissent. Les premiers résultats obtenus par la résolution des équations de la micromécanique semblent prometteurs. Il est, par contre, indispensable de résoudre les problèmes soulevés au chapitre IV à propos cette méthode. Cette technique permettrait de représenter les interactions entre de nombreux précipités, la limite de leur nombre étant fixée par la taille de la boîte de simulation. Il serait intéressant de modifier l'algorithme pour modéliser des précipités de tailles différentes afin de s'approcher un peu plus de la réalité. L'angle formé entre les deux inclusions devrait également être ajusté en les positionnant dans des plans judicieusement choisis.

## **VI.3 Utilisation d'une nouvelle technique de pointe de la MET : l'holographie en champ sombre**

Nous avons montré que la microscopie électronique en haute résolution, combinée à la méthode GPA, est une méthode expérimentale efficace pour la mesure de déformation dans des alliages métalliques complexes. Cependant, les limites de cette technique sont approchées lors de l'étude de matériaux pour l'aéronautique : difficultés d'analyse des déformations liées à la courbure des échantillons, nécessité d'avoir un champ de vue plus important pour établir les champs de déformation autour de précipités de taille supérieure à 30 nm sur une même image ainsi que ceux imputés à l'interaction entre les phases  $T_1$ . L'holographie en champ sombre (Hythch et al. 2008) est une réponse à ces difficultés et s'avère être une technique intéressante, dans un premier temps, pour vérifier les mesures des déformations réalisées avec la méthode GPA et, dans un deuxième temps, pour étudier l'interaction entre précipités.

L'holographie en champ sombre est basée sur l'interférence de deux faisceaux cohérents, provenant de deux zones cristallines apposées l'une à côté de l'autre, par l'intermédiaire d'un biprisme électrostatique placé à l'interface de ces deux zones (Figure VI-7). En considérant un cristal non déformé (A), qui sert de référence et un cristal déformé (B), il est possible de faire interférer les faisceaux diffractés par A avec ceux diffractés par B. Après traitement par l'analyse des phases des hologrammes obtenus, les déformations, relatives à une référence, sont mesurées. Il est nécessaire de réaliser deux hologrammes pour deux vecteurs d'ondes non colinéaires pour connaître les déformations dans deux dimensions (Hüe 2008).

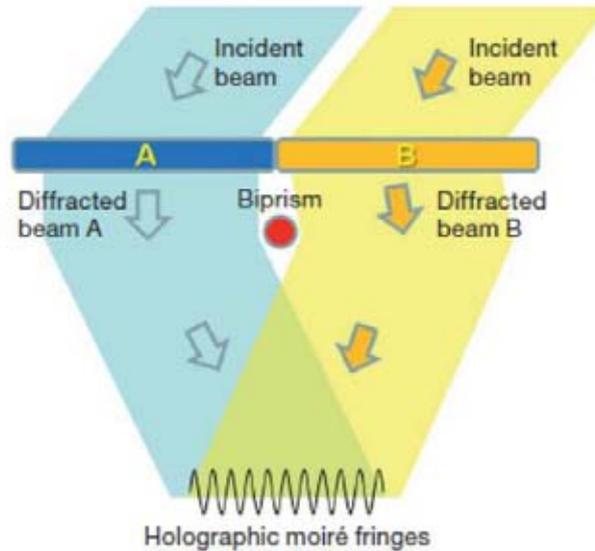


Figure VI-7 : Schéma présentant le principe de l'holographie en champ sombre. La zone A est sert de région de référence, non déformée et la zone B est une région contrainte du cristal dans une orientation cristallographique similaire à celle de A. L'échantillon est éclairé par un faisceau cohérent et les rayons diffractés sont déviés par un biprisme de manière à ce qu'ils interfèrent sur l'écran (Hytch et al. 2008).

Cette technique a été développée sur des dispositifs électroniques : des transistors composés de  $\text{Si}_{80}\text{Ge}_{20}$  dont une image en champ clair est donnée en (a) de la Figure VI-8. L'image (b) de cette même figure montre l'hologramme en champ sombre obtenu en faisant interférer le faisceau diffracté du plan (220) du substrat avec une région déformée du transistor. L'image de phase est ensuite calculée à partir de l'hologramme (image (c) de la Figure VI-8). La déformation longitudinale peut directement être trouvée à partir de l'image de phase obtenue pour le vecteur d'onde choisi (image (d) de la Figure VI-8) (Martin Hytch et al. 2008).

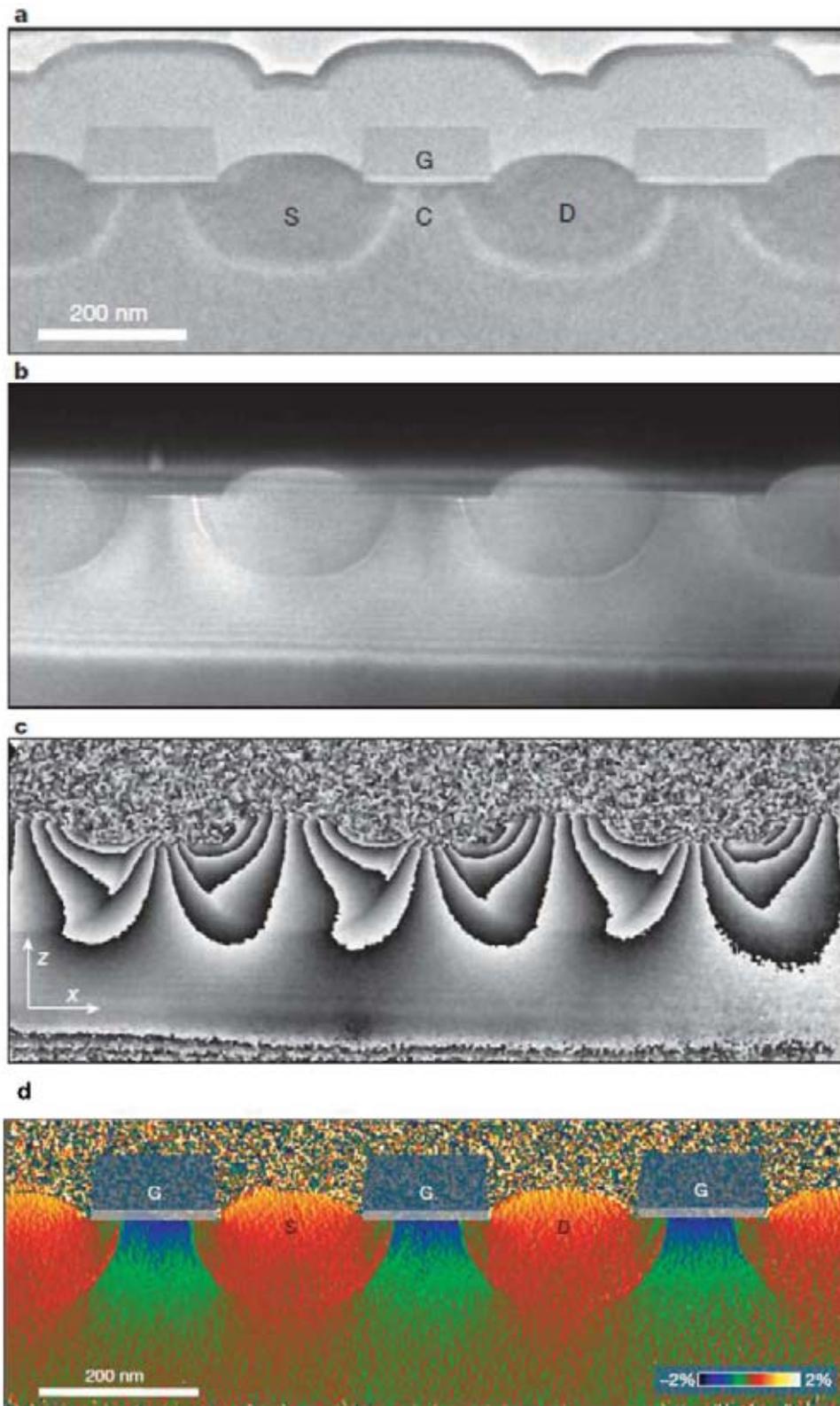


Figure VI-8 : Expérience d'holographie en champ sombre sur une zone contrainte d'un transistor en silicium d'après (Hytch et al. 2008). (a) Image en champ clair conventionnel ; (b) Franges de l'hologramme en champ sombre pour le faisceau diffracté (220) ; (c) Image de phases calculée à partir de (b). La phase est calculée entre  $-\pi$  (en blanc) et  $+\pi$  (en noir) ; (d)  $\varepsilon_{xx}$  calculée à partir des franges (220) de l'hologramme.

Hüe (Hüe 2008) a établi une étude comparative entre l'holographie en champ sombre et la méthode GPA couplé à la MEHR pour la mesure des déformations sur le silicium et en a déduit que l'holographie en champ sombre est une technique très puissante et sans égale en microscopie électronique en transmission. Nous ne citerons que les avantages qui peuvent être intéressants pour cette thèse. L'holographie offre un champ de vue de 300 nm x 1,3  $\mu\text{m}$  contre 36 nm x 36 nm dans notre étude. Comme il est possible de moyenniser sur de plus grandes zones, la précision est dix fois supérieure avec cette technique et l'exactitude est également améliorée. La méthode des phases est sensible au contraste des images. Les variations locales d'épaisseur, la présence de phase amorphe et les courbures d'échantillons sont des facteurs qui participent aux fluctuations des contrastes et limitent les mesures, avec la méthode GPA, à seulement certaines images en MEHR d'excellentes qualités. L'holographie en champ sombre n'est que peu influencée par ces facteurs et conserve un contraste homogène sur de grandes zones. Ceci est à attribuer au fait que les conditions d'imagerie en holographie en champ sombre sont beaucoup moins exigeantes qu'en haute résolution.

Après la présentation des avantages de cette technique par rapport à la MEHR, nous pouvons nous demander pourquoi elle n'a pas été utilisée pour cette étude. La zone de référence, considérée comme exempte de déformation, constitue le problème principal pour l'utilisation de l'holographie en champ sombre sur l'alliage d'aluminium étudié ici. Pour mesurer les déformations dans la matrice, induite par la présence des précipités, il faudrait pouvoir trouver, au sein d'un même échantillon, une zone de 300 nm sur 0,5  $\mu\text{m}$  sans précipité, à côté d'une zone présentant des phases  $T_1$ . L'orientation cristallographique de la référence et de l'échantillon étudié doit, de plus, être la même. Une telle configuration n'a pas été observée dans nos échantillons. Sans zone de référence ayant ces caractéristiques, l'holographie ne peut pas être utilisée.

Le développement de nouveaux microscopes laisse entrevoir de nombreux espoirs quant à l'utilisation de l'holographie en champ sombre sur nos échantillons. En effet, un microscope équipé de deux porte-échantillons et d'un biprisme apporterait des solutions. Dans une telle configuration, il serait possible de faire interférer les faisceaux diffractés d'un échantillon d'aluminium pur, servant de référence, avec ceux de l'échantillon contenant des précipités  $T_1$ . La présence des deux porte-échantillons permettrait de positionner la référence et l'alliage étudié dans la même orientation cristallographique. Il serait alors possible de choisir deux vecteurs d'ondes non colinéaires pour un axe de zone donné et de calculer les cartes de déformations issues des deux hologrammes. La comparaison entre la MEHR et l'holographie serait alors possible avec n'importe quels matériaux, même les plus complexes. En répétant la manipulation pour deux autres vecteurs d'ondes dans une orientation cristallographique différente de la première, et en calculant les images de phase pour ces quatre vecteurs d'ondes, il devrait être possible de mesurer les champs de déformations suivant une isosurface en trois dimensions, et ceci par simple application du programme *Passage en 3D* présenté au chapitre V de cette thèse. Le grand champ de vue de l'holographie en champ sombre offrirait la possibilité de réaliser cette étude sur un précipité de taille variable et bien plus importante qu'avec la MEHR. L'étude de l'interaction entre précipité serait également rendue possible par cette technique.

## VI.4 Conclusion

Ce chapitre a permis d'identifier les points forts concernant l'accord entre déformations modélisées et mesurées expérimentalement dans cette thèse. Les points faibles ont également été résumés et quelques pistes d'amélioration des modèles développés ont été avancées. Des perspectives, autant calculatoires qu'expérimentales, ont finalement été présentées.

A court terme, il serait possible d'augmenter la taille de la boîte de modélisation dans laquelle la résolution des équations de la micromécanique est faite, ou bien, dans une moindre mesure, d'ajuster les constantes d'élasticité, ou encore, de réaliser un modèle en élasticité anisotrope. A moyen terme, l'amélioration des modèles pourrait être obtenue grâce la méthode des éléments finis sous couvert de résoudre les quelques interrogations soulevées dans ce chapitre à ce sujet. Expérimentalement, l'holographie en champ sombre semble offrir de nombreux avantages sur la MEHR pour la mesure des déformations, induites par les précipités et leurs interactions, sur la matrice. A plus long terme, il serait intéressant de développer un modèle de dynamique des dislocations, basé sur la modélisation des interactions entre les dislocations et les champs de déformations mesurés expérimentalement, afin d'identifier le comportement des dislocations à l'approche des précipités. Il serait alors envisageable de contrôler et, pourquoi pas, d'influencer la germination et la croissance de ces phases pour bloquer le mouvement des dislocations et obtenir un alliage métallique, léger, aux propriétés mécaniques remarquables.

# Conclusion générale

Dans un contexte d'allègement des structures aéronautiques, l'objectif principal de ce travail était d'étudier les phases présentes dans l'alliage au lithium AA2198T8 et tout particulièrement l'influence de ces précipités sur le durcissement structural.

La microscopie électronique en transmission en mode conventionnel ainsi qu'en haute résolution (MEHR) ont été des outils précieux pour caractériser la présence des phases  $T_1$ ,  $\theta'$  et  $\delta'$ . Cette dernière phase sphérique n'avait pas été mise en évidence par les études précédentes. L'existence de plaquettes ou de disques dans les plans  $\{011\}$  a également été une découverte. Ce type de précipité n'est pas non plus répertorié dans la bibliographie. La phase S n'a pas été observée.

Cette thèse est centrée sur les précipités  $T_1$  puisqu'ils sont les acteurs prépondérants du durcissement structural de cet alliage d'aluminium. Pour comprendre les propriétés mécaniques de ce matériau à l'échelle la plus fine, nous avons choisi de mesurer et de modéliser, à l'échelle atomique, les champs de déformation au voisinage proche de ces précipités durcissants. La méthode de l'analyse des phases géométriques (GPA) couplée à la microscopie électronique en haute résolution a permis de mesurer ces champs de déformations. Quelques précautions doivent néanmoins être prises quant aux distorsions attribuées à la caméra ainsi qu'au choix de la zone étudiée et de la taille du masque utilisé. Ces champs de déformation ont été modélisés en s'appuyant sur la théorie élastique des dislocations ainsi qu'avec une méthode numérique basée sur la résolution des équations de la micromécanique en utilisant la transformée de Fourier.

Les précipités  $T_1$  modifient de manière spécifique leur environnement. Il a été possible de déterminer des cartes de déformations de la matrice en chaque point d'une image MEHR avec la méthode GPA. Ces cartes ont été établies pour deux axes de zones différents, soit dans deux plans distincts. Nous avons dégagé des comportements caractéristiques et récurrents de la déformation longitudinale (parallèle à la plus grande dimension du précipité), transversale (perpendiculaire à la plus grande dimension du précipité) et du cisaillement :

- Pour l'axe de zone  $\langle 110 \rangle$ , des déformations sont mesurées au voisinage des deux extrémités des précipités et se présentent sous la forme de lobes de compression et de dilatation pour  $\varepsilon_{xx}$  et  $\varepsilon_{yy}$ . Le cisaillement peut être négatif ou positif. Au voisinage du centre du précipité, il n'y a pas de déformation longitudinale. Le cisaillement peut être positif ou négatif. La nature de la déformation transversale dépend du nombre de plans constituant le précipité et donc de son épaisseur.
- Pour l'axe de zone  $\langle 112 \rangle$ , la matrice apparaît déformée de manière similaire au premier axe de zone mais uniquement à une seule des extrémités d'un même précipité. L'autre extrémité ne semble présenter que des déformations faibles ou pas de déformation quelle que soit la composante considérée. Au voisinage du centre du précipité, les déformations sont également faibles ou nulles pour  $\varepsilon_{xx}$ ,  $\varepsilon_{yy}$  et  $\varepsilon_{xy}$ .

- La comparaison quantitative des déformations, pour un axe de zone par rapport à un autre, est problématique. Nous avons identifié les différents paramètres à prendre en compte pour que la comparaison puisse être pertinente : influence des projections attribuées aux conditions d'observations, lien entre résolution spatiale et distance du précipité à laquelle la mesure est réalisée, ajustement de cette distance si les précipités considérés ne sont pas strictement les mêmes.

La modélisation des déformations mesurées, pour deux orientations de l'échantillon, a permis de dégager les conclusions suivantes :

- Il n'est pas suffisant de considérer le précipité comme un défaut d'empilement bordé par deux dislocations pour reproduire les déformations totales induites par l'inclusion sur la matrice.
- L'influence de l'épaisseur du précipité doit être prise en compte pour les modélisations.
- La résolution des équations de la micromécanique en élasticité isotrope permet de reproduire quantitativement les déformations mesurées expérimentalement pour un axe de zone  $\langle 110 \rangle$ .
- Pour l'axe de zone  $\langle 112 \rangle$ , cette technique ne donne pas de résultats satisfaisants. Nous avons identifiés les caractéristiques techniques qui sont à mettre en cause pour expliquer ce fait.
- La comparaison quantitative entre déformations expérimentales et modélisées est difficile à cause des contraintes techniques de la MEHR et des moyens de modélisations employés dans cette thèse.

Nous avons également utilisé les déformations mesurées suivant deux orientations de l'échantillon pour montrer qu'il est possible de combiner ces résultats afin d'établir les champs de déplacement projetés à trois dimensions. Ce travail a été mené sur la totalité d'une image MEHR ce qui a permis de tenir compte, à la fois de l'intensité de la déformation mais également de sa répartition.

Finalement, par la mesure et la modélisation des champs de déformation en extrémités des précipités, nous avons prouvé la présence de deux dislocations partielles à l'interface matrice/extrémité de précipité et leurs vecteurs de Burgers ont été parfaitement déterminés. Nous avons pu confirmer par cette approche le mécanisme théorique de germination des phases  $T_1$  proposé par la littérature.

## **A. Annexe**

### **A.1 La microscopie électronique en transmission**

Les différents éléments qui constituent un microscope électronique en transmission sont décrits dans les paragraphes suivants et schématisés sur la Figure A-1. Nous suivrons le trajet des électrons partant du système d'illumination de l'échantillon (canon en haut de la colonne) jusqu'à l'écran d'observation en passant par le système de formation d'images.

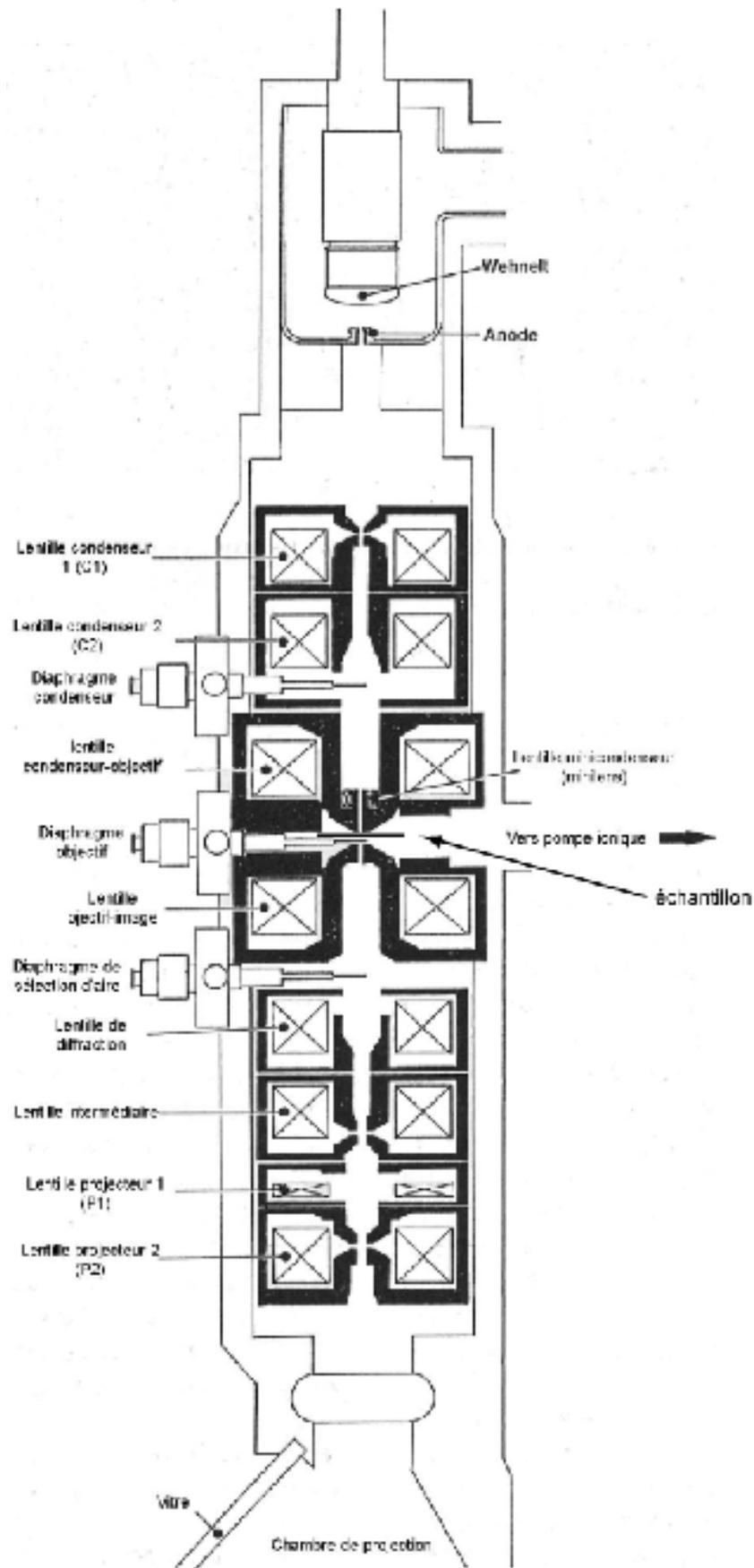


Figure A-1 : Coupe transversale d'un microscope électronique en transmission

## A.1.1 Canon à électrons

Le JEOL 2010 est équipé d'un canon thermoélectronique avec une pointe  $\text{LaB}_6$ . Un courant électrique de haute tension est appliqué pour chauffer le filament entre 1600 et 2400°C. Des électrons sont émis et condensés en une zone appelée le cross-over par le système Wehnelt-anode (équivalent à une lentille convergente et une divergente) donnant naissance à un faisceau électronique. Cette source d'électrons donne une lumière très intense mais avec une faible cohérence spatiale.

Le TECNAI F20 et le TITAN<sup>3</sup> sont équipés d'un canon à émission de champ Schottky (SFEG). Pour le microscope du CEMES, une tension de l'ordre de 4200V est appliquée sur un cristal de tungstène recouvert d'une couche zircone (qui a un travail de sortie des électrons plus faible). Les électrons sont arrachés de cette pointe fine ce qui accorde une meilleure cohérence spatiale et une meilleure brillance (50 fois plus grande) au faisceau d'électrons. Ce microscope travaille avec une tension d'accélération de 200kV. Le principe est le même pour le TITAN<sup>3</sup> mais la tension d'extraction est plus importante et la haute tension est de 300kV.

## A.1.2 Lentilles

Dans un microscope électronique à transmission, le faisceau d'électrons est dirigé dans la colonne et focalisé sur l'objet grâce à une disposition bien particulière de lentilles électromagnétiques pour lesquelles la distance focale est fonction du courant appliqué. En sortie du canon, le faisceau doit être focalisé sur l'objet. Les lentilles  $C_1$  et  $C_2$  (Figure A-1) condensent le faisceau et changent le mode d'éclairage de l'objet. La lentille objectif (objectif-condenseur et objectif-image) focalise les électrons transmis à travers l'échantillon et assure la mise au point de l'image sur l'objet. Cette lentille réalise une image de l'objet dans le plan image de la lentille et la diffraction de l'objet dans le plan de diffraction (image du plan focal) de la lentille. Sur le TECNAI F20, les lentilles objectifs sont des lentilles super TWIN (Figure A-1) pour lesquelles une lentille mini-condenseur (minilens) préfocalise le faisceau d'électrons avant son entrée dans la lentille objectif-condenseur. La lentille de diffraction et la lentille intermédiaire permettent de choisir d'imager l'objet ou son cliché de diffraction. La modification du courant d'excitation de ces deux dernières lentilles change le grandissement sur l'écran de visualisation du microscope.

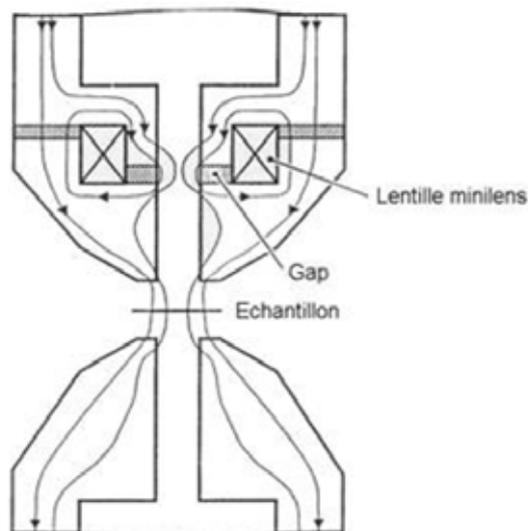


Figure A-2 : Lentille objectif super TWIN

La résolution du microscope est définie comme sa capacité à séparer dans l'image deux points les plus rapprochés possible de l'objet. Elle dépend en particulier de la qualité de la lentille objectif. Mais, toutes les lentilles sont des objets imparfaits et introduisent des aberrations sur l'image. Elles peuvent être en grande partie corrigées avec le correcteur d'aberration sphérique.

### **A.1.3 Diaphragmes**

Les diaphragmes limitent la taille du faisceau électronique. Le diaphragme condenseur maintient la majorité du faisceau proche de l'axe optique en limitant son ouverture angulaire. Le nombre de faisceaux diffractés contribuant à l'image est limité par le diaphragme objectif. Le diaphragme de sélection d'aire permet d'obtenir le diagramme de diffraction d'une zone sélectionnée de l'échantillon.

### **A.1.4 Objet**

Dans tous les microscopes utilisés, l'échantillon est introduit sur un porte objet permettant une inclinaison de l'échantillon suivant une et/ou deux directions. L'objet est collé sur une grille de cuivre de 3mm de diamètre et est placé à la position eucentrique du porte-objet, entre les deux pièces polaires (Figure A-2). La capacité d'inclinaison de l'échantillon dépend de la distance séparant ces pièces polaires. Dans le cas du TENAI, elle est de 30° dans les deux directions d'inclinaison pour un objet de 3mm.

### **A.1.5 La caméra CCD**

La caméra CCD (Charge-Coupled Device) est décrite au chapitre II.

### **A.1.6 Aberrations et leurs corrections**

Comme les lentilles de verre, les lentilles électromagnétiques ont des aberrations de deux types : les aberrations géométriques et les aberrations chromatiques (Surrel 1999).

Le faisceau d'électrons n'est pas parfaitement monochromatique (dispersion en énergie de la source) et les électrons de différentes énergies ne sont pas déviés de la même manière par la lentille. En fonction de la longueur d'onde des électrons, la focalisation ne se fait pas au même endroit sur l'axe optique ; c'est l'aberration chromatique.

Les aberrations géométriques sont de plusieurs types (Hüe 2008) :

- La défocalisation ( $C_1$ )
- L'aberration de sphéricité du troisième ordre ( $C_s$  ou  $C_3$ ) (décrite au chapitre II)
- L'astigmatisme de premier ou deuxième ordre ( $A_1$  et  $A_2$ )
- La courbure de champ
- La coma ( $B_2$ )
- Les distorsions (ou aberration de champ) (décrites en partie au chapitre II)

### A.1.6.1 L'astigmatisme

Cette aberration apparaît lorsque les électrons ne ressentent pas le même champ magnétique suivant leur distance à l'axe optique. Ce défaut existe car il n'est pas possible d'usiner des pièces polaires parfaitement cylindriques, ce qui induit des variations locales de champ magnétique. L'astigmatisme peut être corrigé en utilisant des quadripôles qui introduisent un champ compensant celui des lentilles électromagnétiques rondes créant l'astigmatisme (Williams & Carter 1996). Le correcteur d'aberration sphérique, qui se base sur ce principe, est décrit au chapitre II.

Le plan contenant l'axe optique est appelé plan tangential et le plan qui lui est perpendiculaire est le plan sagittal (Figure A-3). Les rayons contenus dans le plan sagittal ne sont pas focalisés au même endroit que ceux issus du plan tangential. L'image tangentielle apparaît comme une ellipse de grand axe contenu dans le plan sagittal. L'image sagittale est une ellipse beaucoup plus aplatie dont le grand axe est contenu dans le plan tangential. La distance entre ces deux images est la distance d'astigmatisme. Le cercle de moindre diffusion se retrouve à peu près à mi-parcours entre l'image tangentielle et sagittale. Sans corrections, la meilleure image que l'on puisse obtenir se trouve à cette position (Surrel 1999).

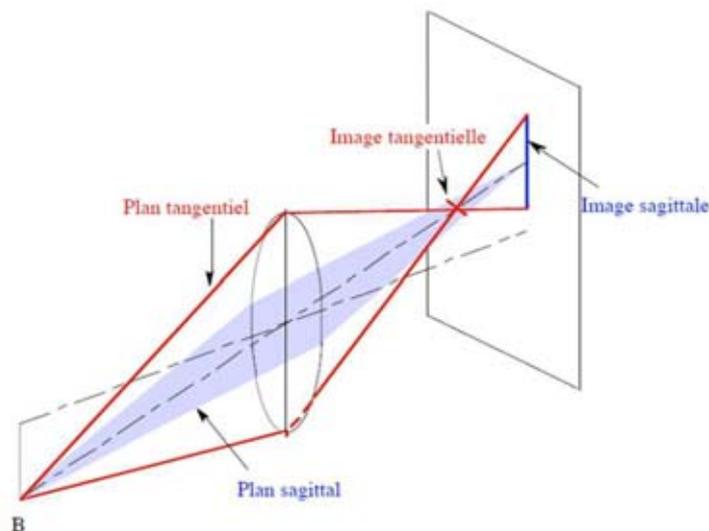


Figure A-3 : Astigmatisme. L'image d'un point est une ellipse possédant un grand axe tangential ou sagittal suivant le plan image considéré (Surrel 1999).

### A.1.6.2 La courbure de champ

Cette aberration provient du fait que l'image d'un objet plan de grande dimension se forme sur une surface paraboloidal et non sur un plan. Elle augmente avec l'inclinaison des faisceaux et apparaît sur l'image de manière similaire à l'astigmatisme.

### A.1.6.3 La coma

La coma est une aberration qui se confond souvent avec l'astigmatisme car elle induit également un étalement de l'image, à la différence près que cet étalement n'est pas uniforme. Cette aberration a pour effet de transformer un point situé en dehors de l'axe optique en une figure ayant l'apparence d'une comète, d'où son nom. Ainsi, le lieu de focalisation des faisceaux dépend de leur angle d'incidence et de leur éloignement avec l'axe optique. Comme l'illustre la Figure A-4, les faisceaux concentriques forment des cercles de rayon  $r$  sur l'image qui sont décalés d'une distance double au rayon du cercle lorsqu'ils passent près du bord de la lentille. Ces cercles ne sont pas distincts et se confondent en donnant l'apparence d'une comète. Le sens de rotation est lié au sens du champ magnétique des bobines. Cette aberration peut être minimisée au cours de l'alignement du microscope. Une lentille de Stabenow, composée de deux lentilles l'une à la suite de l'autre parcourue par des courants en sens inverse, peut même supprimer cette aberration.

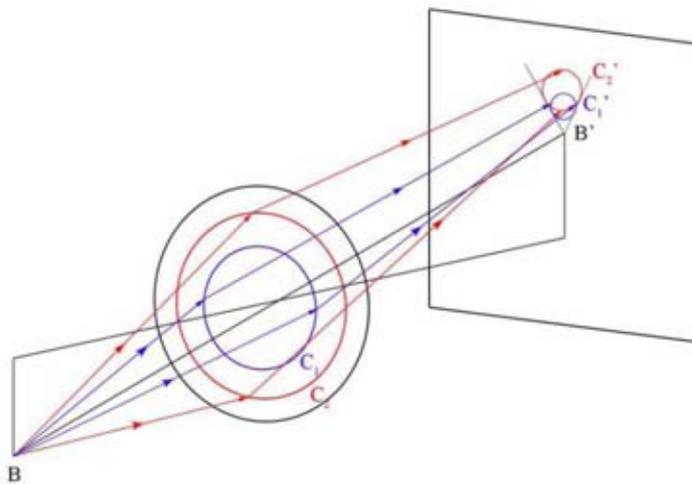


Figure A-4 : Coma. Les rayons provenant de B traversent la lentille suivant des cercles concentriques et sont projetés dans le plan image selon des cercles non concentriques (Hüe 2008).

### A.1.6.4 Les distorsions

Avec ce défaut, l'image d'un point reste un point. La forme de l'image est par contre modifiée : un objet rectiligne a comme image une ligne courbe. L'image est alors déformée suivant plusieurs apparences : distorsion isotrope en barillet, distorsion isotrope en coussinet, distorsion anisotrope (Figure A-4). Il s'agit en fait d'une variation progressive du grandissement quand on s'éloigne de l'axe optique dans les deux premiers cas, à laquelle s'ajoute l'influence de l'angle avec l'axe optique pour le dernier cas. La distorsion anisotrope est propre aux lentilles électromagnétiques et se produit par déformation (rotation) des parties extérieures de l'image. Les lentilles projecteurs sont responsables de ce défaut.

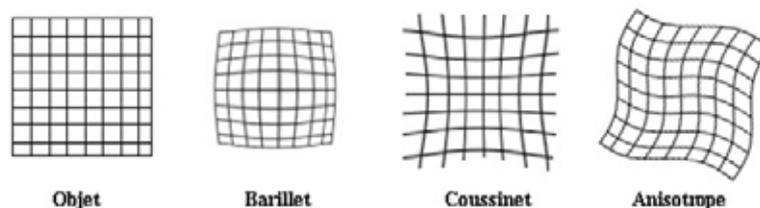


Figure A-4 : Illustrations des différents types de distorsions dues aux lentilles du microscope et à la caméra CCD.

## A.2 Micromécanique utilisant la FFT (Fast Fourier Transform)

### A.2.1 Données d'entrée

L'algorithme proposé par Moulinec et Suquet (Moulinec & Suquet 1998) permet de résoudre les équations ( II-13 ) de la micromécanique en utilisant la FFT. L'équation ( II-13 ) résulte de l'équilibre des contraintes au sein d'un élément de matière isotrope en l'absence de force extérieure :

$$\nabla \cdot \sigma_{ij}(x) = 0 \quad (\text{A-1})$$

où  $\sigma_{ijkl}(x)$  est le champ de contrainte local fonction de la position dans le REV.

L'équation ( II-14 ) relie les tenseurs de contraintes locales avec ceux de déformations locales au point  $x$  en considérant les deux phases comme purement élastiques et en imposant une déformation de transformation  $\varepsilon_{ij}^0$  aux inclusions :

$$\sigma_{kl}(x) = C_{ijkl}(x)(\varepsilon_{ij}(x) - \varepsilon_{ij}^0(x)) \quad (\text{A-2})$$

où  $C_{ijkl}(x)$  est le tenseur des constantes d'élasticité de la matrice ou du précipité,  $\varepsilon_{ij}(x)$  est le champ de déformation local fonction de la position dans le REV et  $\varepsilon_{ij}^0(x)$  est la déformation libre en fonction de la position dans le REV. Afin de simplifier la résolution de ces équations, les calculs sont menés dans l'espace de Fourier. L'écriture de cet algorithme fait l'objet d'un travail de thèse à part entière, les détails de résolution des équations de la micromécanique utilisant la FFT sont disponibles dans le manuscrit d'Amico Settefrati (Settefrati 2012). Une collaboration avec Benoit Appolaire (Appolaire 2011), a permis d'utiliser le programme.

Des données d'entrée, concernant la matrice et le précipité, doivent être fournies pour modéliser les déformations avec ce programme. Elles sont contenues dans un fichier dont un exemple est donné en Figure A-5.

```

#Elastic constants: Iso/Aniso
Iso
#
#If iso:
#lambda_mat      mu_mat (in GPa)      26.5
59.3
#lambda_pre      mu_pre (in GPa)      38.9
82.9
#
#If aniso
#Cijkl matrix in the cubic frame = simulation box (in GPa)
108.2  61.3  61.3  0.  0.  0.
61.3  108.2  61.3  0.  0.  0.
61.3  61.3  108.2  0.  0.  0.
0.  0.  0.  28.5  0.  0.
0.  0.  0.  0.  28.5  0.
0.  0.  0.  0.  0.  28.5
#Cijkl precipitate in the cubic frame (in GPa)
130.  100.  100.  0.  0.  0.
100.  130.  100.  0.  0.  0.
100.  100.  130.  0.  0.  0.
0.  0.  0.  30.  0.  0.
0.  0.  0.  0.  30.  0.
0.  0.  0.  0.  0.  30.
#
#epsL_mat in the cubic frame = simulation box
0.  0.  0.
0.  0.  0.
0.  0.  0.
#epsL_pre in the cubic frame for variant 1
0.0  0.  0.1768
0.  0.  0.1021
0.1768  0.1021  0.
#eps_ini average strain
0.  0.  0.
0.  0.  0.
0.  0.  0.
#
#what to save 1D=along x, 2D= mid (x,y) plane, 3D=full fields
3D
#
#lx      ly      lz      (box size: powers of 2 for FFTW efficiency)
64      64      64
#
#Shape 1D=infinite plate, 2D=elliptical cylinder ,3D=ellipsoid
3D
#a1      a2      a3      [axes in fractions of resp. lx,ly,lz]
0.03    0.4      1
#width of the smoothed interface (typically <=6; 0 for no smoothing)
3
#
#Number of precipitates
1
#Habit plane (cubic frame) -- center coordinates -- Variant number
0.  0.  1.  --  0.  0.  0.  --  1

```

Indiquer si la résolution des équations de la micromécanique est réalisé en élasticité isotrope ou anisotrope.

Si la résolution se fait en élasticité isotrope, indiquer les coefficients de Lamé de la matrice et du précipité.

Si la résolution se fait en élasticité anisotrope, indiquer les constantes élastiques de la matrice et du précipité.

Indiquer le tenseur de déformation libre de la matrice et du précipité.

Indiquer si le champ de déformation est affiché en 1D, 2D ou 3D.

Indiquer la taille du REV en pixels.

Indiquer la forme et taille de l'inclusion.

Indiquer le facteur de lissage.

Indiquer le nombre de précipité.

Indiquer le plan d'occupation du précipité.

Figure A-5 : Données d'entrée à fournir pour la résolution des équations de la micromécanique utilisant le FFT.

Dans la première catégorie, nous devons indiquer si le calcul est mené en élasticité isotrope ou anisotrope. Les deux catégories suivantes sont fonction de ces deux cas. En élasticité isotrope, les coefficients de Lamé de la matrice et du précipité doivent être fournis (catégorie 2). En élasticité anisotrope, ce sont les tenseurs des constantes d'élasticité qui sont nécessaires (catégorie 3). La quatrième catégorie contient les tenseurs de déformation libre de la matrice et du précipité. Dans ce cas, la matrice est choisie comme référence ; son tenseur de déformation libre est donc nul. Nous pouvons indiquer si les résultats sont donnés à une, deux ou trois dimensions dans la catégorie cinq. La taille de l'élément de volume représentatif (REV), dans lequel le calcul est mené, est à indiquer dans la catégorie six, en pixels. Cet élément de volume est entouré par six autres éléments identiques à celui-ci. La septième catégorie concerne l'inclusion. Il s'agit, tout d'abord, d'indiquer sa forme, créée par une boîte périodique : 1D correspond à une épaisseur, 2D crée un cylindre elliptique tandis que 3D forme une ellipsoïde de révolution. La taille des axes de l'ellipsoïde, par exemple, est normalisée par la taille du REV. La huitième catégorie concerne le paramètre de lissage. Le champ de déformation calculé passe de façon discontinue de zéro (dans la matrice) à un (dans le précipité). Pour se rapprocher du cas réel et assurer la convergence du calcul, il est nécessaire de lisser ce paramètre sur un certain nombre de points de la grille (définis par le nombre choisi). Dans la neuvième catégorie, nous indiquons le nombre de précipités présents dans le REV, leurs plans d'occupation ainsi que leurs positions dans l'élément de volume.

## A.2.2 Résultats

Une fois ces données d'entrée réunies, la résolution des équations de la micromécanique est lancée par calcul itératif. Quatre fichiers de résultats sont fournis et contiennent : la densité d'énergie élastique, le tenseur de déformation, le tenseur de contraintes, et le champ décrivant la forme et le placement de l'inclusion. Ces données sont toutes fonctions de la position dans le REV. La visualisation des résultats est réalisée grâce logiciel PYTHON©. L'opérateur doit choisir : la composante du tenseur de déformation à afficher, la position du plan du REV dans lequel les résultats sont lus, le type d'échelle de couleur utilisé ainsi que l'affichage ou non des limites du REV et du précipité pour ne citer que quelques possibilités. Un exemple de visualisation de résultat est donné en Figure A-6.

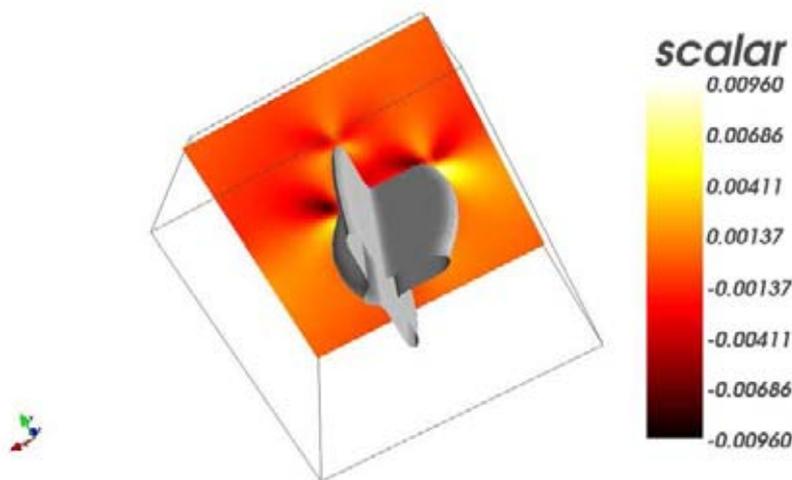


Figure A-6 : Exemple de résultat visualisé avec PYTHON©. L'affichage du cisaillement imposé à la matrice par deux précipités (en gris) avec une échelle de couleur allant du blanc au noir est possible. Les limites du REV sont visibles. L'isosurface, pour laquelle la mesure des déformations est réalisée, est positionnée dans le plan perpendiculaire à la direction z.

Les tenseurs de déformation libre utilisés pour modéliser les différents cas présentés dans cette thèse sont donnés dans le Tableau A-1. Ils ont été ajustés afin d'optimiser les résultats des modélisations à partir de ceux employés par Li et al. (Li & Chen 1998) pour les phases  $\theta'$ .

Grande boucle en [110]	$\begin{pmatrix} 0 & 0 & 0.1768 \\ 0 & 0 & 0.1021 \\ 0.1768 & 0.1021 & 0 \end{pmatrix}$
Petite boucle en [110]	$\begin{pmatrix} 0 & 0 & -0.3536 \\ 0 & 0 & 0 \\ -0.3536 & 0 & 0 \end{pmatrix}$
Influence de l'épaisseur du précipité	$\begin{pmatrix} -0,00055 & 0 & 0 \\ 0 & -0,00055 & 0 \\ 0 & 0 & -0,01125 \end{pmatrix}$
Grande boucle en $[12\bar{1}]$	$\begin{pmatrix} 0 & 0 & -0.1021 \\ 0 & 0 & 0.1768 \\ -0.1021 & 0.1768 & 0 \end{pmatrix}$
Petite boucle en $[12\bar{1}]$	$\begin{pmatrix} 0 & 0 & -0.3062 \\ 0 & 0 & -0.1768 \\ -0.3062 & -0.1768 & 0 \end{pmatrix}$

**Tableau A-1 : Tenseurs de déformations libres employés pour la résolution des équations de la micromécanique utilisant la FFT.**

## A.3 Changement de repère pour le programme *Passage en 3D*

Il s'agit dans cette partie de détailler les calculs effectués pour les changements de repère nécessaires au contrôle du programme *Passage en 3D* (cf V.2).

Projetons tout d'abord  $u^{[110]}(\vec{r})$  selon les trois axes  $[100]$ ,  $[010]$  et  $[001]$  de  $R$ , afin d'avoir  $u_{3D}(\vec{r}) = u_{[100]}[100] + u_{[010]}[010] + u_{[001]}[001]$ . Ces trois composantes de  $u_{3D}(\vec{r})$  peuvent être données par les équations ci-dessous et doivent être retrouvées par le résultat final de programme *Passage en 3D* :

$$u_{[100]} = u^{[110]}(\vec{r}) \cdot [100] \quad (\text{A-3})$$

$$u_{[010]} = u^{[110]}(\vec{r}) \cdot [010] \quad (\text{A-4})$$

$$u_{[001]} = u^{[110]}(\vec{r}) \cdot [001] \quad (\text{A-5})$$

Le résultat de cette projection est donné en Figure A-7.

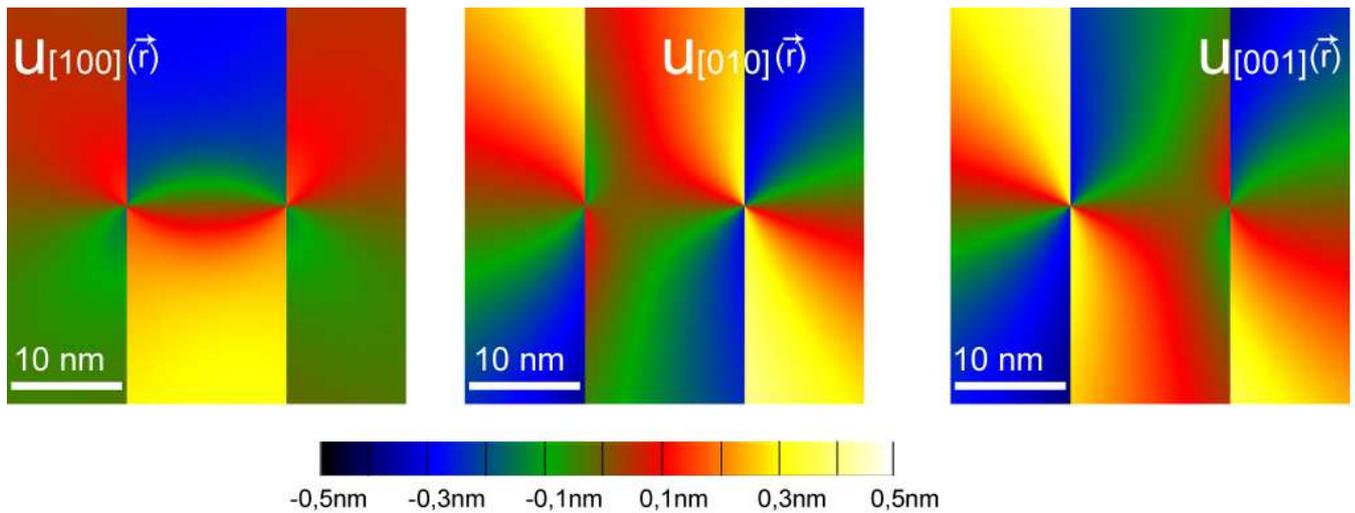


Figure A-7 : Champ de déplacement, induit par les dislocations  $\vec{b}_1$  et  $\vec{b}_2$  de ligne  $\vec{l} = [110]$ , projetés suivant  $[100]$ ,  $[010]$  et  $[001]$  et calculé à partir de  $u^{[110]}(\vec{r})$ .

Le champ de déplacement dans le repère  $R_2$  (lié à l'axe de zone  $[12\bar{1}]$ ) s'écrit :

$$u^{[12\bar{1}]}(\vec{r}) = u_{[101]}^{[12\bar{1}]} \vec{e}_{[101]} + u_{[12\bar{1}]}^{[12\bar{1}]} \vec{e}_{[12\bar{1}]} + u_{[1\bar{1}\bar{1}]}^{[12\bar{1}]} \vec{e}_{[1\bar{1}\bar{1}]} \quad (\text{A-6})$$

Projetons maintenant  $u_{3D}(\vec{r})$  dans le repère  $R_2$  afin d'avoir les trois composantes du champ projetées sur les axes de ce repère :

$$u_{[101]}^{[12\bar{1}]} = u_{3D}(\vec{r}) \cdot \vec{e}_{[101]} \quad (\text{A-7})$$

$$u_{[12\bar{1}]}^{[12\bar{1}]} = u_{3D}(\vec{r}) \cdot \vec{e}_{[12\bar{1}]} \quad (\text{A-8})$$

$$u_{[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]}^{[12\bar{1}]} = u_{3D}(\vec{r}) \cdot \vec{e}_{[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]} \quad (\text{A-9})$$

La combinaison de  $u^{[110]}(\vec{r})$  avec  $u^{[12\bar{1}]}(\vec{r})$  (décrite en V.3) doit permettre de retrouver  $u_{3D}(\vec{r})$ .

# Bibliographie

Air & Cosmos, 2006. Dossier Spécial A350. , p.16-47.

Ang, K., Chui, K., Bliznetsov, V., Tung, C., Du, A., Balasurbramanian, N., Samudra, G., Li, M., Yei, Y. 2005. Lattice strain analysis of transistor structures with silicon-germanium and silicon-carbon source/drain stressors RID C-2658-2011. *Applied Physics Letters*, 86(9).

Ansart, T., 2007. Introduction aux matériaux pour les structures aéronautiques, Cours de Master 2 Professionnel MSAS.

Appolaire, B., 2011. communication privée.

Bierwolf, R., Hohenstein, M., Philipp, F., Brandt, O., Crook, G., Ploog, K. 1993. Direct measurement of local lattice distortions in strained layer structures by HREM. *Ultramicroscopy*, 49(1-4), p.273-285.

Blankenship, C.P. & Starke, E.A., 1994. Structure-property relationships in Al-Li-Cu-Mg-Ag-Zr alloy X2095. *Acta Metallurgica et Materialia*, 42(3), p.845-855.

Cassada, W., Shiflet, G. & Starke, E., 1991a. Mechanism of Al<sub>2</sub>CuLi(T1) nucleation and growth. *Metallurgical Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science*, 22(2), p.287-297.

Cassada, W., Shiflet, G. & Starke, E., 1991b. The effect of plastic deformation on Al<sub>2</sub>CuLi(T1) precipitation. *Metallurgical Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science*, 22(2), p.299-306.

Cayron, C. & Buffat, P.A., 2000. Transmission electron microscopy study of the  $\beta'$  phase (Al-Mg-Si alloys) and QC phase (Al-Cu-Mg-Si alloys): ordering mechanism and crystallographic structure. *Acta Materialia*, 48(10), p.2639-2653.

Cherkashin, N., Hÿtch, M., Snoeck, E., Hÿe, F., Hartmann, J., Bogumilowicz, Y., Claverie, A., 2006. Quantitative local strain measurements in compressive strained Ge/tensile strained Si bi-layers grown on top of relaxed Si<sub>0.5</sub>Ge<sub>0.5</sub> virtual substrates. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 253(1-2), p.145-148.

Decreus, B., 2010. *Etude de la précipitation dans les alliages Al-Li-Cu de troisième génération - Relations entre microstructures et propriétés mécaniques*. Université de Grenoble Institut polytechnique de Grenoble.

Deschamps, A. & Bréchet, Y., 1998. Nature and distribution of quench-induced precipitation in an Al-Zn-Mg-Cu Alloy. *Scripta Materialia*, 39(11), p.1517-1522.

Deschamps, A., Livet, F. & Bréchet, Y., 1998. Influence of predeformation on ageing in an Al-Zn-Mg alloy—I. Microstructure evolution and mechanical properties. *Acta Materialia*, 47(1), p.281-292.

Donnadieu, P., Shao, Y., De Geuser, F., Botton, G., Lazar, S., Cheynet, M., De Boissieu, M., Deschamps, A., 2011. Atomic structure of T1 precipitates in Al-Li-Cu alloys revisited with HAADF-STEM imaging and small-angle X-ray scattering. *Acta Materialia*, 59, p.462-472.

Douin, J., Donnadieu, P. & Houdellier, F., 2010. Elastic strain around needle-shaped particles embedded in Al matrix. *Acta Materialia*, 58(17), p.5782-5788.

Dubost, B., 2011. Nouvelles solutions en alliages d'aluminium pour l'allègement : structures aéronautiques et carrosserie automobile, Colloque 3M, CEA Saclay-INSTN.

Dubost, B. & Sainfort, P., 1986. *Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium*, Techniques de l'ingénieur, traité Matériaux métalliques.

Dumont, D., Deschamps, A. & Brechet, Y., 2003. On the relationship between microstructure, strength and toughness in AA7050 aluminum alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 356(1–2), p.326-336.

Durand, L., Massaoudi, M., Cabié, M., Ponchet, A., 2008. Mechanical behaviour of a two-phase material from the behaviour of its components: Interface modelling by finite element method. *Materials & Design*, 29(8), p.1609-1615.

Eshelby, J.D., 1957. The Determination of the Elastic Field of an Ellipsoidal Inclusion, and Related Problems. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences*, 241(1226), p.376-396.

Fridel, 1964. *Dislocations*, Pergamon Press.

Gable, B., Zhu, A., Csontos, A., Starke Jr, E. 2001. The role of plastic deformation on the competitive microstructural evolution and mechanical properties of a novel Al–Li–Cu–X alloy. *Journal of Light Metals*, 1(1), p.1-14.

Genevois, C., 2004. *Genèse des microstructures lors du soudage par friction malaxage d'alliages d'aluminium de la série 2000 et 5000 et comportement mécanique résultant*. Thèse de l'INPG.

Guinier, A., 1938. Structure of Age-Hardened Aluminium-Copper Alloys. *Nature*, 142, p.569-570.

Hardy, H.K. & Silcock, J.M., 1955. *J. Inst. Metals*, 84(423).

Hirth, J.P. & Lothe, J., 1982. *Theory of dislocations*, New York: John Wiley and Son.

Houdellier, F., 2006. *Contribution au développement du CBED et de l'holographie HREM pour l'analyse des déformations de couches épitaxiées*. Thèse INSA n°841.

Howe, J.M., Lee, J. & Vasudévan, A.K., 1988. Structure and deformation behavior of T 1 precipitate plates in an Al- 2Li- 1 Cu alloy. *Metallurgical Transactions A*, 19, p.2911-2920.

Huang, B.-P. & Zheng, Z.-Q., 1998a. Independent and combined roles of trace Mg and Ag additions in properties precipitation process and precipitation kinetics of Al–Cu–Li–(Mg)–(Ag)–Zr–Ti alloys. *Acta Materialia*, 46(12), p.4381-4393.

Huang, B.-P. & Zheng, Z.-Q., 1998b. Independent and combined roles of trace Mg and Ag additions in properties precipitation process and precipitation kinetics of Al–Cu–Li–(Mg)–(Ag)–Zr–Ti alloys. *Acta Materialia*, 46(12), p.4381-4393.

Huang, J. & Ardell, A., 1987. Crystal structure and stability of T1 precipitates in aged Al-Li-Cu alloys. *Materials Science and Technology*, 3(3), p.176-188.

Huang, J.C., 1992. On the crystal structure of the T1 phase in Al-Li-Cu alloys. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 27(6), p.755-760.

- Huang, J.C. & Ardell, A.J., 1988. Addition rules and the contribution of  $\delta'$  precipitates to strengthening of aged Al-Li-Cu alloys. *Acta Metallurgica*, 36(11), p.2995-3006.
- Hüe, F., 2008. *Mesures de déformations dans des dispositifs de la microélectronique par microscopie électronique en transmission en haute résolution et holographie en champ sombre*.
- Hutchinson, C., Fan, X., Pennycook, S., Shiflet, G., 2001. On the origin of the high coarsening resistance of  $\Omega$  plates in Al-Cu-Mg-Ag Alloys. *Acta Materialia*, 49(14), p.2827-2841.
- Hýtch, M., 2004. Atomic-scale Measurement of Deformation and Strain by HREM. In *Encyclopedia of Materials: Science and Technology (Second Edition)*. Oxford: Elsevier, p. 1-6. Available at: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B008043152601932X> [Consulté décembre 15, 2011].
- Hýtch, M.J., Snoeck, E. & Kilaas, R., 1998. Quantitative measurement of displacement and strain fields from HREM micrographs. *Ultramicroscopy*, 74(3), p.131-146.
- Hytch, M., Houdellier, F., Hue, F., Snoeck, E., 2008. Nanoscale holographic interferometry for strain measurements in electronic devices. *Nature*, 453(7198), p.1086-U5.
- Hytch, MJ, JL Putaux & Penisson, J., 2003. Measurement of the displacement field of dislocations to 0.03 angstrom by electron microscopy. *Nature*, 423(6937), p.270-273.
- Larignon, C., 2011. *Mécanismes d'endommagement par corrosion et vieillissement microstructural d'éléments de structure d'aéronef en alliages d'aluminium 2024-T351*. de Toulouse.
- Li, D.Y. & Chen, L.Q., 1998. Computer simulation of stress-oriented nucleation and growth of theta ' precipitates in Al-Cu alloys. *Acta Materialia*, 46(8), p.2573-2585.
- Majimel, J., Casanove, M.-J. & Molénat, G., 2004. A 2xxx aluminum alloy crept at medium temperature: role of thermal activation on dislocation mechanisms. *Materials Science and Engineering: A*, 380(1-2), p.110-116.
- Moulinec, H. & Suquet, P., 1998. A numerical method for computing the overall response of nonlinear composites with complex microstructure. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 157(1-2), p.69-94.
- Nie, J.F. & Muddle, B.C., 2001. On the form of the age-hardening response in high strength aluminium alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 319-321(0), p.448-451.
- Nie, J.F., Muddle, B.C. & Polmear, I., 1996. The effect of precipitate shape and orientation on dispersion strengthening in high strength aluminium alloys RID A-2220-2008. In J. Driver et al., éd. *Aluminium Alloys: Their Physical and Mechanical Properties, Pts 1-3*. Zurich-Uetikon: Transtec Publications Ltd, p. 1257-1262.
- Polmear, I., 2004. Aluminium alloys - A century of age hardening. *Material Forum*, 28.
- Preston, G.D., 1938. Structure of Age-Hardened Aluminium-Copper Alloys. *Nature*, 142, p.570.
- Radmilovic, V., Kilaas, R., Dahmen, U., Shiflet, G., 1999. Structure and morphology of S-phase precipitates in aluminum. *Acta Materialia*, 47(15-16), p.3987-3997.
- Ringer, S.P. & Hono, K., 2000. Microstructural Evolution and Age Hardening in Aluminium Alloys: Atom Probe Field-Ion Microscopy and Transmission Electron Microscopy Studies. *Materials Characterization*, 44(1-2), p.101-131.

- Rioja, R.J., 1998. Fabrication methods to manufacture isotropic Al-Li alloys and products for space and aerospace applications. *Materials Science and Engineering: A*, 257(1), p.100-107.
- Rose, H., 1990. Outline of a spherical corrected semiplanatic medium voltage transmission electron microscope. *Optik*, p.19.
- Sato, T. & Kamio, A., 1991. High resolution electron microscopy of phase decomposition microstructures in aluminium-based alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 146(1-2), p.161-180.
- Settefrati, A., 2012. *Etude expérimentale et modélisation par champ de phase de la formation de alpha dans les alliages de titane bété-métastable*. Thèse de l'université de Lorraine, Chapitre 3, paragraphe 3.2.2.2.
- Shen, Y.Z., Oh, K.H. & Lee, D.N., 2006. Serrated flow behavior in 2090 Al-Li alloy influenced by texture and microstructure. *Materials Science and Engineering: A*, 435-436(0), p.343-354.
- Shukla, A.K. & Baeslack III, W.A., 2007. Study of microstructural evolution in friction-stir welded thin-sheet Al-Cu-Li alloy using transmission-electron microscopy. *Scripta Materialia*, 56(6), p.513-516.
- Sigli, C., 2012. Présentation à l'occasion de la journée sur la précipitation dans les alliages d'aluminium: historique et perspectives, Séminaire organisé en l'honneur de Gilles Lapasset, Châtillon.
- Van Smaalen, S., Meetsma, A., De Boer, J., Bronsveld, P., 1990. Refinement of the crystal structure of hexagonal Al<sub>2</sub>CuLi. *Journal of Solid State Chemistry*, 85(2), p.293-298.
- Starink, M., Wang, P., Sinclair, I., Gregson, P., 1999. Microstructure and strengthening of Al-Li-Cu-Mg alloys and MMCs: I. Analysis and Modelling of Microstructural changes. *Acta Materialia*, 47(14), p.3841-3853.
- Starke Jr., E.A. & Staley, J.T., 1996. Application of modern aluminum alloys to aircraft. *Progress in Aerospace Sciences*, 32(2-3), p.131-172.
- Surrel, J., 1999. *Les aberrations*, Optique et Photonique 4.
- Tirry, W. & Schryvers, D., 2009. Linking a completely three-dimensional nanostrain to a structural transformation eigenstrain. *Nature Materials*, 8(9), p.752-757.
- Warner, T., 2006. Recently-developed aluminium solutions for aerospace applications. In W. Poole, M. Wells, & D. Lloyd, éd. *Aluminium Alloys 2006, Pts 1 and 2: Research Through Innovation and Technology*. Zurich-Uetikon: Trans Tech Publications Ltd, p. 1271-1278.
- Werenskiold, J.C., A. & Bréchet, Y., 2000. Characterization and modeling of precipitation kinetics in an Al-Zn-Mg alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 293(1-2), p.267-274.
- Westbrook, J.H. & Fleischer, R.L., 2002. *Intermetallic Compounds Principle and Practice* John Wiley and Sons., England.
- Williams, D.B. & Carter, B., 1996. *Transmission Electron Microscopy* Plenum Press., New York and London.



## Résumé :

Le durcissement structural est une voie largement utilisée dans le secteur aéronautique pour répondre aux exigences à la fois d'amélioration des propriétés mécaniques des alliages métalliques et d'allègement de structure. Dans les alliages Al-Li-Cu de la série 2000, le durcissement structural est assuré par la présence des précipités  $T_1$  ( $Al_2LiCu$ ) qui modifient localement la matrice cristalline d'aluminium qui les entoure. La compréhension des micromécanismes de déformation, qui nécessite la connaissance des interactions des dislocations avec ces phases durcissantes, impose donc une caractérisation précise des champs de déformation. Dans cet objectif, nous avons développé une approche expérimentale adossée à des modélisations.

A partir d'analyses en microscopie électronique en haute résolution (MEHR), couplées à des analyses dites « des phases géométriques » (GPA), une méthode de mesure des champs de déformations suivant trois directions de l'espace est proposée.

Nous avons ensuite modélisé les précipités par deux dislocations dissociées parfaitement identifiées de type  $a/6 \langle 112 \rangle$  qui participent au mécanisme de croissance des phases  $T_1$ . Par ailleurs, nous avons développé plusieurs modèles basés sur la théorie des dislocations et sur la résolution des équations de la micromécanique dans le réseau réciproque en élasticité linéaire et isotrope, afin de reproduire les champs de déformations induits par les phases durcissantes dans la matrice d'aluminium. Cette approche, couplée à nos observations en MEHR, nous a permis de proposer une description des champs de déformation en extrémité de précipité en accord avec l'expérience.

Mots clés : Alliages d'aluminium, précipités, durcissement structural, champs de déformation, microscopie électronique en haute résolution (MEHR), analyse des phases géométriques (GPA), dislocations, élasticité.

## Abstract:

In aeronautics, structural hardening is one of the best ways to improve mechanical properties of metal alloys and to make the structures lighter. The structural hardening of the Al-Li-Cu alloys of the 2000 series is due to  $T_1$  precipitates ( $Al_2CuLi$ ) which modify locally the matrix which surround them. To understand the mechanism of deformation at a micro scale, we need to know the interactions between dislocations and hardening phases. Consequently, a precise characterization of strains is required. To do that, experimental techniques, which are supported by models, have been developed.

Using high resolution electronic transmission microscopy (HREM) and geometrical phase analysis (GPA), a method is proposed to measure strains in three directions of the space.

Then, the precipitates were modeled by two dissociated dislocations which are perfectly identified as  $a/6 \langle 112 \rangle$ . The growth mechanism of  $T_1$  phases is based on the presence of these dislocations. Other models have been developed to reproduce the strains created in the matrix by the precipitate. They are based on the dislocation theory and the resolution of the equations of micromechanics in the reciprocal space using isotropic and linear elasticity. By employing those models, we are able to propose a description of the strains near the tips of precipitates which is in agreement with the HREM observations.

Key words: Aluminum alloys, precipitate, structural hardening, strains, high resolution transmission electron microscopy, geometrical phase analysis, dislocations, elasticity.