

déformation plastique des solides cristallins : cinétique des changements de microstructure

Les propriétés mécaniques des solides sont restées incomprises par les physiciens jusqu'au 20^e siècle malgré leur importance évidente dans la vie quotidienne. Les mécanismes élémentaires de la rupture et de la déformation plastique ont alors commencé à être élucidés, en particulier à l'aide de la théorie des dislocations. C'est seulement après 1950 que l'on a observé couramment des dislocations, démontrant ainsi de façon directe la relation entre leurs mouvements et la déformation des cristaux.

Dans un premier temps toutes les analyses et

interprétations ont été déduites des configurations de dislocation qui subsistent dans les éprouvettes après essais mécaniques. L'observation des dislocations au cours de l'essai mécanique est susceptible de donner une meilleure compréhension des mécanismes. Les qualités exceptionnelles du rayonnement synchrotron comme source de rayons X ont permis des études dynamiques du mouvement de dislocations par topographie au LURE où diverses expériences ont été réalisées.

déformation plastique des solides

Un solide subit une déformation lorsqu'il est soumis à des forces. S'il revient à son état initial lorsqu'on supprime ces forces, la déformation est dite « élastique ». Dans le cas contraire, la forme du solide a été modifiée d'une façon permanente ; on dit qu'il y a eu déformation « plastique ». Ce phénomène utilisé de très longue date pour la mise en forme des matériaux, n'a pas fait l'objet d'étude approfondie avant la fin du 19^e siècle, où un certain nombre de mécanismes élémentaires de déformation plastique ont été identifiés. Ceux-ci étaient encore loin d'attribuer aux dislocations le rôle essentiel qu'elles jouent. Il fallut attendre le 20^e siècle pour que les chercheurs suggèrent que les glissements des cristaux le long de plans cristallographiques simples se font par circulation de dislocations (voir encadré sur les dislocations) qui ont été observées seulement 20 ans plus tard, dans les années cinquante.

Ces observations se sont multipliées et elles ont permis d'interpréter divers comportements mécaniques des solides : par exemple relation entre structure cristalline et déformation, différences entre monocristaux et polycristaux, effets d'alliages et de précipités...

Pour déformer plastiquement un solide, on le porte à une certaine température, puis on le soumet à un état de contrainte plus ou moins complexe (traction, compression, cisaillement, flexion...) qui active des sources de dislocations qui glissent ou montent (voir encadré). C'est l'observation de ces mouvements qui permet de comprendre les mécanismes de déformation et de relier processus microscopiques et comportement macroscopique. Cette observation est difficile à faire directement et, dans un premier temps, toutes les analyses et interprétations ont été déduites des configurations de dislocations qui subsistent dans les éprouvettes après essais mécaniques.

Divers moyens ont été mis en œuvre pour s'assurer que les dislocations n'évoluaient pas trop entre la fin de l'essai et leur observation. Citons, par exemple, la trempe et le refroidissement sous charge dans le but de minimiser l'évolution de la structure après essais à haute tempé-

rature, ou même la création de défauts par irradiation qui figeront la structure après essais à basse température. Ces méthodes n'offrent pas toutes les garanties ; on n'est jamais certain d'observer les configurations réelles qui ont existé pendant la déformation. L'observation des dislocations au cours de l'essai mécanique est susceptible de donner une meilleure compréhension des mécanismes. Elle a été mise en œuvre ces dix dernières années par diverses techniques comme la microscopie électronique ou la topographie de rayons X « in situ ». Nous présentons ici la topographie de rayons X qui est une technique complémentaire de la précédente.

topographie par diffraction de rayons X

Les méthodes de topographie de rayons X donnent une image de la distribution des défauts dans un cristal, c'est-à-dire de la variation point par point du paramètre de réseau et de la désorientation cristalline. Le grandissement égal à un sur la plaque photographique varie entre 20 et 100 sur l'image finale après agrandissement au microscope optique ; on ne peut donc atteindre la haute résolution. Par contre les sources de rayons X disponibles permettent d'obtenir des vues d'en-

Laboratoire de Physique des Matériaux, CNRS - 92195 Meudon cedex ; LURE - Université de Paris-Sud, 91405 Orsay cedex ; Centre de Recherche sur les Mécanismes de la Croissance Cristalline, Campus de Luminy, case 913, 13288 Marseille ; Laboratoire de Physique du Solide, CNRS, ENSMIN, 54042 Nancy.

semble des phénomènes grâce à des images de plusieurs millimètres carrés de surface, le volume observé dépendant de l'absorption (pénétration de plusieurs micromètres).

origine du contraste des défauts

Lorsqu'un cristal parfait est placé dans un faisceau de rayons X monochromatique de longueur d'onde λ il réfléchit le faisceau, qui fait un angle θ avec les plans réticulaires séparés de d et satisfaisant la loi de Bragg :

$$\lambda = 2d \sin \theta$$

Si par suite de la présence d'un défaut dans le cristal, il y a variation locale de d ou θ , la réflexion diminue, ou disparaît. C'est la variation d'intensité du faisceau réfléchi qui constitue une image du défaut. Par exemple, le voisinage d'une dislocation est déformé élastiquement (voir encadré sur les dislocations) ; il peut donc être visualisé par topographie de rayons X.

sources de rayons X

Les diverses techniques de topographie de rayons X ont été développées à partir des tubes classiques, où les radiations émises ont des longueurs d'onde caractéristiques de l'anticathode utilisée. Celle-ci est bombardée par des électrons et son échauffement limite la puissance des générateurs conventionnels.

Depuis quelques années, le rayonnement synchrotron est utilisé comme source de rayons X. Ce rayonnement est émis par des particules chargées en mouvement et soumises à une accélération : à Orsay l'anneau de stockage DCI sert de source de rayons X pour LURE, Laboratoire pour l'Utilisation du Rayonnement Electromagnétique (voir Images de la physique, 1977). Ce rayonnement a des qualités exceptionnelles qui le différencient des sources conventionnelles pour la topographie de rayons X :

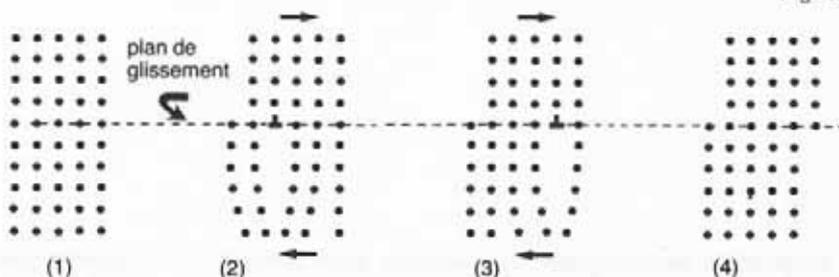
1) Grâce à son intensité, les clichés de topographie peuvent être pris dans des temps de l'ordre de la seconde (fig. 1) (réduction d'un facteur 100 par rapport aux générateurs conventionnels) permettant ainsi l'enregistrement cinématographique des images. Dans ce cas, l'utilisation d'une caméra type TV et d'un système vidéo est tout à fait adaptée.

2) Son spectre continu (λ de 0,1 à 1 nm) permet de travailler à une

déformation plastique et dislocations

Déformation par glissement d'une dislocation coin

Fig. a.



Considérons le cristal parfait représenté en (1) sur la figure A. Une contrainte appliquée assez grande peut provoquer la déformation plastique schématisée en (4). Elle correspond à un cisaillement qui peut être produit par la translation d'une moitié du cristal le long du plan de glissement. Au cours de cette translation toutes les liaisons chimiques le long du plan sont distordues simultanément et cela nécessite une forte contrainte σ_T . Si un défaut localisé tel que celui désigné en (2) par le symbole L, a été introduit, le cisaillement peut se faire sous une contrainte très inférieure à σ_T : ce défaut est appelé dislocation. La déformation s'est faite ici par glissement d'une dislocation coin sous l'effet de la contrainte appliquée. Comme on le voit sur la figure, celle-ci correspond à l'insertion d'un demi plan supplémentaire se terminant dans le cristal le long de la ligne de dislocation. Le déplacement produit par le passage de la dislocation (marche visible en (4) à la surface du cristal) est appelé vecteur de Burgers.

Multiplication des dislocations

Pour atteindre des grandes déformations le glissement d'une seule dislocation comme sur la figure, n'est pas suffisant. Il en faut beaucoup qui se multiplient à partir d'une source : l'exemple le plus classique est la source de Frank et Read. Elle est activée à partir d'un segment de dislocation épinglé à ses deux extrémités AB (voir figure B). Celui-ci se courbe sous l'effet de la contrainte et les portions de dislocations parallèles étant de signes contraires, elles

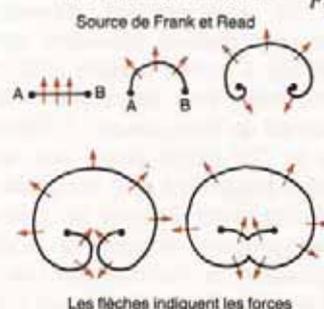
sont soumises à des forces opposées. L'arc grandit donc jusqu'à donner une boucle qui se détache et continue à se développer. Il reste le segment de dislocation qui est prêt à recommencer et ainsi à créer un nombre de boucles qui, en principe, peut être infini.

Annihilation des dislocations

Des sources sont réparties dans le cristal et émettent des dislocations selon divers plans de glissement. Une fraction de celles-ci s'élimine à la surface en laissant des marches. La densité de celles qui restent dans le cristal atteint une valeur limite grâce à des mécanismes internes d'annihilation. Pour cela, il faut, par exemple que des dislocations de signes opposés réagissent, et donc qu'elles ne soient pas astreintes à se déplacer uniquement dans leurs plans de glissement. Ce mouvement hors du plan de glissement peut se faire par montée qui met en jeu le transport d'atomes sur plusieurs distances interatomiques. Ainsi le demi-plan supplémentaire visible en (2) peut disparaître par montée si on lui enlève des atomes ou on lui en ajoute. Ce processus se faisant par diffusion n'est efficace qu'à haute température.

Multiplication des dislocations

Fig. b.



longueur d'onde fixe choisie ou à un angle fixe avec diverses longueurs d'onde (fig. 1). Dans ce dernier cas cela présente l'avantage a) d'éviter un positionnement angulaire précis du cristal pour obtenir la réflexion de Bragg, b) de permettre de topographier des cristaux même haute-

ment déformés par suite d'une adaptation de la longueur d'onde à la rotation du réseau.

3) Le faisceau de rayons X est quasi-parallèle. Cela permet d'éloigner la plaque photo de l'échantillon, sans perte de résolution spatiale

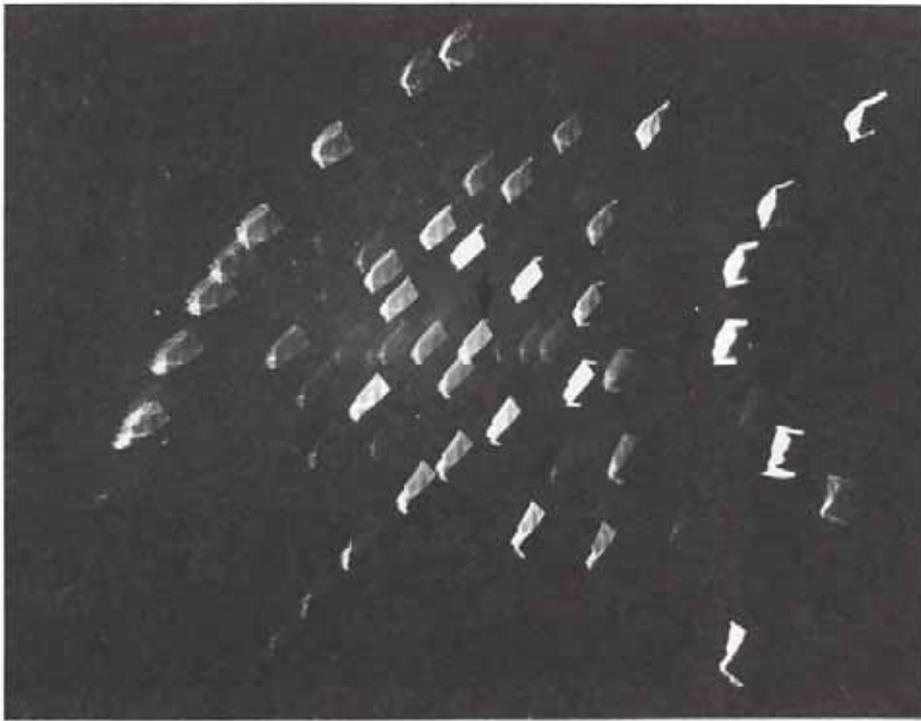


Fig. 1 : Cristal d'alumine α déformée de 0,5 % à 1 450 °C. Diagramme de Laue obtenu par réflexion de rayons X avec le rayonnement synchrotron de L.U.R.E. (temps de pose = 4 sec.) : le faisceau tombe sous une incidence donnée sur l'échantillon monocristallin qui est fixe. Chaque série de plans du réseau sélectionne une longueur d'onde appropriée pour diffracter, ce qui explique la multiplicité des taches ; chaque tache est une image du cristal. Sur l'agrandissement d'une tache présenté ici ($G = 10$) on peut observer des traits parallèles qui sont les traces de plans de glissement et des courbes noires qui sont des fissures produites lors du refroidissement de l'échantillon.



L'évolution schématique de la microstructure d'un cristal au cours d'un essai de déformation est montrée sur la figure 2. Après une phase où le glissement est très actif (fig. 2a), les dislocations s'arrangent en parois de façon à minimiser l'énergie emmagasinée par le cristal (fig. 2b). C'est l'étape intermédiaire avant la formation d'une sous-structure polygonisée (fig. 2c) où le monocristal est transformé en polycristal, les grains ayant toutefois une désorientation cristallographique assez faible. Les surfaces séparant les grains sont ici constituées de réseaux plus ou moins denses de dislocations qu'on appelle des joints de grains. Dans cet état polygonisé on admet généralement que la déformation peut se poursuivre selon deux modes : selon le premier mode les sources de dislocations sont activées à l'intérieur des grains et la déforma-

tion est due au glissement des dislocations émises qui s'annihilent dans les joints de grain. La sous-structure de polygonisation est alors assez stable et varie difficilement même en modifiant les conditions expérimentales (contrainte, température). Selon l'autre mode, la déformation du matériau est due principalement à la migration des joints de grains : on peut alors s'attendre à ce que la sous-structure de polygonisation soit assez instable et qu'en particulier la taille des grains s'adapte rapidement à des changements de conditions expérimentales. Toutes ces propositions sont basées sur des observations après essais mécaniques à chaud ; elles ne sont pas toujours compatibles. Il est clair que la topographie de rayons X « in situ » est susceptible d'en étayer certaines. Un dispositif pour faire des essais de compression sous

due à la divergence du faisceau comme pour un générateur conventionnel. On peut ainsi intercaler les équipements nécessaires pour réaliser l'essai mécanique en même temps que la topographie de rayons X.

déformation à haute température et polygonisation

Nous avons vu dans l'encadré que le processus de déformation plastique le plus facile pour un cristal soumis à une contrainte se fait par glissement de dislocations. Une fraction de celles-ci s'élimine à la surface du cristal en laissant des marches tandis que d'autres s'accumulent dans des empilements, conduisant à un accroissement de leur densité qui tend vers une valeur limite. A haute température les mouvements de dislocations hors du plan de glissement sont plus faciles, ce qui favorise les mécanismes d'annihilation et permet à un régime stationnaire de s'établir.

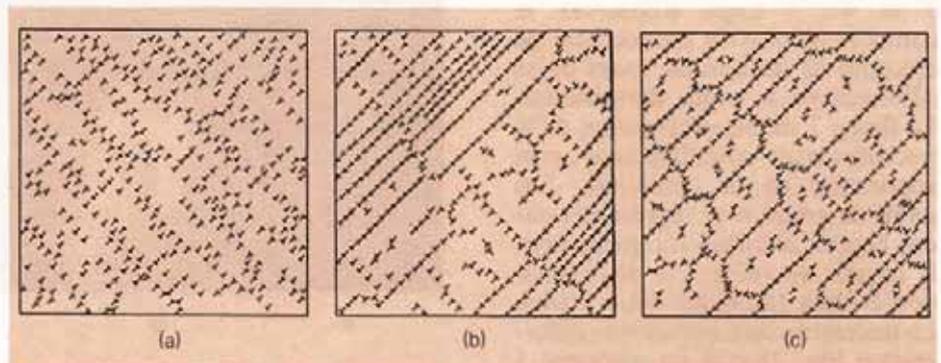


Fig. 2 : Représentation schématique du processus de déformation plastique à haute température. (a) Début de la déformation : phase de glissement très actif ; (b) Les dislocations se sont assemblées en parois ou sous-joints et ont formé une sous-structure ; (c) La répartition des sous-joints est homogène et les grains sont faiblement désorientés ; cet état est appelé polygonisé.

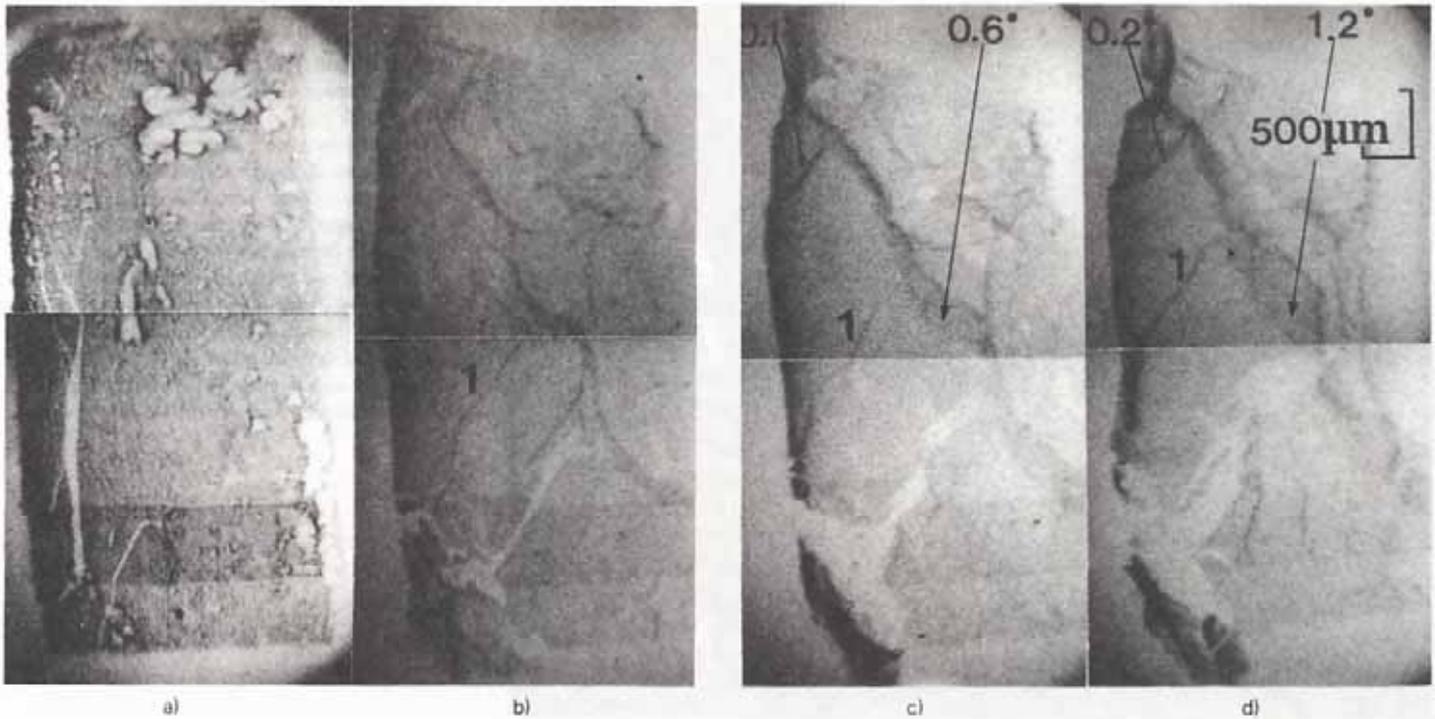


Fig. 3 : Cristal de chlorure de sodium : topographies avec le rayonnement synchrotron au cours d'un essai de déformation plastique à 630° C avec une contrainte appliquée de 0,76 MPa (temps de pose pour chaque topographie $t = 15$ sec.). Il s'agit d'observer ici les changements de microstructure dès le début de la déformation, c'est-à-dire quand la contrainte vient d'être appliquée. Les parois de dislocation sont représentées par des bandes blanches ou grises. a) Etat initial non déformé, b), c), d), formation et migration des parois de dislocations. La déformation en d) est de 6%.

contrainte constante à chaud a été construit spécialement pour travailler au LURE et permettre la réalisation de clichés du type de ceux de la figure 1. Les cristaux de chlorure de sodium examinés jusqu'ici, sont placés entre deux pistons d'alumine au centre d'un four à résistor en graphite balayé par un flux d'hélium. Des fenêtres laissent passer le faisceau de rayons X et permettent de recueillir les rayons réfléchis par l'échantillon.

Deux exemples sont montrés figures 3 et 4 : il s'agit d'observer le comportement d'un monocristal de chlorure de sodium au cours de sa déformation à haute température. La figure 3 montre l'évolution de la microstructure cristalline juste après application de la contrainte. Les joints de grains sont représentés par des bandes blanches ou grises dont la largeur est reliée à la désorientation cristallographique entre grains. La microstructure induite par déformation (fig. 3b-c-d) est analogue à celle schématisée fig. 2b et n'a pas de relation avec la microstructure initiale fig. 3a. On a pu mesurer les vitesses de migration des parois et constater qu'elles diminuent quand

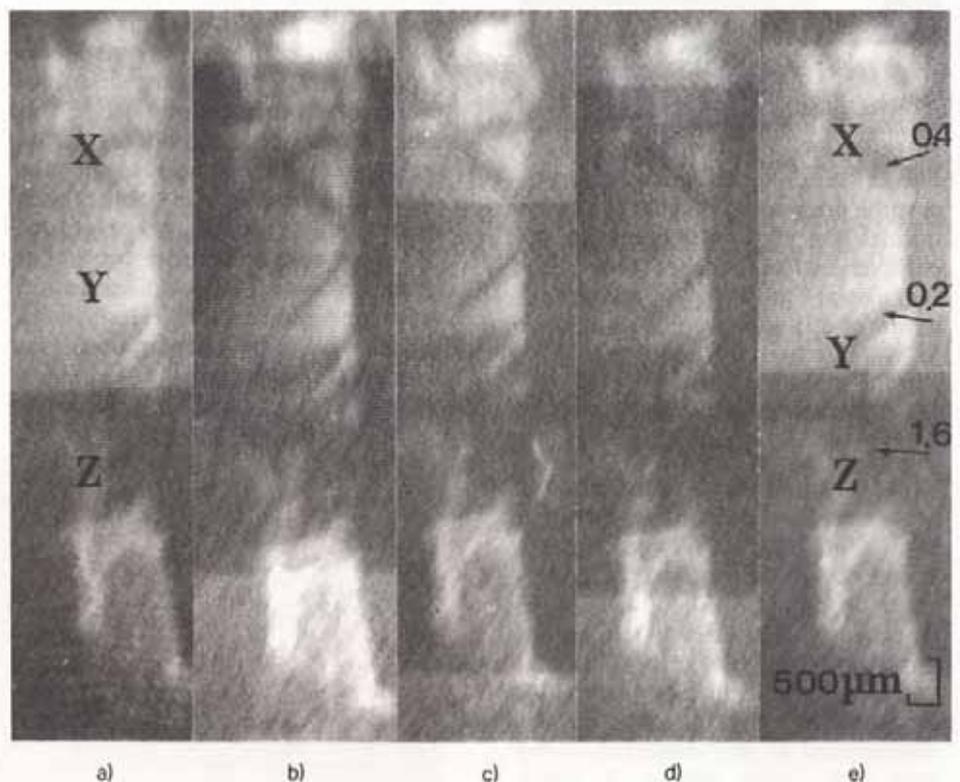


Fig. 4 : Cristal de chlorure de sodium déformé de 6% à 740° C sous contrainte $\sigma = 0.35$ MPa. Nous sommes ici dans l'état polygonisé, c'est-à-dire un état qui fait suite à celui montré sur la figure 3 : une microstructure stable et formée de sous-grains s'est établie. On voit ici 2 gros sous-grains imagés en blanc. Le but est l'observation de la migration des parois noires apparues en X et Y. Y sera ensuite absorbée dans le sous-joint principal Z. Cette séquence d'une durée totale de 3 minutes a été photographiée sur l'écran T.V., ce qui explique sa mauvaise résolution.

la déformation augmente alors que les désorientations entre sous grains augmentent au contraire. Ces résultats nous ont conduit à interpréter les premiers stades de la déformation en termes de migration de sous joints.

Des événements très rapides comme celui de la figure 4 sont aussi observés. Nous nous trouvons ici dans le cas d'une structure polygonisée analogue à celle de la figure 2c. Des sous joints de grains apparaissent ($x - y$) se déplacent et disparaissent par absorption dans le sous joint principal (z). Cette séquence a duré seulement trois minutes et a pu être enregistrée sur l'écran T.V. Nous avons interprété ici la déformation comme étant liée à des créations et annihilations de sous joints au sein d'une sous structure stable dans l'état polygonisé.

Ces expériences ont permis de suivre directement la formation et l'évolution de la microstructure liée à la déformation plastique à haute température, et ont montré le rôle important joué par la migration des sous joints.

recristallisation en phase solide

Une structure telle que celle représentée fig. 2c peut évoluer en fonction de la température, les grains pouvant se scinder ou augmenter de taille de façon continue. Le phénomène de recristallisation en phase solide est assez mal connu et peut être observé « in situ » à l'aide de la topographie avec le rayonnement synchrotron. Cette technique constitue un outil de choix pour étudier la croissance des grains car elle permet d'observer les mouvements d'interface sur plusieurs millimètres. Une chambre à ultravide a été construite spécialement pour s'adapter au rayonnement synchrotron et des informations originales ont été obtenues dans le cas de l'aluminium, contribuant à une meilleure compréhension du mécanisme de recristallisation des métaux. Parmi les résultats nous mentionnerons le cas où la croissance des grains se fait librement ; on peut observer un facetage tridimensionnel et les vitesses de croissance des joints de grains facetés dépendent de l'orientation cristallographique des faces. C'est seulement quand ils rencontrent des obstacles pendant leur croissance que les joints de grain deviennent courbes et prennent la forme qu'ils ont, par exemple, dans les tôles

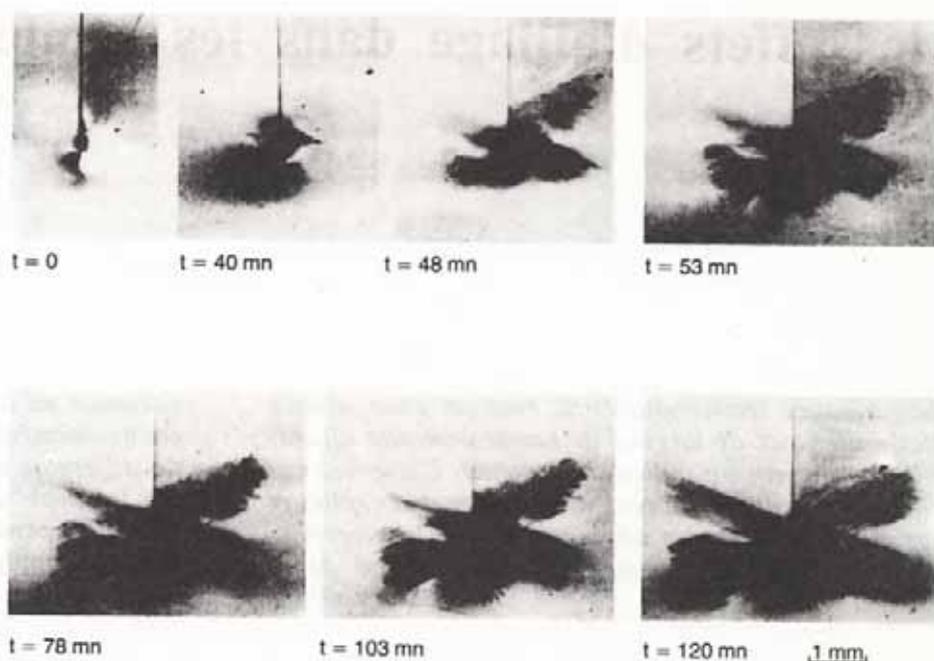


Fig. 5 : Croissance de la zone plastique à 800° C autour de l'extrémité d'une fissure dans le silicium sous contrainte ; topographies X avec le rayonnement synchrotron. La contrainte a été augmentée par paliers :

$K_I = 0.25 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$ de $t = 0$ à $t = 43 \text{ mn}$.
 $K_I = 0.66 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$ de $t = 43$ à $t = 105 \text{ mn}$.
 $K_I = 0.77 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$ à partir de $t = 105 \text{ mn}$
 (K_I : facteur d'intensité de contrainte).

comme nous avons l'habitude de voir. La courbure du joint de grain correspond à une tentative faite par les grains pour entourer ou absorber un obstacle.

émission de dislocations en tête de fissure

La rupture d'un solide se fait par propagation d'une fissure sous l'effet de la contrainte, qui se trouve amplifiée au voisinage de l'extrémité de cette fissure. Dans un solide élastique sous contrainte, cela se produit lorsque l'énergie de surface créée par le déplacement de la fissure est égale à la diminution d'énergie élastique. Il est toutefois possible que cette concentration de contrainte provoque une déformation plastique au voisinage de l'extrémité de la fissure, modifiant par conséquent le champ de contrainte et par suite tout le processus de rupture.

Le développement de cette zone plastique a été observé in situ pour le silicium par topographie en transmission. Un dispositif spécial a été conçu pour travailler avec le rayonnement synchrotron ; il comprend essentiellement un four dans lequel se trouve un système de traction des éprouvettes. Le faisceau de rayons X est rendu monochromatique par

diffraction sur un cristal de germanium qui sélectionne une longueur d'onde de 0,08 nm. Les temps de pose sont de 15 à 30 secondes.

Une éprouvette de silicium monocristallin est fissurée à température ordinaire, où son comportement est parfaitement fragile ; il n'y a pas formation d'une zone plastique. Elle est ensuite portée à 800 °C et chargée à des contraintes inférieures à celle de propagation de la fissure. Les dislocations se multiplient et se propagent sur les plans de glissement du silicium (fig. 5). La cinétique est très rapide au début, puis la dimension de la zone plastique tend à se stabiliser. Les dislocations peuvent parvenir jusqu'à plusieurs millimètres de la tête de fissure et les observations permettent de déterminer leur vitesse et la force qui les fait glisser, conduisant à une meilleure connaissance de l'état de contrainte en tête de fissure. Ces résultats amèneront à une meilleure compréhension des mécanismes de rupture en particulier dans le cadre de l'utilisation à haute température de matériaux céramiques fragiles.

Article proposé par J. Castaing, Tél. : 534-75-50, E. Fries