EDSP
École Doctorale
Sciences Pratiques

ENS CACHAN

ENSC–20XX/XXX

THÈSE DE DOCTORAT
DE
L'ÉCOLE NORMALE SUPÉRIEURE DE CACHAN

Présentée par

Adrien Guery

pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'ÉCOLE NORMALE SUPÉRIEURE DE CACHAN

Domaine

MÉCANIQUE – GÉNIE MÉCANIQUE – GÉNIE CIVIL

Sujet de la thèse

Développement d'une méthode de corrélation d'images numériques adaptée aux mesures cinématiques dans les polycristaux : application à l'identification de paramètres de lois de plasticité cristalline

Soutenue à Cachan le 14 novembre 2014 devant le jury compose de :

Jérôme Crépin	Maître de Recherches, Mines Paristech	Rapporteur
Marc Geers	Professeur, Technische Universiteit Eindhoven	Rapporteur
Pierre Suquet	Directeur de Recherche CNRS, LMA	Examinateur
Véronique Aubin	Professeure, Ecole Centrale de Paris	Examinatrice
Jérôme Weiss	Directeur de Recherche CNRS, LGGE	Examinateur
François Hild	Directeur de Recherche CNRS, LMT-Cachan	Directeur de thèse
Félix Latourte	Ingénieur Chercheur, EDF R&D	Co-encadrant

LMT-Cachan
ENS Cachan / CNRS / UPMC / PRES UniverSud Paris
61, avenue du Président Wilson, F-94235 Cachan cedex, France

Table des matières

Table des matières i

Table des figures v

Liste des tableaux xv

Introduction 1

1 Le matériau étudié 9
- 1.1 Utilisation et caractérisation microstructurale . . . 10
  - 1.1.1 Aciers inoxydables austénitiques dans les réacteurs à eau pressurisée . . . 10
  - 1.1.2 Microscopie électronique à balayage . . . 10
  - 1.1.3 Systèmes de glissement du monocristal CFC . . . 13
- 1.2 Matériau de l'étude . . . 16
  - 1.2.1 Composition chimique . . . 16
  - 1.2.2 Microstructure à l'état de réception . . . 16
  - 1.2.3 Laminage et traitement thermique . . . 17
  - 1.2.4 Préparation d'éprouvettes de traction *in situ* . . . 19
- 1.3 Conclusions . . . 19

2 Mesures de champs cinématiques à partir d'images MEB 21
- 2.1 Avant-propos . . . 22
- 2.2 Mesures de champs par corrélation d'images numériques . . . 22
  - 2.2.1 Principe général . . . 22
  - 2.2.2 Présentation de l'approche globale . . . 23
- 2.3 Dépôt d'une texture artificielle et aspects métrologiques associés . . . 24
  - 2.3.1 Motivations . . . 24
  - 2.3.2 Dépôt d'un mouchetis d'or par microlithographie . . . 26
  - 2.3.3 Résolution de mesure . . . 28
  - 2.3.4 Quantification de l'erreur systématique de marquage et d'imagerie . . . 29
- 2.4 Régularisation mécanique de la corrélation d'images numériques . . . 30
  - 2.4.1 Principe général . . . 30
  - 2.4.2 Performance en termes de résolution spatiale . . . 33
  - 2.4.3 Performance en termes d'incertitude de mesure . . . 34
  - 2.4.4 Lois de comportement utilisées pour la régularisation . . . 36
- 2.5 Essais de traction *in situ* . . . 39
  - 2.5.1 Présentation de la technique expérimentale . . . 39
  - 2.5.2 Maillage non-structuré s'appuyant sur la microstructure . . . 42

2.5.3 Analyse d'une série d'images . . . 46
2.5.4 Effets de taille de grain et d'échelle d'observation . . . 62
2.6 Conclusions . . . 66

3 Simulation par éléments finis des essais *in situ* 67
3.1 Avant-propos . . . 68
3.2 Modélisations de l'élastoplasticité d'un monocristal . . . 68
3.2.1 Elasticité cubique . . . 68
3.2.2 Différentes approches de plasticité cristalline . . . 69
3.2.3 Modèles étudiés . . . 70
3.3 Modélisation d'un agrégat polycristallin . . . 74
3.3.1 Approches existantes . . . 74
3.3.2 Influence de la microstructure sous-jacente . . . 76
3.3.3 Choix d'une approche 3D, quasi 2D ou 2D . . . 81
3.3.4 Conditions aux limites expérimentales . . . 84
3.4 Résultats de la simulation des essais *in situ* . . . 86
3.4.1 Paramètres de la résolution numérique . . . 86
3.4.2 Identification d'un jeu initial de paramètres par homogénéisation . . . 86
3.4.3 Champs cinématiques simulés . . . 93
3.4.4 Confrontation des lois de plasticité cristalline . . . 94
3.4.5 Confrontation multiéchelle du comportement local et macroscopique . . . 98
3.5 Corrélation entre le glissement et l'orientation cristallographique . . . 106
3.5.1 Facteurs de Schmid . . . 106
3.5.2 Glissement sur les systèmes activés . . . 109
3.5.3 Traces de glissement sur la surface . . . 113
3.5.4 Discussion . . . 115
3.6 Conclusions . . . 115

4 Identification par approche inverse 117
4.1 Méthodes existantes . . . 118
4.1.1 Méthodes d'identification par approche inverse . . . 118
4.1.2 Méthode de recalage du modèle par éléments finis . . . 119
4.1.3 Contexte de la plasticité cristalline . . . 120
4.2 Identification à partir de champs de déplacement . . . 121
4.2.1 Méthode proposée . . . 121
4.2.2 Paramètres d'écrouissage isotrope . . . 123
4.2.3 Coefficients de la matrice d'interaction entre systèmes de glissement . . . 134
4.3 Identification à partir de champs de déplacement et d'efforts . . . 141
4.3.1 Méthode proposée . . . 141
4.3.2 Etude sur un cas-test . . . 142
4.3.3 Paramètres d'écrouissage isotrope . . . 145
4.4 Conclusions . . . 152

Conclusions et perspectives 155

Bibliographie 159

A Plan d'une éprouvette de traction *in situ* **179**

B Tirage aléatoire d'orientations cristallographiques suivant une distribution uniforme **181**

C Distorsions liées à la technique de dépôt de mouchetis et à l'imagerie MEB **183**

Table des figures

1 Modélisation multiéchelle et multiphysique du projet PERFORM 60 [Leclercq *et al.*, 2010] . . . 3
2 Déformation longitudinale mesurée à la surface d'un alliage Al-Mg pour une déformation macroscopique de 2.5 % [Pouillier, 2011] . . . 5
3 Schéma de la procédure d'identification de paramètres de lois de plasticité cristalline 7

1.1 Schéma de l'interaction du faisceau d'électrons incidents avec la matière, reproduit d'après [GN-MEBA Groupe et Brisset, 2008] . . . 11
1.2 Image MEB en SE (a) et BSE (b) de la surface d'une éprouvette mouchetée déformée à 25% . . . 12
1.3 Schéma de l'obtention d'un diagramme de Kikuchi (a), issu de [Baudin, 2010], et exemple de diagramme de Kikuchi pour une phase austénitique (b) . . . 12
1.4 Maille cristallographique de la structure cubique à face centrée . . . 13
1.5 Schéma de l'interactions entre une dislocation primaire (lignes en rouge) et des dislocations de la forêt (lignes en noir), issu de [Schwartz, 2011] . . . 14
1.6 Schéma d'un verrou de Lomer matérialisé par le segment PQ entre deux dislocations se propageant sur des plans différents, issu de [Dupuy et Fivel, 2002] . . . 16
1.7 Analyse optique de la microstructure de la tôle à l'état de réception . . . 17
1.8 Photographie du dispositif de traction *in situ*. La barre d'échelle fait 10 mm . . . 19

2.1 Histogramme des niveaux de gris (a) et fonction d'autocorrélation normée (b) du bruit d'acquisition entre deux images BSE. Sur cette seconde figure, une faible corrélation spatiale d'une portée de deux pixels peut être observée dans la direction y de balayage du faisceau du MEB . . . 24
2.2 Image MEB en SE (a) et BSE (b) de la surface d'une éprouvette polie. La barre d'échelle fait 50 µm . . . 25
2.3 Image BSE du mouchetis obtenu par remodelage d'une couche d'or. La barre d'échelle fait 10 µm . . . 25
2.4 Image MEB en BSE des mouchetis des éprouvettes E_{1000+} (a) et C_{10} (b). La barre d'échelle fait 50 µm . . . 26
2.5 Image BSE du mouchetis de l'éprouvette C_{10} (a), et images SE d'un motif (b) et du mouchetis à plus fort grandissement (c) et (d) sur cette même éprouvette, après une déformation macroscopique de 25 %. La barre d'échelle fait 10 µm . . . 27
2.6 Incertitude de mesure du déplacement en pixels suivant la direction horizontale (a), et verticale (b), et résidu de corrélation η_c en niveaux de gris (c). Les axes spatiaux sont exprimés en pixels dont la taille physique est 240 nm . . . 28
2.7 Evolution au cours du temps de l'incertitude de mesure du déplacement (a) et du résidu de corrélation $\hat{\eta}_c$ (b). La taille physique du pixel est 240 nm . . . 28

2.8 Schéma de la décomposition de chacune des k mesures de déplacement en un champ des distorsions d'imagerie, une rotation et un champ des distorsions de marquage 29
2.9 Distorsions d'imagerie MEB suivant la direction horizontale (a) et verticale (b), et erreurs de marquage suivant la direction horizontale (c) et verticale (d) à convergence de la minimisation. Les champs sont exprimés en pixels dont la taille physique est de 80 nm 30
2.10 Mesure d'un même champ de déplacement horizontal en pixels avec un maillage d'éléments T3 de taille caractéristique 80 pixels sans régularisation (a), 40 pixels sans régularisation (b), 40 pixels avec régularisation ($\xi = \xi_b$ = 120 pixels) (c). Un pixel vaut de 130 nm 34
2.11 Evolution de l'incertitude en déplacements (a) et du résidu de corrélation (b) en fonction de la valeur de la longueur ξ, à partir de différentes valeurs initiales et pour $\xi_b = 2\xi$. Evolution de l'incertitude en déplacements pour différentes valeurs du rapport ξ_b/ξ (c) 35
2.12 Ecart entre les champs de déformation normale mesurés par corrélation régularisée avec l'élasticité isotrope et avec l'élasticité cubique, sur l'éprouvette E_{1000+} à 5 % de déformation macroscopique, selon la direction longitudinale (a) et transverse (b). Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres 38
2.13 Effort appliqué en fonction de l'allongement imposé au cours de l'essai de traction sur l'éprouvette A_{70} 40
2.14 Estimation discrète de la composante temporelle du champ de déplacement mesuré au cours de la relaxation à 2 % de déformation (points) et interpolation exponentielle (trait plein) 41
2.15 Cartographie IQ (a) et image MEB en SE (b) avant le traitement d'image, et après respectivement (c) et (d), pour l'éprouvette E_{1000+} 43
2.16 Résidus de corrélation en niveaux de gris correspondant à la mesure de corrélation d'images entre la cartographie IQ (Figure 2.15c) et l'image SE (Figure 2.15d). Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres 44
2.17 Cartographie IPF et des joints de grains (gauche), cartographie IQ (centre), et maillage recalé sur l'image SE du mouchetis (droite) pour les différentes éprouvettes. Les barres d'échelles font 100 µm 45
2.18 Procédure de corrélation d'images par actualisation du maillage et de l'image de référence 46
2.19 Différence $|\eta_c^2| - |\eta_c^1|$ en niveaux de gris entre les résidus de corrélation du premier calcul η_c^1 et ceux du second η_c^2, calculés entre la première et la dernière image de l'essai sur l'éprouvette A_{70}. Les axes spatiaux sont exprimés en pixels dont la taille physique est 150 nm 47
2.20 Evolution des champs de déplacement et de déformation, selon les directions horizontale (direction de traction) y et verticale x, mesurés pour l'éprouvette A_{70}. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres 49
2.21 Evolution des champs de déplacement et de déformation, selon les directions horizontale (direction de traction) y et verticale x, mesurés pour l'éprouvette B_{10}. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres 50

2.22 Evolution des champs de déplacement et de déformation, selon les directions horizontale (direction de traction) y et verticale x, mesurés pour l'éprouvette C_{10}. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres 51
2.23 Evolution des champs de déplacement et de déformation, selon les directions horizontale (direction de traction) y et verticale x, mesurés pour l'éprouvette D_{50}. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres 52
2.24 Evolution des champs de déplacement et de déformation, selon les directions horizontale (direction de traction) y et verticale x, mesurés pour l'éprouvette E_{1000+}. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres 53
2.25 Evolution de $\tilde{g}$, l'image déformée corrigée du déplacement mesuré, et du résidu de corrélation pour l'éprouvette E_{1000+}. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres 56
2.26 Numérotation et couleur attribuées à chaque macle de l'éprouvette E_{1000+} (a). Evolution moyenne par macle du résidu de la corrélation en niveaux de gris en fonction de la déformation équivalente (b) 57
2.27 3 premiers modes temporels (a) et spatiaux (b), (c) et (d) de la décomposition discrète de Karhunen-Loève des résidus de corrélation en niveaux de gris sur l'ensemble de la région d'intérêt. Les axes des champs sont en micromètres 58
2.28 Mesure EBSD d'une borne inférieure de la densité de dislocations sur les trois systèmes de glissement dans le plan pour un monocristal de nickel déformé par indentation, issu de [Dahlberg *et al.*, 2014] 59
2.29 Saut de déplacement aux joints de macles à 10 % de déformation macroscopique. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres 60
2.30 Norme du saut de déplacement à 10 % de déformation macroscopique en fonction de l'incertitude de mesure à chaque nœud des joints. La droite bleue correspond à $\|\Delta \boldsymbol{u}\| = |\sigma_u|$ 61
2.31 Champ de déformation longitudinale à 10 % de déformation macroscopique avec (a) et sans (b) continuité des déplacements aux joints de macles 61
2.32 Comparaison du niveau moyen des résidus (en % de la dynamique) obtenus avec ou sans continuité des déplacements 62
2.33 Courbe contrainte-déformation macroscopique expérimentale pour les cinq essais 63
2.34 Identification de la loi Hall-Petch (trait plein) à partir des valeurs expérimentales de la limite élastique (points) 63
2.35 Probabilité cumulée pour les distributions de déformation longitudinale correspondant aux champs mesurés par corrélation d'images pour une déformation moyenne d'environ 5 % pour les microstructures A_{70}, C_{10} et D_{50}. Pour chaque courbe, le quantile à 90 % est indiqué par une ligne en traits pointillés 64
2.36 Evolution du ratio du quantile à 99 % sur la déformation moyenne des distributions de déformation longitudinale pour les microstructures A_{70}, C_{10} et D_{50} 64
2.37 Probabilité cumulée pour les distributions de déformation longitudinale pour une déformation moyenne d'environ 5 %, pour une même taille de région d'intérêt (400×400 µm^2) mais des tailles moyennes de grain différentes (a), pour une même taille moyenne de grain mais des tailles de région d'intérêt différentes (200×200 µm^2 en bleu, et 100×100 µm^2 en rouge) (b). Pour chaque distribution, le quantile à 90 % est indiqué par une ligne en traits pointillés 65

3.1 Principales étapes de la formation d'un agrégat polycristallin 3D issues de [St-Pierre *et al.*, 2008] : segmentation de la surface de référence en ellipses (a), passage à des ellipsoïdes (b), adaptation des ellipsoïdes dans le volume (c), création des grains (d) 75
3.2 Erosion progressive depuis la face arrière $\{x = 1\}$ de l'agrégat cristallin (a) et nombre de grains sous-jacents en fonction du pourcentage de l'épaisseur de l'agrégat restant après érosion (b) 77
3.3 Champ de déformation dans la direction de traction z sur la face $\{x = 0\}$ pour une déformation macroscopique de 1 % obtenu avec 100 % (a), 50% (b) et 10 % (c) de l'épaisseur du cube et pour le calcul quasi 2D (d). Les axes y (horizontal) et z (vertical) sont adimensionnés 78
3.4 Différence entre le champ de déformation dans la direction de traction z sur la face $\{x = 0\}$ pour une déformation macroscopique de 1 % obtenu par le calcul de référence et celui obtenu avec 50 % (a) et 10 % (b) de l'épaisseur du cube et pour le calcul quasi 2D (c). Evolution de la moyenne du champ surfacique de la différence équivalente des déformations en fonction du pourcentage de l'épaisseur de l'agrégat restant après érosion (d) 79
3.5 Grain sous-jacent considéré (a) et les orientations de son axe z_g considérées pour les différents calculs sur le cube (b) 80
3.6 Différence entre le champ de déformation dans la direction de traction z sur la face $\{x = 0\}$ pour une déformation macroscopique de 1 % obtenu avec le jeu i_0 d'angles d'Euler et celui obtenu avec les jeux i_1 (a) et i_6 (b). La projection sur cette face du contour du grain qui change d'orientation est tracé en noir sur ces figures. Evolution de la moyenne du champ surfacique de la différence équivalente des déformations en fonction du jeu d'angles d'Euler considéré (c) 80
3.7 Cartographies IPF et des joints de grains (tracés en noir) du centre des deux faces de l'éprouvette et sur toute sa largeur. Les points A et B ont les mêmes coordonnées (x,y) sur leur face respective. La barre d'échelle fait 200 µm 81
3.8 Joints de macles extrudés perpendiculairement en noir, avec un angle d'environ 30° par rapport à la normale à la surface en rouge (a). Ecart en valeur absolue entre les déplacements surfaciques simulés avec ce maillage et avec un maillage où tous les joints sont extrudés perpendiculairement, pour une déformation macroscopique de 2.5 %, suivant la direction horizontale (b) et verticale (c). Les axes spatiaux et les déplacements sont exprimés en micromètres. Les joints de macles sont tracés en blanc sur ces deux dernières figures 83
3.9 Ecart en valeur absolue entre les approches 2D et quasi 2D sur les déplacements surfaciques obtenus pour une déformation macroscopique de 2.5 %, suivant la direction horizontale (a) et verticale (b). Les axes spatiaux et les déplacements sont exprimés en micromètres. Les joints de macles sont tracés en blanc sur ces figures 84
3.10 Extraction comme conditions aux limites des déplacements nodaux mésurés par corrélation d'images. En rouge le chargement est en traction, en bleu en compression 85
3.11 Exemple de l'une des composantes des déplacements (en µm) mesurés sur l'un des bords sans régularisation (a) et avec régularisation avec ξ et ξ_b égales à 4 fois la longueur caractéristique du maillage (b). Les déplacements sont tracés en fonction de l'indice du nœud du bord 85

3.12 Contrainte macroscopique expérimentale en fonction de la déformation longitudinale correspondant à la moyenne du champ mesuré par corrélation d'images (en rouge, avec l'incertitude de mesure) ou à la prise en compte du déplacement de la traverse de la platine (en noir) pour l'éprouvette A_{70}. La partie élastique de cette dernière est corrigée en considérant le module d'Young obtenu par homogénéisation (en bleu) 88
3.13 Sensibilité de l'effort calculé par homogénéisation par rapport à une perturbation de 20 % de chacun des paramètres de l'écrouissage isotrope de la loi de Méric et Cailletaud 89
3.14 Courbe contrainte-déformation expérimentale de référence (Exp.) et celle obtenue par homogénéisation (B.Z.) à convergence de l'algorithme de recalage des paramètres r_0 et qb pour chacune des éprouvettes 90
3.15 Identification de la loi Hall-Petch (trait plein) à partir des valeurs identifiées par homogénéisation de la limite d'écoulement r_0 (points) 91
3.16 Sensibilité de l'effort calculé par homogénéisation par rapport à une perturbation de 20 % de chacun des paramètres de l'écrouissage isotrope de la loi DD-CFC . . 92
3.17 Champs de déplacement et de déformation, selon les directions horizontale (direction de traction) y et verticale x simulés pour les différentes microstructures avec la loi de Méric et Cailletaud et pour une déformation macroscopique d'environ 5 %. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres 94
3.18 Grandissements du champ de déformation ε_{yy} de la Figure 3.17 pour les microstructures A_{70} (a) et C_{10} (b) mettant en évidence des effets des conditions aux limites 95
3.19 Différence entre les lois de Méric et Cailletaud et DD-CFC sur le champ de déplacement (en µm) selon les directions de traction (a) et transverse (b) et sur le champ de déformation (en µm/µm) selon les directions de traction (c) et transverse (d) pour la microstructure C_{10} et pour une déformation macroscopique d'environ 5 %. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres 96
3.20 Champ de déformation selon la direction de traction obtenu avec la loi de Méric et Cailletaud (a), avec la loi DD-CFC (b) et expérimentalement (c) pour la microstructure C_{10} et pour une déformation macroscopique d'environ 5 %. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres 96
3.21 Ecart entre les champs de déplacement et de déformation mesurés et simulés avec chacune des deux lois, suivant les directions longitudinale y et transverse x pour la microstructure C_{10} et pour une déformation macroscopique d'environ 5 %. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres 97
3.22 Cartographie IPF et des joints de grains sur toute la largeur de l'éprouvette D_{50}. Le contour de la région d'intérêt dans laquelle ont été mesurés les déplacements est tracé trait plein en noir (ROI 1). La barre d'échelle fait 200 µm 99
3.23 Champ de déplacement dans la région ROI 1 issu du calcul sur la région ROI 1 selon les directions de traction (a) et transverse (b) et celui issu du calcul sur la région ROI 2 selon les directions de traction (c) et transverse (d) pour une déformation macroscopique d'environ 5 %. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres . 100
3.24 Courbe contrainte-déformation obtenue par moyenne des champs issus des calculs sur la région ROI 1 et sur région ROI 2, et courbe expérimentale de l'évolution de la contrainte appliquée en fonction de la moyenne des champs de déformation mesurés (Exp.) 101

3.25 Courbe contrainte-déformation obtenue par moyenne des champs issus des calculs sur la région ROI 2, par homogénéisation (B.Z.), par moyenne des calculs élémentaires avec l'hypothèse 2D (Voigt 2D), avec l'hypothèse 3D (Voigt 3D), et courbe expérimentale (Exp.) 102

3.26 Courbe contrainte-déformation obtenue par moyenne des champs issus des calculs sur la région ROI 1 avec l'hypothèse 2D, avec l'hypothèse 3D, et courbe expérimentale 103

3.27 Champ de contrainte longitudinale σ_{yy} (en MPa) en surface obtenu par le calcul sur la région ROI 1 avec l'hypothèse 2D (a) et avec l'hypothèse quasi 2D (b) pour une déformation macroscopique d'environ 5 % 103

3.28 Coupe suivant le plan médian de la direction de traction y des champs de contrainte σ_{yy} (a) et σ_{zz} (b) obtenus par le calcul sur la région ROI 1 avec l'hypothèse quasi 2D pour une déformation macroscopique d'environ 5 %. Les joints de la microstructure extrudée sont tracés en noir sur ces champs. Ensemble des profils suivant la profondeur z de σ_{yy} (c) et de σ_{zz} (d) de ces coupes respectives auxquels la valeur moyenne a été retranchée 104

3.29 Courbe contrainte-déformation obtenue par moyenne des champs issus d'un calcul d'agrégat 3D et d'un calcul d'homogénéisation avec le modèle de Berveiller-Zaoui 106

3.30 Facteur de Schmid pour le système de glissement $s = 10$ calculé en supposant une contrainte de traction uniforme selon la direction horizontale (a), et à partir du tenseur local des contraintes obtenu par simulation pour une déformation moyenne de 0.1 % (b), 0.5 % (c) et 1 % (d). Les joints de la microstructure sont tracés en noir sur ces champs. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres 108

3.31 Champ de l'indice s_I du système ayant le facteur de Schmid macroscopique le plus élevé (a), du système ayant le facteur de Schmid local le plus élevé (b) et du système de glissement principal (c) pour une déformation moyenne de 1 %. Les joints de la microstructure sont tracé en noir sur ces champs. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres 109

3.32 Evolution en un point matériel de la valeur absolue des douze glissements simulés (a). Fonctions de distribution cumulée du champ κ des quatre systèmes principalement activés obtenus par simulation pour une déformation macroscopique de 4 % (b). Evolution de la moyenne de ces distributions (c). Les barres verticales indiquent l'écart-type des distributions 111

3.33 Champ de l'indice s_I du système principalement activé pour une déformation moyenne de 1 % (a), 2 % (b) et 4 % (c). Champ simulé du glissement principal $\gamma^c_{s_I}$ pour une déformation moyenne de 1 % (d), 2 % (e) et 4 % (f). Champ expérimental du glissement principal $\gamma^e_{s_I}$ pour une déformation moyenne de 1 % (g), 2 % (h) et 4 % (i). Les joints de la microstructure sont tracés en noir sur ces champs. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres 112

3.34 Intersection du premier et du second système de glissement (segments rouge et bleu respectivement) avec le plan de l'image tracée pour une déformation moyenne de 4 % (a). La longueur des segments est proportionnelle à la déformation plastique cumulée correspondante. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres. Les joints de la microstructure sont tracés en noir sur ces champs. Image SE de la région d'intérêt acquise à la fin de l'essai de traction et corrigée du champ de déplacement mesuré (b). Quatre grandissements de ces deux figures sont présentés (c-j) 114

4.1 Schéma du principe de recalage du modèle par éléments finis, issu de [Grédiac et Hild, 2011] 119
4.2 Valeur absolue de la sensibilité du champ de déplacement calculé $|\boldsymbol{\delta u}_c|$ exprimé en nanomètres, pour une déformation moyenne d'environ 4 % et pour la microstructure A_{70}, par rapport à une perturbation de 20 % de chacun des paramètres r_0, b et q de la loi de Méric et Cailletaud, représentée suivant les directions longitudinale y et transverse x. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres 124
4.3 Evolution de l'écart quadratique moyen du champ $\boldsymbol{\delta u}_c$ correspondant à une perturbation de 20 % de chacun des paramètres r_0, b et q en fonction de la déformation moyenne 125
4.4 Maillage utilisé pour le cas-test 128
4.5 Evolution de la fonctionnelle χ_u en fonction de la valeur à chaque itération i de r_0 (a), et écart-type de la différence des déplacements calculés et de référence en fonction de la déformation macroscopique et pour chaque itération (b). L'échelle est semi-logarithmique, les valeurs nulles de l'écart-type ne sont pas représentées sur cette figure 128
4.6 Evolution de la fonctionnelle χ_u (a) et du paramètre r_0 (b) au cours des itérations de l'identification 129
4.7 Ecart-type de la différence des déplacements calculés et de référence en fonction de la déformation macroscopique et pour chaque itération 130
4.8 Evolution de la foncton coût χ_u (a) et de la valeur des paramètres identifiés (b) au cours des itérations de l'algorithme. L'axe des ordonnées associé à chaque paramètre est indiqué par une flèche 131
4.9 Ecart en valeur absolue entre les champs de déplacement mesuré et simulé avant l'identification et à convergence, suivant les directions longitudinale y et transverse x et pour une déformation macroscopique d'environ 5 %. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres 132
4.10 Champ de déformation selon la direction de traction obtenu par la simulation avant (a) et après (b) l'identification, et obtenu expérimentalement (c) pour une déformation macroscopique d'environ 5 %. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres 132
4.11 Champ de déformation selon la direction transverse obtenu par la simulation avant (a) et après (b) l'identification, et obtenu expérimentalement (c) pour une déformation macroscopique d'environ 5 %. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres 133
4.12 Comparaison entre la courbe contrainte-déformation expérimentale et celle obtenue par homogénéisation avec le jeu de paramètres initial et avec celui à convergence de l'identification des paramètres r_0 et b 133

4.13 Valeur absolue de la sensibilité du champ de déplacement calculé $|\boldsymbol{\delta u}_c|$ exprimé en nanomètres, pour une déformation moyenne d'environ 4 % et pour la microstructure A_{70}, par rapport à une perturbation de 20 % de chacun des coefficients de la matrice d'interaction, représentée suivant les directions longitudinale y et transverse x. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres 135
4.14 Evolution de l'écart quadratique moyen du champ $\boldsymbol{\delta u}_c$ correspondant à une perturbation de 20 % de chacun des coefficients de la matrice d'interaction en fonction de la déformation moyenne 136
4.15 Matrice de corrélation $[\boldsymbol{R}]$ des coefficients h_i (a) et sa valeur absolue (b). Les axes correspondent à l'indice i 137
4.16 Sensibilité de l'effort calculé par homogénéisation par rapport à une perturbation de 20 % de chacun des coefficients de la matrice d'interaction 138
4.17 Evolution au cours des itérations de l'identification de la foncton coût χ_u (a) et de la valeur des paramètres identifiés (b) 139
4.18 Comparaison entre la courbe contrainte-déformation expérimentale et celle obtenue par homogénéisation avec le jeu de paramètres initial, et avec celui à convergence de l'identification des coefficients de la matrice d'interaction 140
4.19 Evolution des fonctionnelles χ_u et χ_F (a), de la courbe contrainte-déformation macroscopique (b) et des paramètres r_0 (c) et q (d), au cours des itérations i de l'identification avec $w = 0.5$ 143
4.20 Evolution des fonctionnelles χ_u et χ_F (a), de la courbe contrainte-déformation macroscopique (b) et des paramètres r_0 (c), q (d) et b (e), au cours des itérations i de l'identification avec $w = 0.5$ 144
4.21 Comparaison entre la courbe contrainte-déformation expérimentale, et celle obtenue par homogénéisation avec le jeu de paramètres initial et avec celui à convergence de l'identification réalisée avec $w = 0.5$ 145
4.22 Evolution des fonctions coûts χ_u et χ_F (a) et de la valeur des paramètres r_0 (b) et de b (c) au cours des itérations de l'identification réalisée avec $w = 0.1$, $w = 0.01$ et $w = 0.001$ sur la microstructure A_{70} 146
4.23 Comparaison entre la courbe contrainte-déformation expérimentale, et celle obtenue par homogénéisation à convergence de l'identification sur la microstructure A_{70} pour différentes valeurs de w 147
4.24 Valeurs des paramètres r_0 et b identifiés sur la microstructure A_{70} en fonction de la valeur de w 147
4.25 Ecart en valeur absolue entre les champs de déplacement mesuré et simulé avant l'identification et à convergence pour les différentes valeurs de w, suivant les directions longitudinale y et transverse x et pour une déformation macroscopique d'environ 5 %. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres 148
4.26 Evolution des fonctons coûts χ_u et χ_F (a) et de la valeur de r_0 (b) et de b (c) au cours des itérations de l'identification avec $w = 0.01$ pour deux jeux de paramètres (r_0, b) initiaux différents 149
4.27 Evolution de χ_u (a), de χ_F (b), de r_0 (c) et du produit qb (d) au cours des itérations de l'identification de r_0 et b avec $w = 0.1$ pour différentes tailles moyennes de grain 150
4.28 Identification de la loi Hall-Petch (H.P.) à partir des valeurs de le limite d'écoulement r_0 (points) de référence (identifiées par homogénéisation) et de celles identifiées avec $w = 0.1$ 151

A.1 Plan d'une éprouvette de traction *in situ*. Les cotes sont données en millimètres . 180

B.1 Elément de surface d'une sphère unité 182

Liste des tableaux

1.1 Systèmes de glissement de la structure cubique à face centrée 13
1.2 Matrice d'intéraction symétrique entre systèmes de glissement du réseau CFC . . 15
1.3 Exemples de coefficients de la matrice d'interaction utilisés dans différentes études de dynamique des dislocations ou de plasticité cristalline avec la loi de Méric et Cailletaud [1991] 16
1.4 Composition chimique en %-massique de l'acier austénitique 316LN étudié . . . 17
1.5 Conditions de mesure de champs pour les cinq éprouvettes 18

2.1 Constantes d'élasticité cubique proposées par Ledbetter [1985] pour l'acier A316L 36
2.2 Incertitude de mesure de corrélation d'images pour les cinq éprouvettes étudiées avec les paramètres choisis pour la corrélation 47

3.1 Valeurs des paramètres de la loi de Méric et Cailletaud issues de [Guilhem, 2010] 72
3.2 Valeurs des paramètres de la loi DD-CFC issues de [Monnet, 2009] 74
3.3 Paramètres de l'élasticité isotrope du polycristal et de l'élasticité cubique du monocristal utilisés pour la simulation 87
3.4 Valeurs des paramètres de l'écrouissage isotrope de la loi de Méric et Cailletaud identifiés par homogénéisation sur la gamme de déformation de 0 à 20 % 91
3.5 Valeurs des paramètres de l'écrouissage isotrope de la loi DD-CFC identifiés par homogénéisation sur la gamme de déformation de 0 à 20 % 92

4.1 Ecart-type de l'incertitude de chaque paramètre d'écrouissage isotrope due à l'incertitude de mesure pour la microstructure A_{70} 126
4.2 Ecart-type de l'incertitude de chaque coefficient de la matrice d'interaction due à l'incertitude de mesure pour la microstructure A_{70} 137
4.3 Valeur des coefficients de la matrice d'interaction de référence et identifiés pour la microstructure A_{70} 139
4.4 Valeurs des paramètres d'écrouissage isotrope identifiés avec $w = 0.1$ pour différentes tailles moyennes de grain 151

Introduction

Les enjeux d'une modélisation micromécanique

La connaissance du comportement mécanique des matériaux métalliques utilisés dans les réacteurs des centrales nucléaires est primordiale afin de garantir la sûreté de l'exploitation des centrales. Il est nécessaire de comprendre l'endommagement et la rupture des matériaux utilisés pour la construction des composants de ces réacteurs. Expérimentalement, ce sont par exemple des mécanismes de clivage ou encore de rupture transgranulaire qui sont observés comme étant à l'origine des phénomènes de dégradation des matériaux. Pour appuyer ces observations avec des modèles mécaniques, il convient d'utiliser des méthodes de calcul appropriées et de se placer à une échelle adaptée. Si des techniques d'homogénéisation à champ moyen sont souvent suffisantes pour prédire le comportement moyen (ou effectif) d'un matériau, elles ne sont en revanche pas capables de fournir les champs mécaniques locaux à l'origine des phénomènes de dégradation du matériau. Des techniques d'homogénéisation à second gradient peuvent alors être utilisées pour rendre compte des fluctuations des champs dans les phases [Liu et Castañeda, 2004; Lahellec et Suquet, 2013] mais sans considérer les interactions entre phases. Ce sont en revanche les calculs en champ complet qui semblent être les mieux adaptés pour l'étude de phénomènes localisés résultant de ces interaction entre phases, comme par exemple aux joints de grains qui sont des sites souvent critiques pour la rupture. Des études sont ainsi réalisées pour comprendre par exemple les phénomènes de corrosion sous contrainte [Kamaya et Itakura, 2009; McMurtrey *et al.*, 2011; Couvant *et al.*, 2012], d'amorçage et de micropropagation de fissures de fatigue [Guilhem *et al.*, 2010; Schwartz *et al.*, 2010], ou encore de rupture intergranulaire [Diard *et al.*, 2005; Musienko et Cailletaud, 2009; Simonovski et Cizelj, 2013].

L'essor de la micromécanique est en partie lié au développement de nombreux outils expérimentaux permettant l'observation des phénomènes mécaniques se produisant à l'échelle microstructurale. Citons par exemple le Microscope Electronique à Balayage (MEB) pour une observation de la microstructure en surface ainsi que sa caractérisation par diffraction des électrons rétro-diffusés (EBSD pour Electron Back-Scattered Diffraction), le Microscope Electronique à Transmission (MET) ou encore la tomographie à rayons X pour une observation dans le volume. En parallèle, des avancées considérables ont été réalisées dans la modélisation du comportement des matériaux à cette échelle et les calculs de microstructures associés, allant de paire avec des méthodes numériques et des moyens de calcul plus performants. De nombreuses lois dites de plasticité cristalline ont ainsi vu le jour pour permettre une description fine des champs mécaniques locaux, par des méthodes basées sur la transformée de Fourier rapide (FFT) [Lebensohn *et al.*, 2008; Kanjarla *et al.*, 2012; Brenner et Suquet, 2013] ou par des méthodes éléments finis, comme par exemple le modèle de Méric et Cailletaud [1991] que nous utiliserons, ou beaucoup d'autres répertoriés dans le travail de revue de Roters *et al.* [2010].

A condition d'être validées à partir de données expérimentales, les lois de plasticité cristalline constituent un véritable outil d'analyse et de prévision. Elles permettent d'accéder à l'état de contrainte dans un polycristal sous sollicitation, une information particulièrement recherchée afin d'étudier les mécanismes de dégradation du matériau précédemment cités, et pratiquement inaccessible expérimentalement. Néanmoins, la validation de lois de comportement à cette échelle reste aujourd'hui difficile. La robustesse de ces lois en dépend, ainsi que les analyses et prévisions qui en découlent. Ainsi, un premier enjeu industriel des travaux présentés dans ce manuscrit s'inscrit dans cette démarche menée à EDF R&D d'enrichir la compréhension du comportement mécanique des polycristaux, en amont de l'étude des mécanismes d'endommagement des matériaux. L'objectif est de proposer une approche couplant des simulations numériques utilisant les lois de plasticité cristalline et des mesures expérimentales réalisées à l'échelle de la microstructure, afin de contribuer à une meilleure compréhension de la plasticité cristalline et d'identifier les paramètres de lois modélisant cette plasticité.

Du monocristal au polycristal : cadre du projet européen PERFORM 60

Les modèles prédictifs du comportement macroscopique des matériaux utilisés dans les réacteurs doivent pouvoir prendre en compte le vieillissement des matériaux, provoqué par exemple par l'irradiation. Pour permettre le lien entre les défauts d'irradiation se produisant à l'échelle atomique et la modification du comportement macroscopique qui en résulte, des approches multiéchelles et multiphysiques (Figure 1) sont développées dans le cadre du projet européen PERFORM 60 [Leclercq *et al.*, 2010] mené par EDF R&D et les autres principaux acteurs européens du nucléaire (CEA, SCK-CEN, SERCO, etc.). Les défauts induits aux tout premiers instants après l'irradiation sont étudiés par des calculs *ab initio* [Domain, 2006; Malerba *et al.*, 2010], puis utilisés pour prédire les modifications de la microstructure à plus long terme par des simulations Monte-Carlo. C'est ensuite par des simulations de dynamique moléculaire que l'interaction entre ces défauts et les dislocations est considérée [Rodney, 2004; Monnet, 2007]. A une échelle supérieure, le durcissement qui en résulte, qui est à prendre en compte dans les modèles de plasticité cristalline, est déterminé par des calculs de dynamique des dislocations [Queyreau *et al.*, 2010]. Enfin, l'impact sur la ténacité du matériau, qui conditionne la durée de fonctionnement opérationnel des composants du réacteur, est alors évalué par des techniques d'approche locale de la rupture [Beremin, 1983; Mudry, 1987] qui font appel au comportement plastique effectif ou encore par des approches micromécaniques reposant sur des calculs d'agrégats polycristallins [Vincent *et al.*, 2011; N'Guyen *et al.*, 2012]. Dans ce schéma multiéchelle, un intérêt tout particulier est porté dans ces travaux de thèse sur le passage du monocristal au polycristal. Si les modèles de plasticité cristalline sont inspirés de résultats de la dynamique des dislocations, ils le sont pour des milieux monocristallins infinis. Leur utilisation pour décrire le comportement d'un agrégat polycristallin demande à être validée par des confrontations avec des données expérimentales.

Dans ce contexte, le comportement des joints de grains ou de macles est encore mal compris et demeure un sujet de recherche majeur en micromécanique. Il a été montré par exemple que les interactions des dislocations avec les interfaces dans les polycristaux dépendent de la structure même de ces interfaces [Priester, 2001; Jiang *et al.*, 2013], ce qui a une influence sur le niveau des contraintes. Lorsqu'un polycristal se déforme plastiquement, une courbure du réseau cristallin est observée expérimentalement aux joints de grains [Ashby, 1970; Perrin *et al.*, 2010; Britton et Wilkinson, 2011; Jiang *et al.*, 2013]. Cette courbure du réseau induit une incompatibilité de la dé-

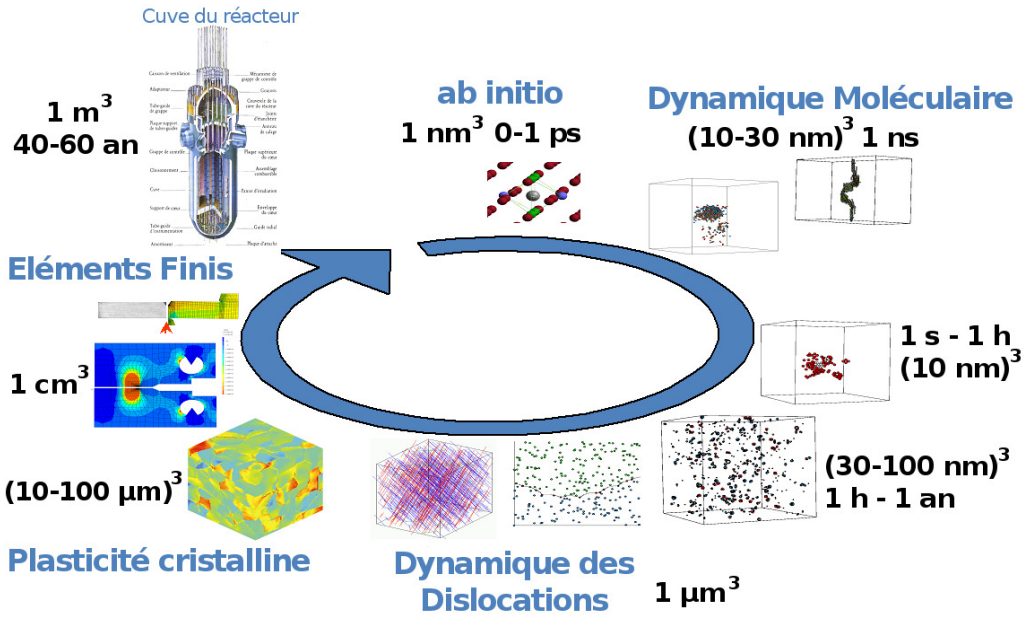


FIGURE 1 – Modélisation multiéchelle et multiphysique du projet PERFORM 60 [Leclercq *et al.*, 2010]

formation à proximité des interfaces, à l'origine d'un effet durcissant. Des modèles de plasticité à gradient [Fleck et Hutchinson, 1993; Gao *et al.*, 1999; Xue *et al.*, 2002; Gurtin, 2002] ou des modèles de milieux continus d'ordre supérieur [Forest *et al.*, 2000; Neff, 2006] parviennent à prendre en compte cette courbure du réseau grâce à la description des dislocations géométriquement nécessaires (GNDs pour Geometrical Necessary Dislocations), un concept introduit par Ashby [1970]. Parmi leurs applications possibles, nous pouvons citer l'étude de la plasticité au voisinage de la pointe d'une fissure [Perrin *et al.*, 2010], l'effet Hall-Petch [Forest *et al.*, 2000; Beaudoin *et al.*, 2000; Geers *et al.*, 2006; Evans et Hutchinson, 2009; Baker *et al.*, 2014], ou encore les effets de taille de grain sur les motifs de localisation de la déformation plastique [Cordero *et al.*, 2012]. L'échelle à laquelle sont observés les effets de taille de grain est généralement micrométrique [Guo *et al.*, 2014], ce qui est en accord avec les prévisions de nombreuses études numériques [Cheong *et al.*, 2005; Geers *et al.*, 2006; Taupin *et al.*, 2010, 2012; Chang *et al.*, 2012].

Dans ce travail de thèse, nous avons choisi d'étudier des modèles locaux de plasticité cristalline, assurant naturellement la compatibilité de la déformation, en particulier le modèle proposé par Méric et Cailletaud [1991] et celui développé à EDF R&D par Monnet [2009] davantage fondé sur la physique. Ces modèles ont l'avantage d'être généralement plus simples à mettre en œuvre et plus rapides à intégrer que ceux non-locaux, dans l'optique d'une utilisation pratique à EDF R&D. L'enjeu est de valider dans ce cas précis ce choix de modélisation pour le comportement de polycristaux et d'optimiser les paramètres des lois pour qu'elles décrivent au mieux les hétérogénéités de déformation observées expérimentalement.

Expérimentation *in situ*

L'expérimentation *in situ* consiste à réaliser un essai à l'intérieur de la chambre d'un appareil servant à la caractérisation du matériau, qui peut être un simple examen visuel ou encore une mesure physico-chimique. Ce type d'expérimentation permet de dépasser les limitations des essais classiques en laboratoire et de caractériser le matériau sous sollicitation et en temps réel. En effet, la mesure n'est plus simplement réalisée avant et après, mais tout au long de l'essai. Cela impose de nombreuses contraintes : le dispositif expérimental permettant d'appliquer un chargement mécanique à une éprouvette doit généralement être miniaturisé, il ne doit pas interférer avec la mesure ni être sensible à l'environnement de l'acquisition de la mesure (atmosphère particulière, température, radiation, etc.) et le temps d'acquisition doit permettre le suivi du phénomène physique à observer. Si ces conditions sont vérifiées, un large champ de possibilités s'ouvre à l'expérimentation mécanique et aux informations qui peuvent être acquises au cours d'un essai. Par exemple, outre la réalisation de mesures de champs détaillées dans les paragraphes suivants, un essai *in situ* dans un MEB permet le suivi par EBSD des changements de phase d'un matériau à haute température [Seward *et al.*, 2004], ou encore de caractériser des structures nanométriques où quelques millinewtons sont appliqués pour des allongements de quelques micromètres [Zhu *et al.*, 2006; Espinosa *et al.*, 2012]. Des essais *in situ* peuvent également être réalisés dans un microscope à force atomique (AFM pour Atomic Force Microscope) pour le suivi de l'amorçage de la corrosion en surface [Martin *et al.*, 2008], ou encore dans une ligne de lumière d'un synchrotron pour analyser l'évolution des propriétés de diffraction du matériau [Brauser *et al.*, 2010; Dutta *et al.*, 2013].

La validation de modèles de plasticité cristalline requiert l'acquisition de données expérimentales à l'échelle microstructurale. Le MEB apparaît naturellement comme l'outil expérimental le mieux adapté pour étudier le comportement cristallin, par des analyses EBSD pour caractériser la microstructure, ou encore pour l'imagerie permettant d'observer la surface d'échantillons sur une large gamme d'échelles. La corrélation d'images numériques, qui permet d'obtenir une information expérimentale dense spatialement, est une technique de suivi d'essai qui paraît toute indiquée pour obtenir des mesures de champs cinématiques à partir d'images acquises au MEB avec une résolution spatiale inférieure à la taille des grains [Sutton *et al.*, 2007]. L'information cinématique alors obtenue est bien plus riche que l'allongement moyen de la zone utile d'une éprouvette, généralement mesuré avec un extensomètre pour un suivi classique d'un essai à des échelles supérieures. Les premières mesures de champs à partir d'images MEB sont réalisées dans les années 1980-90 à partir d'essais interrompus [Belgacem et Bretheau, 1985] ou d'essais *in situ* (à l'intérieur du microscope) [Allais *et al.*, 1994; Crépin *et al.*, 1995; Liu et Fischer, 1997; Doumalin, 2000] grâce au développement de techniques de marquage permettant le suivi d'un motif au cours d'un chargement. Les mesures ne se limitent pas aux petites déformations, l'étude proposée par Schroeter et McDowell [2003] conduit à la mesure de champs locaux pour une déformation macroscopique jusqu'à 100 %. Les champs mesurés peuvent être 2D [Sutton *et al.*, 2007] (Figure 2) ou même 3D surfaciques [Zhu *et al.*, 2011; Li *et al.*, 2013].

Cependant, les conditions expérimentales ne permettent pas toujours de mener l'essai à l'intérieur du MEB, comme par exemple lorsqu'il est réalisé à haute température [Dexet, 2006; Soula *et al.*, 2009]. Seuls les champs de déplacements résiduels peuvent alors être déterminés. Notons que d'autres techniques expérimentales permettent également d'obtenir des champs à l'échelle microstructurale, suffisamment résolus pour permettre une comparaison avec des modèles de plasticité cristalline. Différents moyens d'observation peuvent être exploités pour ce type d'essais,

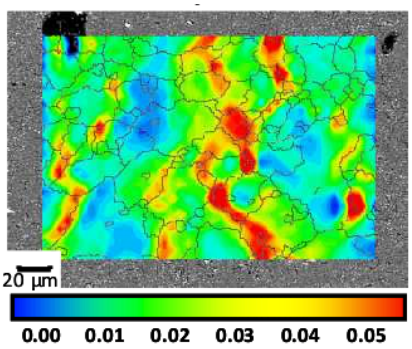


FIGURE 2 – Déformation longitudinale mesurée à la surface d'un alliage Al-Mg pour une déformation macroscopique de 2.5 % [Pouillier, 2011]

comme par exemple la microscopie optique [Saai *et al.*, 2010; Badulescu *et al.*, 2011] ou encore la microscopie à force atomique (AFM) [Soppa *et al.*, 2001]. Une approche multiéchelle proposée par Efstathiou *et al.* [2010] étudie ainsi les hétérogénéités de déformation par corrélation d'images à partir d'images acquises au microscope optique.

De nombreuses études ont alors montré la possibilité de réaliser des mesures de champs à l'échelle de la microstructure, afin d'étudier les effets des joints de grains [Ma *et al.*, 2006a,b], pour relier la localisation des déformation à l'orientation cristallographique [Tschopp *et al.*, 2009], pour déterminer des paramètres de la mécanique de la rupture [McNeill *et al.*, 1987; Forquin *et al.*, 2004], ou encore pour étudier la déformation plastique cumulée en pointe de fissure [Carroll *et al.*, 2013]. Couplées à des études numériques, les mesures de champs à l'échelle de la microstructure offrent de nombreuses possibilités au delà de la validation de modèle, comme par exemple l'étude de la rupture intergranulaire [Pouillier *et al.*, 2012], ou encore l'identification de paramètres de loi de plasticité cristalline [Hoc *et al.*, 2003; Héripré *et al.*, 2007; Gérard *et al.*, 2009]. Nous verrons alors, dans le contexte de ce dernier exemple qui nous intéresse ici, que ce couplage expérimental-numérique soulève de nombreuses interrogations et impose des hypothèses de modélisation.

Par rapport aux mesures de champs plus classiques, réalisées à l'échelle macroscopique avec un appareil photographique ou une caméra, les mesures à partir de l'imagerie MEB posent de nombreuses difficultés. Si un mouchetis de peinture est simplement déposé sur l'éprouvette lorsque la texture naturelle du matériau ne permet pas le suivi de la déformation, le dépôt d'un motif aléatoire sur des micro-éprouvettes n'est pas une technique simple à mettre en œuvre. L'environnement électromagnétique de l'imagerie MEB implique des distorsions spatiales et temporelles de l'objet observé et des biais et incertitudes de mesure non négligeables [Sutton *et al.*, 2006, 2007; Ru *et al.*, 2011; Zhu *et al.*, 2011], qui rendent la corrélation d'images plus délicate avec des niveaux d'incertitude importants des champs cinématiques mesurés. Enfin, l'étude d'un matériau à l'échelle de sa microstructure soulève des interrogations quant à la dimension de la zone étudiée, par rapport à la taille des grains, à la résolution spatiale de la mesure et aux limitations du microscope utilisé. Dans ce contexte, les objectifs qui ont été fixés pour ce travail sont de proposer une méthode de corrélation d'images numériques robuste qui permette une mesure 2D des déplacements à partir d'essais de traction *in situ* réalisés dans le MEB. Ces mesures doivent pouvoir saisir les motifs de localisation intragranulaire des déformations et être reliées à la microstructure du matériau en vue d'une comparaison avec des simulations, tout en quantifiant l'incertitude de mesure.

Identification de paramètres de lois de plasticité cristalline

Au delà de la validation de la modélisation, l'abondance d'informations expérimentales spatiales et temporelles fournies par les mesures de champs cinématiques est idéale pour permettre une identification des paramètres de loi de plasticité cristalline par une approche inverse. Si de nombreuses études ont exploité les mesures de champs pour l'identification de paramètres de lois à l'échelle macroscopique, [Meuwissen *et al.*, 1998; Kajberg *et al.*, 2004; Mathieu *et al.*, 2014] pour ne citer que quelques exemples, rares sont celles à l'échelle microstructurale qui ont abouti à l'identification de paramètres de loi de plasticité cristalline [Hoc *et al.*, 2003; Dexet, 2006; Héripré, 2006]. A cette échelle, plusieurs travaux ont néanmoins contribué ces dernières années au couplage entre des calculs de plasticité cristalline et des mesures de champs à partir d'images acquises par imagerie optique [Zhao *et al.*, 2008; Grennerat, 2011; Montagnat *et al.*, 2011] ou au MEB [Delaire *et al.*, 2000; Héripré *et al.*, 2007; Gérard *et al.*, 2009; Pouillier *et al.*, 2012], en vue d'enrichir la compréhension du comportement mécanique des polycristaux. Dans ces travaux, la simulation par éléments finis est alors enrichie par des données expérimentales concernant la microstructure expérimentale à modéliser, telles que la morphologie ou l'orientation des grains. Le couplage entre l'expérience et la simulation nécessite la mise en place d'une méthodologie simplifiant la situation expérimentale réelle. Les hypothèses associées et leurs effets ont été analysés en détail dans les travaux de Héripré [2006], mettant en évidence une forte incertitude sur la valeur des paramètres identifiés. Nous veillerons en conséquence à limiter au maximum ces sources d'erreurs, à les quantifier et à les intégrer dans la méthodologie proposée dans ce travail.

Le schéma de la Figure 3 illustre la procédure d'identification qui sera mise en place. Par une analyse de diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD), la microstructure sera déterminée dans une zone d'intérêt en surface d'une éprouvette qui sera ensuite sollicitée par un essai de traction *in situ*. La connaissance de cette microstructure permettra de construire un maillage s'appuyant sur les joints de grains et qui sera utilisé pour mesurer les déplacements en surface dans cette même zone d'intérêt par corrélation d'images numériques (CIN) au cours de l'essai de traction. Nous verrons que le dépôt d'un motif est alors nécessaire pour une telle mesure. Ce même maillage sera d'autre part utilisé pour simuler l'essai de traction dans un calcul par éléments finis avec une loi de comportement de plasticité cristalline. Des conditions aux limites expérimentales seront imposées au cours du temps pour que la simulation soit réaliste par rapport à l'expérience, comme le montrent clairement les travaux de Héripré [2006]. Les déplacements simulés et mesurés pourront alors être confrontés pour valider la modélisation dans un premier temps, puis pour identifier les paramètres de loi dans un second temps. L'utilisation d'une même base cinématique pour les calculs et les mesures permettra d'imposer les conditions aux limites ou de comparer les champs directement, évitant ainsi toute erreur d'interpolation spatiale.

Pour cette approche d'identification, nous mettrons en place la méthode de recalage du modèle par éléments finis, utilisée par exemple par Meuwissen *et al.* [1998] pour l'identification des paramètres de la plasticité J2, ainsi que des développements récents proposés pour régulariser le problème d'identification mal posé [Gras *et al.*, 2014; Mathieu *et al.*, 2014]. L'identification sera mise en œuvre pour un acier inoxydable austénitique 316LN, dont le comportement polycristallin intéresse tout particulièrement EDF R&D de par son utilisation dans les composants des réacteurs à eau pressurisée. Dans le contexte du couplage entre l'expérience et la modélisation, les aciers austénitiques présentent une microstructure relativement simple et régulière, ce qui est un avantage pour la modélisation de polycristaux.

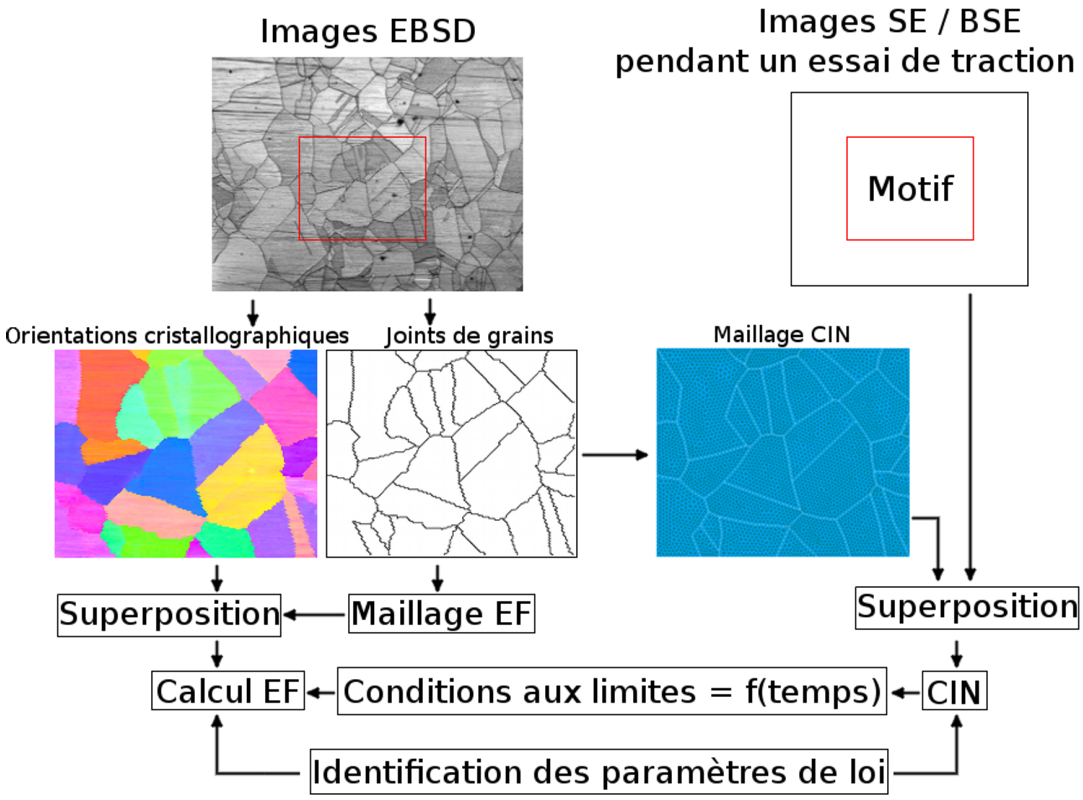


FIGURE 3 – Schéma de la procédure d'identification de paramètres de lois de plasticité cristalline

Dans ce cadre de l'identification à partir de mesures de champs à l'échelle microstructurale, plusieurs interrogations se posent auxquelles peu d'éléments de réponse ont été apportés jusqu'à présent dans la littérature. Les choix adoptés pour la modélisation permettent-ils une description fine et réaliste des mécanismes physiques de déformation dans les polycristaux tout en rendant le problème d'identification suffisamment bien posé ? Quels paramètres de la loi de plasticité cristalline sont identifiables avec la méthode proposée ? Quelle est leur sensibilité à l'incertitude de mesure ? Quelle est l'influence de la taille de grain sur les paramètres identifiés ? Nous chercherons à répondre à ces différentes questions tout au long de ce travail.

Travail proposé

L'objectif de la thèse est de proposer une méthode de corrélation d'images numériques adaptée aux mesures cinématiques dans les polycristaux et de la mettre en application pour l'identification de paramètres de lois de plasticité cristalline. Le travail proposé s'articulera autour de quatre chapitres, débutant chacun par une revue bibliographique :

- Le premier chapitre portera sur la présentation du matériau utilisé dans ce travail, de sa caractérisation microstructurale et de la technique d'imagerie par microscopie électronique à balayage. Des précisions seront apportées sur la préparation d'éprouvettes de traction *in situ* pour différentes tailles de grain du matériau.

- Le deuxième chapitre sera consacré aux mesures de champs cinématiques à la surface de polycristaux par une méthode de corrélation d'images numériques régularisée mécaniquement. Une technique de dépôt d'une texture artificielle sera présentée et les distorsions liées à cette technique et à l'imagerie seront quantifiées. L'influence de la taille des grains sur les mesures sera étudiée.
- Le troisième chapitre sera dédié à la simulation par éléments finis des essais *in situ* avec une modélisation de la microstructure expérimentale et la confrontation de deux lois locales de plasticité cristalline. Une validation de la simulation sera proposée et l'influence des orientations cristallographiques de la microstructure sur l'activité des systèmes de glissement sera analysée.
- Le quatrième chapitre portera sur l'identification de paramètres de lois par la méthode du recalage de modèle par éléments finis. Deux approches seront présentées, la première mettant en jeu uniquement les champs de déplacement mesurés et simulés à l'échelle microstructurale, la seconde proposant un couplage multiéchelle en considérant en plus l'effort macroscopique. Les paramètres d'écrouissage isotrope de la loi de Méric et Cailletaud et les coefficients de la matrice d'interaction entre systèmes de glissement seront identifiés.

Chapitre 1

Le matériau étudié

Ce premier chapitre est consacré à la présentation du matériau de l'étude, l'acier inoxydable austénitique AISI 316LN. Une étude bibliographique sur les aciers inoxydables austénitiques utilisés dans les réacteurs à eau pressurisée, sur l'utilisation du microscope électronique à balayage, et sur les systèmes de glissement du monocristal est tout d'abord proposée. Les caractéristiques du lot matière utilisé dans l'étude sont ensuite détaillées, avant de présenter la préparation d'éprouvettes de traction in situ avec différentes tailles de grain.

Sommaire

1.1 Utilisation et caractérisation microstructurale 10
1.1.1 Aciers inoxydables austénitiques dans les réacteurs à eau pressurisée 10
1.1.2 Microscopie électronique à balayage 10
1.1.3 Systèmes de glissement du monocristal CFC 13
1.2 Matériau de l'étude 16
1.2.1 Composition chimique 16
1.2.2 Microstructure à l'état de réception 16
1.2.3 Laminage et traitement thermique 17
1.2.4 Préparation d'éprouvettes de traction *in situ* 19
1.3 Conclusions 19

1.1 Utilisation et caractérisation microstructurale

1.1.1 Aciers inoxydables austénitiques dans les réacteurs à eau pressurisée

Les aciers inoxydables austénitiques de la série AISI 300 sont largement utilisés dans le milieu industriel, et plus particulièrement dans les réacteurs à eau pressurisée, du fait de leurs bonnes propriétés mécaniques, notamment leur résistance à la corrosion. Ces alliages de fer possèdent une teneur massique de base de 17-18% en chrome, de 10-12% en nickel et de 0.01-0.03% en carbone. La forte proportion de chrome, principal élément d'addition, favorise la formation d'une fine couche d'oxyde de chrome (de passivation) en surface de l'acier, lui conférant sa bonne résistance à la corrosion.

Différentes nuances d'acier inoxydables austénitiques sont utilisées dans les composants des réacteurs à eau pressurisée. Au niveau des internes de cuve, citons par exemple l'utilisation de l'acier 304 hypertrempé pour le cloisonnement et les renforts, ou celle de l'acier 316 écroui pour la visserie. Par rapport aux aciers 304, les aciers 316 ont une teneur en chrome légèrement inférieure, une teneur en nickel légèrement supérieure, et la présence à hauteur de 2-3% massique de molybdène. Ces différences de teneurs en chrome et en nickel favorisent la formation de la phase austénitique par rapport à la phase ferritique. L'ajout de molybdène accroît la résistance de l'acier face à de nombreux milieux corrosifs (acides ou chlorés par exemple).

L'acier 316LN étudié dans ce travail est assez proche des aciers précédemment cités en termes de comportement mécanique à température ambiante. Sa teneur en carbone est néanmoins réduite (L pour Low carbon) et sa teneur en azote est contrôlée (N pour Nitrogen). Ce matériau, utilisé dans le passé pour la cuve du réacteur Superphénix, n'est pas employé actuellement dans les réacteurs à eau pressurisée qui ont recours à l'acier 316 écroui pour la visserie des internes. Cependant, il pourrait être utilisé dans les réacteurs de quatrième génération pour ses très bonnes propriétés mécaniques à hautes températures [Byun *et al.*, 2004]. Il est largement utilisé dans le milieu industriel pour sa résistance à la fois à la corrosion, au fluage et sa tenue à la rupture [Jayakumar *et al.*, 2013].

1.1.2 Microscopie électronique à balayage

Le microscope électronique à balayage (MEB) est un instrument de haute résolution pour étudier les matériaux à l'échelle de leur microstructure. Il permet d'observer non seulement la topographie, mais aussi la composition chimique et l'orientation cristallographique à la surface d'un échantillon, avec une résolution de quelques dixièmes de nanomètres pour les plus performants, contre environ un micromètre pour les plus puissants microscopes optiques. Son utilisation couvre une large gamme d'applications. En métallurgie, il permet par exemple d'étudier l'influence de la zone affectée thermiquement sur la rupture d'un joint de soudure [Sharma *et al.*, 2013]. En mécanique de la rupture, il peut être utilisé pour suivre un trajet de fissuration [Guan et Yu, 2013], ou pour analyser le faciès de rupture [Rouffié *et al.*, 2013]. En corrosion, il est par exemple utilisé pour analyser l'oxydation d'un matériau [Koury *et al.*, 2013] ou encore pour caractériser l'influence de l'hydrogène sur la rupture [Koyama *et al.*, 2013]. Dans ce travail, le MEB est utilisé pour déposer un motif aléatoire par microlithographie pour caractériser la microstructure et comme imageur pour suivre des essais *in situ*.

La technique d'imagerie MEB est basée sur l'interaction électron-matière capable de produire des images en haute résolution de la surface d'un échantillon [GN-MEBA Groupe et Brisset, 2008]. Le principe du MEB consiste en la projection d'un faisceau d'électrons incidents sous ultra-vide, avoisinant 10^{-7} Pa, sur la surface du matériau à analyser, qui réémet certaines particules en

réponse (Figure 1.1). L'interaction électrons-matière génère des électrons Auger, des électrons secondaires (SE) de faible énergie, des électrons rétrodiffusés (BSE) d'énergie comparable à celle du rayon incident et des rayons X caractéristiques. Ces particules émises font intervenir un volume de matière de différentes profondeurs en fonction de leur nature, allant de 1 nm pour les électrons Auger jusqu'à 5 µm pour les rayons X. Différents détecteurs permettent ensuite de capter et d'analyser ces particules. Le balayage du faisceau incident sur la surface de l'échantillon conduit à une cartographie représentant une variation sur la zone balayée de l'intensité du signal reçu par le détecteur. Cette variation est liée à la topographie ou à la composition chimique de la surface observée, en fonction des particules analysées et du détecteur utilisé.

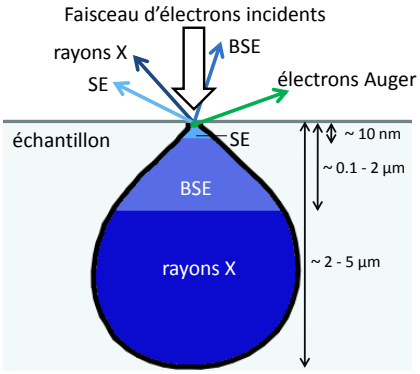
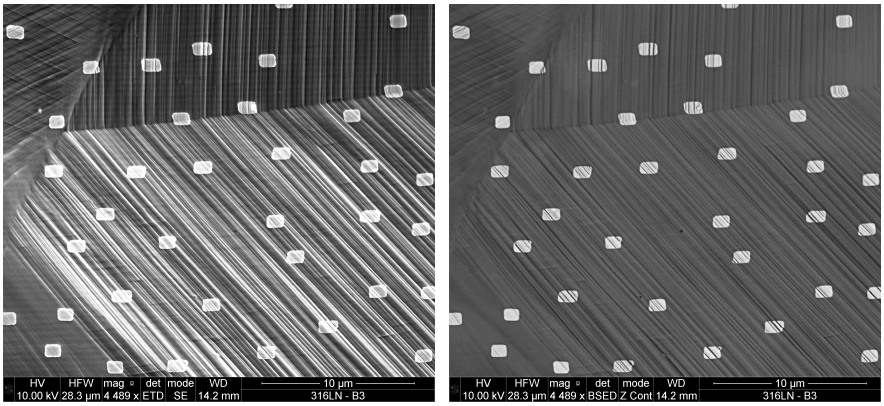


FIGURE 1.1 – Schéma de l'interaction du faisceau d'électrons incidents avec la matière, reproduit d'après [GN-MEBA Groupe et Brisset, 2008]

Un MEB FEI Quanta FEG 600 a été utilisé pour l'acquisition d'images. Sa grande chambre permet d'y introduire une platine de traction miniaturisée et ainsi d'acquérir des images au cours d'essais de traction *in situ*. Le détecteur Everhart-Thornley (ETD) d'électrons secondaires et le détecteur d'électrons rétrodiffusés (BSE) de type semi-conducteur à deux quadrants ont tous les deux été utilisés sous une tension d'accélération de 10 kV et pour une distance de travail de 14 mm. Une définition d'image de 2048×1887 pixels et une dynamique codée sur 16 bits ont été choisies. Avec le détecteur ETD, la sensibilité à la topographie de la surface est plus importante qu'avec le détecteur BSE en contraste chimique (voir Figure 1.2) : l'émergence en surface de bandes de glissement qui intervient assez tôt au cours d'un essai de traction (dès 0.1% de déformation) est progressivement marquée sur les images en SE par une évolution du contraste. Etant donné que l'appariement d'images pour la mesure de champs repose sur la conservation des niveaux de gris, le mode BSE a été préféré pour l'acquisition des images au cours des essais *in situ*. Ce choix est d'ailleurs recommandé pour la corrélation d'images MEB dans le travail de Sutton *et al.* [2007].

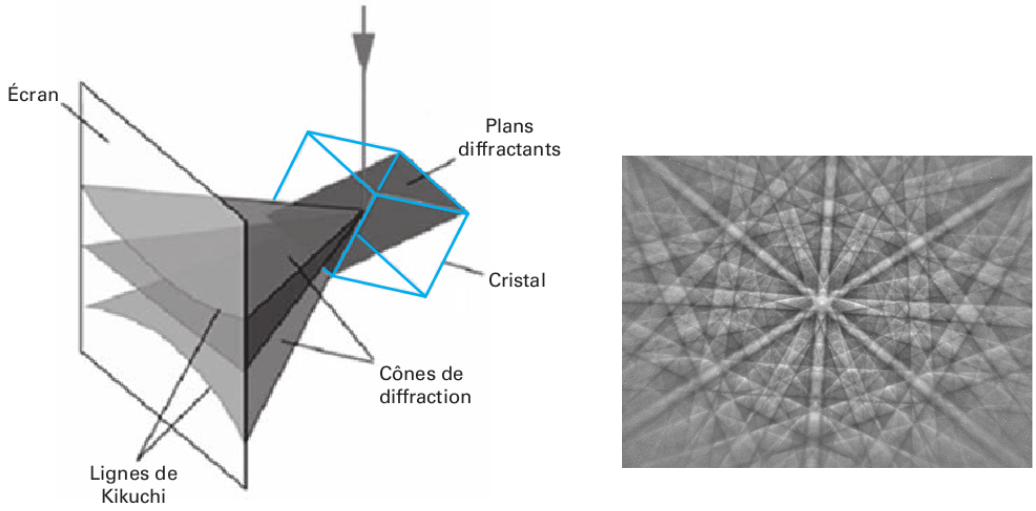
La diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) est une technique expérimentale permettant de caractériser en surface la microstructure des matériaux [Baudin, 2010]. Les électrons rétrodiffusés sont diffractés par les différents plans cristallographiques diffractants d'un certain volume de matière sous forme de cônes de diffraction dont l'intersection avec un écran phosphorescent forme des bandes sur un cliché de Kikuchi (Figure 1.3). Cet écran est positionné avec un angle de 70° par rapport au faisceau incident afin d'optimiser l'intensité du signal reçu et le cliché de diffraction est observé grâce à une caméra CDD. L'analyse du cliché permet d'associer chaque bande à un plan cristallin, puis de déterminer, par comparaison à une base de données, la phase et l'orientation cristalline du volume analysé.



(a) **(b)**

FIGURE 1.2 – Image MEB en SE (a) et BSE (b) de la surface d'une éprouvette mouchetée déformée à 25%

Une acquisition EBSD permet de caractériser la microstructure en surface d'un échantillon. La morphologie des grains dans le volume est accessible mais uniquement de manière destructive, telle que proposée dans le travail de Le Pécheur [2008] par polissages successifs.



(a) **(b)**

FIGURE 1.3 – Schéma de l'obtention d'un diagramme de Kikuchi (a), issu de [Baudin, 2010], et exemple de diagramme de Kikuchi pour une phase austénitique (b)

Dans ce travail, le microscope servant aux acquisitions d'images au cours d'essais *in situ* n'étant pas équipé de détecteur EBSD, un MEB Zeiss Supra 55 a été utilisé pour les mesures EBSD. Une tension d'accélération de 25 kV et une distance de travail de 14 mm ont été choisies. Le logiciel TSL OIM^{TM} a été utilisé pour le traitement des données d'acquisition [TSL, 2009].

1.1.3 Systèmes de glissement du monocristal CFC

Les réseaux cristallins réels contiennent des irrégularités dans la disposition ordonnée des atomes sans lesquelles la déformation plastique d'un solide monocristallin ne serait possible qu'en appliquant une contrainte bien plus grande que celle constatée expérimentalement [Taylor, 1934]. Ces défauts peuvent être de différentes natures : un défaut ponctuel (lacune ou interstitiel), une dislocation, une macle [1], un joint de grain ou encore un précipité.

Les dislocations sont les défauts qui contribuent majoritairement à l'énergie dissipée dans le matériau lorsqu'il plastifie. La plasticité est associée à un mouvement de dislocations dans le réseau cristallin. La propagation de dislocations dans un plan dense d'atomes entraîne le glissement dans une direction particulière des deux blocs d'atomes de part et d'autre de ce plan, appelé plan de glissement. Les plans et directions de glissement dépendent de la nature du réseau cristallin.

La phase austénitique de l'acier 316LN présente un réseau cristallin Cubique à Face Centrée (CFC) dont la maille élémentaire est rappelée en Figure 1.4. Les plans de glissement sont ceux de plus forte densité atomique, soit, pour le réseau CFC, les plans octaédriques de type $\{111\}$. Il existe alors trois directions de glissement différentes possibles, les directions de type $\langle 110 \rangle$. Par symétrie, le réseau CFC présente au total douze systèmes de glissement différents, indexés par la notation de Schmid et Boas [1935] ou par la numérotation s de Code_Aster utilisée par la suite, définis par la normale $\boldsymbol{n}_s$ au plan de glissement et par la direction de glissement $\boldsymbol{m}_s$ (voir Tableau 1.1).

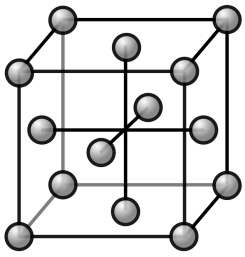


FIGURE 1.4 – Maille cristallographique de la structure cubique à face centrée

Vecteur normal $\boldsymbol{n}_s$	(111)			$(1\bar{1}1)$		
Direction de glissement $\boldsymbol{m}_s$	$[\bar{1}01]$	$[0\bar{1}1]$	$[\bar{1}10]$	$[\bar{1}01]$	$[011]$	$[110]$
Notation de Schmid & Boas	B4	B2	B5	D4	D1	D6
Numérotation Code_Aster s	1	2	3	4	5	6
	$(\bar{1}11)$			$(\bar{1}\bar{1}1)$		
	$[0\bar{1}1]$	$[110]$	$[101]$	$[\bar{1}10]$	$[101]$	$[011]$
	A2	A6	A3	C5	C3	C1
	7	8	9	10	11	12

TABLEAU 1.1 – Systèmes de glissement de la structure cubique à face centrée

1. Par abus de langage, nous appelons macle ce qui est en réalité un individu de macle [GéoWiki, 2011].

Le mouvement des dislocations est conditionné par la contrainte $\boldsymbol{\sigma}$ appliquée localement sur le réseau cristallin. La cission résolue τ_s sur un système de glissement s est définie par la contrainte tangentielle sur le plan de glissement et selon la direction de glissement, telle que

$$\tau_s = \boldsymbol{\sigma} : \boldsymbol{\mu}_s \tag{1.1}$$

où $\boldsymbol{\sigma}$ est le tenseur de contrainte appliquée, et $\boldsymbol{\mu}_s$ le tenseur de Schmid défini par

$$\boldsymbol{\mu}_s = \frac{1}{2}(\boldsymbol{m}_s \otimes \boldsymbol{n}_s + \boldsymbol{n}_s \otimes \boldsymbol{m}_s) \tag{1.2}$$

Selon la loi de Schmid, le glissement se produit sur un système donné s lorsque la cission résolue sur ce système atteint un seuil, la cission (résolue) critique τ_c. Il s'agit d'un critère uniquement géométrique. La direction du chargement par rapport à l'orientation du réseau cristallin et l'intensité du chargement peuvent entraîner une absence de glissement, ou du glissement sur un seul ou plusieurs systèmes simultanément.

Dans un réseau cristallin réel, la propagation d'une dislocation est fortement dépendante de l'environnement qui l'entoure. Elle peut être déviée par un obstacle, comme par exemple une impureté ou encore une autre dislocation. Des interactions géométriques entre les différents systèmes de glissement existent à courte distance, conditionnant le parcours des dislocations dans le réseau cristallin. Ces interactions sont à l'origine d'un écrouissage du matériau. Pour illustrer ce point, on imagine facilement que la propagation d'une dislocation sur un plan donné est gênée par la présence sur son chemin de dislocations, dites de la forêt, intersectant le plan de glissement (voir Figure 1.5). Chaque intersection contribue à l'écrouissage dit « latent », défini comme l'interaction entre dislocations se propageant sur des systèmes différents, que l'on distingue de l'auto-écrouissage, pour des dislocations se propageant sur le même système.

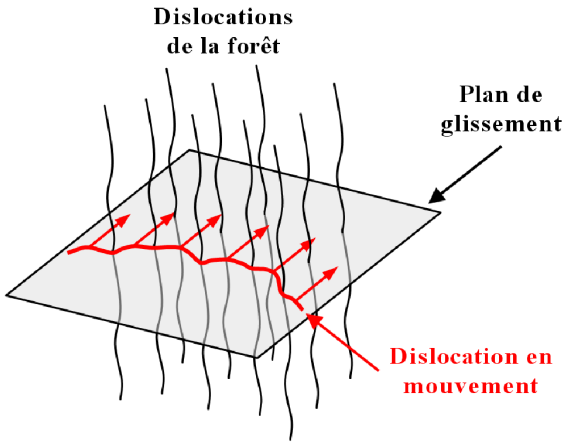


FIGURE 1.5 – Schéma de l'interactions entre une dislocation primaire (lignes en rouge) et des dislocations de la forêt (lignes en noir), issu de [Schwartz, 2011]

Une matrice d'interaction entre les systèmes du réseau CFC est proposée par Franciosi [1985] (voir Tableau 1.2), décrivant les interactions avec un système donné en six catégories différentes :

- Auto-écrouissage (h_1) : pour un système de même plan et de même direction.
- Interaction coplanaire (h_2) : pour un système de même plan mais de direction différente.
- Jonction de Hirth (h_3) : pour un système de plan différent et de direction orthogonale.
- Interaction colinénaire (h_4) : pour un système de plan différent mais de même direction.
- Jonction glissile (h_5) : pour un système de plan différent, de direction non-coplanaire et non-orthogonale.
- Verrous de Lomer (h_6) : pour un système de plan différent, de direction différente mais coplanaire. Cette dernière interaction est illustrée en Figure 1.6.

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
1	h_1	h_2	h_2	h_4	h_5	h_5	h_5	h_6	h_3	h_5	h_3	h_6
2		h_1	h_2	h_5	h_3	h_6	h_4	h_5	h_5	h_5	h_6	h_3
3			h_1	h_5	h_6	h_3	h_5	h_3	h_6	h_4	h_5	h_5
4				h_1	h_2	h_2	h_6	h_5	h_3	h_6	h_3	h_5
5					h_1	h_2	h_3	h_5	h_6	h_5	h_5	h_4
6						h_1	h_5	h_4	h_5	h_3	h_6	h_5
7							h_1	h_2	h_2	h_6	h_5	h_3
8								h_1	h_2	h_3	h_5	h_6
9									h_1	h_5	h_4	h_5
10										h_1	h_2	h_2
11											h_1	h_2
12												h_1

TABLEAU 1.2 – Matrice d'intéraction symétrique entre systèmes de glissement du réseau CFC

Ces interactions sont expliquées plus précisément dans [Hirth, 1960]. Des études expérimentales ont cherché à classer l'intensité de ces différentes interactions [Franciosi *et al.*, 1980; Bassani et Wu, 1991]. Plus récemment, de nombreuses études par dynamique des dislocations ont permis de mieux comprendre et de quantifier les interactions entre systèmes de glissement du réseau CFC [Madec *et al.*, 2003; Devincre *et al.*, 2006; Yellakara et Wang, 2014]. Une forte variabilité est cependant constatée dans la littérature sur les valeurs des coefficients de la matrice d'interaction, identifiées par dynamique des dislocations ou par une approche inverse via des calculs par éléments finis de plasticité cristalline. Le Tableau 1.3 rassemble des jeux de valeurs utilisées dans quelques études pour illustrer ces fluctuations pour les deux modélisations. Notons que les coefficients utilisés dans l'une de ces modélisations ne peuvent pas être directement comparés avec ceux utilisés dans l'autre (voir la présentation des modèles dans la partie 3.2.3).

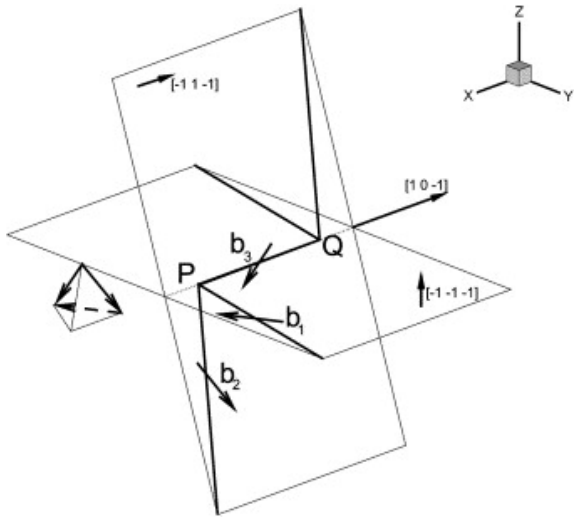


FIGURE 1.6 – Schéma d'un verrou de Lomer matérialisé par le segment PQ entre deux dislocations se propageant sur des plans différents, issu de [Dupuy et Fivel, 2002]

	Référence	h_1	h_2	h_3	h_4	h_5	h_6
Dynamique des Dislocations	Madec *et al.* [2003]			0.051	1.265	0.075	0.084
	Monnet [2009]	0.124	0.124	0.07	0.625	0.137	0.122
Modèle éléments finis Méric-Cailletaud	Méric *et al.* [1994]	1	4.4	4.75	4.75	4.75	5
	Gérard [2008]	1	1	0.2	90	3	2.5
	Guilhem [2011]	1	1	0.6	12.3	1.6	1.3

TABLEAU 1.3 – Exemples de coefficients de la matrice d'interaction utilisés dans différentes études de dynamique des dislocations ou de plasticité cristalline avec la loi de Méric et Cailletaud [1991]

1.2 Matériau de l'étude

1.2.1 Composition chimique

L'acier AISI 316LN utilisé dans cette étude est issu d'une tôle fournie par AREVA NP dans le cadre de l'ANR AFGRAP. La tôle de 60 mm d'épaisseur a subi un recuit entre 1050°C et 1150°C suivi d'une trempe à l'eau. Sa composition chimique est indiquée dans le Tableau 1.4.

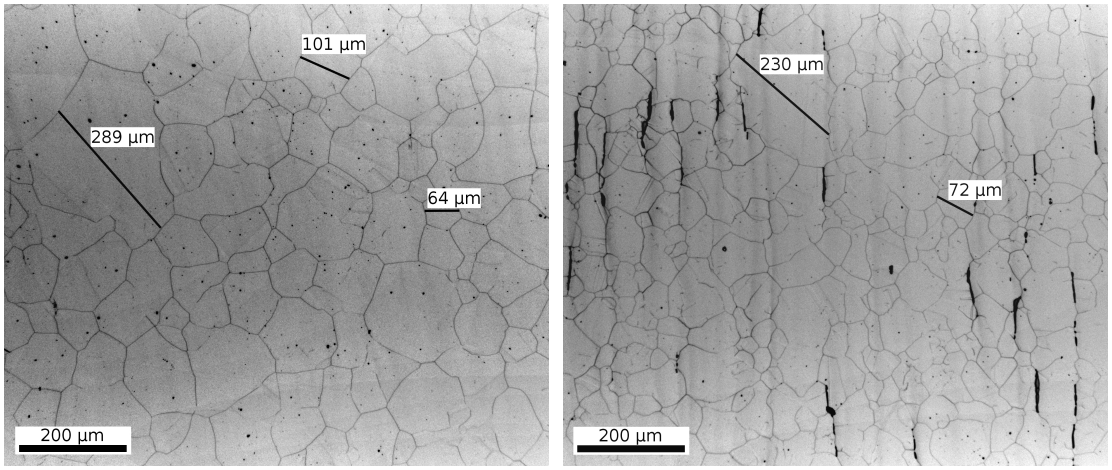
1.2.2 Microstructure à l'état de réception

Une analyse micrographique a été réalisée sur l'ensemble de l'épaisseur de la tôle à l'état brut de réception. La surface d'observation a été polie mécaniquement jusqu'à une finition de 1 µm, puis attaquée électrochimiquement à l'acide oxalique à 10% (pourcentage massique) sous

Fe	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	N	Co
base	17.5	12.5	2.47	1.7	0.37	0.072	0.04
C	P	Cu	Ti	Nb	Ta	B	S
0.027	0.024	0.01	0.005	0.005	0.003	0.0005	0.0002

TABLEAU 1.4 – Composition chimique en %-massique de l'acier austénitique 316LN étudié

1.5 V afin de révéler la microstructure (Figure 1.7). Un examen optique dévoile une microstructure relativement hétérogène en termes de taille de grain et la présence non négligeable de macles. Ces observations sont conformes à une caractérisation EBSD réalisée dans le cadre de l'ANR AFGRAP [Stéphan *et al.*, 2010] qui montre une variation du diamètre des grains de 10 µm à 260 µm, pour une taille moyenne de 105 µm, ainsi qu'une proportion volumique de 40% de grains maclés. Il est à noter également une densité de petits grains plus importante à cœur que vers la peau de la tôle, ainsi que la présence d'îlots de ferrite uniquement à cœur (en noir sur la Figure 1.7b), pour une proportion volumique inférieure à 0.1% selon l'analyse EBSD.



(a) vers la peau **(b)** à cœur

FIGURE 1.7 – Analyse optique de la microstructure de la tôle à l'état de réception

Le prélèvement de barreaux qui ont servi à l'usinage des éprouvettes de traction *in situ* a été réalisé en peau de la tôle afin d'avoir un matériau complètement sous phase austénitique.

1.2.3 Laminage et traitement thermique

Dans ce travail de thèse, il nous a semblé intéressant de s'interroger sur un possible effet de la taille moyenne de grain sur les mesures de champs ainsi que sur l'identification des paramètres de loi. C'est pourquoi un protocole expérimental, composé d'un traitement de laminage à froid suivi d'un traitement thermique sous argon a été mis en place afin d'obtenir des éprouvettes de différentes tailles moyennes de grain. Il a été élaboré en se basant sur des protocoles mis en œuvre pour

la même finalité, sur le même matériau [Schwartz, 2011], ou sur un matériau similaire [Bodelot, 2008]. Les tailles moyennes de grain ont été estimées par analyse EBSD (les macles ne participant pas dans l'estimation), dans la région d'intérêt dans laquelle seront réalisées les mesures de champs. Au total cinq éprouvettes sont considérées dans ce travail :

- L'éprouvette A_{70}, usinée à partir de la tôle brute à l'état de réception. La taille moyenne de grain est d'environ 70 µm.
- Les éprouvettes B_{10} et C_{10}, usinées dans un barreau ayant subi un laminage à froid à 60 % suivi d'un traitement thermique à 900°C pendant 1 heure. La taille moyenne de grain obtenue est d'environ 10 µm. Deux éprouvettes sont prélevées afin de faire des mesures de champs dans deux régions d'intérêt de dimensions différentes (détaillées plus loin, voir Tableau 1.5) et donc pour un nombre de grains différent.
- L'éprouvette D_{50}, usinée dans un barreau ayant subi un laminage à froid à 60 % suivi d'un traitement thermique à 1100°C pendant 1 heure. La taille moyenne de grain obtenue est d'environ 50 µm.
- L'éprouvette E_{1000+} usinée dans un barreau ayant subi deux traitements thermiques à 1200°C pendant 168 heures puis 96 heures. Ce protocole a été réalisé afin de faire grossir suffisamment les grains pour qu'ils traversent l'épaisseur de l'éprouvette et ainsi valider une modélisation 2D de la microstructure. Nous montrerons que cette approche n'a finalement pas abouti. La microstructure résultante constituée de grains millimétriques sera utilisée pour une mesure de champs intragranulaire dans un seul grain.

Pour ces cinq éprouvettes, les conditions d'imagerie sont identiques, à l'exception du grandissement. Cet dernier est choisi en fonction de l'éprouvette étudiée afin d'ajuster le nombre de grains observés dans la région d'intérêt (notée ROI pour Region Of Interest) dans laquelle seront réalisées les mesures de champs. La taille moyenne des grains en pixels conditionne la finesse de la mesure des déformations intragranulaires. Le Tableau 1.5 synthétise les conditions de mesure.

Eprouvette	Taille du pixel (nm)	Taille de la ROI (μm^2)	Taille moyenne de grain (µm)	(pixel)	Nombre de grains dans la ROI
A_{70}	150	200×200	70	470	14
B_{10}	160	200×200	10	60	551
C_{10}	80	100×100	10	120	117
D_{50}	280	400×400	50	180	59
E_{1000+}	270	400×400	>1000	>3700	1

TABLEAU 1.5 – Conditions de mesure de champs pour les cinq éprouvettes

Plusieurs comparatifs pourront ainsi être réalisés à partir de ces différentes éprouvettes. Pour les éprouvettes A_{70} et B_{10}, la même taille de région d'intérêt est choisie, pour des tailles moyennes de grain différentes. Il en est de même pour les éprouvettes D_{50} et E_{1000+}, à la nuance près que la région d'intérêt de l'éprouvette E_{1000+} couvre uniquement quelques joints de macles. D'autre part, les éprouvettes B_{10} et C_{10} qui ont la même taille moyenne de grain seront étudiées avec deux régions d'intérêt de tailles différentes. Des comparaisons à nombres de grains similaires dans la région d'intérêt pourront également être menées en choisissant différentes tailles moyennes de grain et différentes tailles de région d'intérêt. Les cartographies EBSD réalisées dans la région

d'intérêt de chacune des éprouvettes seront présentées plus loin (voir partie 2.5.2).

1.2.4 Préparation d'éprouvettes de traction *in situ*

Les éprouvettes de traction *in situ* utilisées dans cette étude disposent d'une partie utile de $10 \times 2 \times 1$ mm^3 pour une longueur totale de 60 mm. Le plan d'usinage des éprouvettes est donné en Annexe A. Pour cette géométrie d'éprouvette, la platine de traction *in situ* permet un débattement de 7 mm. La charge maximale est de 5000 N. La Figure 1.8 présente une photographie d'une éprouvette montée dans la platine de traction avant l'insertion de celle-ci dans le MEB.

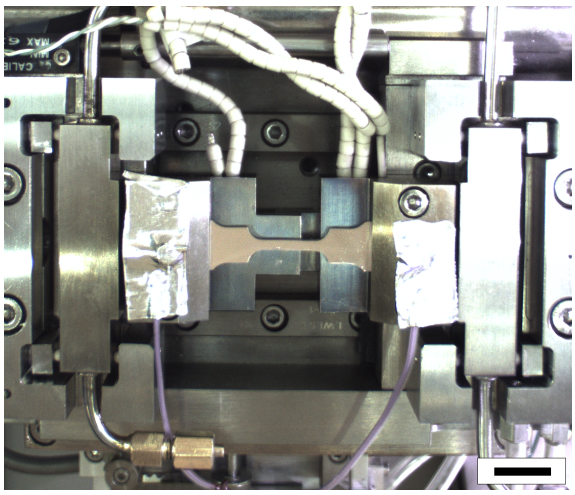


FIGURE 1.8 – Photographie du dispositif de traction *in situ*. La barre d'échelle fait 10 mm

Pour permettre une analyse EBSD, l'une des deux faces de chaque éprouvette a été polie mécaniquement avec des solutions diamantées jusqu'à une finesse de 1 µm, puis d'un polissage avec une solution de silice coloïdale en suspension de 50 nm.

1.3 Conclusions

Le matériau étudié dans ce travail est l'acier austénitique 316LN, dont les propriétés mécaniques en font un matériau privilégié pour les composants des réacteurs à eau pressurisée ou à neutrons rapides (réacteurs de quatrième génération). Pour étudier la plasticité de ce matériau à l'échelle des systèmes de glissement de son réseau CFC, nous utilisons le microscope électronique à balayage, afin de caractériser la microstructure en surface et d'acquérir des images, de préférences en mode BSE, au cours d'essais de traction *in situ* réalisés à l'intérieur de celui. En tout cinq éprouvettes seront testées, pour quatre tailles moyennes de grain et trois grandissements différents.

Ces conditions expérimentales permettront de mesurer les champs cinématiques en surface de polycristaux avec différentes résolutions spatiales, et d'étudier des effets d'échelles et de tailles de grain. Les mesures de champs sont réalisées par une méthode de corrélation d'images numériques adaptée aux images acquises au MEB, ce qui fait l'objet du chapitre suivant.

Chapitre 2

Mesures de champs cinématiques à partir d'images MEB

Dans ce chapitre, une méthode de corrélation d'images numériques adaptée à l'imagerie MEB est présentée. Une technique de dépôt d'une texture artificielle pour des éprouvettes de traction in situ développée dans ce travail est ensuite détaillée. Les distorsions liées à cette technique de marquage ainsi qu'à l'imagerie MEB sont alors quantifiées. Des développements sur la régularisation de la corrélation d'images sont ensuite présentés. Enfin, cette méthodologie de mesure de champs est mise en œuvre pour analyser des essais de traction in situ réalisés pour différentes tailles de grain.

Sommaire

2.1 Avant-propos 22
2.2 Mesures de champs par corrélation d'images numériques 22
2.2.1 Principe général 22
2.2.2 Présentation de l'approche globale 23
2.3 Dépôt d'une texture artificielle et aspects métrologiques associés 24
2.3.1 Motivations 24
2.3.2 Dépôt d'un mouchetis d'or par microlithographie 26
2.3.3 Résolution de mesure 28
2.3.4 Quantification de l'erreur systématique de marquage et d'imagerie 29
2.4 Régularisation mécanique de la corrélation d'images numériques 30
2.4.1 Principe général 30
2.4.2 Performance en termes de résolution spatiale 33
2.4.3 Performance en termes d'incertitude de mesure 34
2.4.4 Lois de comportement utilisées pour la régularisation 36
2.5 Essais de traction *in situ* 39
2.5.1 Présentation de la technique expérimentale 39
2.5.2 Maillage non-structuré s'appuyant sur la microstructure 42
2.5.3 Analyse d'une série d'images 46
2.5.4 Effets de taille de grain et d'échelle d'observation 62
2.6 Conclusions 66

2.1 Avant-propos

La corrélation d'images numériques est une technique de mesure de champs de déplacement qui a vu le jour en mécanique du solide au début des années 1980 [Lucas et Kanade, 1981; Burt *et al.*, 1982; McNeill *et al.*, 1983]. De nombreux travaux vont alors utiliser la corrélation d'images aussi bien 2D [Peters et Ranson, 1982; McNeill *et al.*, 1983; Chu *et al.*, 1985] que 3D [Khan-Jetter et Chu, 1990; Luo *et al.*, 1994; Helm *et al.*, 1996] pour étudier le comportement des matériaux à l'échelle macroscopique. Cette technique connaît depuis un essor spectaculaire dans le milieu universitaire comme industriel.

Reposant sur des principes relativement indépendants de la taille physique des pixels des images, cette technique s'est révélée être un outil suffisamment robuste pour accéder aux champs de déformation avec une bonne précision à de plus petites échelles, grâce à des images acquises au microscope optique [Mazza *et al.*, 1996; Mitchell *et al.*, 1999]. La corrélation d'images à l'échelle microscopique est également réalisée à partir d'images acquises au MEB [Allais *et al.*, 1994; Doumalin et Bornert, 2000; Tatschl et Kolednik, 2003; Sutton *et al.*, 2006, 2007]. L'environnement électromagnétique de cet imageur est cependant à l'origine d'un bruit d'imagerie rendant plus difficile la corrélation d'images ou conduisant à une incertitude de mesure élevée. Cet environnement est également source de distorsions géométriques et dérives temporelles, plus importantes qu'avec d'autres techniques d'imagerie photoniques (appareil photo ou caméra), qui demandent à être quantifiées avec soin pour garantir la justesse de mesures de champs à partir d'images MEB [Sutton *et al.*, 2006, 2007; Zhu *et al.*, 2011]. Cependant, les progrès technologiques réalisés sur les MEB ces dernières années, conjointement à l'amélioration de la robustesse et de la précision des codes de corrélation, ont rendu l'imagerie MEB plus accessible aux mesures de champs.

2.2 Mesures de champs par corrélation d'images numériques

2.2.1 Principe général

La corrélation d'images numériques 2D consiste à mesurer le champ de déplacement à la surface d'une éprouvette sous sollicitation à partir de deux images acquises à deux instants distincts du chargement. Notons $f(\boldsymbol{x})$ et $g(\boldsymbol{x})$ l'image en niveaux de gris respectivement dans la configuration de référence et dans la configuration déformée, pour tout pixel $\boldsymbol{x}$ de l'image. La corrélation d'images repose sur l'hypothèse de la conservation des niveaux de gris entre $f(\boldsymbol{x})$ et $g(\boldsymbol{x})$ telle que :

$$f(\boldsymbol{x}) = g(\boldsymbol{x} + \boldsymbol{u}(\boldsymbol{x})) \tag{2.1}$$

où $\boldsymbol{u}(\boldsymbol{x})$ est le champ de déplacement inconnu. Il est recherché comme la solution qui minimise sur le domaine Ω la norme 2 de l'écart η_c entre les deux images

$$\Phi_c^2 = \int_\Omega \eta_c^2(\boldsymbol{x})\mathrm{d}\boldsymbol{x} = \int_\Omega [f(\boldsymbol{x}) - g(\boldsymbol{x} + \boldsymbol{u}(\boldsymbol{x}))]^2 \mathrm{d}\boldsymbol{x} \tag{2.2}$$

par rapport à une paramétrisation du champ de déplacement $\boldsymbol{u}$. On notera qu'une interpolation est requise pour évaluer $g(\boldsymbol{x} + \boldsymbol{u}(\boldsymbol{x}))$ à des valeurs non entières de pixel. La carte des résidus de

corrélation en niveaux de gris, $\eta_c(\boldsymbol{x})$, indique la qualité de la corrélation des deux images. Tout au long de ce travail, nous utiliserons comme indicateur sans dimension son écart-type adimensionné par rapport à la dynamique de l'image de référence $dyn(f)$, noté $\hat{\eta}_c$, tel que :

$$\hat{\eta}_c = \frac{\sqrt{\langle \eta_c^2 \rangle - \langle \eta_c \rangle^2}}{dyn(f)} \tag{2.3}$$

où l'opérateur $\langle . \rangle$ est la moyenne sur le domaine Ω considéré. Notons que d'autres choix de normalisation pourraient être adoptés comme par exemple l'écart-type du bruit affectant les images.

2.2.2 Présentation de l'approche globale

Le problème à résoudre ici est mal posé, étant donné que la dimension de $f(\boldsymbol{x})$ ou $g(\boldsymbol{x})$ est inférieure au nombre de degrés de liberté pour mesurer un déplacement en chaque pixel. Pour cela, il convient de paramétriser le champ de déplacement $\boldsymbol{u}(\boldsymbol{x})$ en un nombre réduit d'inconnues. Une approche globale de la corrélation d'image, proposée par Broggiato [2004] ou encore par Besnard *et al.* [2006], consiste à décomposer $\boldsymbol{u}(\boldsymbol{x})$ sur une base de fonctions de forme de type éléments finis, imposant la continuité du champ de déplacement. Contrairement à une approche locale, la fonctionnelle Φ_c est minimisée sur l'ensemble de la région d'intérêt, ce qui induit une diminution de l'incertitude de mesure pour une taille d'élément ou de fenêtre d'interrogation identique [Hild et Roux, 2012]. Le champ de déplacement est alors recherché sous la forme

$$\boldsymbol{u}(\boldsymbol{x}) = \sum_k u_k \psi_k(\boldsymbol{x}) \tag{2.4}$$

où u_k sont les degrés de liberté inconnus associés à la base de fonctions de forme $\psi_k(\boldsymbol{x})$. Tout au long de cette étude nous travaillerons avec des fonctions de forme éléments finis de maillages non-structurés à base de triangles linéaires. La solution est approchée itérativement [Besnard *et al.*, 2006], où à chaque itération n le vecteur contenant toutes les amplitudes u_k est corrigé par les amplitudes de déplacement $\{\boldsymbol{\delta u}^{(n)}\}$, solution du système linéaire

$$[\boldsymbol{M}]\{\boldsymbol{\delta u}^{(n)}\} = \{\boldsymbol{b}^{(n)}\} \tag{2.5}$$

où la matrice de corrélation d'images $[\boldsymbol{M}]$ et le vecteur $\{\boldsymbol{b}^{(n)}\}$ sont définis par

$$M_{kl} = \int_{ROI} (\psi_k \cdot \boldsymbol{\nabla} f)(\boldsymbol{x})(\psi_l \cdot \boldsymbol{\nabla} f)(\boldsymbol{x}) \mathrm{d}\boldsymbol{x} \tag{2.6}$$

$$b_k = \int_{ROI} (f - \tilde{g}^{(n)})(\boldsymbol{x})(\psi_k \cdot \boldsymbol{\nabla} f)(\boldsymbol{x}) \mathrm{d}\boldsymbol{x} \tag{2.7}$$

où $\tilde{g}^{(n)}$ est l'image déformée corrigée de l'estimation à l'itération n du champ de déplacement (*i.e.*, $\tilde{g}^{(n)} = g(\boldsymbol{x} + \boldsymbol{u}^{(n)}(\boldsymbol{x}))$). La matrice $[\boldsymbol{M}]$ contient une information précieuse sur l'incertitude de

mesure des degrés de liberté, qui sera exploitée plus loin, étant donné qu'elle est proportionnelle à l'inverse de la matrice de covariance $[C_u]$ du champ de déplacement mesuré [Besnard *et al.*, 2006; Hild et Roux, 2012],

$$[C_u] = 2\eta_f^2 [M]^{-1} \tag{2.8}$$

où η_f^2 est la variance du bruit d'acquisition des images. Celui-ci est évalué à partir de la distribution de η_c obtenu en corrélant deux images sans chargement appliqué entre les deux acquisitions. Un exemple d'une telle distribution et de l'autocorrélation du bruit est présenté en Figure 2.1 pour le détecteur BSE. Il peut être considéré comme un bruit blanc gaussien dans le cadre des images acquises dans ce travail.

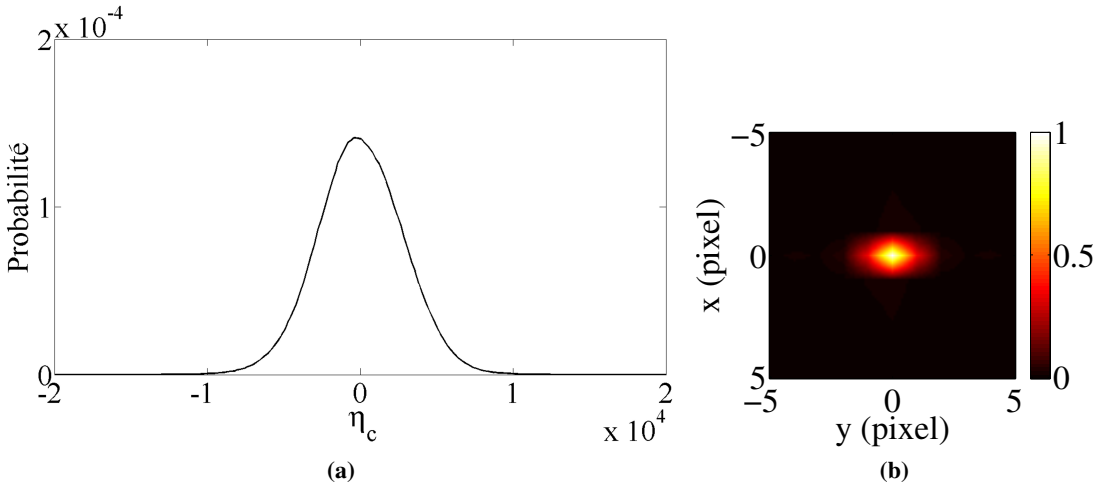


FIGURE 2.1 – Histogramme des niveaux de gris (a) et fonction d'autocorrélation normée (b) du bruit d'acquisition entre deux images BSE. Sur cette seconde figure, une faible corrélation spatiale d'une portée de deux pixels peut être observée dans la direction *y* de balayage du faisceau du MEB

2.3 Dépôt d'une texture artificielle et aspects métrologiques associés

2.3.1 Motivations

La résolution du système linéaire de la méthode présentée précédemment (équation (2.5)) est conditionnée par la texture des images à corréler, ce qui se traduit par la présence du gradient de l'image de référence dans les expressions de $[M]$ et de $\{b^{(n)}\}$. C'est pourquoi la corrélation d'images requiert une texture en niveaux de gris avec une large dynamique et des variations locales du contraste. La texture naturelle de l'acier 316LN observée au MEB ne vérifie pas ces critères (Figure 2.2).

Dans ce contexte, différentes techniques de marquage permettent de réaliser une texture artificielle adéquate à la surface de l'échantillon étudié. Classiquement, des microgrilles sont déposées par microlithographie [Allais *et al.*, 1994; Doumalin *et al.*, 2003]. La périodicité spatiale des grilles

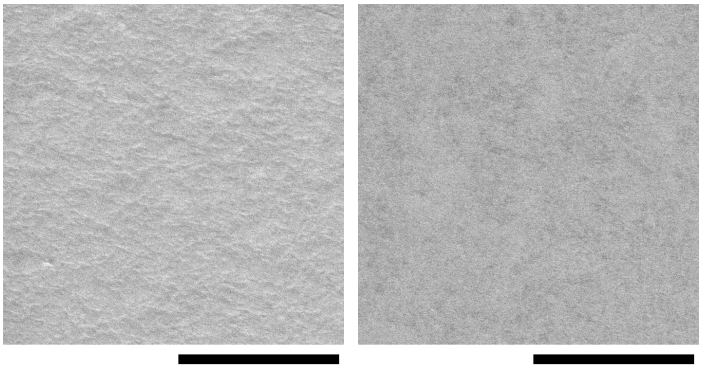


FIGURE 2.2 – Image MEB en SE (a) et BSE (b) de la surface d'une éprouvette polie. La barre d'échelle fait 50 µm

peut cependant impliquer des erreurs sur le champ de déplacement mesuré, ou imposer une limitation sur la résolution spatiale [Doumalin, 2000]. Des études ont mené au développement de motifs aléatoires [Kammers et Daly, 2011] : des mouchetis pour l'imagerie MEB peuvent être obtenus par exemple par remodelage d'une fine couche de métal [Collette *et al.*, 2004; Scrivens *et al.*, 2007; Li *et al.*, 2008; Di Gioacchino et Quinta da Fonseca, 2013], par le dépôt de nano-particules [Berfield *et al.*, 2007], ou encore par photolithographie UV [Scrivens *et al.*, 2007].

Dans un premier temps, nous avons cherché à mettre en œuvre le protocole expérimental de remodelage d'une couche d'or décrit dans [Di Gioacchino et Quinta da Fonseca, 2013] pour un acier 304L. Cependant, les mouchetis obtenus (voir Figure 2.3) étaient trop fins (taille de tache de l'ordre de 100 nm) par rapport aux dimensions de région d'intérêt retenues dans ce travail (de 100×100 µm^2 à 400×400 µm^2) et difficilement reproductibles. Par la suite, une technique de dépôt d'un mouchetis d'or par microlithographie a été développée pour permettre la corrélation d'images acquises au MEB.

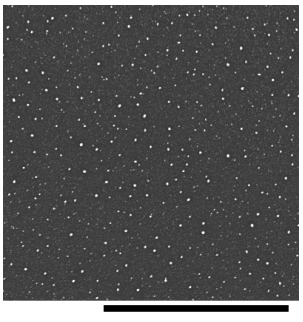
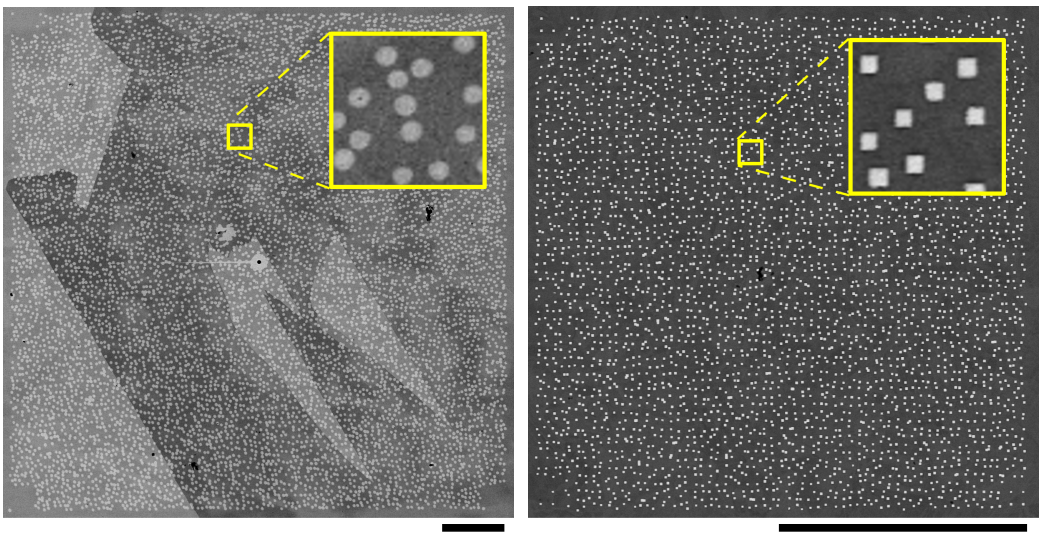


FIGURE 2.3 – Image BSE du mouchetis obtenu par remodelage d'une couche d'or. La barre d'échelle fait 10 µm

2.3.2 Dépôt d'un mouchetis d'or par microlithographie

Cette technique est présentée en détail dans une publication (voir Annexe C) dédiée à la quantification des erreurs du marquage et des distorsions optiques du MEB [Guery *et al.*, 2014b]. Le principe de la technique est d'exposer une résine, sensible aux électrons du MEB et préalablement déposée à la surface d'une éprouvette, au faisceau du MEB à l'emplacement de chacune des taches du mouchetis souhaité. Après le développement de la résine, le dépôt d'une fine couche d'or et le retrait de la résine résiduelle, l'or subsiste uniquement là où la résine a été exposée. Le motif aléatoire est ainsi généré informatiquement au préalable, ce qui nous permet d'ajuster la densité du mouchetis et la répartition des tâches souhaitées.

Deux méthodes différentes ont été explorées pour exposer chaque tache du motif. Dans un premier temps, une tache est obtenue par une exposition ponctuelle de la résine, d'une durée paramétrable plus ou moins longue pour fixer son diamètre. Cette approche a été employée au début du développement de la technique, pour le marquage de l'éprouvette E_{1000+} (Figure 2.4a), ainsi que pour l'étude proposée dans [Guery *et al.*, 2014b]. Dans un second temps, une tache est obtenue par une exposition de la résine suivant une surface (constituée d'une série d'expositions ponctuelles de durée constante), définie par son contour. Nous avons choisi une géométrie simple, carrée, dont la taille du côté est paramétrable pour ajuster la dimension de chaque tache. L'avantage de cette seconde approche réside dans une meilleure reproductibilité de la technique pour les différents grandissements auxquels nous avons travaillé. Elle a été utilisée pour les quatre autres éprouvettes. La Figure 2.4b présente le mouchetis de l'éprouvette C_{10}. Sur l'ensemble des mouchetis déposés, la taille des taches varie entre 6 et 11 pixels (soit de 0.5 à 2.8 µm), pour une distance moyenne centre à centre entre taches de l'ordre de 30 à 50 pixels (soit de 2.7 à 10 µm). Notons que la géométrie de chaque tache pourrait être « personnalisée » avec des formes plus complexes (voir Figure 2.5b).



(a) **(b)**

FIGURE 2.4 – Image MEB en BSE des mouchetis des éprouvettes E_{1000+} (a) et C_{10} (b). La barre d'échelle fait 50 µm

Avant son dépôt, nous avons cherché à optimiser le motif aléatoire en termes de densité et donc de résolution spatiale de la mesure qui en découlera, en ajustant le nombre de taches ainsi que leur dimension. Pour les éprouvettes A_{70}, B_{10}, C_{10} et D_{50}, plusieurs mouchetis sont déposés au centre de la zone utile. Parmi ceux qui recouvrent une microstructure surfacique sans singularité, en vue de faciliter sa modélisation, le mouchetis optimal pour la mesure de champs est celui qui minimise l'incertitude de mesure pour une résolution spatiale donnée [Besnard *et al.*, 2006; Wang *et al.*, 2009]. Pour cela, à partir d'images des mouchetis acquises dans les mêmes conditions et pour un même maillage, nous avons retenu le mouchetis qui présente le spectre de l'inverse de la matrice $[M]$ (donc de la matrice de covariance d'après l'équation (2.8)) de plus faible amplitude.

Pour de grandes déformations, l'adhérence des taches d'or avec la surface de l'éprouvette reste totale, ce qui n'est pas toujours le cas lorsque des microgrilles sont déposées sur la surface. On observe d'ailleurs sur la Figure 2.5 que les taches peuvent être traversées par des microfissures initiées par l'activité intense de systèmes de glissement sous-jacents. Même sous des déformations élevées, la cohésion dépôt/substrat est conservée.

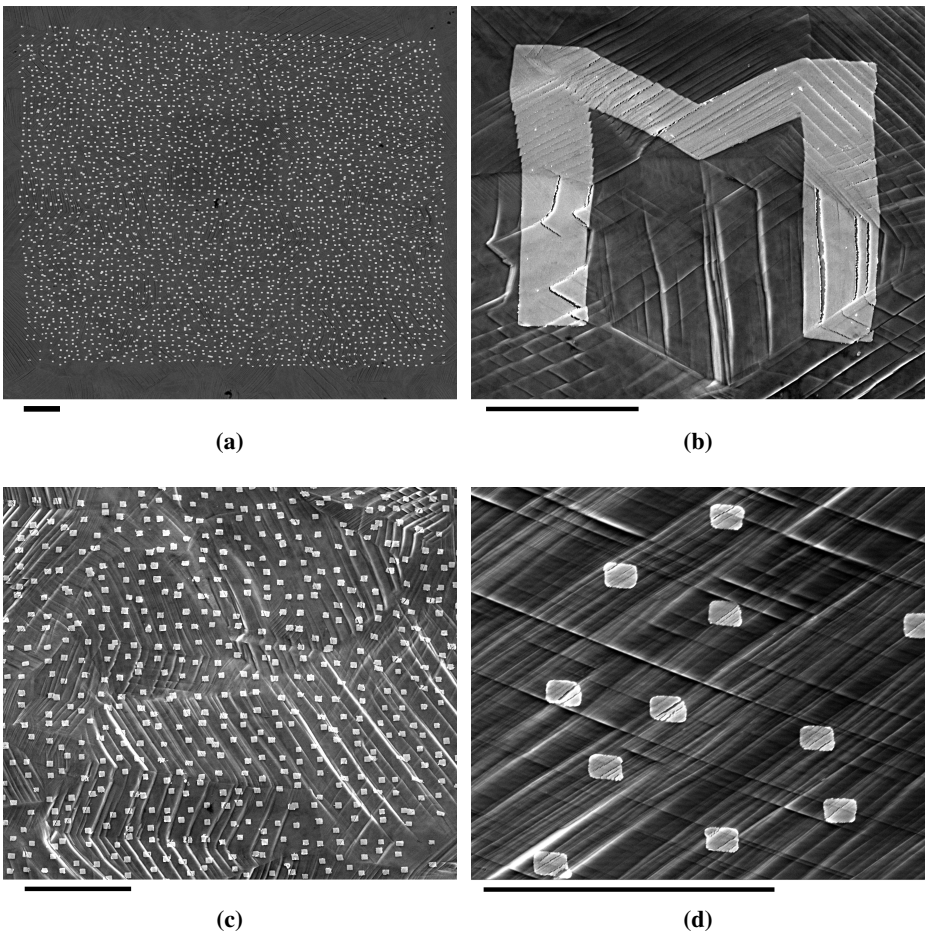


FIGURE 2.5 – Image BSE du mouchetis de l'éprouvette C_{10} (a), et images SE d'un motif (b) et du mouchetis à plus fort grandissement (c) et (d) sur cette même éprouvette, après une déformation macroscopique de 25 %. La barre d'échelle fait 10 µm

2.3.3 Résolution de mesure

La résolution de mesure de la méthode de corrélation d'images présentée précédemment est évaluée en corrélant deux images sans chargement appliqué entre les deux acquisitions. La Figure 2.6 présente une estimation de cette incertitude de mesure à partir de deux images BSE d'un mouchetis déposé dans une région d'intérêt de 400×400 µm^2. L'écart-type du déplacement σ_u mesuré est de 0.02 pixel, soit 5 nm, et le résidu de corrélation vaut 4.3 % de la dynamique à convergence. Ce dernier est relativement élevé par rapport à celui que l'on peut obtenir avec un imageur classique (caméra à capteur CCD / CMOS) et qui avoisine en général 1 % de la dynamique. Un résultat similaire est obtenu en considérant le capteur ETD. A partir d'une série d'images, l'évolution dans le temps de l'incertitude de mesure et du résidu de corrélation est estimée (Figure 2.7).

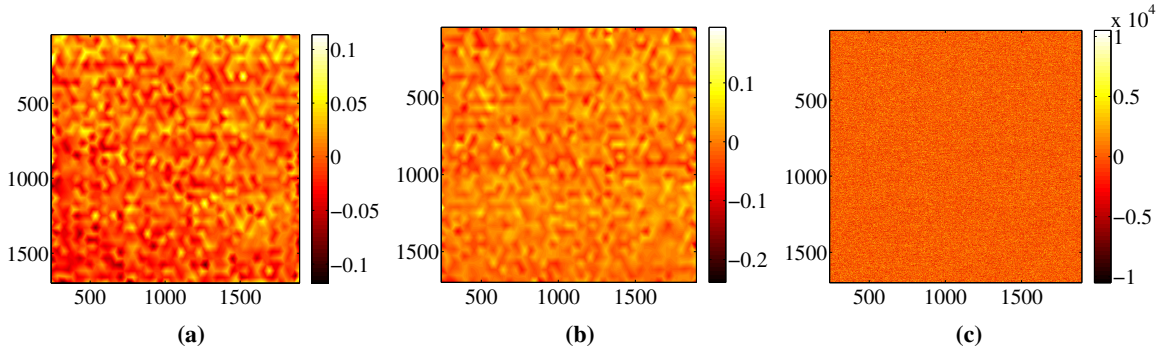


FIGURE 2.6 – Incertitude de mesure du déplacement en pixels suivant la direction horizontale (a), et verticale (b), et résidu de corrélation η_c en niveaux de gris (c). Les axes spatiaux sont exprimés en pixels dont la taille physique est 240 nm

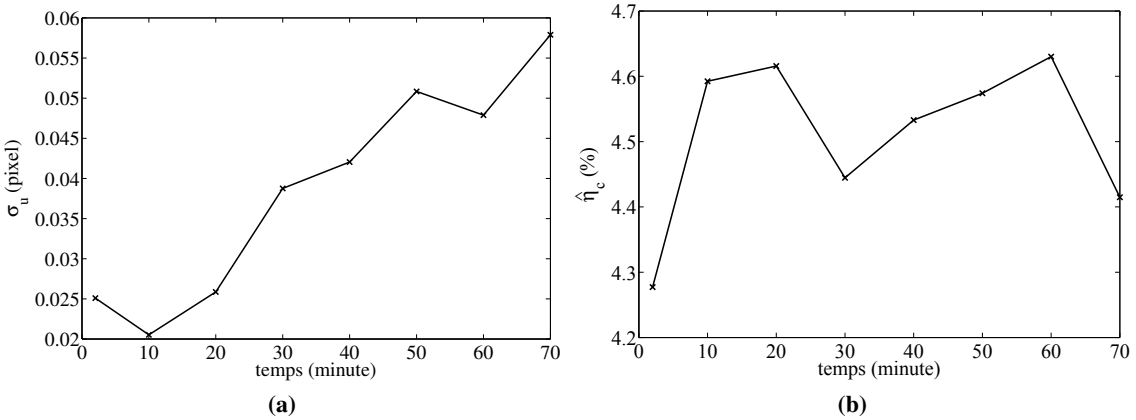


FIGURE 2.7 – Evolution au cours du temps de l'incertitude de mesure du déplacement (a) et du résidu de corrélation $\hat{\eta}_c$ (b). La taille physique du pixel est 240 nm

Nous pouvons observer que l'incertitude double en l'espace d'environ une heure, ce qui est

lié à la dérive des conditions d'imagerie. En parallèle, le résidu de corrélation η_c a tendance à augmenter au cours du temps, mais cette évolution est moins marquée que pour σ_u. L'évolution de η_c est directement liée à celle des niveaux de gris des images MEB au cours du temps et a pour conséquence l'augmentation de l'incertitude de mesure. Même si en taille physique σ_u reste de faible amplitude par rapport aux déplacements que l'on souhaite mesurer, la dérive des conditions d'imagerie devra être prise en compte pour permettre la convergence de la corrélation d'images acquises au cours d'un essai qui dure plusieurs heures.

2.3.4 Quantification de l'erreur systématique de marquage et d'imagerie

La connaissance du motif aléatoire déposé sur l'éprouvette permet de comparer une image MEB du motif avec l'image idéale de référence et ainsi de mesurer les distorsions dues à la fois à la technique de marquage et à l'imagerie MEB. Une étude présentée en Annexe C quantifie ces distorsions pour une région d'intérêt de 400×400 µm^2 et propose une méthode pour séparer les deux contributions. Le principe de cette méthode consiste à exprimer le champ de déplacement mesuré entre les deux images comme la combinaison d'un champ statique dans le repère de l'image MEB, correspondant aux distorsions d'imagerie, et d'un champ qui est lié au repère de l'éprouvette, correspondant aux distorsions de marquage. La séparation est alors possible si, à la place d'une image, un ensemble d'images MEB est acquis après k différentes rotations de l'éprouvette (et donc du motif) conduisant à autant d'estimations des distorsions globales. Il s'agit alors de minimiser la norme d'un ensemble de k écarts $\boldsymbol{r}^k$ entre les k mesures $\boldsymbol{u}^k$ des distorsions globales réalisées avec différentes rotations du motif, et une composition de trois fonctions : les distorsions de marquage $\boldsymbol{\upsilon}_g$, une rotation du motif d'un angle θ^k et les distorsions d'imagerie $\boldsymbol{\upsilon}_d$ (voir Figure 2.8). Cette étude a permis de montrer que la technique de marquage implique une erreur bien plus faible (de l'ordre de 400 nm) que les distorsions d'imagerie (de l'ordre de 2 µm).

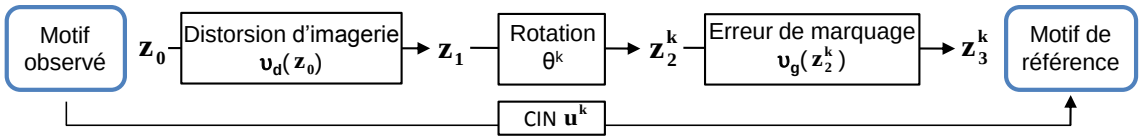


FIGURE 2.8 – Schéma de la décomposition de chacune des k mesures de déplacement en un champ des distorsions d'imagerie, une rotation et un champ des distorsions de marquage

Dans la continuité de cette étude, un nouveau critère à minimiser a été mis en place [Guery *et al.*, 2014a]. Il s'agit d'un critère de moindres carrés pondérés avec la matrice $\left[\boldsymbol{M}^k\right]$ de la corrélation d'images pour la mesure de $\boldsymbol{u}^k$, étant donné que cette matrice est proportionnelle à l'inverse de la matrice de covariance de la mesure à chaque degré de liberté (voir équation (2.8)). Les champs $\boldsymbol{\upsilon}_g$ et $\boldsymbol{\upsilon}_d$ sont toujours recherchés comme une combinaison linéaire de fonctions polynomiales $\boldsymbol{d}_{kl}(\boldsymbol{z})$ présentées en Annexe C, dont les coefficients $(a_1,...,a_6)$ et $(b_1,...,b_6)$ respectivement vérifient désormais la relation

$$(a_1,...,a_6,b_1,...,b_6) = \text{argmin}\left(\sum_k \left\{\boldsymbol{r}^k\right\}^T \left[\boldsymbol{M}^k\right] \left\{\boldsymbol{r}^k\right\}\right) \tag{2.9}$$

où

$$\boldsymbol{r}^k = \left[\boldsymbol{z}_0 + \boldsymbol{u}^k(\boldsymbol{z}_0)\right] - \left[(\boldsymbol{z}_0 + \boldsymbol{v}_d(\boldsymbol{z}_0, a_1, ..., a_6))\, e^{i\theta^k} + \boldsymbol{v}_g(\hat{\boldsymbol{z}}_2^k, b_1, ..., b_6)\right] \tag{2.10}$$

avec $\boldsymbol{z}_0$ les coordonnées en notation complexe des pixels dans l'image MEB et $\hat{\boldsymbol{z}}_2^k$ une estimation de ces mêmes coordonnées après les distorsions d'imagerie et la rotation. La méthode de résolution reste inchangée. Le niveau des résidus atteint à convergence avec ce nouveau critère est similaire à celui précédemment obtenu, en moyenne de l'ordre de 0.34 pixel (soit 82 nm).

Cette procédure de quantification des deux sources de distorsions est maintenant appliquée à une échelle inférieure avec un autre mouchetis (la Figure 2.4b en présente une image MEB), pour une région d'intérêt de 100×100 µm^2. Les champs $\boldsymbol{v}_g$ et $\boldsymbol{v}_d$ alors obtenus sont présentés en Figure 2.9. Sur cette figure, la composante de la série de polynômes décrivant le changement de grandissement (c'est-à-dire $\boldsymbol{d}_{10}(\boldsymbol{z}) = \boldsymbol{z}$ avec un coefficient réel) n'est pas montrée, étant donné que son amplitude est due à de faibles variations de grandissement entre l'image MEB et l'image de référence et non à des distorsions d'imagerie. Par rapport à l'étude précédente, suite à une erreur de grandissement au moment de l'acquisition des images MEB, la zone de l'image étudiée est réduite (d'environ un facteur 2/3). Cependant, les formes des fonctions obtenues sont très proches de celles obtenues pour la région d'intérêt de 400×400 µm^2. Entre les deux échelles, les dynamiques des fonctions sont comparables en pixels. Autrement dit, les distorsions d'imagerie et les erreurs de marquage ont une amplitude en taille physique d'autant plus petite que le grandissement est important. Ce résultat demande à être validé avec des évaluations à d'autres grandissements.

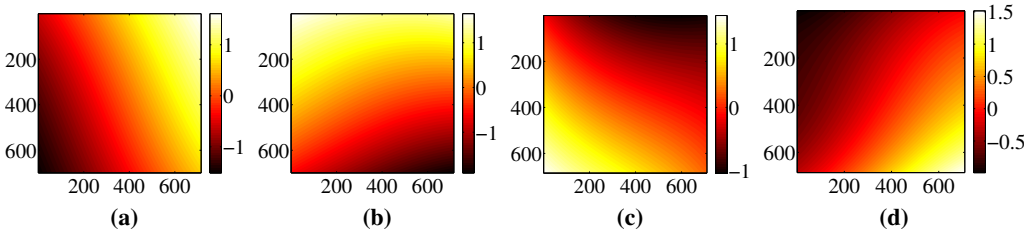


FIGURE 2.9 – Distorsions d'imagerie MEB suivant la direction horizontale (a) et verticale (b), et erreurs de marquage suivant la direction horizontale (c) et verticale (d) à convergence de la minimisation. Les champs sont exprimés en pixels dont la taille physique est de 80 nm

2.4 Régularisation mécanique de la corrélation d'images numériques

2.4.1 Principe général

Dans cette étude, les conditions d'imagerie n'étaient pas favorable par rapport à l'hypothèse de la conservation des niveaux de gris (équation (2.1)). Ceci est lié non seulement au MEB, à cause du bruit d'imagerie relativement élevé ou de la dérive des conditions d'imagerie au cours du temps (voir partie 2.3.3), mais aussi à la cinématique observée à la surface du matériau : une variation des niveaux de gris avec la rotation du réseau cristallin ou avec l'activation de systèmes

de glissement. Cette observation sera détaillée plus loin (voir la partie 2.5.3.3). Dans ce contexte, il est intéressant de chercher à aider la corrélation d'images à la manière d'une régularisation de Tikhonov des problèmes mal posés [Tikhonov et Arsenin, 1977]. L'idée est de restreindre la recherche du champ de déplacement aux solutions admissibles mécaniquement [Réthoré *et al.*, 2009; Leclerc *et al.*, 2009; Roux *et al.*, 2012; Tomičević *et al.*, 2013]. Pour cela, le champ de déplacement doit vérifier une condition supplémentaire issue de la mécanique et introduite sous la forme d'un résidu d'équilibre qui devrait être nul pour les nœuds intérieurs de la région d'intérêt

$$[\boldsymbol{K}]\{\boldsymbol{u}\} = \{\boldsymbol{0}\} \tag{2.11}$$

où $[\boldsymbol{K}]$ est la matrice de rigidité réduite décrivant un comportement élastique linéaire et homogène. Dans un premier temps, un comportement élastique isotrope est choisi, d'autres choix de comportement seront explorés dans la partie 2.4.4. L'écart du champ de déplacement recherché par rapport à cette solution mécanique est pénalisé par la minimisation de la fonctionnelle d'écart à l'équilibre [Claire *et al.*, 2002, 2004] qui correspond à la norme quadratique du champ de force de volume non équilibré $\|\boldsymbol{K}\boldsymbol{u}\|^2$ et qui s'écrit sous la forme

$$\Phi_m^2 = \{\boldsymbol{u}\}^T [\boldsymbol{K}]^T [\boldsymbol{K}]\{\boldsymbol{u}\} \tag{2.12}$$

L'écart à l'équilibre n'étant pas vérifié pour les nœuds sur les bords non libres de contraintes de la région d'intérêt, une fonctionnelle supplémentaire est introduite pour régulariser les déplacements sur les bords sous la forme

$$\Phi_b^2 = \{\boldsymbol{u}\}^T [\boldsymbol{L}]^T [\boldsymbol{L}]\{\boldsymbol{u}\} \tag{2.13}$$

où la matrice $[\boldsymbol{L}]$ est assemblée spécifiquement pour les nœuds des bords [Tomičević *et al.*, 2013]. Ces deux fonctionnelles mécaniques n'ont pas la même dimension que la fonctionnelle Φ_c de la corrélation d'images. Ceci peut être mis en évidence par une analyse dimensionnelle au voisinage du minimum des fonctionnelles en considérant par exemple une onde plane $\boldsymbol{v}(\boldsymbol{x}) = \boldsymbol{v_0}\exp(i\boldsymbol{k}_v\cdot\boldsymbol{x})$, d'amplitude $\boldsymbol{v_0}$ et de vecteur d'onde $\boldsymbol{k}_v$ comme champ de déplacement test : Φ_m est proportionnelle à $\boldsymbol{v_0^2}|\boldsymbol{k}_v|^4$ alors que Φ_c est proportionnelle à $\boldsymbol{v_0^2}|\boldsymbol{k}_v|^0$. La dépendance de chacune des fonctionnelles par rapport au vecteur d'onde $\boldsymbol{k}_v$ ou à la longueur d'onde $2\pi/|\boldsymbol{k}_v|$ est une loi puissance d'exposant différent. On appellera cet exposant la sensibilité spectrale. Φ_c et Φ_m ne sont alors pas directement comparables. En conséquence, une normalisation des fonctionnelles Φ_c, Φ_m et Φ_b est proposée telle que

$$\tilde{\Phi}_c^2 = \frac{\Phi_c}{\{\boldsymbol{v}_n\}^T [\boldsymbol{M}]\{\boldsymbol{v}_n\}} \quad , \quad \tilde{\Phi}_m^2 = \frac{\Phi_m}{\{\boldsymbol{v}_n\}^T [\boldsymbol{K}]^T [\boldsymbol{K}]\{\boldsymbol{v}_n\}} \quad , \quad \tilde{\Phi}_b^2 = \frac{\Phi_b}{\{\boldsymbol{v}_n\}^T [\boldsymbol{L}]^T [\boldsymbol{L}]\{\boldsymbol{v}_n\}} \tag{2.14}$$

où $\boldsymbol{v}_n$ est le champ de déplacement choisi pour la normalisation. La corrélation d'images régularisée revient alors à minimiser une fonctionnelle Φ_t, qui minimise à la fois la conservation des niveaux de gris et le problème mécanique, telle que

$$(1+w_m+w_b)\Phi_t^2 = \tilde{\Phi}_c^2 + w_m\tilde{\Phi}_m^2 + w_b\tilde{\Phi}_b^2 \tag{2.15}$$

où w_m et w_b les poids associés respectivement à $\tilde{\Phi}_m$ et $\tilde{\Phi}_b$. La normalisation est choisie de manière que $\tilde{\Phi}_c = 1$, $\tilde{\Phi}_m = 1$ et $\tilde{\Phi}_b = 1$ pour un écart à la solution du système égale au champ de déplacement $\boldsymbol{v}_n$. Etant donné que la sensibilité spectrale de chacun des termes est différente, les poids w_m et w_b définissent implicitement une longueur via le choix du champ choisi pour la normalisation. Ils s'écrivent

$$w_m = (2\pi|\boldsymbol{k}_v|\xi)^4 \quad , \quad w_b = (2\pi|\boldsymbol{k}_v|\xi_b)^4 \tag{2.16}$$

où ξ et ξ_b ont la dimension d'une longueur. Ces longueurs sont des paramètres de la régularisation, fixant la portée du filtre mécanique sur le champ cinématique et permettant à l'utilisateur de donner plus ou moins d'importance au comportement mécanique par rapport à l'information contenue dans les images dans la recherche de la solution.

L'élasticité isotrope considérée pour la régularisation mécanique fait intervenir différentes constantes élastiques. Le tenseur de rigidité peut se décomposer sous la forme

$$\boldsymbol{\Lambda}_{iso} = 3\kappa\boldsymbol{K} + 2\mu\boldsymbol{J} \tag{2.17}$$

où les tenseurs d'ordre quatre $\boldsymbol{K}$ et $\boldsymbol{J}$ sont définis par

$$K_{ijkl} = \frac{1}{3}\delta_{ij}\delta_{kl} \quad , \quad J_{ijkl} = \frac{1}{2}\left(\delta_{ik}\delta_{jl}+\delta_{il}\delta_{jk}\right) - \frac{1}{3}\delta_{ij}\delta_{kl} \tag{2.18}$$

où δ_{ij} est le symbole de Kronecker. Les paramètres de l'élasticité isotrope κ et μ sont respectivement le module d'incompressibilité et le module de cisaillement, que l'on peut exprimer en fonction du module d'Young E et du coefficient de Poisson ν par les relations

$$\kappa = \frac{E}{3(1-2\nu)} \qquad \mu = \frac{E}{2(1+\nu)} \tag{2.19}$$

Il est alors important de remarquer que la régularisation mécanique ne va pas affecter de manière équivalente les différents modes de déformation de la solution recherchée selon le champ de déplacement test $\boldsymbol{v}_n$ choisi pour normer les fonctionnelles. Ceci peut être mis en évidence sur un exemple. Considérons que la normalisation est réalisée par une onde plane $\boldsymbol{v}_{n\mu}$ de longueur d'onde ξ_μ choisie de manière à ne solliciter que le mode déviatorique attaché au module élastique 2μ. Dans ce cas $\Phi_m^2(\boldsymbol{v}_{n\mu})$ a la dimension de $4\mu^2/\xi_\mu^4$ où ξ_μ est la longueur caractéristique sur laquelle varie le déplacement. L'évaluation de la fonctionnelle avec $\boldsymbol{v}_{n\mu}$ conduit par définition à $\tilde{\Phi}_m^2 = 1$. En revanche, si on évalue la fonctionnelle pour une onde plane $\boldsymbol{v}_{n\kappa}$ de même amplitude mais qui ne sollicite que le mode sphérique [1] attaché au module 3κ, on obtient $\tilde{\Phi}_m^2 = (\xi_\mu^4 9\kappa^2)/(\xi_\kappa^4 4\mu^2)$ où

1. Une telle onde plane n'existe pas en réalité mais est utilisée ici pour l'illustration.

ξ_κ est la longueur caractéristique sur laquelle varie $\boldsymbol{v}_{n\kappa}$. La réponse mécanique dans ces deux situations particulières n'est clairement pas identique et en conséquence n'a pas le même poids dans la régularisation de la corrélation d'images pour une même pondération w_m. On peut remarquer que les longueurs de régularisation associées à chaque module élastique sont dans un rapport fixe, dépendant de la valeur des modules élastiques, tel que

$$\frac{\xi_\mu^4}{\xi_\kappa^4} = \frac{9\kappa^2}{4\mu^2} \tag{2.20}$$

Cette propriété du filtre mécanique peut être exploitée pour contraindre le champ de déplacement recherché par corrélation d'images de manière qu'il vérifie une propriété élastique particulière. Par exemple, si on souhaite imposer un champ de déplacement isochore, il suffit de choisir $\nu \to 1/2$ et la longueur attachée à l'incompressibilité tendra vers l'infini [Taillandier-Thomas *et al.*, 2014]. Pour les mesures par corrélation d'images régularisée dans ce travail, nous avons choisi un champ test $\boldsymbol{v}_n$ pour la normalisation, sans privilégier une direction propre particulière du tenseur de rigidité élastique. Ses composantes v_{nx} et v_{ny} suivant les directions respectivement verticale x et horizontale y de l'image sont définies par

$$v_{nx} = \sin\left(\frac{2\pi x}{L}\right) \quad , \quad v_{ny} = 0 \tag{2.21}$$

où L est la période spatiale de la fonction sinus égale à 100 pixels. Une petite valeur devant la taille de l'image est choisie pour cette période de manière que le champ présente suffisamment de fluctuations dans l'image. Le choix du champ test est ici arbitraire. Cependant la même normalisation a été utilisée pour tous les calculs qui sont de ce fait comparables.

2.4.2 Performance en termes de résolution spatiale

En corrélation d'images, la taille caractéristique du maillage qui permet la discrétisation du champ de déplacement est généralement choisie comme un compromis entre la résolution spatiale et l'incertitude de mesure [Besnard *et al.*, 2006; Wang *et al.*, 2009]. Plus le maillage est fin, plus la résolution spatiale est fine, mais plus la sensibilité au bruit de l'imageur est grande, ce qui augmente l'incertitude sur la mesure. Ceci est illustré en Figure 2.10. Un champ de déplacement est mesuré sans régularisation avec un maillage d'éléments T3 de taille caractéristique 40 pixels (Figure 2.10b). Par rapport à la même mesure mais avec un maillage deux fois plus grossier (Figure 2.10a), la finesse des bandes de localisation à 45° est mieux captée, mais le champ est davantage bruité.

La régularisation de la corrélation d'images permet de lisser les champs de déplacement et ainsi de réduire la sensibilité au bruit de l'imageur tout en gagnant en résolution spatiale. Sur le même exemple que précédemment, une troisième mesure est réalisée avec le plus fin des maillages (40 pixels), avec des longueurs de régularisation ξ et ξ_b respectivement égales à 120 pixels (Figure 2.10c). Pour la même taille d'élément, le résultat est nettement moins sensible au bruit. Notons qu'à partir du moment où la taille d'élément est petite devant la longueur de régularisation, la finesse du maillage a moins d'influence sur le champ mesuré.

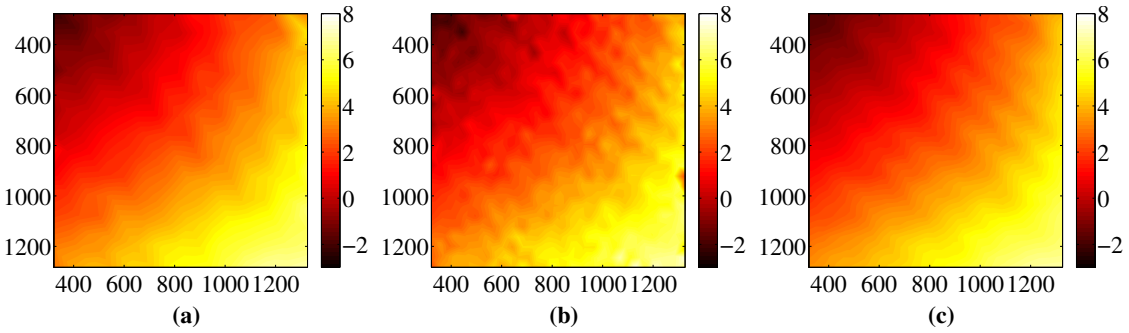


FIGURE 2.10 – Mesure d'un même champ de déplacement horizontal en pixels avec un maillage d'éléments T3 de taille caractéristique 80 pixels sans régularisation (a), 40 pixels sans régularisation (b), 40 pixels avec régularisation ($\xi = \xi_b = 120$ pixels) (c). Un pixel vaut de 130 nm

2.4.3 Performance en termes d'incertitude de mesure

La régularisation mécanique de la corrélation d'images permet d'obtenir de plus faibles niveaux d'incertitude de mesure. Dans l'étude de Tomičević *et al.* [2013], il a été montré que le choix des valeurs des longueurs de régularisation ξ et ξ_b avait une influence non négligeable sur l'incertitude de mesure. Nous cherchons ici à étudier cette influence dans le cadre des images MEB de nos éprouvettes.

Pour cela, la corrélation d'images est réalisée entre deux images consécutives de la région d'intérêt sans chargement avec un maillage quelconque d'éléments triangles de taille caractéristique 20 pixels. Pour le besoin de l'illustration, les résultats obtenus à partir du même jeu d'images utilisées dans la partie 2.3.3 sont détaillés ci-dessous mais des conclusions identiques peuvent être tirées pour les différents mouchetis des différentes éprouvettes.

A partir d'une valeur initiale donnée, la longueur de régularisation ξ est progressivement réduite. Dans un premier temps, la longueur de régularisation sur les bords ξ_b est fixée au double de la valeur de ξ. Pour cela, un calcul est constitué d'une série de calculs intermédiaires où à chaque nouveau calcul la valeur de ξ est réduite d'un facteur deux par rapport au calcul précédent et le champ de déplacement à déterminer est initialisé par celui obtenu précédemment. La Figure 2.11a présente l'incertitude de mesure obtenue en fonction de la valeur initiale de ξ : chaque courbe est un ensemble de calculs, à lire de la droite vers la gauche. Plus la valeur initiale de ξ est élevée, plus l'incertitude en déplacements obtenue est faible, mais plus en contrepartie le résidu de corrélation $\hat{\eta}_c$ est élevé (Figure 2.11b), ce qui est cohérent avec les résultats obtenus par Tomičević *et al.* [2013]. Ce résultat est attendu dans la mesure où on donne alors plus de poids à une solution mécanique qu'à l'information contenue dans les images. La solution finale est alors régularisée plus ou moins fortement par la solution mécanique. Celle-ci ne coïncide pas nécessairement avec le minimum de la fonctionnelle de corrélation d'images, ce qui explique l'augmentation du résidu de corrélation. Cependant, notons que l'augmentation induite de $\hat{\eta}_c$ est d'une amplitude négligeable. Le plus faible écart-type σ_u ainsi obtenu est de 0.009 pixel (soit 2.1 nm), ce qui représente un gain d'un facteur 2.3 par rapport au calcul de corrélation non régularisée. Cette dépendance par rapport à la valeur initiale de ξ choisie n'est observée qu'à partir d'une certaine valeur de ξ (de l'ordre de la taille caractéristique du maillage).

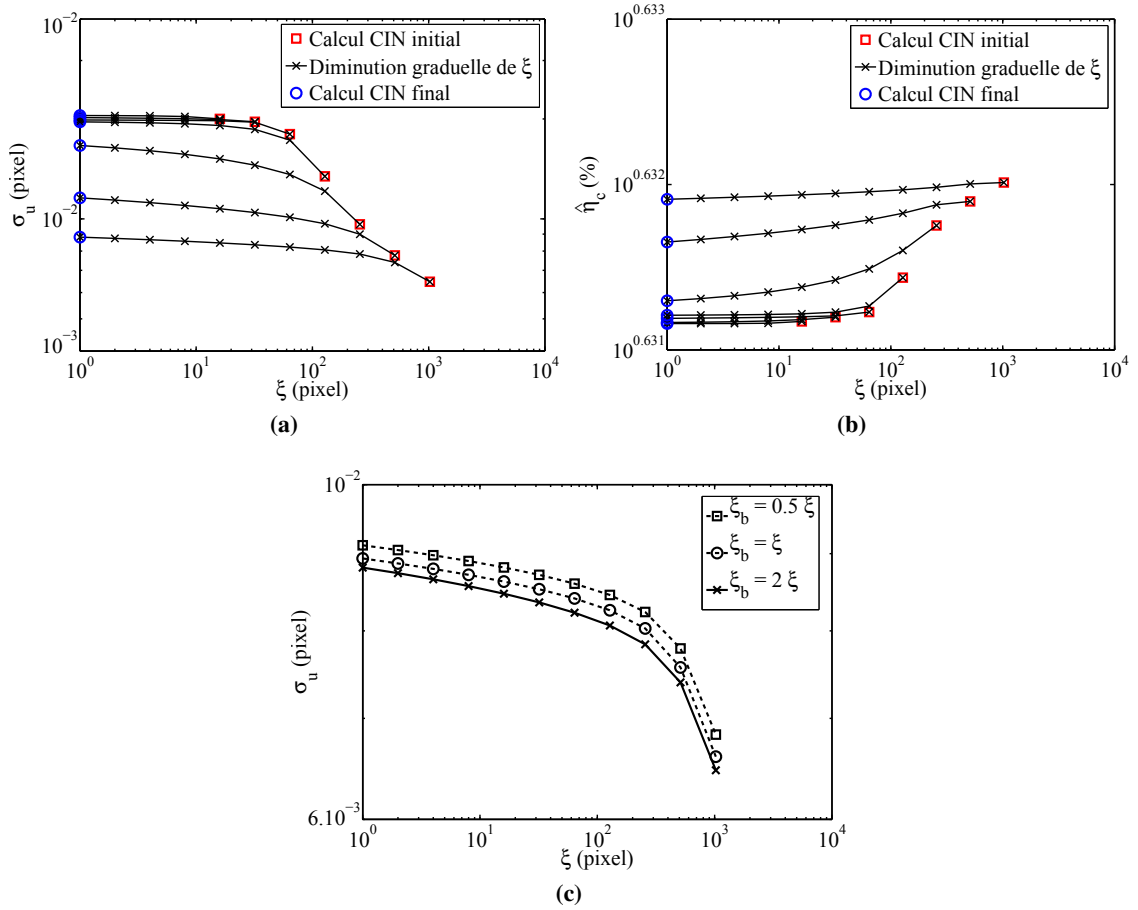


FIGURE 2.11 – Evolution de l'incertitude en déplacements (a) et du résidu de corrélation (b) en fonction de la valeur de la longueur ξ, à partir de différentes valeurs initiales et pour $\xi_b = 2\xi$. Evolution de l'incertitude en déplacements pour différentes valeurs du rapport ξ_b/ξ (c)

Etant donné que la variation du résidu de corrélation avec la valeur initiale de ξ est négligeable, il est bénéfique dans le cadre des images MEB de nos éprouvettes d'adopter cette stratégie de réduction progressive de la longueur de régularisation en plusieurs étapes intermédiaires en partant d'une grande longueur initiale.

Enfin, le choix *a priori* de prendre un rapport 2 entre la valeur de ξ_b par rapport à celle de ξ se justifie du fait qu'il est préférable de régulariser plus fortement les nœuds du bord du maillage qui ont deux fois moins de voisins donc une incertitude de mesure plus grande. Pour obtenir une incertitude de mesure, en termes de variance σ_u^2, rigoureusement équivalente entre les nœuds intérieurs et du bord, il faudrait choisir un rapport $\sqrt{2}$ [Hild et Roux, 2012]. Lorsqu'un rapport plus faible est choisi, par exemple un rapport de 1 ou 0.5, une augmentation de l'incertitude est observée quelle que soit la valeur initiale de ξ, comme illustrée dans la Figure 2.11c pour une valeur initiale de 1024 pixels.

Notons qu'avec la stratégie d'initialisation du champ de déplacement recherché présentée ici, la régularisation mécanique peut également aider la corrélation d'images lorsque de grands déplacements sont en jeu. Néanmoins, pour traiter une série d'images couvrant une large gamme de déformation, une stratégie avec actualisation de l'image de référence (présentée en partie 2.5.3.1) sera utilisée pour obtenir une première estimation de la solution.

2.4.4 Lois de comportement utilisées pour la régularisation

Initialement, le choix le plus naturel et simple pour régulariser la corrélation d'images s'est porté sur un comportement élastique isotrope (un choix parmi d'autres), étant donné que l'enjeu n'était pas d'être représentatif du comportement réel du matériau, mais d'appliquer un filtre passe-bas sur le champ de déplacement. Néanmoins, dans la continuité des travaux antérieurs [Leclerc *et al.*, 2009; Roux *et al.*, 2012], d'autres lois de comportement peuvent être envisagées. La connaissance de la microstructure en surface dans les images MEB à corréler nous permet pour la mesure de champs d'utiliser un maillage s'appuyant les joints de grains ou de macles, où chaque élément fini est affecté de l'orientation locale du matériau (voir partie 2.5.2). Cette information supplémentaire est exploitée ici pour proposer de régulariser la corrélation d'images en utilisant l'élasticité cubique comme filtre mécanique. Notons que proposer une régularisation la plus réaliste possible par rapport au comportement vrai du matériau demanderait à solliciter le matériau uniquement dans le régime élastique, ce qui n'est pas l'enjeu de notre démarche.

Nous proposons de comparer la régularisation avec l'élasticité cubique à celle avec l'élasticité isotrope. Soit $\mathbf{\Lambda}_{cub}$ le tenseur de rigidité d'élasticité cubique défini dans le repère du monocristal en notation de Voigt-Kelvin par

$$\mathbf{\Lambda}_{cub} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{12} & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} \end{bmatrix} \tag{2.22}$$

où les coefficients C_{11}, C_{12} et C_{44} sont les constantes d'élasticité du matériau. Nous utiliserons ici les valeurs obtenues par Ledbetter [1985] par mesures acoustiques sur un acier A316L et données dans le Tableau 2.1. Les paramètres utilisés pour l'élasticité isotrope ont été obtenus à partir de ceux utilisés pour le monocristal grâce à un modèle de transition d'échelle autocohérent (qui sera présenté en partie 3.4.2) et sont donnés dans le Tableau 3.3.

Coefficient	C_{11}	C_{12}	C_{44}
Valeur (GPa)	207	133	117

TABLEAU 2.1 – Constantes d'élasticité cubique proposées par Ledbetter [1985] pour l'acier A316L

Pour chaque élément du maillage, le tenseur de rigidité $\mathbf{\Lambda}_e$ est calculé dans le repère de l'image tel que

$$\mathbf{\Lambda}_e = \boldsymbol{Q}_e \mathbf{\Lambda}_{cub} \boldsymbol{Q}_e^T \tag{2.23}$$

où $\boldsymbol{Q}_e$ est le tenseur de rotation qui passe du repère du monocristal au repère de l'image et qui est défini par l'orientation cristalline locale. La corrélation d'images étant 2D, la matrice de rigidité globale $[\boldsymbol{K}]$ est alors assemblée à partir d'une projection dans le plan de l'image de chaque tenseur $\mathbf{\Lambda}_e$.

En termes d'incertitudes de mesure, à partir de la même paire d'images sans chargement, l'élasticité cubique mène à une incertitude légèrement plus forte sur les déplacements par rapport à l'élasticité isotrope ($\sigma_u = 0.029$ pixel contre 0.025 pixel avec l'élasticité isotrope). Une diminution négligeable du résidu de corrélation de 0.01 % de la dynamique de l'image est obtenue avec l'élasticité cubique. Cette différence sur l'incertitude de mesure peut s'expliquer par le fait que les deux calculs aient été réalisés avec la même longueur de régularisation et avec la même normalisation des fonctionnelles de l'équation (2.15). Etant donné que deux lois de comportement différentes ont été utilisées, la régularisation de la corrélation d'images n'est pas équivalente. En symétrie cubique, le tenseur $\boldsymbol{J}$ peut en effet se décomposer dans son repère initial en deux tenseurs $\boldsymbol{J}^a$ et $\boldsymbol{J}^b$, tel que

$$\boldsymbol{J} = \boldsymbol{J}^a + \boldsymbol{J}^b \tag{2.24}$$

avec

$$J^a_{ijkl} = \delta_{ni}\delta_{nj}\delta_{nk}\delta_{nl} - \frac{1}{3}\delta_{ij}\delta_{kl} \tag{2.25}$$

et

$$J^b_{ijkl} = \frac{1}{2}\left(\delta_{ik}\delta_{jl} + \delta_{il}\delta_{jk}\right) - \delta_{ni}\delta_{nj}\delta_{nk}\delta_{nl} \tag{2.26}$$

de telle sorte que le tenseur d'élasticité cubique peut s'écrire comme

$$\mathbf{\Lambda}_{cub} = 3\kappa' \boldsymbol{K} + 2\mu^a \boldsymbol{J}^a + 2\mu^b \boldsymbol{J}^b \tag{2.27}$$

où les trois paramètres de l'élasticité cubique sont définis par

$$\kappa' = \frac{C_{11} + 2C_{12}}{3} \qquad \mu^a = \frac{C_{11} - C_{12}}{2} \qquad \mu^b = C_{44} \tag{2.28}$$

Ainsi, en utilisant l'élasticité cubique pour la régularisation, nous avons cette fois-ci trois modes du tenseur élastiques donc potentiellement trois longueurs de régularisation associées, correspondant à une partie sphérique et à deux parties déviatoriques du tenseur de déformation, contre deux modes en élasticité isotrope. En élasticité cubique, on peut ainsi définir trois longueurs $\xi_{\kappa'}$, ξ_{μ^a} et ξ_{μ^b} associées respectivement aux trois modules $3\kappa'$, $2\mu^a$ et $2\mu^b$ telles que

$$\frac{\xi^4_{\kappa'}}{\xi^4_{\mu^a}} = \frac{4{\mu^a}^2}{9{\kappa'}^2} \quad , \quad \frac{\xi^4_{\mu^a}}{\xi^4_{\mu^b}} = \frac{{\mu^b}^2}{{\mu^a}^2} \tag{2.29}$$

Les deux calculs ont donc été réalisés avec des échelles de longueurs de régularisation différentes. Le niveau un peu plus élevé d'incertitude sur les déplacements obtenus pour l'élasticité cubique par rapport à l'élasticité isotrope indique que la régularisation mécanique a globalement été moins forte lorsque l'élasticité cubique a été considérée. Pour aller plus loin, il serait intéressant d'utiliser un champ test sollicitant un mode propre commun aux deux tenseurs de déformation pour la normalisation des fonctionnelles dans les deux calculs.

Deux calculs de corrélation d'images sont maintenant réalisés à partir de la série d'images acquises au cours de l'essai sur l'éprouvette E_{1000+} (procédure détaillée en partie 2.5.3.1), avec les mêmes paramètres à l'exception du comportement mécanique. Les longueurs ξ et ξ_b sont choisies égales à quatre fois la taille caractéristique du maillage (20 pixels). Le gain en termes de résidus de corrélation est pratiquement nul : une diminution de $\hat{\eta}_c$ de 0.01 % de la dynamique de l'image de référence est par exemple obtenue à 5 % de déformation macroscopique. La Figure 2.12 montre la différence entre les champs de déformation obtenus par les deux mesures. L'influence de la loi de comportement n'est pas négligeable, elle induit un écart en valeur absolue d'une dynamique de 2 % de déformation pour chacune des composantes pour une déformation macroscopique de 5 %. Néanmoins, à ce niveau de déformation, l'écart quadratique moyen pour la direction longitudinale ou transverse est de 0.26 %, ce qui est relativement faible. L'écart entre les deux mesures est principalement localisé aux joints de macles (tracés en noir sur les champs) et au niveau de la finesse des bandes de déformation intragranulaire.

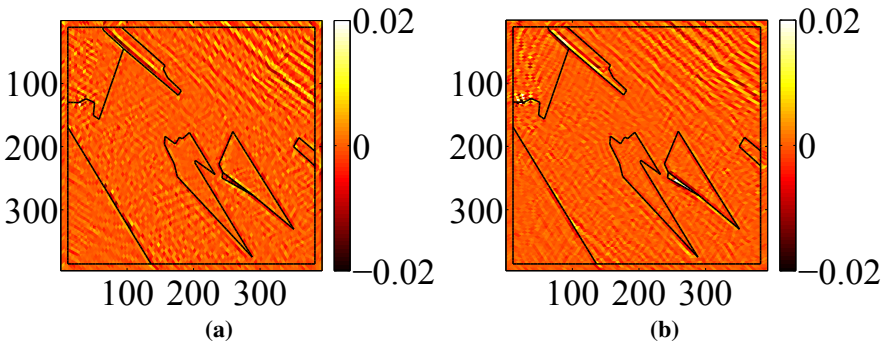


FIGURE 2.12 – Ecart entre les champs de déformation normale mesurés par corrélation régularisée avec l'élasticité isotrope et avec l'élasticité cubique, sur l'éprouvette E_{1000+} à 5 % de déformation macroscopique, selon la direction longitudinale (a) et transverse (b). Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres

L'introduction d'une information microstructurale pour la régularisation a une influence sur la mesure de champs. Cependant, l'élasticité cubique n'est pas représentative de la cinématique observée. Pour introduire davantage de cohérence entre la régularisation et la mesure, nous avons cherché à utiliser la loi de comportement de plasticité cristalline employée dans la simulation éléments finis de l'essai de traction réalisé sur l'éprouvette E_{1000+}. La loi de comportement est celle proposée par Méric et Cailletaud [1991] (détaillée en partie 3.2.3.1). Une bonne estimation du comportement élastoplastique revient à considérer le comportement tangent à un instant donné ainsi qu'un offset (car la loi est non linéaire), et l'écart à l'équilibre s'écrit alors $\|\boldsymbol{K}\boldsymbol{u} - \boldsymbol{f}\|^2$ où $\boldsymbol{f}$ correspond à l'offset. L'opérateur tangent de la loi de comportement est extrait du calcul à tous les points de Gauss du maillage et à tous les pas de temps correspondant à une image de l'essai. Comme précédemment, une matrice de rigidité est alors construite pour chaque élément fini du maillage par projection du tenseur local issu du calcul. La mesure de champ peut ainsi être régularisée avec la loi de comportement de la modélisation. Néanmoins, il nous a manqué du temps pour valider cette nouvelle approche de la régularisation dans le cadre du travail présenté dans ce manuscrit.

Sous l'hypothèse d'être validée, cette approche offre de nouvelles perspectives à la mesure de champs. En effet, la régularisation ne jouerait plus exclusivement le rôle d'un filtre passe-bas sur le champ de déplacement, elle permettrait de mesurer un champ de déplacement au plus près du comportement vrai du matériau. Il serait alors possible d'accéder à une estimation des contraintes en surface à partir d'une mesure des déplacements. Cela suppose que la loi de comportement utilisée pour la régularisation soit validée pour le matériau. De plus, dans le contexte de l'identification des paramètres de la loi, il serait envisageable de réaliser une identification intégrée, c'est-à-dire menée en même temps que la mesure des déplacements. Cette approche a par exemple été proposée en élasticité par Leclerc *et al.* [2009] pour identifier le coefficient de Poisson, ou par Mathieu *et al.* [2014] pour identifier les paramètres de la loi d'écrouissage non linéaire de type Ramberg-Osgood.

Pour les mesures de champ présentées dans la suite de ce travail, la régularisation de la corrélation d'images a été réalisée avec le comportement élastique isotrope, étant donné que l'utilisation de l'élasticité cubique ou de la plasticité cristalline était prématurée au moment où les mesures de champs ont été effectuées dans ce travail. Nous avons choisi de prendre les longueurs de régularisation ξ et ξ_b égales, étant donné la faible variation de l'incertitude de mesure observée pour différents rapports de ces longueurs (Figure 2.11c) et réduites progressivement jusqu'à une longueur égale à quatre fois la taille caractéristique du maillage, suivant une stratégie détaillée dans la partie 2.5.3.1.

2.5 Essais de traction *in situ*

2.5.1 Présentation de la technique expérimentale

Cinq essais de traction *in situ* ont été réalisés dans cette étude sur les éprouvettes présentées dans la partie 1.2.3. Les essais sont pilotés en déformation imposée via le déplacement de la traverse de la platine de traction. Nous noterons Δl l'allongement de la zone utile de longueur initiale l_0. L'effort appliqué correspondant est relevé grâce à une cellule d'effort. La vitesse de chargement est de 0.05 mm.s^{-1}. Des arrêts sont réalisés régulièrement au cours de l'essai pour acquérir une image MEB du mouchetis. Les images sont acquises à déformation constante, ce qui implique une relaxation de l'effort appliqué (voir Figure 2.13). L'amplitude de la relaxation croît

en début de plasticité, pour se stabiliser vers 2 % de déformation. Dans la pratique, l'acquisition d'une image est réalisée quelques minutes après que le chargement soit interrompu, afin d'avoir une stabilisation de la contrainte appliquée et d'éviter ainsi une relaxation de la contrainte entre le début de l'acquisition (correspondant au balayage du haut de l'image) et la fin (bas de l'image). Les acquisitions sont réalisées sans intégration sur plusieurs passes et requièrent environ 90 secondes.

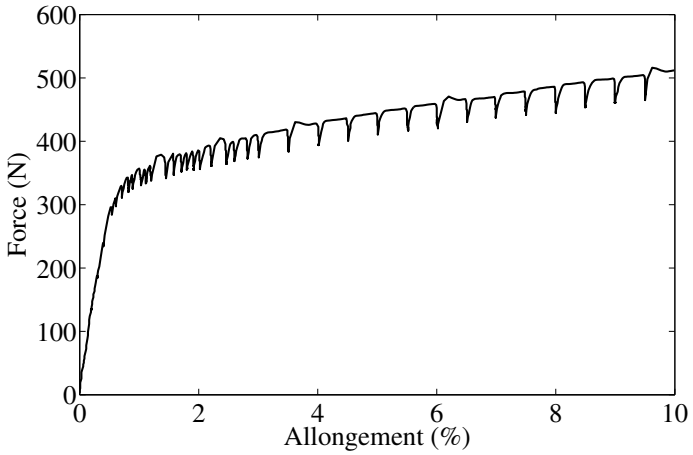


FIGURE 2.13 – Effort appliqué en fonction de l'allongement imposé au cours de l'essai de traction sur l'éprouvette A_{70}

L'influence de la relaxation sur les champs de déplacement mesurés est analysée ici plus en détail. Pour cela, une série d'images est acquise à 2 % de déformation dès que la consigne est atteinte. Afin de réduire le temps d'acquisition à environ 30 secondes, les conditions d'imagerie pour cette série sont dégradées en augmentant la vitesse de balayage. Le champ de déplacement est ensuite mesuré par corrélation d'images non régularisée, entre chacune des images de la série et une image acquise à temps très long, où la relaxation est supposée négligeable. Le déplacement est recherché comme le produit d'une fonction de l'espace $\boldsymbol{x}$ et d'une fonction du temps $\boldsymbol{t}$ telle que

$$\boldsymbol{u}(\boldsymbol{x},\boldsymbol{t}) = \boldsymbol{\zeta}(\boldsymbol{x})\,\boldsymbol{\psi}(\boldsymbol{t}) \tag{2.30}$$

Notons $\boldsymbol{G}$ la fonction définie par

$$G(\boldsymbol{t},\boldsymbol{t}') = \int_{ROI} \boldsymbol{u}(\boldsymbol{x},\boldsymbol{t})\,\boldsymbol{u}(\boldsymbol{x},\boldsymbol{t}')\,\mathrm{d}\boldsymbol{x} \tag{2.31}$$

Les fonctions $\boldsymbol{\psi}(\boldsymbol{t})$ du temps et $\boldsymbol{\zeta}(\boldsymbol{x})$ de l'espace peuvent alors être définies par

$$\boldsymbol{\psi}(\boldsymbol{t}) = C\int_0^{\boldsymbol{t}} G(\boldsymbol{t},\boldsymbol{t}')\,\boldsymbol{\psi}(\boldsymbol{t}')\,\mathrm{d}\boldsymbol{t}' \tag{2.32}$$

$$\zeta(x) = \int_0^t u(x,t)\,\psi(t)\,\mathrm{d}t \tag{2.33}$$

où C est une constante. Une décomposition discrète de Karhunen-Loève [Karhunen, 1947; Loève, 1948], aussi appelée analyse en composantes principales est alors utilisée. Cette technique, largement employée dans un vaste spectre de domaines, aussi bien en mathématiques, en physique qu'en chimie, a pour but de déterminer une base réduite de modes propres orthogonaux séparant les variables d'espace et de temps. Parmi les nombreuses applications possibles, elle est utilisée en mécanique des fluides pour analyser un écoulement turbulent [Lumley, 1967], en traitement d'images pour la reconnaissance faciale [Kirby et Sirovich, 1990], ou encore en compression de données [Andrews *et al.*, 1967]. Dans le cas de notre application, elle est utilisée pour accéder à un temps caractéristique du phénomène de relaxation. Une décomposition au premier ordre revient à approcher la fonction $\psi(t)$ par le vecteur propre associé à la plus grande valeur propre de G. Cette approximation est tracée en Figure 2.14 pour les éprouvettes A_{70}, C_{10} et D_{50}. Une interpolation par une exponentielle est proposée et permet de déterminer les temps caractéristiques suivants : 88, 62 et 38 secondes respectivement pour les éprouvettes C_{10}, D_{50} et A_{70}, pour trois grandissements différents (100×100 µm^2, 400×400 µm^2 et 200×200 µm^2, respectivement). Il apparaît que plus la taille de grain est petite, plus le temps caractéristique est grand. Dans la pratique, pour les images des essais, une durée de deux à cinq fois le temps caractéristique sépare l'interruption du chargement de l'acquisition de l'image, ce qui nous permet de supposer que le phénomène de relaxation est négligeable entre le début et la fin de l'acquisition de chaque image.

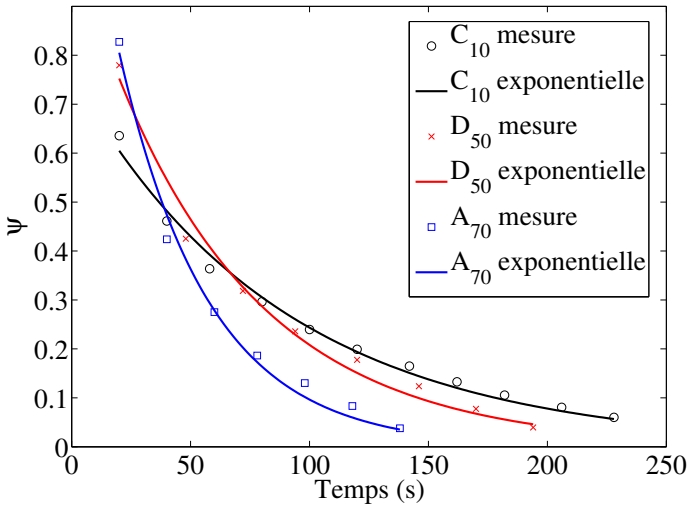


FIGURE 2.14 – Estimation discrète de la composante temporelle du champ de déplacement mesuré au cours de la relaxation à 2 % de déformation (points) et interpolation exponentielle (trait plein)

2.5.2 Maillage non-structuré s'appuyant sur la microstructure

Dans cette étude, il est proposé de discrétiser le champ de déplacement pour la corrélation d'images en utilisant un maillage non-structuré s'appuyant sur la microstructure. Deux raisons justifient ce choix. Tout d'abord, cela semble cohérent avec une mesure des déformations dans un polycristal : on s'attend à avoir des déformations essentiellement intragranulaires, avec de forts gradients de part et d'autre des joints de grains. Un tel maillage permet d'obtenir une discontinuité des déformations aux joints de grains tout en assurant la continuité des déplacements. Ensuite, ce choix assure la cohérence de la mesure avec la modélisation du polycristal qui définit un grain dans un maillage par un groupe d'éléments. Le même maillage sera d'ailleurs utilisé pour la mesure et pour la simulation, ce qui permettra un dialogue direct entre la mesure et la modélisation sans interpolation supplémentaire.

Pour chaque éprouvette, une mesure EBSD réalisée après le dépôt du mouchetis permet d'obtenir la cartographie des joints de grains et de macles dans la région couverte par le mouchetis. Il est choisi de définir un joint de grains par une désorientation supérieure ou égale à 15° et un joint de macles de type Σ_3 par une désorientation de 60°, avec une incertitude de 5°. La cartographie obtenue est exprimée dans le référentiel de la mesure EBSD. Pour pouvoir l'utiliser comme support pour un maillage pour la corrélation d'images, il est alors nécessaire de la transporter dans le référentiel des images MEB de l'essai. Dans la plupart des études similaires, cette transformation est réalisée en appariant des micro-indentations visibles dans les deux référentiels [Dexet, 2006; Héripré *et al.*, 2007; Abuzaid *et al.*, 2012; Carroll *et al.*, 2013]. Une méthode utilisant la corrélation d'images est mise en place dans ce travail. Elle est présentée ci-dessous en prenant le cas de l'éprouvette E_{1000+} comme illustration.

Cette méthode requiert l'utilisation de la cartographie EBSD de l'indice de qualité (IQ pour Image Quality). Cet indice indique la qualité du cliché de diffraction au point de mesure, en se basant sur la somme des pics détectés dans la transformation de Hough [Kunze *et al.*, 1993]. Une image en niveaux de gris d'une cartographie IQ représente en blanc l'indice IQ le plus élevé et en noir le plus faible. Les mesures EBSD sont réalisées après le dépôt du mouchetis. Etant donné que le cliché de diffraction est de moins bonne qualité lorsque le faisceau traverse l'or, le mouchetis apparaît en noir sur la cartographie IQ (voir Figure 2.15a).

La transformation $\boldsymbol{X}(\boldsymbol{x})$ qui passe du système de coordonnée EBSD $\boldsymbol{x}$ à celui des images MEB $\boldsymbol{X}$ est mesurée par corrélation d'images entre l'image IQ et l'image MEB acquise avant le début de l'essai de traction (voir Figure 2.15b). Avant cela, un traitement d'image est nécessaire afin de rendre possible l'appariement des deux images. Tout d'abord, l'échelle des niveaux de gris de l'image IQ est inversée pour que le mouchetis apparaisse en clair sur fond sombre sur les deux images. Ensuite, un contraste en niveaux de gris lié à la microstructure, davantage visible sur la cartographie IQ que sur l'image MEB en mode SE, rend la corrélation d'images difficile. Pour l'atténuer, un filtre est appliqué sur les deux images, donnant plus de poids aux hautes fréquences spatiales des variations de niveaux de gris, qui correspondent au mouchetis. Les deux images ainsi obtenues (Figures 2.15c et 2.15d) peuvent désormais être appariées par corrélation d'images, utilisant l'algorithme présenté précédemment, un maillage quelconque et une longueur de régularisation égale à quatre fois la taille caractéristique du maillage. Etant donné qu'une grande transformation sépare les deux images (de l'ordre de 70 pixels en termes de déplacement pour l'éprouvette E_{1000+}), la corrélation d'images est initialisée avec une estimation du déplacement obtenue en utilisant une interpolation quadratique, déterminée en sélectionnant manuellement des points remarquables dans les deux images.

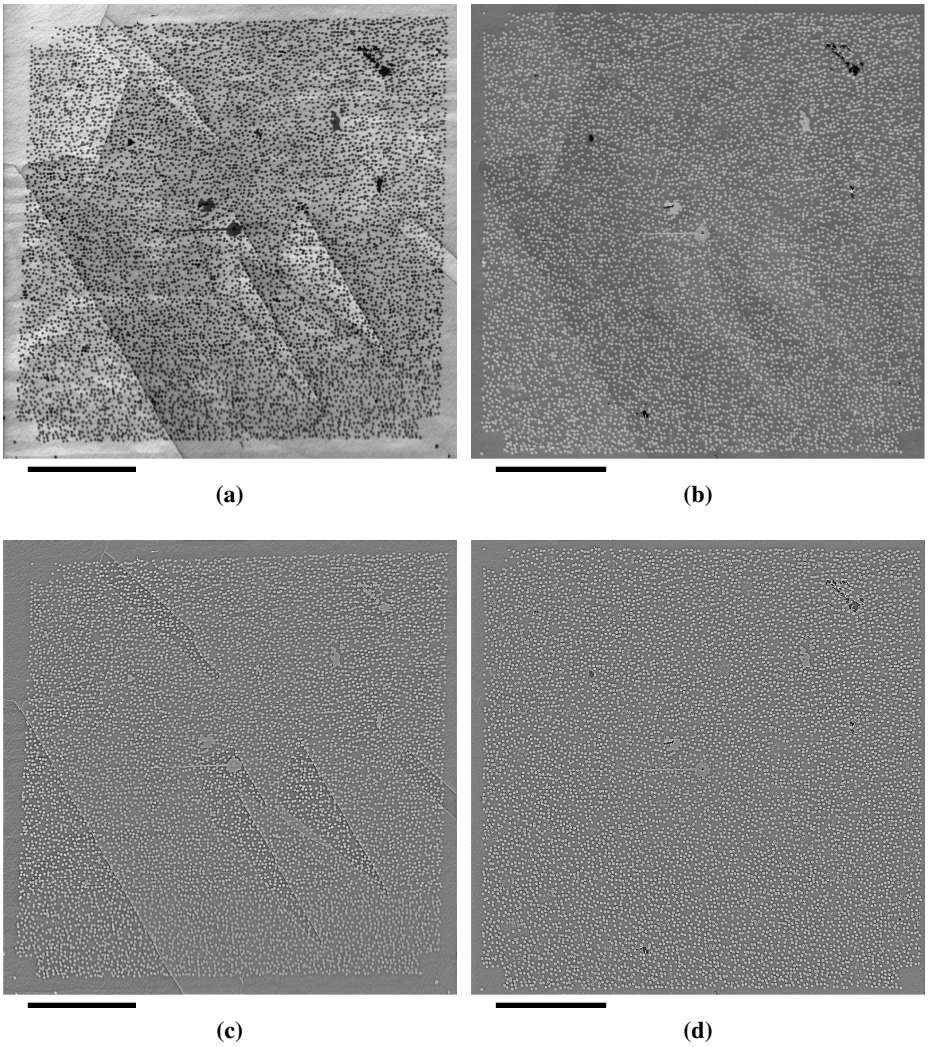


FIGURE 2.15 – Cartographie IQ (a) et image MEB en SE (b) avant le traitement d'image, et après respectivement (c) et (d), pour l'éprouvette E_{1000+}

Les résidus de corrélation témoignent du bon appariement des images (voir Figure 2.16). Dans le cas contraire le mouchetis serait apparu en double sur cette figure. De faibles fluctuations apparaissent au niveau de la position des taches, une conséquence de la différence de la dynamique des niveaux de gris entre les deux images. L'écart-type des résidus est de l'ordre de 10 % de la dynamique de l'image de référence. Malgré sa valeur très importante, ce résultat est considéré comme suffisamment fiable pour la suite de l'étude.

Toute cartographie EBSD peut désormais être représentée dans le référentiel des images MEB. Une fois recalée, la cartographie des joints de grains et de macles est segmentée en polygones. Un maillage est alors généré avec des éléments triangles s'appuyant sur ces polygones. La Figure 2.17 montre la cartographie des orientations cristallines (IPF pour *Inverse Pole Figure*) combinée à celle des joints de grains, la cartographie IQ ainsi que le maillage éléments finis recalé sur l'image MEB

SE pour les différentes éprouvettes. La longueur caractéristique du maillage obtenu pour chaque éprouvette est choisie autour de 20 pixels, ce qui offre un bon compromis pour permettre à la fois une finesse de mesure et une variation de la texture en niveaux de gris d'un élément à un autre.

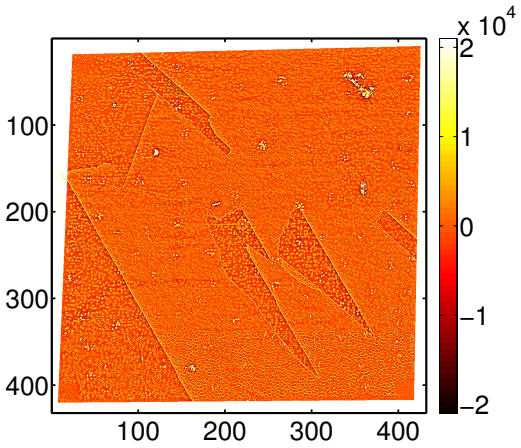


FIGURE 2.16 – Résidus de corrélation en niveaux de gris correspondant à la mesure de corrélation d'images entre la cartographie IQ (Figure 2.15c) et l'image SE (Figure 2.15d). Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres

Les cartographies IPF présentées sur ces figures ont subi un nettoyage des erreurs d'indexation liées à la présence d'or en surface qui consiste à imposer une taille minimale des grains détectés. Les orientations cristallines ne fluctuent pratiquement pas au sein de chaque grain. Ceci est vrai pour toutes les éprouvettes à l'exception de C_{10}, dont les variations intragranulaires observées peuvent être expliquées par un écrouissage de la surface lié à une moins bonne qualité du polissage de cette éprouvette en particulier. En transportant ces cartographies dans le référentiel des images MEB, l'orientation cristalline locale peut être affectée à chaque élément fini du maillage. De plus, on notera que les cartographies IQ révèlent la présence de rayures de polissage sur les éprouvettes A_{70}, B_{10} et D_{50}, invisibles sur les images MEB mais qui seront *a posteriori* sans conséquence sur les mesures de champs.

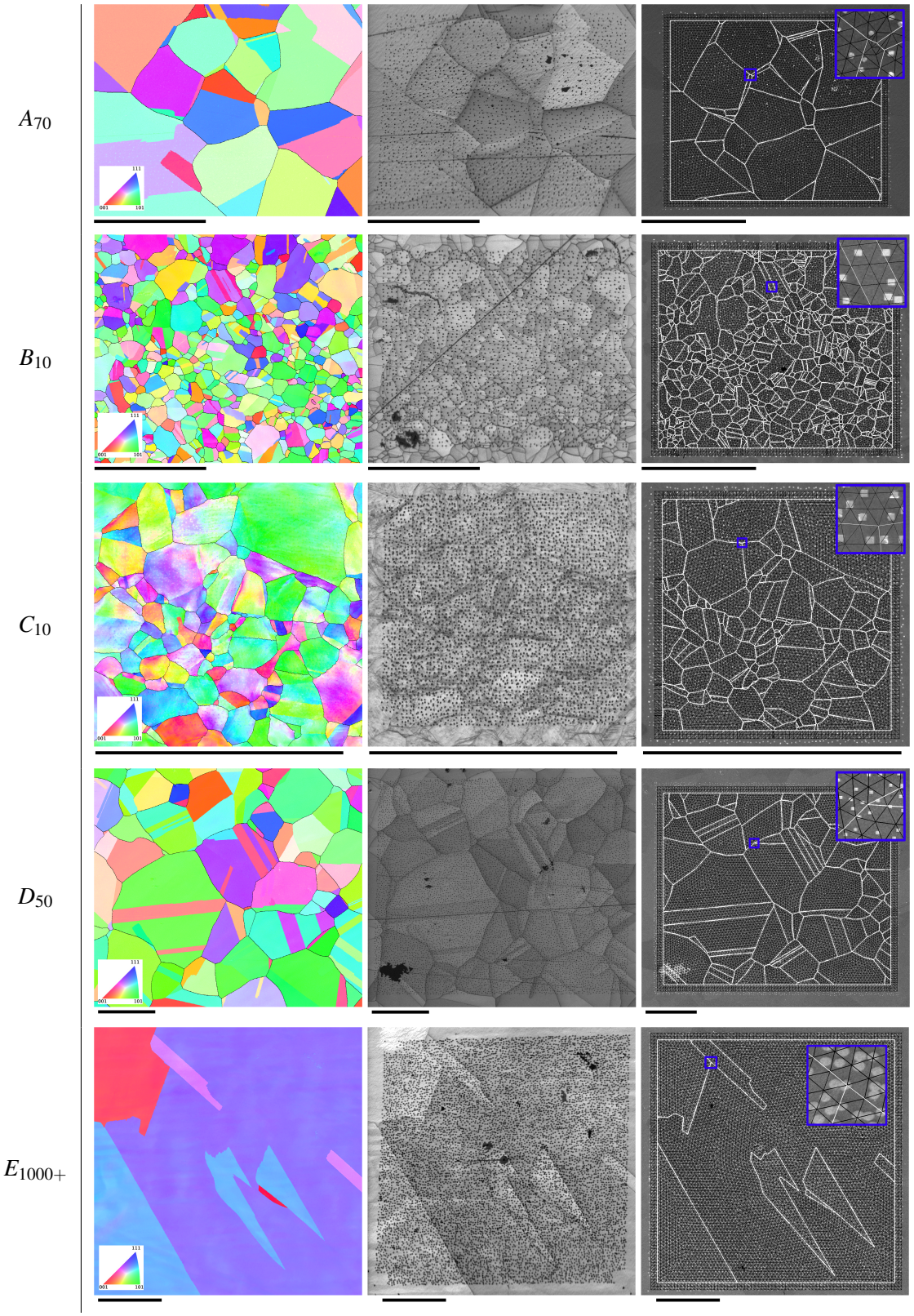


FIGURE 2.17 – Cartographie IPF et des joints de grains (gauche), cartographie IQ (centre), et maillage recalé sur l'image SE du mouchetis (droite) pour les différentes éprouvettes. Les barres d'échelles font 100 µm

2.5.3 Analyse d'une série d'images

2.5.3.1 Stratégie adoptée

A partir de la série d'images acquises au cours de chaque essai, une méthode de corrélation d'images est mise en place afin de mesurer les champs par rapport à la première image de la série. Comme nous l'avons déjà évoqué précédemment, l'environnement MEB est défavorable à l'hypothèse de conservation des niveaux de gris. Même en utilisant la régularisation, il est difficile de faire converger la corrélation en conservant la première image comme image référence. C'est pourquoi dans un premier temps, une procédure avec actualisation est adoptée pour traiter la série d'images (voir Figure 2.18) : à la fin de chaque calcul, un déplacement incrémental est déterminé, le déplacement total étant le cumul de tous les incréments et l'image déformée devient l'image de référence du calcul suivant [Hild *et al.*, 2002; Besnard *et al.*, 2006]. Le maillage est également actualisé, afin de conserver un maillage cohérent avec la microstructure sur toute la série d'images. Pour cela, la position des nœuds est modifiée avec les déplacements nodaux mesurés à la fin de chaque calcul. Le critère de convergence de chaque calcul est choisi comme une variation de la norme de l'incrément de déplacement moyen inférieure à 10^{-4} pixel.

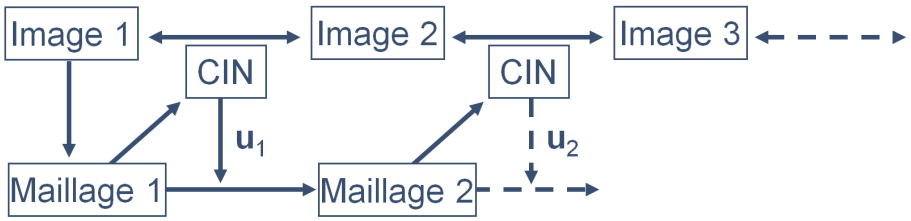


FIGURE 2.18 – Procédure de corrélation d'images par actualisation du maillage et de l'image de référence

Cette procédure est réalisée pour une longueur de régularisation donnée. Comme nous l'avons vu dans la partie 2.4.3, un gain non négligeable en termes d'incertitudes de mesure peut être obtenu si la longueur de régularisation est initialement élevée puis progressivement diminuée. Nous avons ainsi choisi de réaliser cette procédure avec une longueur ξ égale à 32 fois, puis 16 fois, 8 fois, et finalement 4 fois la taille caractéristique du maillage (20 pixels). A chaque nouveau calcul, le déplacement incrémental est initialisé par celui obtenu pour la longueur ξ immédiatement supérieure. Pour les bords du maillage, nous avons choisi d'appliquer la même longueur de régularisation, soit ξ_b égale à ξ. Au bilan, la procédure actualisée est ainsi conduite à quatre reprises pour chaque série d'images.

Cette procédure actualisée présente néanmoins le désavantage de cumuler les incertitudes de mesure par rapport à la première image de la série. C'est pourquoi dans un second temps, un cinquième et dernier traitement de la série d'images est réalisé, mais sans actualisation. La première image est conservée comme image de référence, et le déplacement recherché est initialisé avec celui déterminé précédemment, toujours pour une longueur de régularisation de quatre fois la taille caractéristique du maillage.

Ce dernier traitement offre un gain non négligeable en termes de résidus de corrélation. Par exemple, pour l'éprouvette A_{70}, le résidu de corrélation entre la première et la dernière image de l'essai (soit un allongement d'environ 25 %) vaut 2.9 % de la dynamique à convergence, alors qu'il

vallait 3.2 % à l'étape précédente, soit un gain de 9 %. La différence entre les deux cartes de résidus est représentée en Figure 2.19. Le gain apparaît en noir sur cette figure, il se situe essentiellement au niveau des taches du mouchetis. A ce gain en termes de niveaux de gris correspond un écart non négligeable sur les déplacements nodaux mesurés dont l'écart-type est de 0.41 pixel (soit 60 nm).

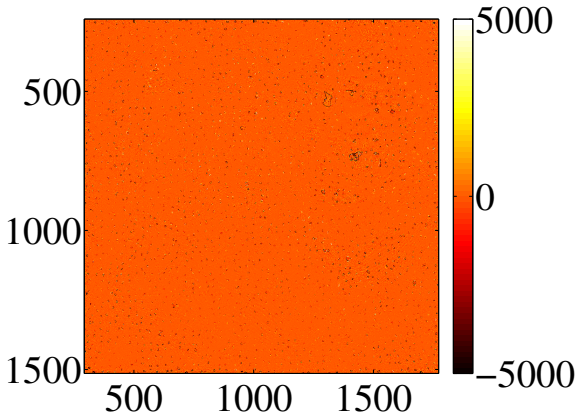


FIGURE 2.19 – Différence $|\eta_c^2| - |\eta_c^1|$ en niveaux de gris entre les résidus de corrélation du premier calcul η_c^1 et ceux du second η_c^2, calculés entre la première et la dernière image de l'essai sur l'éprouvette A_{70}. Les axes spatiaux sont exprimés en pixels dont la taille physique est 150 nm

Le Tableau 2.2 donne la résolution de la mesure, en termes de déplacement et de déformation, obtenue pour chacune des éprouvettes avec la procédure de corrélation d'images présentée précédemment. Elle est déterminée en corrélant deux images consécutives sans chargement appliqué entre les deux acquisitions avec les maillages adaptés à la microstructure. L'incertitude en déplacement, respectivement en déformation, correspond alors à l'écart-type du champ de déplacement mesuré, respectivement de la dérive du champ de déplacement. On peut noter que les niveaux de résolution pour les déplacements (exprimée en pixels) sont assez proches entre les différentes éprouvettes.

Eprouvette	Incertitude en déplacement	Incertitude en déformation
A_{70}	4.3 nm / 2.9×10^{-2} pixel	1.1×10^{-3}
B_{10}	5.9 nm / 3.7×10^{-2} pixel	1.5×10^{-3}
C_{10}	2.2 nm / 2.8×10^{-2} pixel	1.2×10^{-3}
D_{50}	7.1 nm / 2.5×10^{-2} pixel	1.1×10^{-3}
E_{1000+}	4.4 nm / 1.8×10^{-2} pixel	9.6×10^{-4}

TABLEAU 2.2 – Incertitude de mesure de corrélation d'images pour les cinq éprouvettes étudiées avec les paramètres choisis pour la corrélation

2.5.3.2 Résultats

Les résultats de mesure de champs à partir de la série d'images de chaque essai sont présentés dans cette partie. Les Figures 2.20, 2.21, 2.22, 2.23 et 2.24 donnent l'évolution des champs de déplacement et de déformation dans la direction de traction et dans la direction transverse en fonction de l'allongement de l'éprouvette respectivement A_{70}, B_{10}, C_{10}, D_{50} et E_{1000+}. Sur ces champs, les joints de grains et de macles ont été tracés en noir. Les déformations sont déterminées pour chaque élément fini du maillage par dérivation des fonctions de forme.

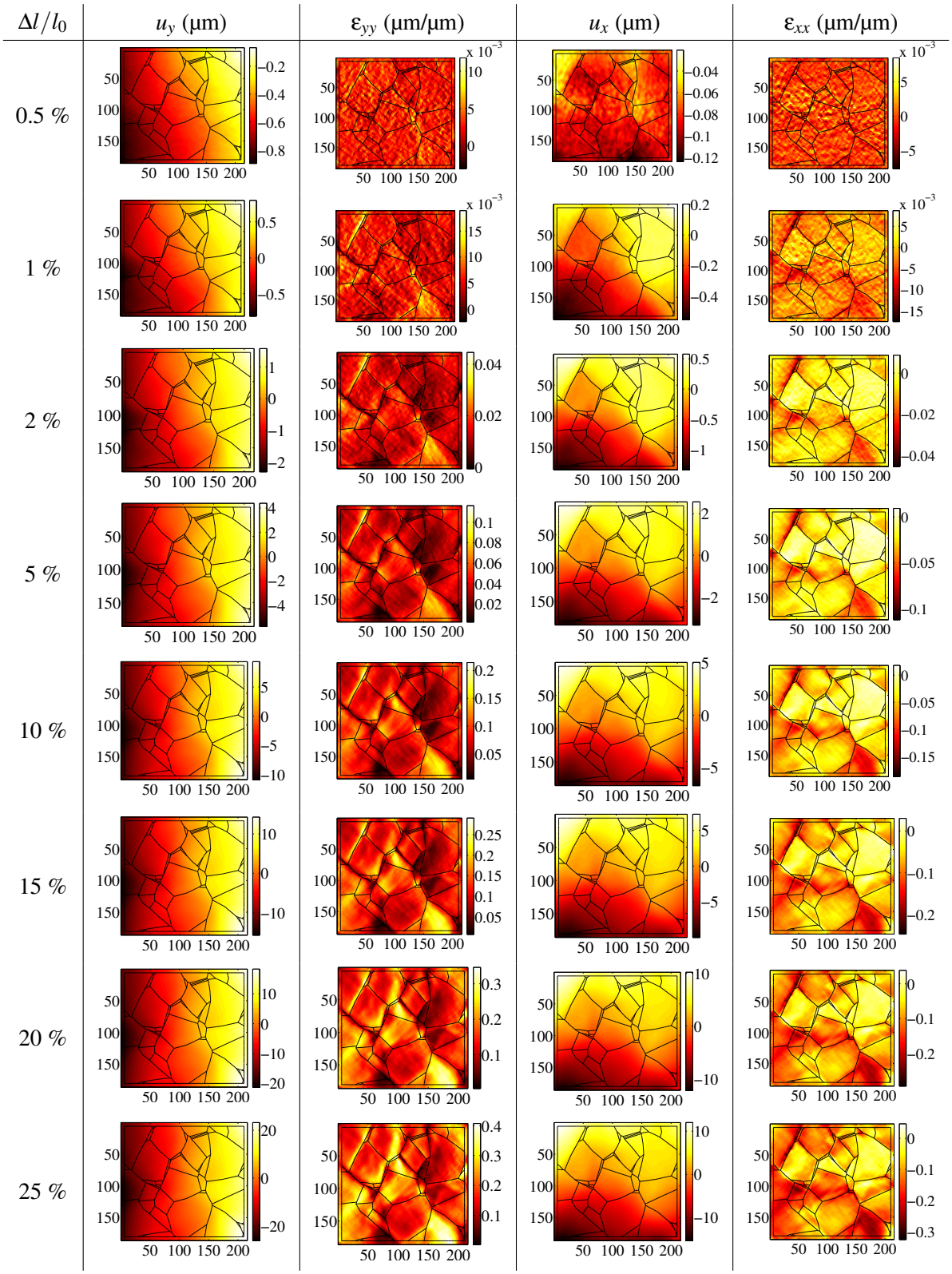


FIGURE 2.20 – Evolution des champs de déplacement et de déformation, selon les directions horizontale (direction de traction) y et verticale x, mesurés pour l'éprouvette A_{70}. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres

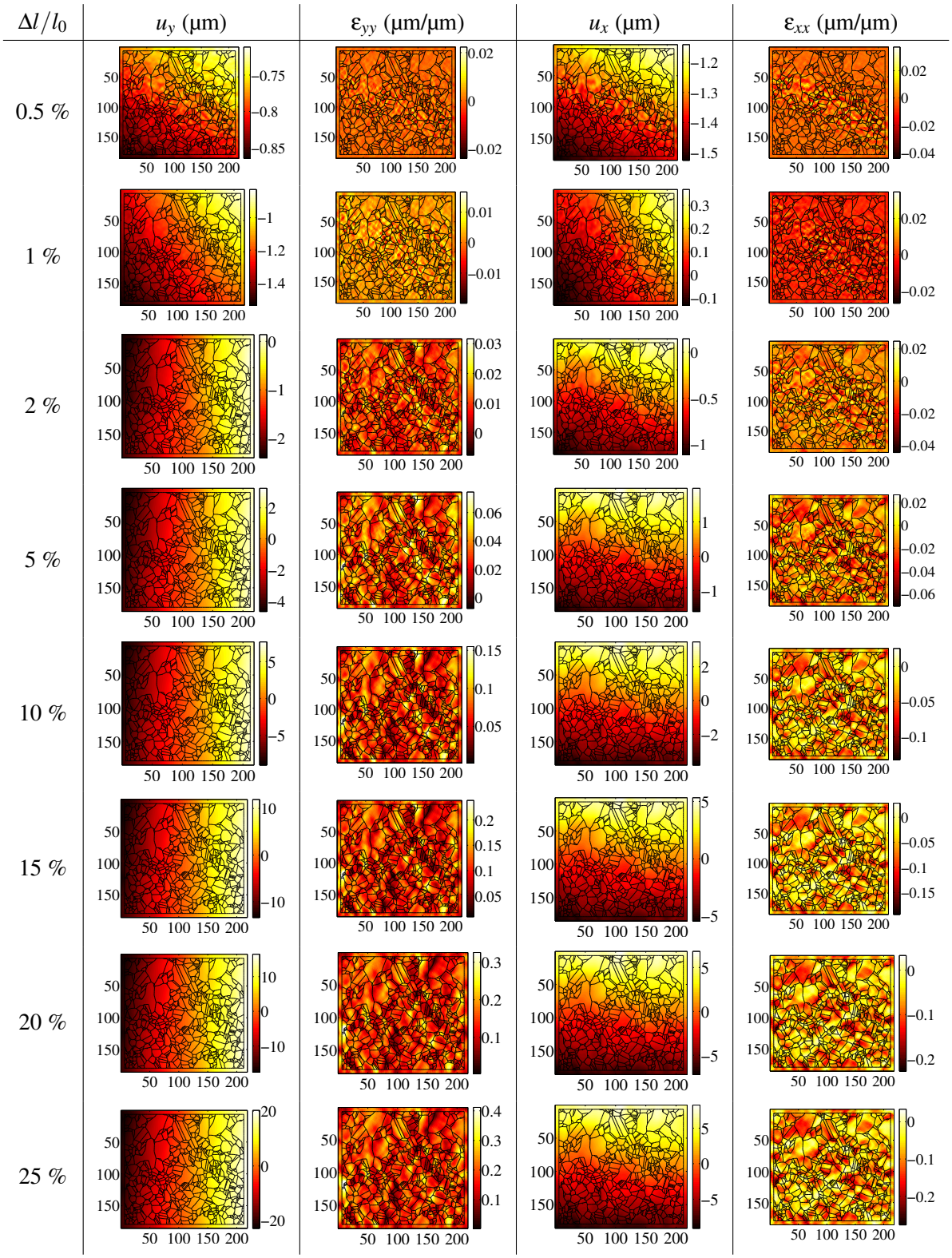


FIGURE 2.21 – Evolution des champs de déplacement et de déformation, selon les directions horizontale (direction de traction) y et verticale x, mesurés pour l'éprouvette B_{10}. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres

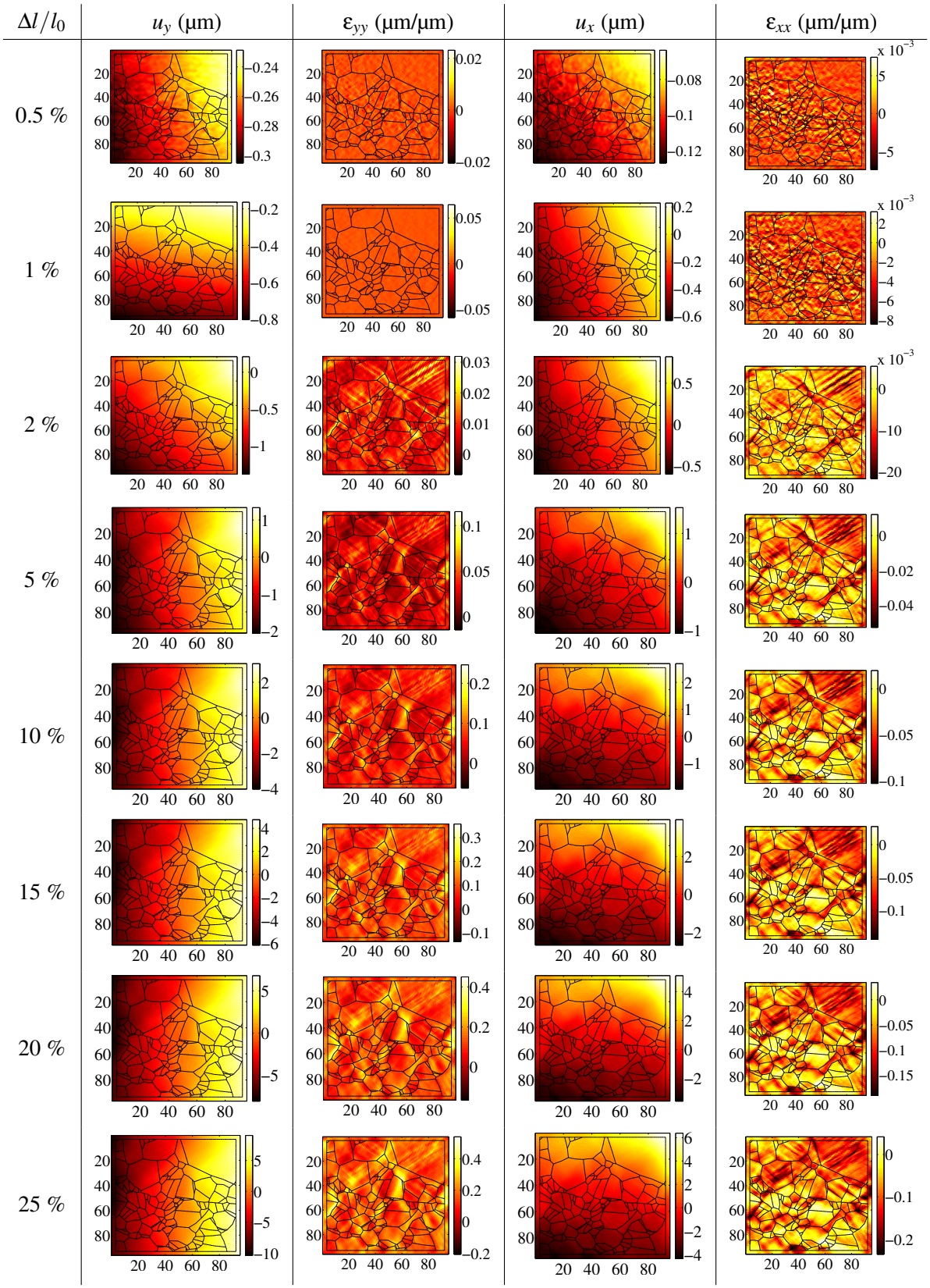


FIGURE 2.22 – Evolution des champs de déplacement et de déformation, selon les directions horizontale (direction de traction) y et verticale x, mesurés pour l'éprouvette C_{10}. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres

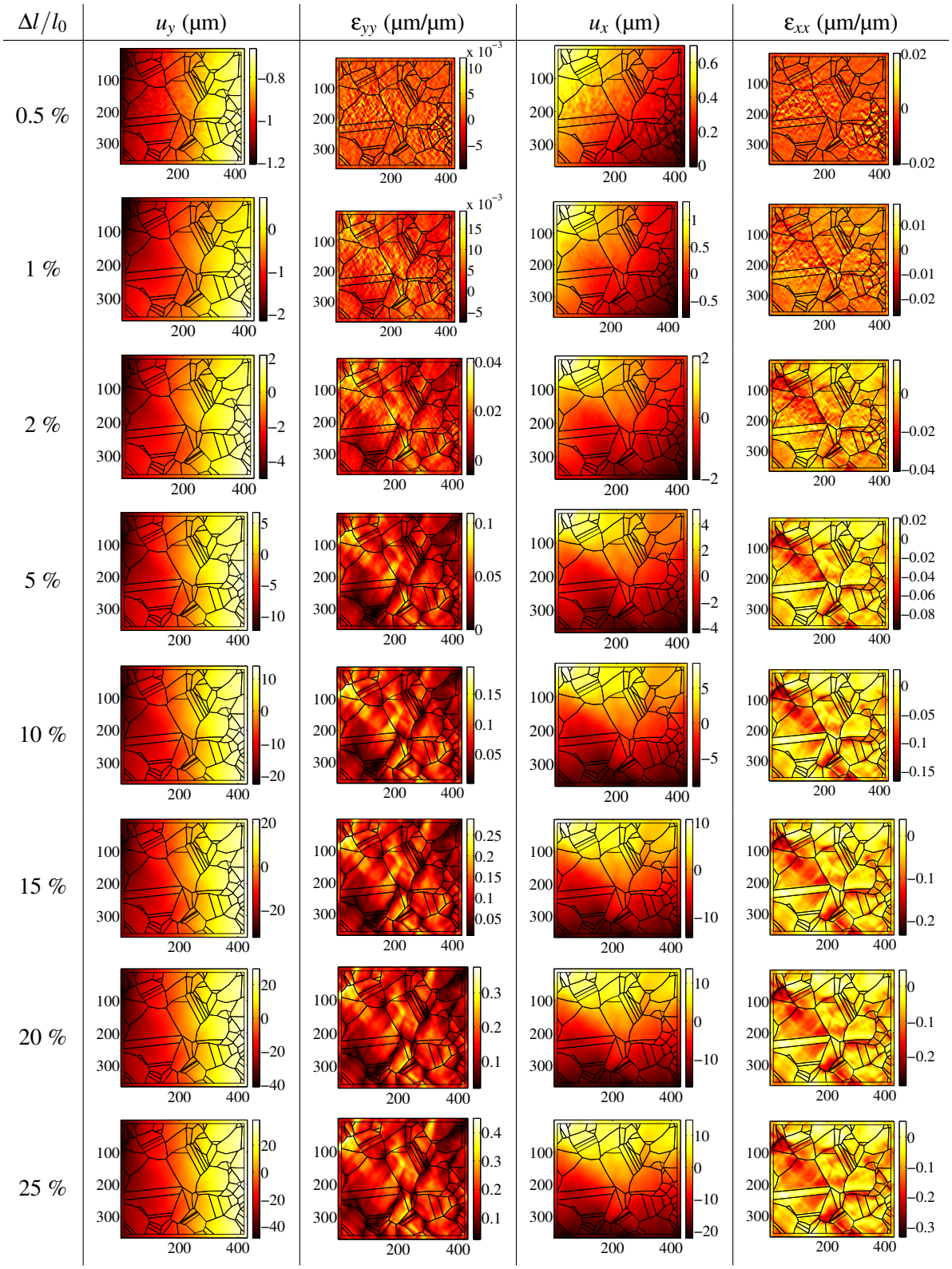


FIGURE 2.23 – Evolution des champs de déplacement et de déformation, selon les directions horizontale (direction de traction) y et verticale x, mesurés pour l'éprouvette D_{50}. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres

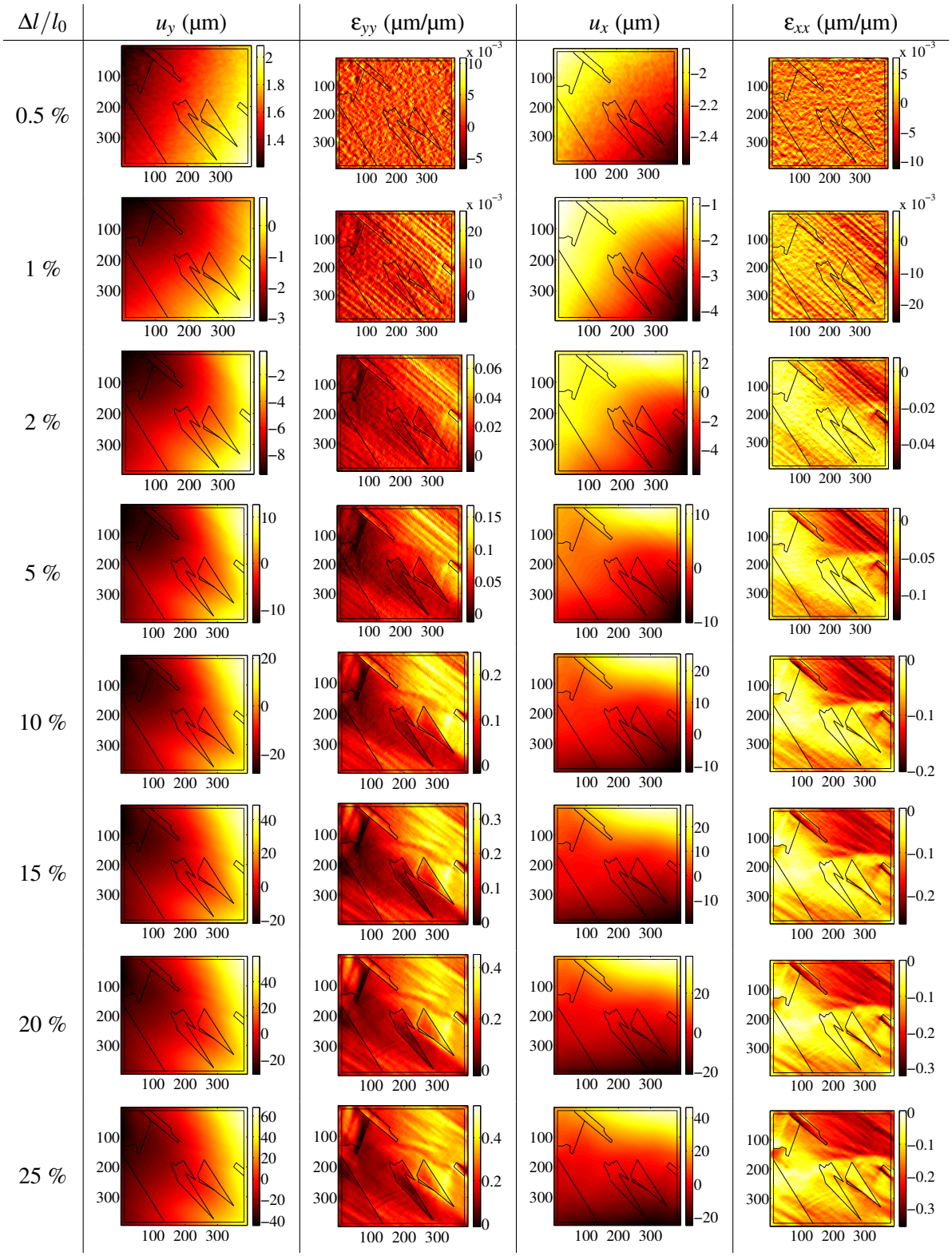


FIGURE 2.24 – Evolution des champs de déplacement et de déformation, selon les directions horizontale (direction de traction) y et verticale x, mesurés pour l'éprouvette E_{1000+}. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres

Les champs de déplacement, sensibles au bruit d'imagerie au début de l'essai, présentent des variations spatiales modérées jusqu'à la fin de l'essai. Quelques fluctuations locales peuvent cependant être observées, et quelques isocontours semblent être liés aux joints de la microstructure mise en évidence (certains joints de la microstructure deviennent lisibles sur les champs de déplacement).

Au regard des champs de déformation, plusieurs constats peuvent être faits. Tout d'abord, le schéma de localisation des déformations apparaît au début des essais (vers 1 ou 2 % de déformation macroscopique). Seule l'amplitude des déformations augmente par la suite. La localisation détectée dans ces différents essais est constituée de bandes généralement inclinées à 45° par rapport à la direction de traction et espacées de quelques grains. Ces localisations sont caractéristiques de la déformation observée dans un polycristal [Delaire *et al.*, 2000; Sutton *et al.*, 2007], elles sont corrélées à la morphologie et aux orientations cristallographiques de la microstructure [Héripré *et al.*, 2007; Zhao *et al.*, 2008; Abuzaid *et al.*, 2012]. De plus, de fortes hétérogénéités des déformations apparaissent à l'intérieur des grains mais aussi au niveau de joints de grains ou de macles, ce qui valide *a posteriori* notre choix d'un maillage s'appuyant sur la microstructure pour la discrétisation des déplacements. Enfin, la finesse des bandes de déformation mesurées par corrélation d'images dépend de la résolution spatiale de la mesure par rapport à la taille des grains. Pour l'éprouvette E_{1000+} avec les plus gros grains, il a ainsi été possible de détecter avec beaucoup de détails les bandes de déformation. Des études similaires montrent les mêmes schémas de localisation des déformations avec une résolution spatiale comparable par rapport aux résultats présentés ici [Dautriat *et al.*, 2011; Di Gioacchino et Quinta da Fonseca, 2013]. Pour une même taille de grain et de maillage, les hétérogénéités de déformation sont mieux captées pour l'éprouvette C_{10} que pour l'éprouvette B_{10} à un grandissement deux fois moindre.

Les limites de résolution spatiale de la technique de microlithographie employée n'ont pas été atteintes avec la plus petite zone de marquage de 100×100 µm^2 utilisée dans cette étude (pour l'éprouvette C_{10}). Des tests ont permis de déposer des taches de 0.2 µm de diamètre (contre 0.5 µm dans cette étude). Il est donc envisageable de réaliser des mesures de champs par corrélation d'images à plus fort grandissement (région d'intérêt de 50×50 µm^2, ou moins), afin d'accroître la résolution de la mesure, par exemple pour de faibles tailles de grain comme celle des éprouvettes B_{10} ou C_{10}.

2.5.3.3 Evolution des niveaux de gris

Au cours des essais, bien que le détecteur BSE ait été choisi afin de minimiser la sensibilité des niveaux de gris à l'évolution de la topographie de la surface de l'éprouvette, des variations de niveaux de gris ont été constatées en lien avec de faibles variations d'orientation du réseau cristallin. Ceci est particulièrement visible pour l'éprouvette E_{1000+} présentant uniquement des joints de macles dans la région d'intérêt. La Figure 2.25 propose deux manières d'observer ces variations. On regarde dans le référentiel non déformé l'évolution d'une part de $\tilde{g}$, l'image déformée corrigée du déplacement mesuré, d'autre part du résidu de corrélation, c'est-à-dire la différence de cette image avec l'image de référence. Sur les résidus, les joints de macles sont tracés en noir.

Deux phénomènes peuvent être distingués sur ces images. D'un côté, une évolution des niveaux de gris différente d'une macle à une autre est observée et de manière relativement homogène au sein des macles. Ceci est particulièrement marqué par exemple pour la macle numéro 1, en utilisant la numérotation proposée dans la Figure 2.26a. D'un autre côté, une variation des niveaux de gris est observée de manière plus locale, au sein d'une macle, comme par exemple dans

la macle numéro 2, ou à travers plusieurs macles, comme par exemple la variation qui se propage de la droite vers la gauche sur ces images sous une forme parabolique. Ces variations des niveaux de gris semblent contenir une information cinématique qui n'a pas été prise en compte dans la mesure du champ de déplacement. La corrélation d'images pourrait potentiellement exploiter une information cinématique supplémentaire à partir des images MEB acquises au cours d'un essai. Il est d'abord nécessaire de mieux comprendre le phénomène observé.

Pour cela, nous avons cherché dans un premier temps à relier le niveau du résidu de corrélation au niveau de déformation de la macle. Nous considérons ici la déformation équivalente au sens de Von Mises définie en chaque élément fini par :

$$\varepsilon_{eq} = \sqrt{\frac{2}{3}\left(\varepsilon_{xx}^2 + \varepsilon_{yy}^2 + \varepsilon_{zz}^2 + \varepsilon_{xy}^2 + \varepsilon_{yx}^2 + \varepsilon_{xz}^2 + \varepsilon_{zx}^2 + \varepsilon_{yz}^2 + \varepsilon_{zy}^2\right)} \tag{2.34}$$

On suppose que l'axe z perpendiculaire à la surface est direction principale, et que le matériau est incompressible. On a alors $\varepsilon_{xz} = \varepsilon_{zx} = \varepsilon_{yz} = \varepsilon_{zy} = 0$ et $\varepsilon_{zz} = -\varepsilon_{xx} - \varepsilon_{yy}$. La Figure 2.26b représente l'évolution pour chaque macle du résidu moyen $\langle \eta_c \rangle$ en fonction de la déformation mesurée équivalente moyenne dans la macle. Chaque courbe correspond à une macle, indexée par rapport à la numérotation proposée dans la Figure 2.26a, chaque point de la courbe correspond à une image de la série acquise au cours de l'essai. Le régime transitoire du début de l'essai (déformation macroscopique inférieure à 5 %) n'est pas représenté pour faciliter la lecture. Cependant, aucune corrélation n'a été mise en évidence entre le résidu de corrélation et la déformation de la macle.

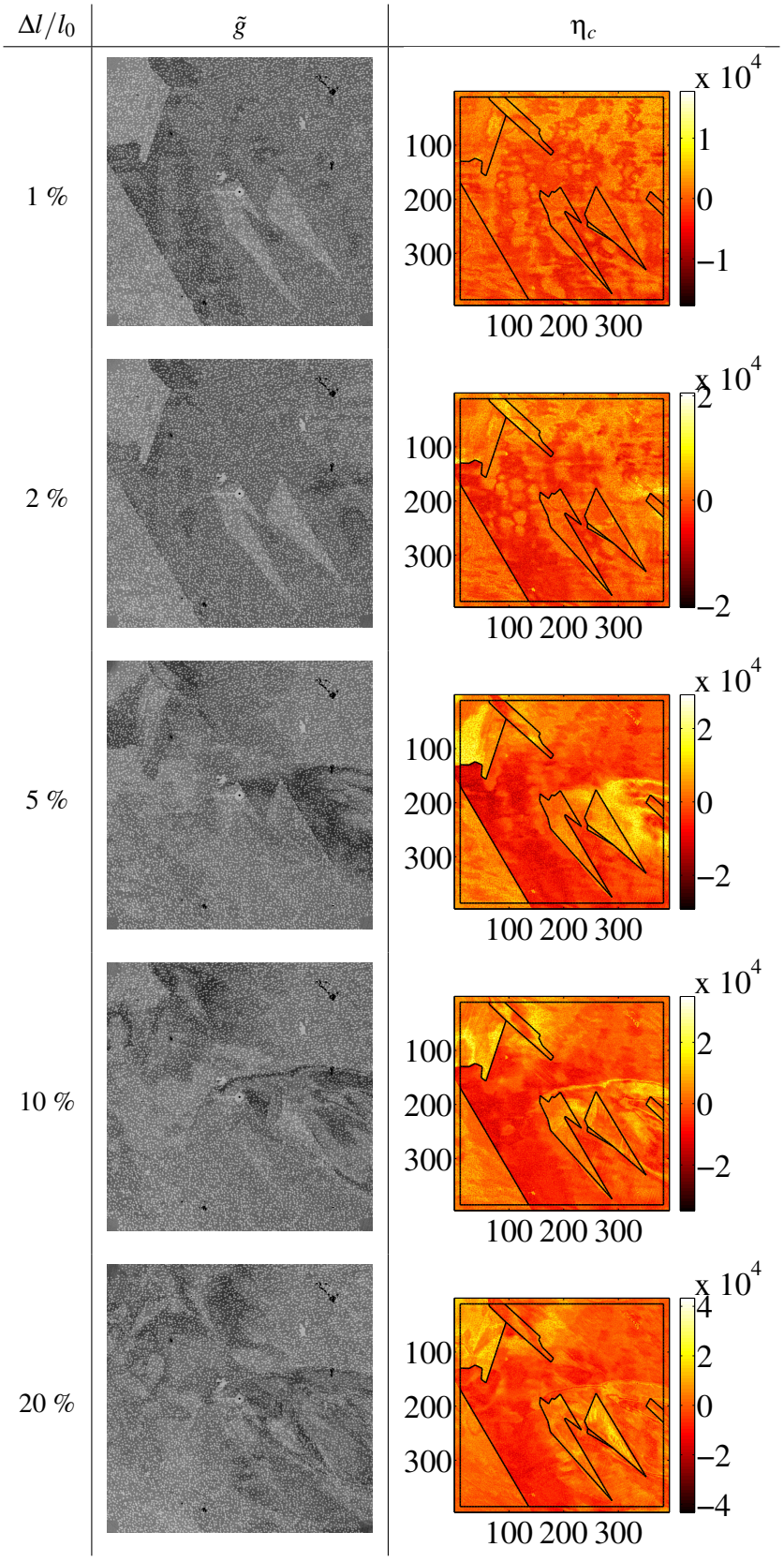
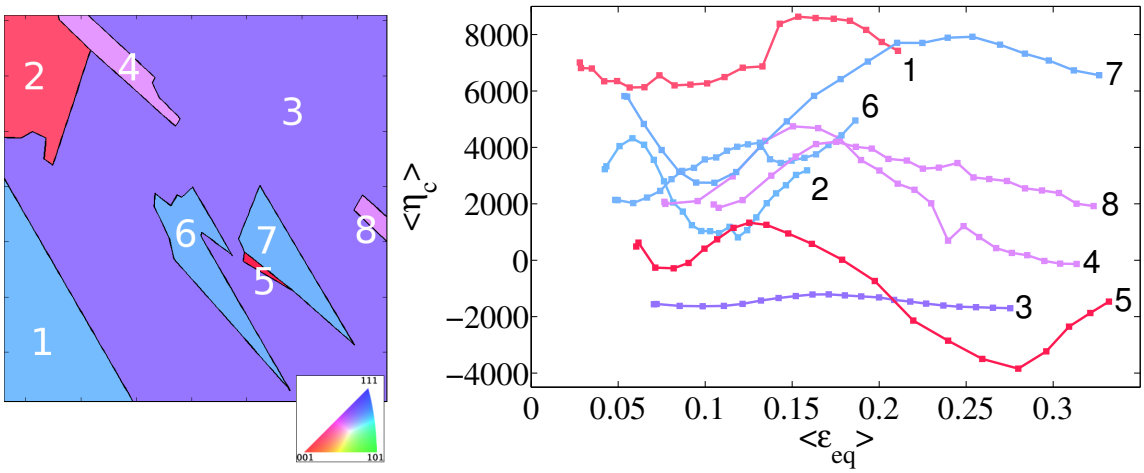


FIGURE 2.25 – Evolution de $\tilde{g}$, l'image déformée corrigée du déplacement mesuré, et du résidu de corrélation pour l'éprouvette E_{1000+}. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres

De plus, chaque courbe est tracée avec une couleur représentative de l'orientation de la macle à l'état non déformé. Nous utilisons pour cela l'encodage Rouge-Vert-Bleu du triangle standard : à chaque macle est associée une couleur (Figure 2.26a) obtenue par la projection de la normale au plan de l'image dans le triangle standard orienté par les trois angles d'Euler définissant l'orientation moyenne de la macle, selon le principe d'obtention des figures de pôles inverses [TSL, 2009]. Une fois encore, aucune corrélation n'a été établie entre l'évolution des résidus et l'orientation initiale de la macle.



(a) (b)

FIGURE 2.26 – Numérotation et couleur attribuées à chaque macle de l'éprouvette E_{1000+} (a). Evolution moyenne par macle du résidu de la corrélation en niveaux de gris en fonction de la déformation équivalente (b)

Une décomposition discrète de Karhunen-Loève des champs de résidus de corrélation est réalisée. Une fonction $\psi(t)$ du temps et une fonction $\zeta(x)$ de l'espace sont recherchées telles que

$$\psi(t) = C \int_0^t G(t,t')\,\psi(t')\,\mathrm{d}t' \tag{2.35}$$

et

$$\zeta(x) = \int_0^t \eta_c(x,t)\,\psi(t)\,\mathrm{d}t \tag{2.36}$$

où C est une constante et G la fonction définie par

$$G(t,t') = \int_{ROI} \eta_c(x,t)\,\eta_c(x,t')\,\mathrm{d}x \tag{2.37}$$

Les trois premiers modes propres de la décomposition sont tracés en Figure 2.27. Selon le premier mode, la dépendance spatiale du résidu apparaît relativement homogène par macle et la dépendance temporelle croît dans un premier temps (jusqu'à 5 % de déformation macroscopique) avant de se stabiliser. Les deuxième et troisième modes ont une dépendance spatiale moins localisée par macle et leur évolution temporelle est davantage fluctuante. Ces deux derniers modes sont particulièrement intéressants, ils semblent souligner la propagation du contraste en niveaux de gris à travers une macle ou de la microstructure au cours de l'essai, comme cela avait été observé dans la Figure 2.25.

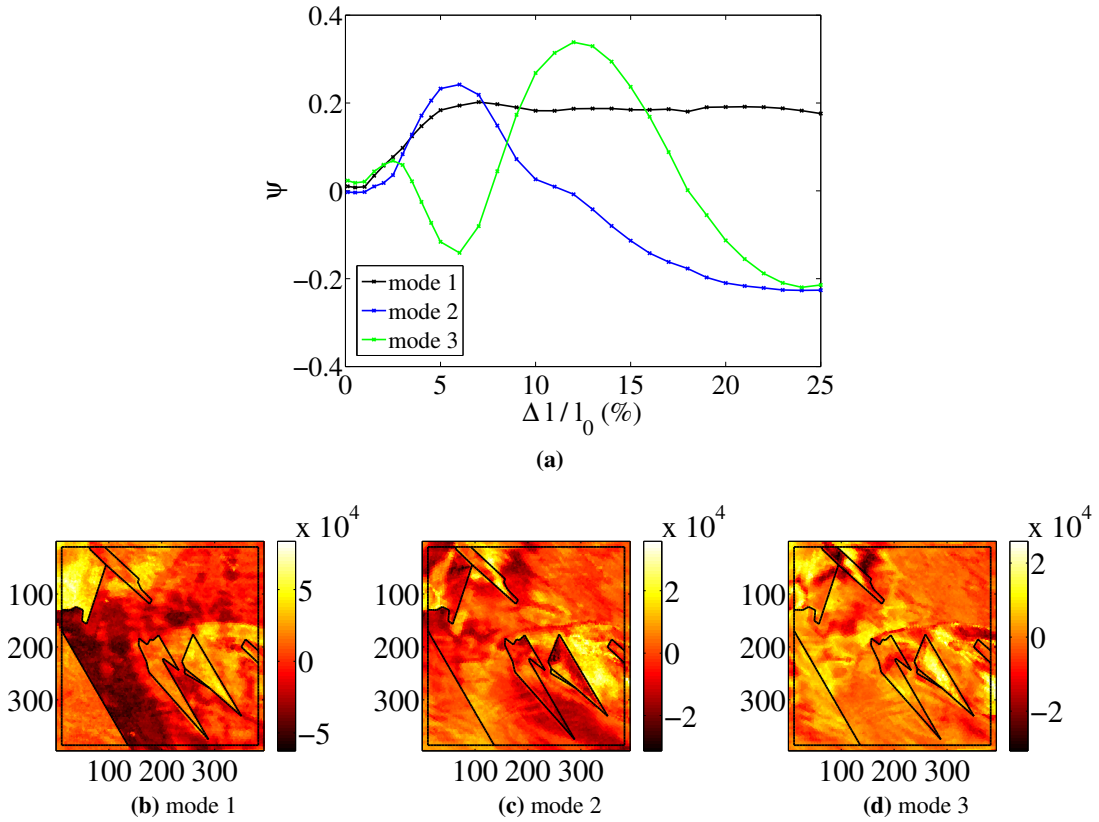


FIGURE 2.27 – 3 premiers modes temporels (a) et spatiaux (b), (c) et (d) de la décomposition discrète de Karhunen-Loève des résidus de corrélation en niveaux de gris sur l'ensemble de la région d'intérêt. Les axes des champs sont en micromètres

Ces différentes analyses nous portent à penser que la variation des niveaux de gris correspond à une cinématique liée au réseau cristallin. En effet, le contraste en niveaux de gris entre différents grains ou différentes macles à un instant donné peut s'expliquer par un phénomène de canalisation des électrons [Joy *et al.*, 1982; Zaefferer et Elhami, 2014]. L'orientation de l'empilement local des atomes par rapport à la direction du faisceau incident peut être plus ou moins favorable à la pénétration, ou canalisation, du faisceau incident dans la profondeur entre les colonnes d'atomes, impliquant une variation de l'intensité de la rétrodiffusion du faisceau. Entre différentes orientations cristallines, il existe alors un contraste de canalisation et en conséquence un contraste de l'intensité du faisceau rétrodiffusé qui se traduit sur l'image par un contraste en niveaux de gris.

Cette propriété est par exemple utilisée par les microscopistes pour caractériser la microstructure de polycristaux [Gutierrez-Urrutia *et al.*, 2010]. Dans notre cas, l'évolution des niveaux de gris au cours de l'essai se justifierait par une modification de l'orientation du réseau cristallin. Le phénomène qui évolue de manière homogène par macle peut alors être analysé comme un mouvement de rotation uniforme des macles les unes par rapport aux autres au cours du chargement de l'éprouvette. Le phénomène qui semble se propager correspondrait davantage à une déformation progressive et hétérogène du réseau cristallin au sein de chaque macle. Ces hypothèses demanderaient à être vérifiées. Un test simple de validation consisterait à faire tourner un polycristal ou un monocristal sous un faisceau incident et d'étudier la variation des niveaux de gris des images BSE. La corrélation d'images pourrait fournir une mesure enrichie avec la détermination de la rotation, voire de la déformation, locale du réseau cristallin. Pour accéder à la déformation du réseau cristallin au cours de l'essai *in situ*, l'acquisition d'images MEB pourrait également être couplée à des mesures EBSD haute résolution [Britton et Wilkinson, 2011]. Dans les travaux récents de Dahlberg *et al.* [2014], la mesure EBSD du champ de rotation du réseau cristallin a permis d'accéder à la limite inférieure de la densité de dislocations totale et sur trois systèmes de glissement dans le plan (Figure 2.28) grâce à une description analytique proposée par Kysar *et al.* [2010]. Cet exemple illustre le potentiel résidant dans les mesures EBSD qui pourraient enrichir les mesures par corrélation d'images à l'échelle de la microstructure.

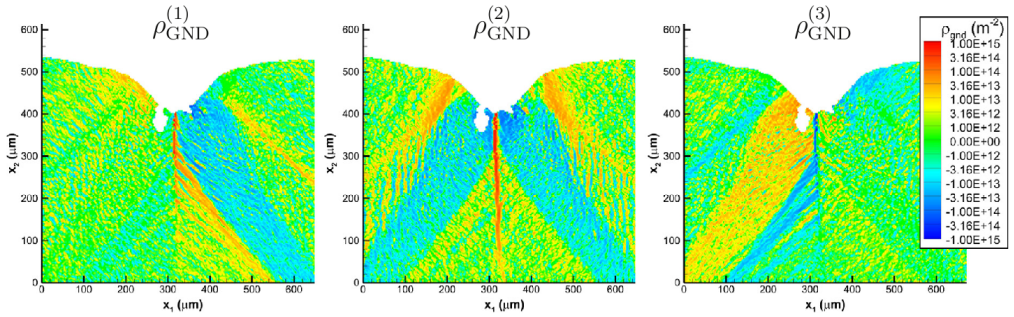


FIGURE 2.28 – Mesure EBSD d'une borne inférieure de la densité de dislocations sur les trois systèmes de glissement dans le plan pour un monocristal de nickel déformé par indentation, issu de [Dahlberg *et al.*, 2014]

2.5.3.4 Discontinuité aux interfaces

Cette cinématique présente dans les résidus de corrélation, de manière fortement régionalisée par macle, nous pousse à nous interroger sur la pertinence d'imposer la continuité des déplacements au niveau d'un joint de grains ou de macles dans la corrélation d'images. On propose ici d'analyser la série d'images de l'éprouvette E_{1000+} avec la même stratégie que précédemment, avec le même maillage, mais en dédoublant chaque nœud appartenant à un joint de macles en autant de nœuds que de macles auxquels il appartient. La continuité des déplacements aux joints de macles n'est alors plus imposée. Les nœuds des joints sont désormais influencés par la régularisation de la corrélation comme les nœuds du bord du domaine. Pour réduire cette influence, le calcul de corrélation est réalisé avec une longueur ξ_b égale à 40 pixels (au lieu de 80 pixels précédemment) et en conservant ξ égale à 80 pixels. La Figure 2.29 montre le saut de déplacement nodal

$\Delta \boldsymbol{u}$ ainsi mesuré aux joints de macles à 10 % de déformation macroscopique, représenté dans le référentiel non déformé. L'amplitude du saut est comprise entre 0 et 3 pixels (soit 0.8 µm). On peut remarquer que la direction du saut est majoritairement perpendiculaire au joint, par exemple entre les macles 1 et 3, ce qui traduit le plus souvent un glissement parallèle au joint de macles (mais qui vu sur la face apparente donne l'illusion d'une ouverture entre les deux macles). On observe également des zones où la direction est tangente par rapport au joint, par exemple entre les macles 2 et 4, correspondant à un glissement dans le plan parallèle au joint de macles. Dans certaines zones où le maillage initial présente des éléments relativement écrasés, comme par exemple les éléments constituant la macle 5, le saut de déplacement peut également traduire une interpénétration entre deux macles. Cela correspond davantage à des erreurs localisées liées à la texture des images entraînant un saut de déplacement dont l'amplitude est comparable à l'incertitude de mesure. Les nœuds des joints, une fois dédoublés, possèdent un plus faible nombre de voisins, ce qui implique une plus grande incertitude de mesure à ces nœuds.

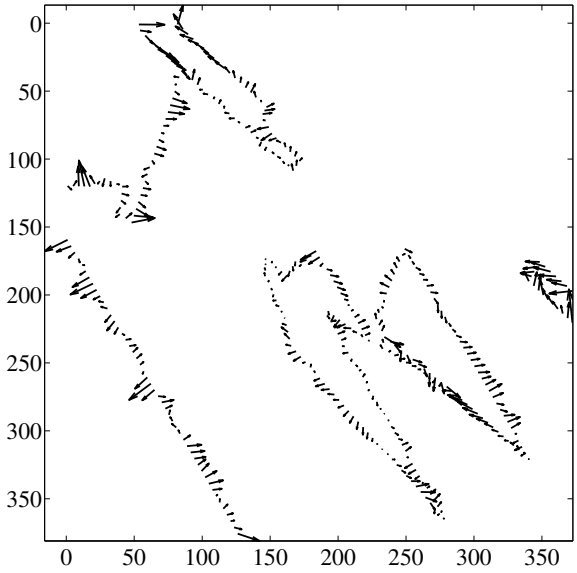


FIGURE 2.29 – Saut de déplacement aux joints de macles à 10 % de déformation macroscopique. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres

De manière générale, le saut de déplacement mesuré possède une amplitude relativement faible qu'il convient de confronter à l'incertitude de mesure. Celle-ci est évaluée en corrélant deux images consécutives sans chargement avec le maillage aux nœuds des joints dédoublés. La Figure 2.30 montre qu'en chaque nœud des joints le saut de déplacement à 10 % de déformation macroscopique est bien supérieur à l'incertitude de mesure. C'est d'ailleurs le cas dès 1 % de déformation macroscopique.

La Figure 2.31 compare le champ de déformation obtenu avec et sans la continuité des déplacements. Pour les deux mesures, les paramètres de la régularisation sont identiques ($\xi = 80$ pixels et $\xi_b = 40$ pixels). On constate que sans la continuité, les hétérogénéités aux niveaux des joints de macles sont davantage marquées. En termes de résidus de corrélation, la Figure 2.32 montre que l'écart-type des résidus est le même pour les deux approches avant 5 % de déformation macroscopique et légèrement moins bon au-delà si on autorise la discontinuité. Cette tendance dans la

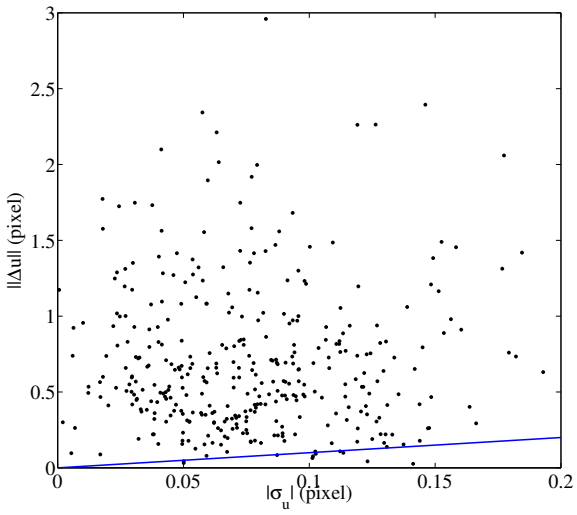


FIGURE 2.30 – Norme du saut de déplacement à 10 % de déformation macroscopique en fonction de l'incertitude de mesure à chaque nœud des joints. La droite bleue correspond à $\|\Delta \boldsymbol{u}\| = |\sigma_u|$

seconde partie du chargement ne va pas dans le sens attendu : avec une augmentation du nombre de degrés de liberté, on pouvait s'attendre à une réduction des résidus. Or le maillage autorisant la discontinuité entre les macles augmente en même temps de nombre de nœuds appartenant à un bord. Par rapport au calcul avec la continuité des déplacements, la part de la régularisation mécanique affectant les bords du maillage est plus importante. Etant donnée l'influence du rapport ξ_b/ξ constatée Figure 2.11c sur la mesure des déplacements, cette différence de régularisation peut être ici à l'origine de la légère dégradation des résidus observée.

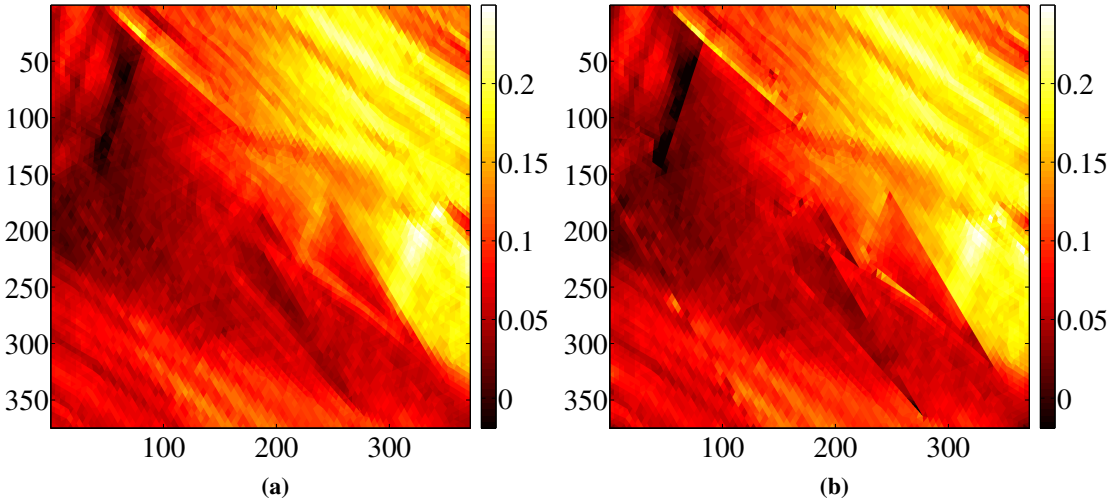


FIGURE 2.31 – Champ de déformation longitudinale à 10 % de déformation macroscopique avec (a) et sans (b) continuité des déplacements aux joints de macles

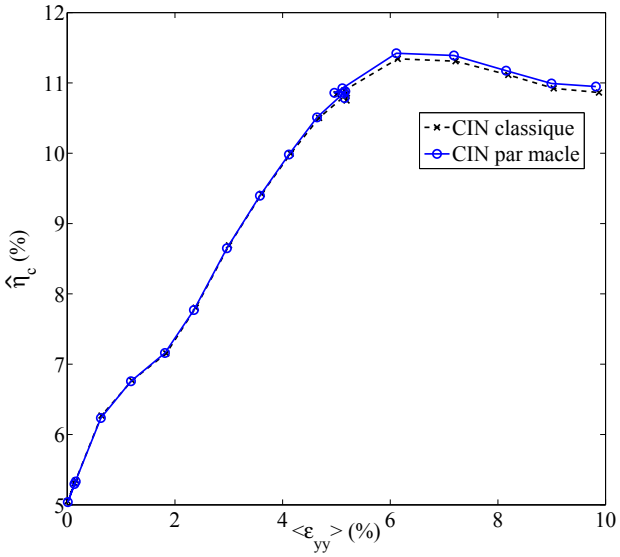


FIGURE 2.32 – Comparaison du niveau moyen des résidus (en % de la dynamique) obtenus avec ou sans continuité des déplacements

Ces différents résultats montrent que la mesure de champs à la surface d'un polycristal est étroitement liée à la microstructure et que l'hypothèse de la continuité des déplacements aux interfaces n'est peut être pas suffisante. Des informations sur la cinématique de la microstructure semblent être inexploitées par la corrélation d'images et laissent présager des perspectives pour enrichir la mesure. Bien que dans une étude proposée par Soppa *et al.* [2001] le déplacement hors plan apparaisse négligeable, il est important de rappeler ici que la mesure de déplacement reste 2D, alors que les phénomènes aux joints de grain que nous essayons d'analyser sont des mécanismes 3D. Ces résultats demandent néanmoins d'être complétés avec d'autres analyses. Dans ce contexte, il serait intéressant de mesurer le déplacement hors plan, en utilisant par exemple un microscope à force atomique ou par stéréocorrélation dans le MEB. De plus, un couplage entre des mesures de déplacements et des acquisitions EBSD tout au long d'un essai de traction *in situ* permettrait de relier les mesures à l'évolution de la microstructure.

2.5.4 Effets de taille de grain et d'échelle d'observation

Etant donné que plusieurs essais ont été réalisés sur différentes microstructures, l'effet de la taille des grains sur le comportement macroscopique est étudié dans un premier temps. Sur la Figure 2.33, la courbe contrainte-déformation macroscopique est tracée pour les cinq essais de traction monotone. La loi de Hall-Petch est clairement mise en évidence ici [Petch, 1953]. Elle relie la limite élastique Σ_y à la taille moyenne de grain d, telle que

$$\Sigma_y = \Sigma_0 + \frac{k}{\sqrt{d}} \tag{2.38}$$

où Σ_0 est idéalement la contrainte d'écoulement et k le facteur de Hall-Petch. A partir des cinq

essais, une estimation par régression linéaire présentée en Figure 2.34 nous donne $\Sigma_0 = 100$ MPa et $k = 0.53$ MPa.m$^{1/2}$, avec un coefficient de corrélation de 0.96. Ces valeurs sont assez proches de celles proposées par Morrison [1966] pour un acier à faible teneur en carbone.

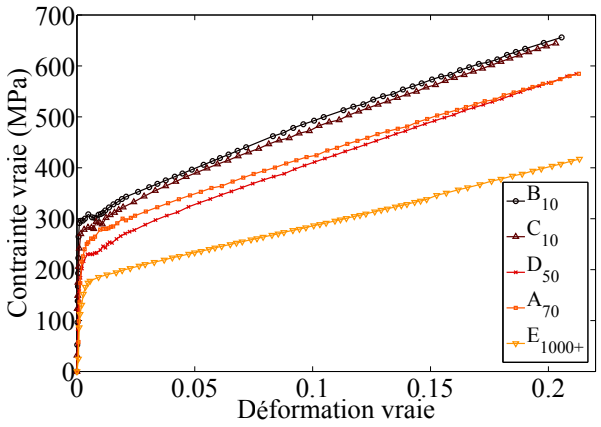


FIGURE 2.33 – Courbe contrainte-déformation macroscopique expérimentale pour les cinq essais

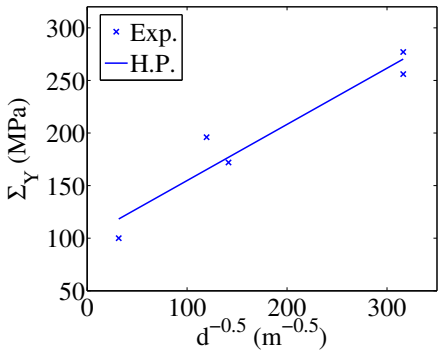


FIGURE 2.34 – Identification de la loi Hall-Petch (trait plein) à partir des valeurs expérimentales de la limite élastique (points)

L'effet de la taille de grain sur les hétérogénéités de déformation en surface peut également être analysé. Pour cela, les mesures sur les trois échantillons A_{70}, C_{10}, et D_{50} sont comparées. Pour les différentes tailles moyennes de grain considérées (70 µm, 10 µm et 50 µm, respectivement) et les différentes tailles de région d'intérêt (200×200 µm^2, 100×100 µm^2 et 400×400 µm^2, respectivement), le même ordre de grandeur du nombre de grains est analysé dans chaque région d'intérêt. Les éprouvettes B_{10} et E_{1000+} ne sont pas retenues ici car leur microstructure n'est pas comparable. La Figure 2.35 compare les probabilités cumulées de la déformation longitudinale mesurée pour les trois éprouvettes retenues, pour une déformation moyenne d'environ 5 %. A première vue, aucune différence notable n'est observée entre les trois microstructures, comme on peut le constater par les valeurs très proches des quantiles à 90 % tracés par des lignes en traits pointillés. En analysant de plus près les grandes valeurs de déformation, c'est-à-dire au delà des quantiles à 90 % (voir l'encadré sur la Figure 2.35), la queue de distribution diminue moins rapidement pour C_{10} et D_{50} par rapport à A_{70}, et pour D_{50} par rapport à C_{10}.

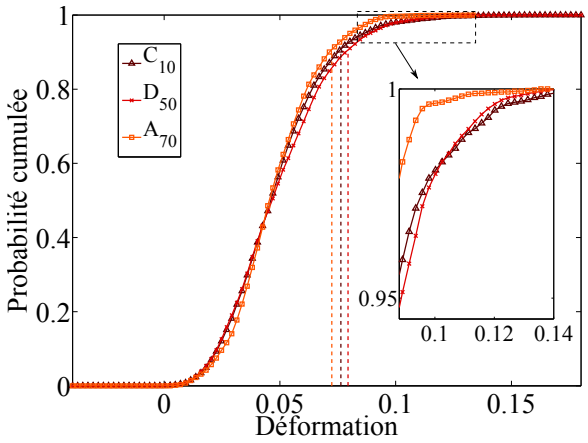


FIGURE 2.35 – Probabilité cumulée pour les distributions de déformation longitudinale correspondant aux champs mesurés par corrélation d'images pour une déformation moyenne d'environ 5 % pour les microstructures A_{70}, C_{10} et D_{50}. Pour chaque courbe, le quantile à 90 % est indiqué par une ligne en traits pointillés

Ce constat est d'autant plus évident lorsqu'on compare le quantile à 99 % de ces distributions, noté $\varepsilon_{0.99}$, à la déformation longitudinale moyenne $\langle\varepsilon\rangle$. La Figure 2.36 montre l'évolution au cours du temps du ratio $\varepsilon_{0.99}/\langle\varepsilon\rangle$ qui peut être interprété comme un indicateur de la localisation de la déformation. Après quelques fluctuations au début des essais de traction, c'est-à-dire pour une déformation moyenne inférieure à 3 %, qui sont dues en partie à un faible rapport signal sur bruit (voir Tableau 2.2), un palier est atteint pour C_{10} et A_{70}, alors que le ratio décroît pour D_{50}. Le point essentiel mis en évidence sur cette figure est que la localisation de la déformation augmente pour différentes valeurs de la déformation moyenne lorsque la taille moyenne de grain diminue.

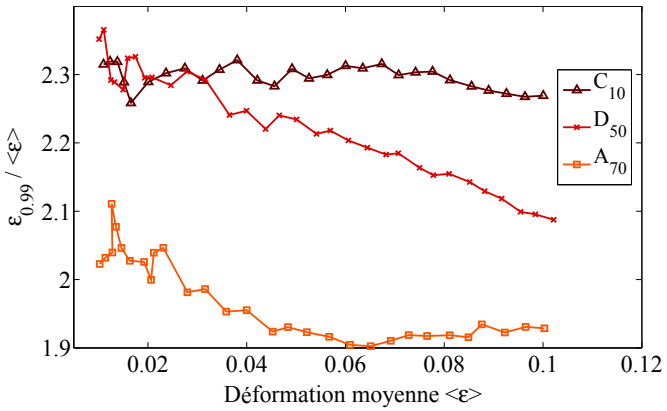


FIGURE 2.36 – Evolution du ratio du quantile à 99 % sur la déformation moyenne des distributions de déformation longitudinale pour les microstructures A_{70}, C_{10} et D_{50}

Alors que l'effet de la taille de grain sur la contrainte macroscopique est bien connu aujourd'hui et largement décrit dans la littérature [Forest *et al.*, 2000; Beaudoin *et al.*, 2000; Geers *et al.*, 2006; Evans et Hutchinson, 2009; Baker *et al.*, 2014], peu d'études ont analysé le rapport entre la

taille de grain et les distributions de déformation microstructurale. Bien que la plasticité à gradient puisse être utilisée pour interpréter des observations expérimentales faites à l'échelle millimétrique sur des bicristaux utilisant l'imagerie optique [Ma *et al.*, 2006a], les effets de gradient de déformation sont davantage susceptibles d'être identifiés à l'échelle de quelques micromètres [Chang *et al.*, 2012; Jiang *et al.*, 2013; Guo *et al.*, 2014], ou pour des tailles de grain inférieures à 100 µm [Acharya et Beaudoin, 2000]. Le résultat présenté Figure 2.36 est en accord avec les distributions de déformation simulées dans des polycristaux avec des lois de plasticité cristalline à gradient, pour une taille moyenne de grain comprise entre 0.4 et 20 µm [Cordero *et al.*, 2012], concluant également que la diminution de la taille de grain entraîne une plus forte localisation de la déformation.

Dans un second temps, d'autres comparaisons sont établies pour mettre en évidence des effets d'échelle. La Figure 2.37a compare, pour une déformation moyenne d'environ 5 %, les probabilités cumulées de la déformation longitudinale des éprouvettes D_{50} et E_{1000+}, pour lesquelles les mesures de champs ont été réalisées dans des régions d'intérêt de même dimension (400×400 µm^2). On constate que des niveaux de déformation plus importants sont mesurés pour l'éprouvette E_{1000+}. Ceci peut être expliqué par le fait qu'avec cette éprouvette le rapport taille moyenne de grain sur taille de la région d'intérêt est beaucoup plus important (d'un facteur 20). En conséquence, la quantité d'information disponible dans les images décrivant la déformation intragranulaire est plus dense, les bandes de localisation sont décrites par un plus grand nombre de pixels dans les champs. De la même manière, ce résultat est constaté en comparant les probabilités cumulées de la déformation longitudinale des éprouvettes B_{10} et C_{10} (voir Figure 2.37b). Dans ce cas le rapport de la taille moyenne de grain sur la taille de la région d'intérêt augmente plus modérément (d'un facteur 2) suite à une diminution de la taille de la région d'intérêt.

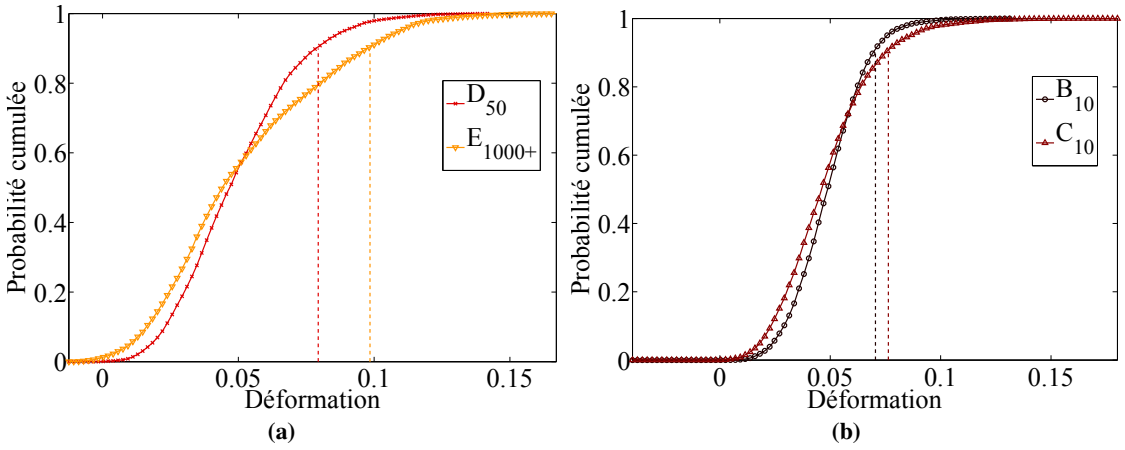


FIGURE 2.37 – Probabilité cumulée pour les distributions de déformation longitudinale pour une déformation moyenne d'environ 5 %, pour une même taille de région d'intérêt (400×400 µm^2) mais des tailles moyennes de grain différentes (a), pour une même taille moyenne de grain mais des tailles de région d'intérêt différentes (200×200 µm^2 en bleu, et 100×100 µm^2 en rouge) (b). Pour chaque distribution, le quantile à 90 % est indiqué par une ligne en traits pointillés

Ainsi, la réalisation d'essai *in situ* sur des microstructures de différentes tailles moyennes de grain nous a permis de mettre en évidence à partir des mesures cinématiques des effets liés à la fois à la taille de grain et à l'échelle d'observation.

2.6 Conclusions

Une méthode de corrélation d'images numériques adaptée aux mesures de champs dans des polycristaux a été présentée. Elle a été mise en œuvre pour mesurer les champs de déplacement à la surface d'une éprouvette sollicitée en traction *in situ* dans un MEB et pour différentes tailles moyennes de grain.

Il s'agit d'une approche globale basée sur une décomposition du champ de déplacement sur un maillage éléments finis non-structuré s'appuyant sur la microstructure du matériau analysé. Dans cette optique et pour pallier la pauvreté de la texture naturelle du matériau, un mouchetis adapté à l'échelle microscopique a été au préalable déposé à la surface de l'éprouvette par une technique de microlithographie. Les distorsions spatiales liées à l'imagerie MEB et à cette technique de marquage ont été quantifiées à deux échelles différentes. Il a été montré que l'erreur induite par la technique de marquage est plus faible que les distorsions d'imagerie et que l'amplitude en taille physique de ces deux sources d'erreur est d'autant plus petite que le grandissement est important. L'environnement électromagnétique du MEB induit un bruit d'imagerie relativement important qui est défavorable à l'hypothèse de conservation des niveaux de gris sur laquelle repose la méthode de corrélation d'images. Afin de réduire l'incertitude de mesure qui en découle, une technique de régularisation mécanique de la corrélation a été adoptée. Si dans ce travail un comportement élastique isotrope a été utilisé pour régulariser la mesure, nous avons montré qu'il était possible d'utiliser la connaissance de l'orientation cristallographique locale pour régulariser la corrélation à l'aide de l'élasticité cubique. L'utilisation de la loi de plasticité cristalline issue de la simulation aurait été plus représentative du comportement réel du matériau et aurait ainsi permis une plus grande cohérence entre la mesure et la régularisation mais la validation de cette approche reste en perspective.

Les champs cinématiques ainsi mesurés au cours de cinq essais *in situ* apportent une information riche sur la localisation des déformations dans les polycristaux et apparaissent étroitement liés à l'orientation cristallographique. Une information locale sur la rotation, voire de la déformation, du réseau cristallin n'est pas décrite avec la méthode mise en œuvre et pourrait potentiellement enrichir la mesure actuelle. Un phénomène de canalisation des électrons observé sur les champs de résidus demanderait à être étudié plus précisément et pourrait être pris en compte dans la mesure. De plus, il a été montré qu'un saut de déplacement de faible amplitude pouvait être détecté au niveaux des interfaces de la microstructure. Ces différents résultats soulignent le lien étroit qui existe entre les champs cinématiques mesurés et la microstructure. Le couplage entre la corrélation d'images et les analyses EBSD mériterait en conséquence d'être exploré de manière plus approfondie dans de prochaines études. Par exemple, il serait particulièrement intéressant de réaliser des analyses EBSD tout au long du chargement pour suivre l'évolution de la microstructure en surface. Nous avons également mis en évidence que des mesures 2D étaient probablement un point limitant pour étudier différents phénomènes mécaniques en lien avec la microstructure. Pour aller plus loin, il serait pertinent de réaliser des mesures 3D surfaciques [Li *et al.*, 2013] ou volumiques [Dutta *et al.*, 2013]. Par ailleurs, la distribution des champs de déformation microstructurale nous a permis de mettre en évidence des effets de taille de grain et des effets d'échelle d'observation. Les champs de déplacement mesurés serviront de référence pour recaler le modèle par éléments finis de plasticité cristalline. Avant cela, la simulation des essais *in situ* à l'échelle de la microstructure est présentée dans le chapitre suivant.

Chapitre 3

Simulation par éléments finis des essais *in situ*

Ce chapitre est dédié à la simulation par éléments finis des essais in situ. Nous confronterons pour cela deux lois locales de plasticité cristalline qui seront tout d'abord détaillées, puis les choix adoptés pour la modélisation de la microstructure expérimentale seront présentés. Les résultats de la simulation, obtenus à partir d'un jeu de paramètres des lois de comportement identifié grâce à un modèle d'homogénéisation, seront alors analysés et confrontés aux champs mesurés dans le chapitre précédent. Enfin, l'influence des orientations cristallographiques de la microstructure sur l'activité des systèmes de glissement sera analysée en détails en confrontant les prévisions de la simulation aux résultats expérimentaux.

Sommaire

3.1 Avant-propos 68
3.2 Modélisations de l'élastoplasticité d'un monocristal 68
3.2.1 Elasticité cubique 68
3.2.2 Différentes approches de plasticité cristalline 69
3.2.3 Modèles étudiés 70
3.3 Modélisation d'un agrégat polycristallin 74
3.3.1 Approches existantes 74
3.3.2 Influence de la microstructure sous-jacente 76
3.3.3 Choix d'une approche 3D, quasi 2D ou 2D 81
3.3.4 Conditions aux limites expérimentales 84
3.4 Résultats de la simulation des essais *in situ* 86
3.4.1 Paramètres de la résolution numérique 86
3.4.2 Identification d'un jeu initial de paramètres par homogénéisation 86
3.4.3 Champs cinématiques simulés 93
3.4.4 Confrontation des lois de plasticité cristalline 94
3.4.5 Confrontation multiéchelle du comportement local et macroscopique . . . 98
3.5 Corrélation entre le glissement et l'orientation cristallographique 106
3.5.1 Facteurs de Schmid 106
3.5.2 Glissement sur les systèmes activés 109
3.5.3 Traces de glissement sur la surface 113
3.5.4 Discussion 115
3.6 Conclusions 115

3.1 Avant-propos

Dans le chapitre précédent, nous avons pu observer expérimentalement, à la surface de polycristaux sous chargement, des schémas de localisation sous forme de bandes de déformation intragranulaire en lien avec l'activité des systèmes de glissement du matériau. Si des modèles de dynamique des dislocations discrètes sont capables de prédire finement la formation de bandes de glissement [Déprés, 2004], la complexité de ces modèles limite généralement leur utilisation à un milieu monocristallin infini et aux petites déformations.

La modélisation de la plasticité cristalline intervient à une échelle supérieure. Deux types de modélisation peuvent alors être distingués. D'un côté, des modèles polycristallins de transition d'échelle entre le monocristal et le polycristal sont généralement utilisés pour homogénéiser le comportement monocristallin à partir de fractions volumiques d'orientations cristallographiques pour accéder au comportement macroscopique du matériau. On peut par exemple citer l'un des premiers modèles d'homogénéisation proposé par Taylor [1938] ou encore les nombreux modèles en champs moyens basés sur le schéma autocohérent [Kröner, 1961; Hill, 1965; Berveiller et Zaoui, 1979; Pilvin, 1994; Cailletaud et Pilvin, 1994]. Notons que ces modèles ne permettent pas de rendre compte des hétérogénéités des champs locaux et considèrent une morphologie simplifiée des grains (souvent ellipsoïdale). Parmi ces modèles, le modèle de Berveiller et Zaoui [1979] sera utilisé dans ce travail afin de simuler le comportement macroscopique de nos éprouvettes.

D'un autre côté, les modèles monocristallins sont utilisés pour simuler le comportement d'une seule phase ou bien de chacun des grains constituant un agrégat polycristallin. Contrairement aux modèles polycristallins précédemment évoqués, ils prennent en compte une description de la morphologie de la microstructure et permettent ainsi de prédire les schémas de localisation des champs mécaniques observés expérimentalement [Roters *et al.*, 2010]. Ce sont ces modèles en particulier qui nous intéressent en vue d'une comparaison avec les mesures cinématiques présentées dans le chapitre précédent et qui font l'objet de la partie suivante.

3.2 Modélisations de l'élastoplasticité d'un monocristal

3.2.1 Elasticité cubique

Le monocristal de fer austénitique a une anisotropie élastique importante, comme l'a constaté expérimentalement Huntington [1958]. De plus, une étude proposée par Sauzay [2006] montre que cette anisotropie a une influence non négligeable sur les champs cinématiques simulés. C'est pourquoi il a été choisi de modéliser le comportement élastique de notre matériau par l'élasticité cubique définie par les trois coefficients C_{11}, C_{12} et C_{44}. Pour rappel, le tenseur de rigidité d'élasticité cubique dans le repère du monocristal est défini en notation de Voigt-Kelvin par

$$\mathbf{\Lambda} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{12} & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} \end{bmatrix} \tag{3.1}$$

Nous utilisons les valeurs proposées par Ledbetter [1985] obtenues par mesures acoustiques sur un acier A316L (Tableau 2.1). Le coefficient d'anisotropie élastique r_a est donné par la relation

$$r_a = \frac{2C_{44}}{C_{11} - C_{12}} \tag{3.2}$$

Avec les valeurs des coefficients d'élasticité cubique choisies, le coefficient d'anisotropie vaut $r_a = 3.16$, ce qui est bien différent de la valeur $r_a = 1$ que l'on obtiendrait pour un matériau isotrope.

3.2.2 Différentes approches de plasticité cristalline

Les modèles monocristallins peuvent être regroupés en deux catégories : d'une part les approches non-locales, qui font intervenir une description des dislocations géométriquement nécessaires (GNDs), et d'autre part les approches locales, dans lesquelles les GNDs ne sont pas considérées.

3.2.2.1 Approche non-locale

Les modèles non-locaux permettent de rendre compte de la courbure du réseau cristallin observée expérimentalement [Ashby, 1970; Perrin *et al.*, 2010; Britton et Wilkinson, 2011; Jiang *et al.*, 2013] et des incompatibilités de la déformation qui en découlent à proximité des interfaces de la microstructure. Ils sont basés sur de nombreux travaux réalisés au cours de la seconde moitié du XXe siècle sur la modélisation des incompatibilités de déformation grâce à la description des GNDs [Nye, 1953; Bilby *et al.*, 1955; Kröner, 1959; Ashby, 1970]. C'est dans les travaux de Ashby [1970] que la distinction est faite entre les dislocations statistiquement stockées (SSDs pour *Statistically Stored Dislocations*), dont le mouvement sur les systèmes de glissement est indépendant d'un grain à un autre, et les dislocations géométriquement nécessaires, qui permettent de pallier les incompatibilités géométriques induites aux joints de grains. La prise en compte des GNDs permet ainsi de modéliser le durcissement au niveau des interfaces de la microstructure lié à l'empilement des dislocations. Les GNDs dépendent du gradient spatial du tenseur de déformation et plus précisément du rotationnel de la déformation élastique. C'est pourquoi l'intégration à un point de Gauss des lois de comportement qui les prennent en compte dépend des points de Gauss voisins, d'où leur appellation d'approche non-locale.

Les modèles par éléments finis qui découlent de ces travaux sont relativement récents. L'un des premiers modèles faisant intervenir les GNDs dans le calcul de l'écrouissage est celui proposé par Dai et Parks [1997], basé sur le milieu continu de Cauchy. Les GNDs y sont introduites comme variables internes. D'autres modèles sont basés quant à eux sur les milieux continus d'ordre supérieur [Forest *et al.*, 2000; Neff, 2006]. Ils font intervenir un champ de rotation du réseau cristallin et un champ de microcontrainte associé dans le calcul de l'écrouissage. Enfin, on peut également citer de nombreux modèles de plasticité dits à gradient, dont la formulation fait intervenir le gradient de la déformation [Fleck et Hutchinson, 1993; Gao *et al.*, 1999; Xue *et al.*, 2002] ou encore le gradient des variables internes [Gurtin, 2002].

3.2.2.2 Approche locale

Par rapport aux approches non-locales, ces modèles présentent généralement un formalisme plus simple car ils ne prennent pas en compte les incompatibilités de la déformation aux interfaces. Ils s'intègrent localement, c'est-à-dire en chaque point matériel indépendamment du voisinage. Il est possible de classer ces modèles en deux catégories. D'un côté, les modèles dits phénoménologiques s'inspirent fortement des lois utilisées pour décrire le comportement des matériaux à l'échelle macroscopique. Pour décrire la plasticité cristalline, ces lois phénoménologiques sont formulées pour chaque système de glissement du matériau. Les variables internes de ces modèles sont généralement la cission résolue et le glissement cumulé de chaque système. Nous pouvons citer par exemple le modèle de Kocks [1976], l'un des tous premiers modèles, celui de Peirce *et al.* [1983], ou encore celui de Méric et Cailletaud [1991]. Le sens physique de ces modèles est limité, étant donné qu'ils ne possèdent pas de relation décrivant des phénomènes physiques tels que l'évolution de la densité de dislocations. Cependant, ils présentent l'avantage d'être relativement faciles à résoudre par un code éléments finis, offrant un bon compromis entre le temps de calcul et la qualité de la solution simulée. Cet avantage permet par exemple pour les matériaux CFC de traiter des microstructures complexes [Peirce *et al.*, 1983], soumises à de grandes déformations [Asaro et Needleman, 1985], ou encore de simuler la propagation de fissures initiées par corrosion sous contrainte [Musienko et Cailletaud, 2009].

D'un autre côté, on distingue des modèles davantage basés sur la physique, dont les variables internes sont généralement la densité de dislocations de chaque système de glissement. Citons par exemple les modèles de Mecking et Kocks [1981] ou de Estrin et Mecking [1984] qui sont parmi les premiers à utiliser des variables internes ayant un sens physique. Plus tard, les modèles de Tabourot [1992] ou de Teodosiu *et al.* [1993] ont proposé des améliorations du modèle de Peirce *et al.* [1983]. Citons également le modèle de Rauch [1993], qui propose des modifications des modèles de Kocks [1976] et de Mecking et Kocks [1981], pour mieux rendre compte de l'écrouissage à basse température pour les matériaux Cubiques Centrés (CC).

Ces modèles de plasticité cristalline offrent de bonnes prévisions qualitatives des champs de déformation intragranulaire observés expérimentalement pour des chargements monotones, comme par exemple dans le cas de structures colonnaires [Raabe *et al.*, 2001; Sachtleber *et al.*, 2002] ou encore pour une reconstruction 3D de l'agrégat expérimental [Musienko *et al.*, 2007].

Dans ce travail, deux modèles locaux sont utilisés pour simuler les essais *in situ* et pour l'identification des paramètres par approche inverse : le modèle de Méric et Cailletaud [1991] ainsi que le modèle DD-CFC proposé par Monnet [2009] et davantage basé sur la physique. Ce dernier modèle a été développé à EDF R&D dans le cadre des projets PERFECT et PERFORM 60 [Leclercq *et al.*, 2010] à partir de travaux en dynamique des dislocations discrètes.

3.2.3 Modèles étudiés

Dans cette partie, nous présentons en détails les deux lois de plasticité cristalline étudiées dans ce travail. Chacun de ces deux modèles relie pour chaque système s la cission résolue τ_s au glissement γ_s. Rappelons qu'en tout point matériel la cission résolue s'écrit en fonction du tenseur de contrainte $\boldsymbol{\sigma}$ et du tenseur de Schmid $\boldsymbol{\mu}_s$ telle que

$$\tau_s = \boldsymbol{\sigma} : \boldsymbol{\mu}_s \tag{3.3}$$

De plus, le tenseur de déformation viscoplastique du monocristal ε_p est supposé être la somme des glissements sur chaque système, un formalisme exprimé en vitesse de déformation par Asaro et Rice [1977] d'après les travaux de Taylor [1938]

$$\dot{\varepsilon}_p = \sum_{s=1}^{12} \dot{\gamma}_s \boldsymbol{\mu}_s \tag{3.4}$$

3.2.3.1 Le modèle de Méric et Cailletaud

Examinons tout d'abord le modèle de plasticité cristalline de Méric et Cailletaud [1991] implémenté dans Code_Aster. Les différentes relations de ce modèle sont définies pour chacun des systèmes de glissement s du matériau. Une loi d'écoulement viscoplastique de type Norton à seuil intervient et donne l'évolution de la vitesse de glissement $\dot{\gamma}_s$ en fonction de la cission résolue τ_s

$$\dot{p}_s = \left\langle \frac{|\,\tau_s - c\alpha_s\,| - r_s(p_s)}{k} \right\rangle_+^n \tag{3.5}$$

avec

$$\dot{\gamma}_s = \dot{p}_s \frac{\tau_s - c\alpha_s}{|\,\tau_s - c\alpha_s\,|} \tag{3.6}$$

où l'opérateur $\langle . \rangle_+$ retourne la partie positive de son argument. k et n sont les paramètres de la loi de Norton et c est un module d'écrouissage cinématique. p_s est la déformation plastique cumulée du système s telle que

$$p_s = \int |\dot{\gamma}_s| dt \tag{3.7}$$

La loi d'écoulement comporte deux termes d'écrouissage r_s et α_s. Les variables internes les régissant sont les glissements γ_s sur chaque système. Tout d'abord, un écrouissage isotrope r_s est décrit par la relation non linéaire

$$r_s = r_0 + q \left(\sum_{j=1}^{12} h_{sj} \left(1 - e^{-bp_j} \right) \right) \tag{3.8}$$

où r_0 est la cission résolue critique initiale, c'est-à-dire la limite d'écoulement sur le système considéré lorsqu'aucun système n'a encore été activé, h_{sj} sont les coefficients de la matrice d'interaction entre les systèmes de glissement (détaillée dans le Tableau 1.2). La présence de cette matrice dans la relation (3.8) permet de rendre compte des effets de l'écrouissage latent. q et b sont des paramètres qui rendent compte respectivement de la cission supplémentaire à saturation de l'écrouissage et de l'inverse d'une déformation caractéristique de saturation. La relation d'écoulement est composée ensuite d'un écrouissage cinématique α_s tel que

$$\dot{\alpha}_s = \dot{\gamma}_s - d\alpha_s \dot{p}_s \tag{3.9}$$

où d est le coefficient réglant l'amplitude du terme de rappel $d\alpha_s\dot{p}_s$.

Les valeurs des paramètres de cette loi de comportement sont initialement fixées à celles identifiées par Guilhem [2010] sur la même tôle de 316LN que celle étudiée dans ce travail, à partir de la méthodologie mise en place pour un acier 316L [Guilhem, 2011]. Ces valeurs sont données dans le Tableau 3.1. Les paramètres ont été identifiés par méthode inverse avec le modèle d'homogénéisation de Cailletaud-Pilvin [Cailletaud et Pilvin, 1994; Pilvin, 1994], en recalant le 10e cycle simulé sur le cycle stabilisé expérimental. Les coefficients de la matrice d'interaction sont ceux choisis par Guilhem [2011], donnés dans le Tableau 1.3.

n	k (MPa.s$^{1/n}$)	r_0 (MPa)	q (MPa)	b (-)	c (MPa)	d (-)
10	25	67	20	1.2	10400	340

TABLEAU 3.1 – Valeurs des paramètres de la loi de Méric et Cailletaud issues de [Guilhem, 2010]

3.2.3.2 Le modèle DD-CFC

Détaillons ensuite le modèle DD-CFC proposé par Monnet [2009] également implémenté dans Code_Aster. Comme précédemment, ses différentes relations sont écrites pour chaque système de glissement s du matériau. Il est tout d'abord constitué d'une loi d'écoulement viscoplastique à seuil de type puissance reliant $\dot{\gamma}_s$ à τ_s telle que

$$\dot{p}_s = \dot{\gamma}_0 \left\langle \left(\frac{|\,\tau_s\,|}{\tau_f - \tau_s^{forest}} \right)^n - 1 \right\rangle_+ \tag{3.10}$$

avec

$$\dot{\gamma}_s = \dot{p}_s \frac{\tau_s}{|\,\tau_s\,|} \tag{3.11}$$

où n et $\dot{\gamma}_0$ le taux de glissement initial sont les paramètres de la loi d'écoulement visqueux. Le seuil d'écoulement est composé d'un terme constant au cours du temps, τ_f, qui représente la force de frottement du réseau cristallin (force de Peierls-Nabarro) et d'un terme d'écrouissage du matériau τ_s^{forest}. La grande différence avec le modèle précédent est que l'écrouissage n'est pas écrit en fonction du glissement mais de la densité de dislocations ρ_j sur chaque système j, tel que

$$\tau_s^{forest} = \mu\beta C(\rho) \sum_{j=1}^{12} \sqrt{a_{sj}\rho_j} \tag{3.12}$$

où a_{sj} sont les coefficients d'interaction. Bien que ces coefficients modélisent les mêmes interactions que les coefficients h_{sj} du modèle de Méric et Cailletaud (même matrice du Tableau 1.2), ils ne sont pas directement comparables. En effet, en rapprochant les relations d'écrouissage des deux modèles, on constate que les coefficients h_{sj} sont proportionnels aux coefficients a_{sj}^2. Le paramètre μ correspond au module de cisaillement, C est introduit pour représenter le modification de l'écrouissage et de la matrice d'interaction avec l'évolution des densités de dislocations et est défini par

$$C(\rho) = 0.2 + 0.8 \frac{\log\left(\alpha\beta\sqrt{\sum_{i=1}^{12}\langle\rho_i\rangle_+}\right)}{\log\left(\alpha\beta\sqrt{\rho_{ref}}\right)} \tag{3.13}$$

où α est la valeur moyenne des coefficients d'interaction, β la norme du vecteur de Bürgers et ρ_{ref} la densité de dislocations totale pour laquelle ont été déterminées les valeurs des coefficients d'interaction par dynamique des dislocations discrètes. Les facteurs 0.2 et 0.8 représentent les proportions respectivement des interactions à longue portée et de la réaction de contact dans la résistance au mouvement des dislocations déterminées par dynamique des dislocations discrètes. Ce modèle comprend également une équation régissant l'évolution de la densité de dislocations pour chaque système à partir d'une valeur initiale ρ_0 définie par

$$\dot{\rho}_s = \frac{\dot{p}_s}{\beta}\left(A\frac{\sum_{j\in forest(s)}\sqrt{a_{sj}}\rho_j}{\sum_{j=1}^{12}\sqrt{a_{sj}\rho_j}} + BC(\rho)\left(\sum_{j\in copla(s)}\sqrt{a_{sj}\rho_j}\right) - y\rho_s\right) \tag{3.14}$$

où les paramètres A et B décrivent le durcissement lié à l'accumulation de dislocations et y l'adoucissement lié à l'annihilation de dislocations. Pour le durcissement, une distinction est faite entre A qui porte sur les interactions avec les systèmes appartenant à la forêt du système s ($forest(s)$), c'est-à-dire les systèmes ayant une direction normale au plan de glissement différente de celle du système s et B qui porte sur les interactions avec les systèmes coplanaires ($copla(s)$).

Les valeurs des paramètres de cette loi de comportement sont initialement fixées à celles proposées par Monnet [2009] pour les aciers inoxydables austénitiques déterminées à partir de calculs de dynamique des dislocations discrètes. Ces valeurs sont données dans le Tableau 3.2. La densité de dislocations totale initiale est une donnée difficile à mesurer. Pour l'acier 316L, Pokor [2002] l'estime à 10^{10} m^{-2}, contre 10^{13} m^{-2} dans l'étude de Le Pécheur [2008]. Face à cette dispersion, nous avons choisi de fixer ρ_0 égale à la valeur de référence de la densité de dislocations utilisée dans [Monnet, 2009], soit 10^{12} m^{-2} et communément admise pour les matériaux CFC dans un état recuit (10^{14} m^{-2} pour un état pré-écroui, 10^{15} m^{-2} à saturation). On suppose qu'elle est uniformément répartie sur les systèmes de glissement, soit une densité initiale sur chaque système $\rho_{0,s}$ égale à $\rho_0/12$. Les coefficients de la matrice d'interaction sont ceux estimés également par Monnet [2009] pour une densité de dislocations ρ_{ref} de 10^{12} m^{-2} donnés dans le Tableau 1.3.

n	$\dot{\gamma}_0$ (s^{-1})	τ_f (MPa)	μ (GPa)	A	B	y (Å)	α	β (Å)	ρ_{ref} (m^{-2})
50	10^{-3}	20	80	0.13	0.005	2.5	0.35	2.54	10^{12}

TABLEAU 3.2 – Valeurs des paramètres de la loi DD-CFC issues de [Monnet, 2009]

3.2.3.3 Correspondances entre les deux modèles

Des correspondances entre des grandeurs physiques peuvent être établies entre ces deux modèles de plasticité cristalline dont les relations ne sont pas directement comparables. Tout d'abord, pour chaque système de glissement s, la limite d'écoulement de chacun des modèles est donnée ci-dessous

	Loi Méric-Cailletaud	Loi DD-CFC
Limite d'écoulement	r_0	$\tau_f + \mu\beta\sum_{j=1}^{12}\sqrt{a_{sj}\rho_{0,j}}$

Rappelons qu'il s'agit de la valeur critique de la cission résolue en-dessous de laquelle il n'y a pas de glissement sur le système. De même, nous pouvons comparer la cission résolue à saturation de l'écrouissage

	Loi Méric-Cailletaud	Loi DD-CFC
Cission à saturation	$r_0 + q(h_1 + 2h_2 + 2h_3 + h_4 + 4h_5 + 2h_6)$	$\tau_f + \mu\beta C(\rho_{sat})\sum_{j=1}^{12}\sqrt{a_{sj}\rho_{sat,j}}$

Pour la loi de Méric et Cailletaud, elle est obtenue lorsque la déformation plastique cumulée tend vers l'infini. Pour la loi DD-CFC, l'écrouissage est à saturation lorsque la densité de dislocations n'évolue plus et atteint une valeur limite ρ_{sat}. Celle-ci est solution de la relation non linéaire obtenue lorsque qu'on prend $\dot{\rho}_s = 0$ dans l'équation (3.14). On fait l'hypothèse qu'à saturation la densité de dislocations est identique sur chaque système.

D'autres critères de comparaison du comportement entre ces deux modèles peuvent être également envisagés, comme par exemple la vitesse initiale de l'écrouissage, mais qui est plus difficile à obtenir analytiquement pour la loi DD-CFC.

3.3 Modélisation d'un agrégat polycristallin

3.3.1 Approches existantes

Etudier des lois de plasticité cristalline nécessite une modélisation de la microstructure du matériau fine et adaptée aux phénomènes physiques que l'on cherche à simuler. Par exemple, les approches d'homogénéisation ne prennent pas en compte la morphologie des grains mais proposent une transition d'échelle du monocristal au polycristal par la description de l'inclusion formulée par Eshelby [1957]. Si ces approches décrivent généralement bien le comportement macroscopique des matériaux, elles ne permettent pas de simuler les hétérogénéités des champs intragranulaires qui nous intéressent dans ce travail.

La simulation d'un agrégat polycristallin est souvent réalisée à partir d'une segmentation de l'espace par des polyèdres de Voronoï, que ce soit en 2D [Watanabe *et al.*, 1998; Lebensohn *et al.*,

2005] ou en 3D [Barbe *et al.*, 2001; Cailletaud *et al.*, 2003; Diard *et al.*, 2005]. Plus récemment, des études proposent des améliorations de cette segmentation permettant la formation de grains non-équiaxes [Héripré, 2006; Bertolino *et al.*, 2007; St-Pierre *et al.*, 2008] (voir Figure 3.1). Dans ces études, l'agrégat polycristallin 3D est généré pour être représentatif d'une microstructure réelle dont la morphologie des grains est connue uniquement en surface par analyse EBSD. Si la modélisation d'une microstructure réelle est requise afin de comparer les champs simulés avec ceux mesurés, la modélisation des grains sous-jacents à partir d'une information expérimentale en surface n'est pas unique en termes de morphologie et d'orientations et une forte variabilité est observée sur les champs surfaciques simulés à partir de différentes réalisations de microstructures 3D réalistes [Zeghadi, 2005; Héripré, 2006].

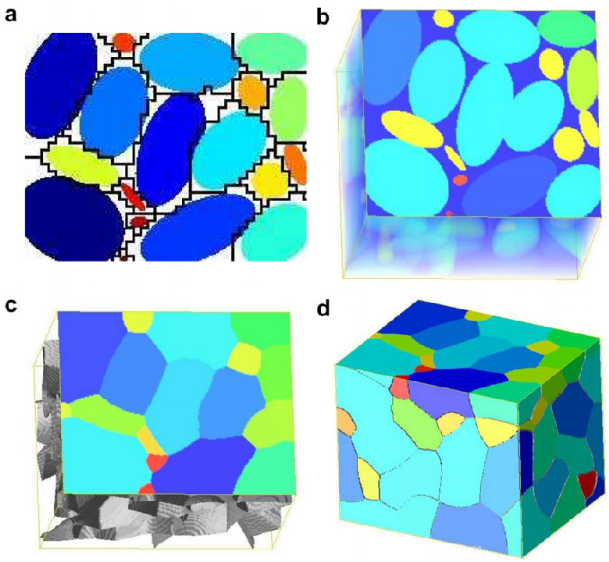


FIGURE 3.1 – Principales étapes de la formation d'un agrégat polycristallin 3D issues de [St-Pierre *et al.*, 2008] : segmentation de la surface de référence en ellipses (a), passage à des ellipsoïdes (b), adaptation des ellipsoïdes dans le volume (c), création des grains (d)

La microstructure 3D est difficilement accessible expérimentalement. Elle peut être obtenue par des polissages successifs de la surface couplés à des analyses EBSD et suivis par une reconstruction de la microstructure en 3D [Schmidegg, 2000; Spowart *et al.*, 2003; Groeber *et al.*, 2008; Le Pécheur *et al.*, 2012]. Il s'agit d'une méthode destructive, empêchant de solliciter l'éprouvette une fois la microstructure déterminée et donc de réaliser une comparaison de champs expérimentaux et numériques, et fastidieuse car elle demande un grand nombre de cartographies pour faciliter la reconstruction 3D. Une étude proposée par Li *et al.* [2012] présente une reconstruction simplifiée à partir de seulement quatre cartographies et par extrusion de la microstructure entre chaque cartographie. Pour permettre une sollicitation la microstructure modélisée, une étude réalisée par Musienko *et al.* [2007] propose de réaliser cette procédure non pas à l'état initial mais après 10 % de déformation. Il est également envisageable d'obtenir la microstructure réelle 3D par tomographie avec une source synchrotron [Alpers *et al.*, 2005]. Dans le travail proposé par Altendorf *et al.* [2014], la reconstruction d'une microstructure à grains anisotropes est par exemple proposée à partir de données EBSD 3D via un modèle adapté de tessellation.

Néanmoins, face à la méconnaissance de la microstructure sous-jacente, une modélisation « quasi 2D » peut être préférée aux approches de type Voronoï [Hoc *et al.*, 2003; Evrard *et al.*, 2010]. Elle limite alors la modélisation de la microstructure réelle à l'information disponible en surface sur la morphologie des grains, en extrudant les orientations cristallines et les joints de grains perpendiculairement à la surface pour obtenir une microstructure 3D. Cette approche est naturellement adaptée lorsque la microstructure expérimentale ne présente qu'un seul grain dans l'épaisseur [Hoc *et al.*, 2003], c'est-à-dire pour une taille moyenne de grain grande par rapport à l'épaisseur de l'échantillon, ou quand les grains sont colonnaires [Grennerat, 2011; Montagnat *et al.*, 2011]. Dans le cas contraire, pour rendre compte des effets du substrat sur les champs en surface, des études montrent alors l'importance d'imposer les champs mesurés en surface comme conditions aux limites de la simulation [Hoc *et al.*, 2003; Héripré *et al.*, 2007; Evrard *et al.*, 2010] plutôt que des conditions aux limites homogènes plus couramment utilisées mais moins réalistes [Cailletaud *et al.*, 2003]. Ceci est particulièrement vrai lorsque la microstructure analysée n'est pas un volume élémentaire représentatif du matériau. En effet, le nombre de grains est alors insuffisant pour permettre de dissiper les effets de bord et extraire une partie centrale non-affectée par ces effets. Notons que des conditions aux limites périodiques peuvent être utilisées pour s'affranchir des effets de bord [Gérard, 2008; Guilhem, 2011] ou imposées par la méthode de calcul (FFT), mais qui semblent difficilement utilisables pour modéliser une microstructure expérimentale. Une approche quasi 2D semble donner des résultats satisfaisants en termes de champs surfaciques par rapport aux champs mesurés mais aussi par rapport à ceux simulés avec un maillage 3D réaliste obtenu expérimentalement par polissages successifs *post mortem* [Musienko *et al.*, 2007]. Une approche quasi 2D offre également un gain de temps de calcul considérable par rapport à une approche 3D, ce qui est un critère non négligeable lorsqu'une identification de paramètres par méthode inverse est envisagée, nécessitant l'exécution du calcul un grand nombre de fois.

La profondeur d'extrusion d'un maillage 2D ne semble pas avoir une influence prépondérante sur les champs surfaciques à partir du moment où des conditions aux limites expérimentales sont appliquées [Héripré *et al.*, 2007]. En revanche, ceci ne semble plus vrai si des conditions aux limites homogènes sont employées, où plusieurs rangées de grains sont requises dans l'épaisseur (au moins deux) pour ne plus influencer les champs surfaciques [Zeghadi *et al.*, 2007a,b].

A partir de ces nombreuses études antérieures sur la modélisation d'un agrégat polycristallin et dans l'optique d'une confrontation entre les champs mesurés et simulés, nous avons choisi une modélisation quasi 2D, voire 2D, de la microstructure réelle avec des conditions aux limites expérimentales. Ce choix nous a semblé être le moins arbitraire pour modéliser la microstructure méconnue dans le volume tout en étant le plus représentatif possible de la microstructure réelle. Ce choix sera étudié en détails dans les parties suivantes.

3.3.2 Influence de la microstructure sous-jacente

L'orientation cristallographique, la morphologie ou encore la position dans le volume de chaque grain d'un agrégat polycristallin donné ont une influence sur les champs simulés avec cet agrégat. Dans cette partie, l'influence de la microstructure sous-jacente sur les champs surfaciques est étudiée tout d'abord par rapport au nombre de grains présents dans le volume, puis à l'orientation cristallographique d'un grain en particulier.

Nous considérons un agrégat polycristallin 3D généré par des polyèdres de Voronoï dans le cadre du travail de Dang [2012], sous la forme d'un cube de dimension unitaire et constitué de 100 grains. Les orientations cristallographiques sont obtenues par un tirage aléatoire suivant une

distribution uniforme, présenté en Annexe B. Le cube est maillé avec des éléments tétraédriques linéaires. Ce maillage est constitué d'environ 72000 nœuds et 410000 éléments de longueur caractéristique d'environ 2,8 % de la taille caractéristique du cube. Le cube est encastré, c'est-à-dire avec un déplacement homogène imposé sur les faces $\{x = 0\}$, $\{y = 0\}$ et $\{z = 0\}$ nul dans la direction normale de chacune des faces. Une traction jusqu'à 1 % de déformation est simulée par un déplacement homogène imposé sur la face $\{z = 1\}$. Les deux faces $\{x = 1\}$ et $\{y = 1\}$ sont libres. La loi de Méric et Cailletaud est utilisée avec les valeurs des paramètres données dans le Tableau 3.1.

3.3.2.1 Nombre de grains sous-jacents

Il s'agit ici d'étudier l'influence du nombre de grains dans l'épaisseur de l'agrégat sur les champs surfaciques simulés. Un premier calcul réalisé en considérant la totalité du cube nous sert de référence. Plusieurs autres calculs sont ensuite réalisés sur un sous-volume du cube. Celui-ci est progressivement rogné suivant l'axe x (considéré ici comme l'épaisseur) par un plan perpendiculaire à cet axe depuis la face arrière $\{x = 1\}$ du cube (voir Figure 3.2a). Initialement constitué de 78 grains sous-jacents (ne débouchant pas sur la face $\{x = 0\}$), le cube voit ce nombre diminuer avec le pourcentage de son épaisseur restant après érosion (voir Figure 3.2b). Après chaque érosion, la géométrie est maillée en conservant les mêmes caractéristiques que le maillage du cube de référence. Un calcul supplémentaire est réalisé en considérant une extrusion de la microstructure visible sur la face avant $\{x = 0\}$ sur un élément de profondeur et perpendiculairement à la surface. Ce calcul quasi 2D est noté 2Dextr.

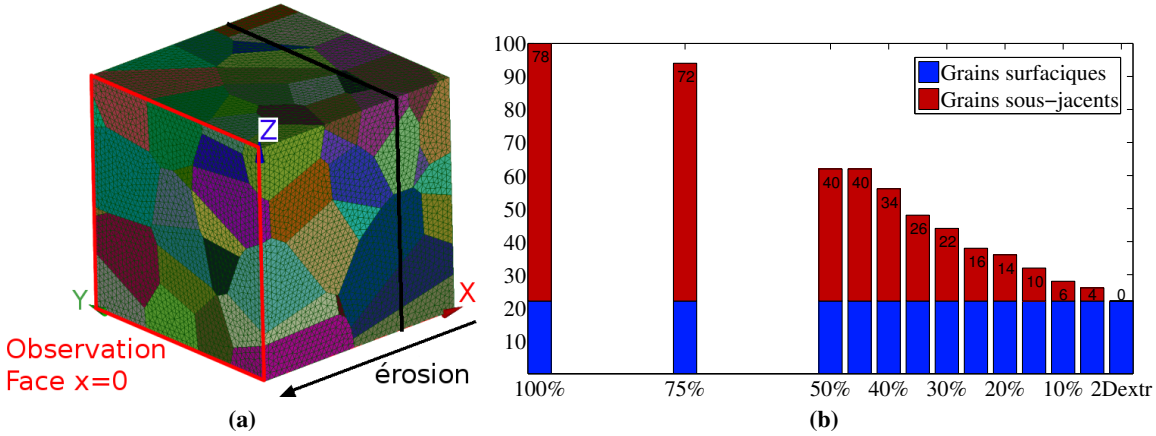
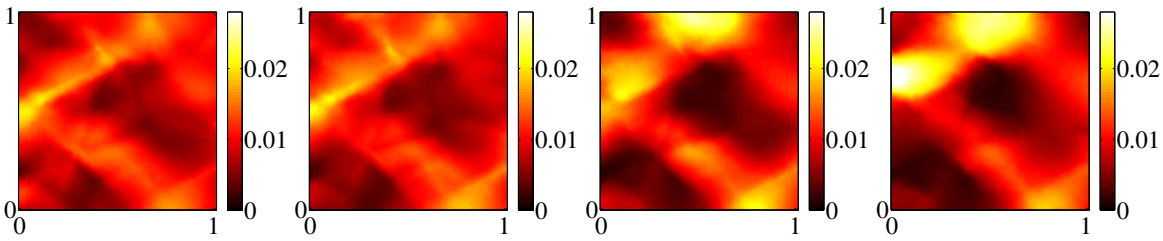


FIGURE 3.2 – Erosion progressive depuis la face arrière $\{x = 1\}$ de l'agrégat cristallin (a) et nombre de grains sous-jacents en fonction du pourcentage de l'épaisseur de l'agrégat restant après érosion (b)

Pour chaque calcul, le champ de déformation dans la direction de traction z est analysé sur la face $\{x = 0\}$. On peut alors évaluer l'effet du nombre de grains dans l'épaisseur sur le champ surfacique. Pour cela, la Figure 3.3 présente quelques champs ainsi obtenus et les Figures 3.4a à 3.4c montre la différence entre le champ de référence (cube entier) et le champ obtenu sur quelques sous-volumes.



(a) 100 % **(b)** 50 % **(c)** 10 % **(d)** 2Dextr

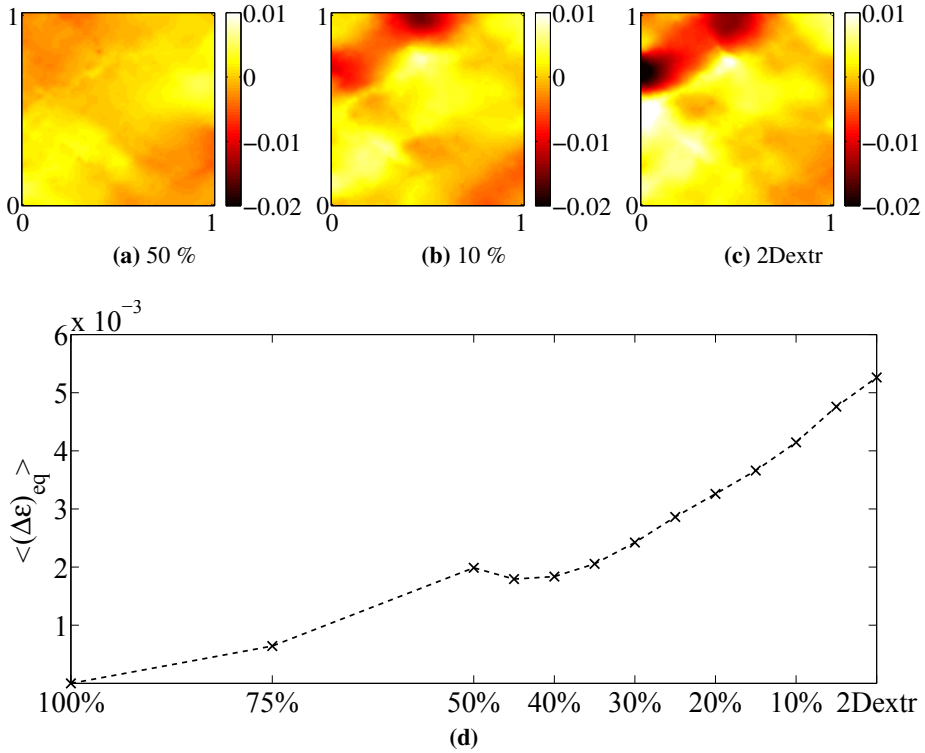
FIGURE 3.3 – Champ de déformation dans la direction de traction z sur la face $\{x = 0\}$ pour une déformation macroscopique de 1 % obtenu avec 100 % (a), 50% (b) et 10 % (c) de l'épaisseur du cube et pour le calcul quasi 2D (d). Les axes y (horizontal) et z (vertical) sont adimensionnés

Nous présentons ici une composante en particulier du champ de déformation, mais les mêmes conclusions s'appliquent pour les autres composantes ou pour le champ des contraintes. Tout d'abord, aucune influence sur les champs surfaciques n'est constatée entre une épaisseur considérée de 50 % et de 100 % de l'épaisseur totale, soit respectivement entre 2.3 et 4.6 grains en moyenne dans l'épaisseur. Ce résultat est cohérent avec ceux obtenus par Zeghadi *et al.* [2007a]. Ensuite, plus on se rapproche du calcul quasi 2D et plus l'écart par rapport au calcul de référence est notable. Cependant, le même schéma de localisation des hétérogénéités, constitué de bandes inclinées à 45° par rapport à la direction de traction et espacées d'un ou deux grains, est relativement bien restitué quel que soit le calcul. Plus on réduit le nombre de grains sous-jacents, plus ce schéma apparaît grossier.

Pour compléter ces observations avec une analyse quantitative, la Figure 3.4d montre l'évolution de la moyenne du champ surfacique de la différence équivalente au sens de von Mises des déformations $\langle(\Delta\varepsilon)_{eq}\rangle$ en fonction du pourcentage de l'épaisseur du cube restant après érosion

$$(\Delta\varepsilon)_{eq} = \sqrt{\frac{2}{3}\Delta\varepsilon_{ij}\Delta\varepsilon_{ij}} \tag{3.15}$$

où $\Delta\varepsilon_{ij}$ est l'écart pour chaque composante ij entre la déformation obtenue par le calcul de référence et celle obtenue avec un sous-volume donné. La même tendance observée précédemment est constatée sur cette figure, la déformation s'écarte de la valeur de référence d'autant plus qu'on tend vers le calcul quasi 2D, le maximum étant atteint pour ce dernier avec un écart de 0.5 %. Cet écart n'est pas négligeable devant la valeur de déformation moyenne de 1 %. Dans le cadre du recalage du modèle par rapport aux mesures cinématiques, le choix d'une modélisation quasi 2D peut avoir influence non négligeable sur l'identification des paramètres, étant données les valeurs de $\langle(\Delta\varepsilon)_{eq}\rangle$ par rapport à l'incertitude de mesure en déformation de l'ordre de 0.1 %. De plus, on observe une légère diminution de $\langle(\Delta\varepsilon)_{eq}\rangle$ entre les calculs avec 50 % et 45 % de l'épaisseur du cube, qui semble être due aux grains sous-jacents particuliers mis en jeu dans l'érosion. En effet, les mêmes grains sous-jacents sont utilisés dans ces deux calculs, mais avec différentes densités volumiques pour les grains les plus en profondeur. L'orientation et la morphologie de ces derniers semblent être défavorables pour reproduire le champ de déformation surfacique de référence, la réduction de leur volume réduit leur contribution aux déformations en surface.



(a) 50 % **(b)** 10 % **(c)** 2Dextr

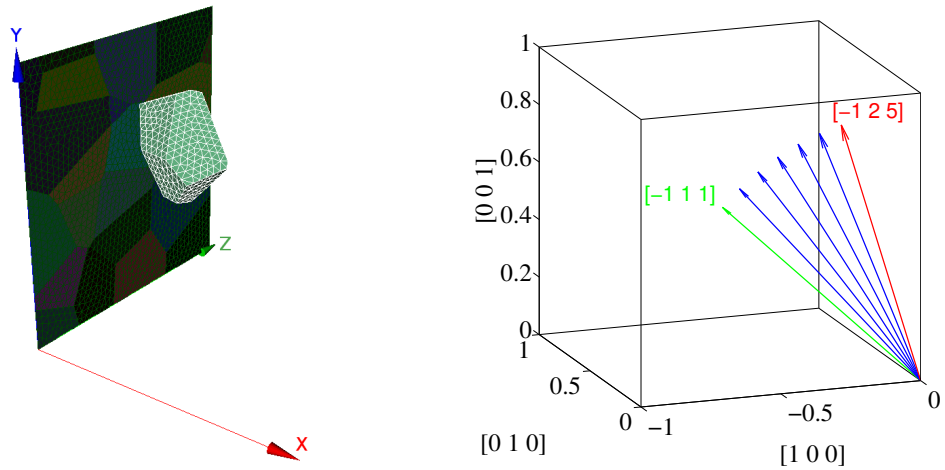
(d)

FIGURE 3.4 – Différence entre le champ de déformation dans la direction de traction z sur la face $\{x = 0\}$ pour une déformation macroscopique de 1 % obtenu par le calcul de référence et celui obtenu avec 50 % (a) et 10 % (b) de l'épaisseur du cube et pour le calcul quasi 2D (c). Evolution de la moyenne du champ surfacique de la différence équivalente des déformations en fonction du pourcentage de l'épaisseur de l'agrégat restant après érosion (d)

Une approche quasi 2D permet donc une prévision satisfaisante des hétérogénéités de déformations en surface d'un agrégat mais aussi de réaliser un gain de temps de calcul considérable. En effet, pour les mêmes conditions de calcul, la résolution de l'approche quasi 2D prend environ 9 minutes contre 110 minutes pour le cube entier.

3.3.2.2 Orientation d'un grain sous-jacent

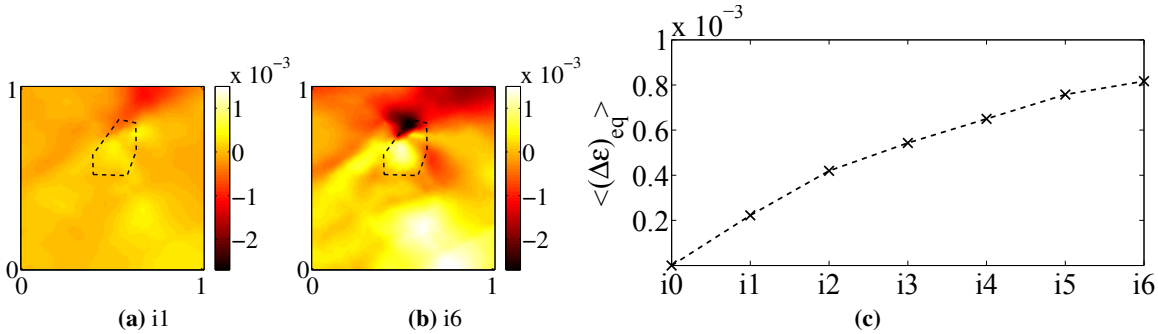
Nous cherchons maintenant à étudier l'influence de l'orientation cristallographique d'un grain sur son environnement, en particulier sur les champs surfaciques. Pour cela, différents calculs sur le cube entier sont réalisés pour différentes orientations d'un grain situé dans la deuxième couche de grains depuis la surface (voir Figure 3.5a). Sept jeux d'angles d'Euler, notés $i_0...i_6$ sont utilisés, faisant passer progressivement l'orientation de l'axe z_g du référentiel lié au grain de la direction $[-110]$ pour le jeu i_0 à la direction $[-125]$ pour le jeu i_6 (voir Figure 3.5b). Ces deux directions particulières sont choisies pour entraîner une activité différente des systèmes de glissement du grain isolé lorsque la sollicitation de traction est suivant la direction $[001]$: six systèmes principalement activés avec la direction $[-110]$, contre un seul avec la direction $[-125]$. Les orientations des autres grains du cube restent inchangées entre les différents calculs.



(a) (b)

FIGURE 3.5 – Grain sous-jacent considéré (a) et les orientations de son axe z_g considérées pour les différents calculs sur le cube (b)

Le calcul avec la première orientation i_0 sert de référence. La Figure 3.6 présente alors la différence en surface entre le champ de déformation dans la direction de traction de référence et le champ obtenu avec les orientations i_1 et i_6. Comme précédemment, l'évolution de $\langle(\Delta\varepsilon)_{eq}\rangle$ est tracée pour les différents calculs. On constate que l'écart sur la déformation augmente au fur et à mesure que le grain tourne. Si cette différence est la plus importante au voisinage du grain, elle affecte également des zones de la surface parfois éloignées. Cependant elle reste de faible amplitude, avec une valeur maximale de $\langle(\Delta\varepsilon)_{eq}\rangle$ de 0.08 %. Notons qu'il s'agit ici de la réponse à une faible désorientation d'un grain. De plus fortes variations des champs surfaciques sont à prévoir si son orientation est tirée aléatoirement.



(a) i1 **(b)** i6 **(c)**

FIGURE 3.6 – Différence entre le champ de déformation dans la direction de traction z sur la face $\{x = 0\}$ pour une déformation macroscopique de 1 % obtenu avec le jeu i_0 d'angles d'Euler et celui obtenu avec les jeux i_1 (a) et i_6 (b). La projection sur cette face du contour du grain qui change d'orientation est tracé en noir sur ces figures. Evolution de la moyenne du champ surfacique de la différence équivalente des déformations en fonction du jeu d'angles d'Euler considéré (c)

Si ces résultats mériteraient d'être complétés avec une étude statistique sur plusieurs grains et pour plusieurs tirages d'orientations, ils nous indiquent néanmoins que le moindre grain sous-jacent joue un rôle non négligeable dans l'obtention des champs cinématiques surfaciques. Il semble alors particulièrement hasardeux d'émettre des hypothèses quant à la morphologie ou à l'orientation des grains sous-jacents d'une microstructure réelle quand ils ne sont pas connus expérimentalement, tant ils peuvent influencer la réponse simulée en surface. C'est pourquoi une approche quasi 2D sera préférée à une approche 3D de type Voronoï dans la suite pour simuler la microstructure expérimentale.

3.3.3 Choix d'une approche 3D, quasi 2D ou 2D

Le traitement de laminage et de recuit réalisé pour obtenir des grains millimétriques (voir partie 1.2.3) avait pour but d'obtenir une microstructure constituée de grains traversant toute l'épaisseur de l'éprouvette. Deux cas de figure étaient alors envisagés. Dans un premier cas, les grains obtenus sont très proches de grains colonnaires, tels que ceux obtenus par croissance de la glace dans le travail de Grennerat [2011]. Aucune information supplémentaire sur la morphologie des grains n'est alors contenue dans l'épaisseur par rapport à l'information en surface : une modélisation 2D de la microstructure est *a priori* validée. Dans un second cas, si les grains ne sont pas colonnaires mais qu'ils sont tous identifiés sur les deux faces, une modélisation 3D de la microstructure peut être réalisée. Les joints de grains dans le volume peuvent être construits par exemple par une interpolation reliant les joints de grains des deux faces. Une autre solution proposée dans le travail de Martin [2012] consiste à extruder les joints de grains des deux faces perpendiculairement aux surfaces et sur une profondeur proportionnelle au diamètre du grain en surface.

Suite au laminage et au recuit, une analyse EBSD a été réalisée sur les deux faces de l'éprouvette, au centre de sa partie utile et sur toute sa largeur (2 mm). La Figure 3.7 présente en vis-à-vis les cartographies IPF des deux faces ainsi obtenues, avec les cartographies des joints de grains tracés en noir par dessus. Les deux cartographies ont été recalées manuellement de telle sorte que

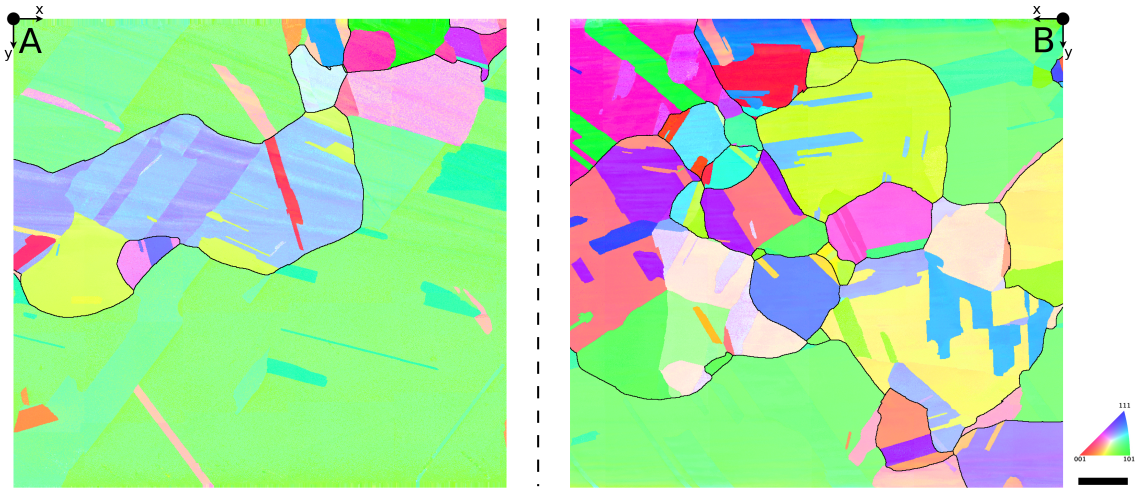


FIGURE 3.7 – Cartographies IPF et des joints de grains (tracés en noir) du centre des deux faces de l'éprouvette et sur toute sa largeur. Les points A et B ont les mêmes coordonnées (x,y) sur leur face respective. La barre d'échelle fait 200 µm

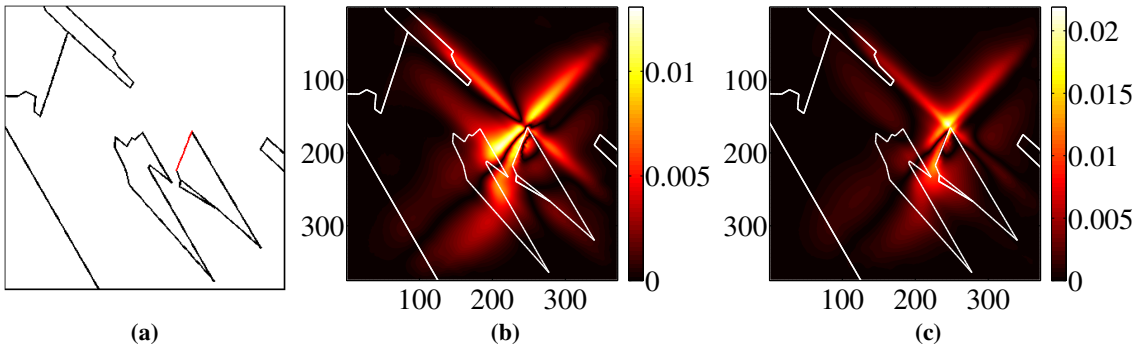
les points A et B aient les même coordonnées (x,y) sur leur face respective. La microstructure non colonnaire obtenue est très hétérogène en termes de tailles de grain. Au milieu de grains millimétriques, des grains de quelques centaines de micromètres ne nous permettent pas de réaliser une modélisation 3D comme espéré sans recourir à de fortes conjectures sur la microstructure dans le volume.

Une modélisation quasi 2D de la microstructure de l'éprouvette E_{1000+} a alors été adoptée, de même que pour les quatre autres microstructures étudiées dans ce travail, avec le même maillage que celui utilisé pour les mesures par corrélation d'images. Cependant, les lois de comportement utilisées sont écrites dans un repère 3D, elles requièrent naturellement l'utilisation d'un maillage 3D. C'est pourquoi, dans un premier temps, nous avons créé un tel maillage par une extrusion perpendiculaire à la surface du maillage 2D. Les éléments prismatiques à base triangulaire ainsi obtenus sont ensuite découpés en tétraèdres du second ordre (1 nœud ajouté au milieu de chaque arête des éléments et fonction d'interpolation quadratique). Les joints de grains et les orientations cristallographiques surfaciques sont extrudés de la même manière. L'extrusion est réalisée sur une profondeur égale à la taille caractéristique du maillage, soit 20 pixels, si bien que le maillage 3D ne possède qu'un tétraèdre dans la profondeur.

L'extrusion perpendiculaire à la surface permet de ne pas introduire un biais supplémentaire sur la microstructure dans la profondeur à partir de l'information surfacique. Nous avons étudié l'influence d'une extrusion non perpendiculaire sur les champs surfaciques simulés. Pour cela, un joint de macles de la microstructure E_{1000+} a été extrudé avec un angle d'eviron 30° par rapport à la normale à la surface, mis en évidence en Figure 3.8a, tandis que les autres joints ont été extrudés perpendiculairement. Deux calculs sont alors réalisés, l'un avec ce maillage, l'autre avec un maillage où tous les joints sont extrudés perpendiculairement. Dans les deux cas la loi de Méric et Cailletaud est utilisée, avec les mêmes paramètres et les mêmes conditions aux limites expérimentales sur les bords que ceux détaillés dans la partie 3.3.4. La face avant est libre de toute contrainte. Pour contraindre la face arrière, nous avons fait l'hypothèse qu'elle restait plane au cours du temps et nous avons imposé un déplacement homogène nul suivant sa normale comme condition de Dirichlet.

Les Figures 3.8b et 3.8c présentent l'écart en valeur absolue entre ces deux calculs sur le champ de déplacement simulé en surface selon la direction horizontale et verticale respectivement, pour une déformation macroscopique de 2.5 %. On constate que l'influence de l'inclinaison du joint de macles est restreinte au proche voisinage du joint. L'écart maximal (environ 22 nm) est très faible devant la dynamique des déplacements simulés (environ 24 µm), mais grande en revanche devant l'incertitude de mesure (4.4 nm). Ainsi, dans le cadre du recalage du modèle par éléments finis à partir des mesures de corrélations d'images, les hypothèses faites pour la modélisation de la microstructure sous-jacente peuvent avoir une influence non négligeable sur les résultats de la méthode inverse.

Dans un second temps, nous avons cherché à intégrer les lois de comportement de plasticité cristalline en utilisant directement le maillage 2D de la mesure par corrélation d'images, c'est-à-dire sans extrusion dans la profondeur. Les éléments du maillage sont simplement transformés en éléments triangles du second ordre (1 nœud ajouté au milieu de chaque arête et fonction d'interpolation quadratique). Ce choix permet une meilleur cohérence entre la modélisation et l'information 2D en surface que l'on dispose sur la microstructure réelle. Les lois de comportement utilisées dans Code_Aster requièrent cependant une écriture 3D des tenseurs de contrainte et de déformation, qui sous la condition des contraintes planes se présentent sous la forme suivante



(a) (b) (c)

FIGURE 3.8 – Joints de macles extrudés perpendiculairement en noir, avec un angle d'environ 30° par rapport à la normale à la surface en rouge (a). Ecart en valeur absolue entre les déplacements surfaciques simulés avec ce maillage et avec un maillage où tous les joints sont extrudés perpendiculairement, pour une déformation macroscopique de 2.5 %, suivant la direction horizontale (b) et verticale (c). Les axes spatiaux et les déplacements sont exprimés en micromètres. Les joints de macles sont tracés en blanc sur ces deux dernières figures

$$\varepsilon = \begin{bmatrix} \varepsilon_{xx} & \varepsilon_{xy} & 0 \\ \varepsilon_{yx} & \varepsilon_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{zz} \end{bmatrix} \qquad \sigma = \begin{bmatrix} \sigma_{xx} & \sigma_{xy} & 0 \\ \sigma_{yx} & \sigma_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_{zz} \end{bmatrix} \tag{3.16}$$

où z est la direction normale à la surface. Avec un maillage 2D surfacique, la condition locale de contrainte plane $\sigma_{zz} = 0$ est difficile à prendre en compte pour l'intégration du comportement non linéaire pour la détermination de ε_{zz}. Nous utilisons alors une solution proposée par De Borst [1991] qui revient à approcher l'hypothèse de contraintes planes au cours des itérations i de l'algorithme de Newton d'intégration du comportement [Proix, 2011] :

$$\sigma_{zz}^{(i)} \to 0 \tag{3.17}$$

Deux calculs sont réalisés, l'un avec ce maillage 2D, l'autre avec le maillage quasi 2D (extrusion droite) adopté précédemment, avec les mêmes paramètres de la loi de Méric et Cailletaud et les mêmes conditions aux limites. Les Figures 3.9a et 3.9b présentent l'écart en valeur absolue entre ces deux calculs sur le champ de déplacement simulé en surface selon la direction horizontale et verticale respectivement, pour une déformation macroscopique de 2.5 %. On constate que l'écart maximal d'environ 1.3 µm ou l'écart-type de 260 nm ne sont pas négligeables, bien que faibles devant l'amplitude des déplacements simulés (environ 12 µm). De plus, cette différence affecte de larges zones de la région d'intérêt, sans lien apparent avec les schémas de localisation observés expérimentalement dans la Figure 2.24.

Cette approche 2D présente l'avantage de réduire le nombre de degrés de liberté et donc le temps de calcul (pratiquement d'un facteur 2), ce qui est particulièrement intéressant lorsqu'un grand nombre de calculs est réalisé. C'est pourquoi nous avons choisi cette approche dans l'optique

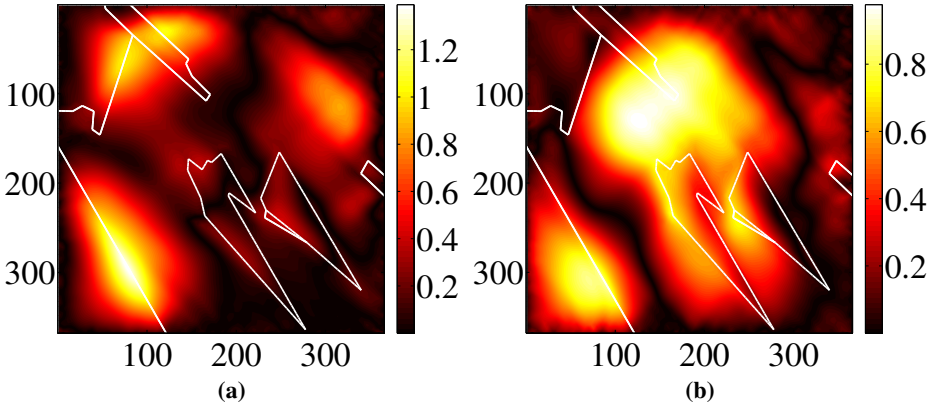


FIGURE 3.9 – Ecart en valeur absolue entre les approches 2D et quasi 2D sur les déplacements surfaciques obtenus pour une déformation macroscopique de 2.5 %, suivant la direction horizontale (a) et verticale (b). Les axes spatiaux et les déplacements sont exprimés en micromètres. Les joints de macles sont tracés en blanc sur ces figures

d'identifier les paramètres par recalage du modèle. Toujours dans ce contexte, c'est également la modélisation qui nous a semblé *a priori* la plus cohérente avec les mesures cinématiques 2D réalisées en surface. Cependant, nous garderons à l'esprit que ce choix peut influencer de manière non négligeable les champs simulés en surface et donc potentiellement les paramètres identifiés.

3.3.4 Conditions aux limites expérimentales

L'utilisation des champs surfaciques mesurés sur les bords du domaine comme conditions aux limites de type Dirichlet s'est avérée être une bonne solution pour modéliser de manière réaliste la réponse à une sollicitation donnée d'une microstructure uniquement connue en surface [Héripré *et al.*, 2007; Evrard *et al.*, 2010]. Les mesures de champs en surface reflètent la réponse d'une microstructure complète (voisins, surface, grains sous-jacents) et d'un comportement plastique inconnu *a priori*. Déterminer les conditions aux limites au bord du domaine observé via la corrélation d'images permet donc d'intégrer en partie l'influence de la microstructure complète pour le calcul de la réponse de la surface modélisée. Ainsi, pour chaque microstructure, les déplacements nodaux mesurés par corrélation d'images sont extraits sur les bords du maillage (Figure 3.10). En pratique, pour la mesure uniquement, deux rangées d'éléments finis sont ajoutées tout autour du maillage s'appuyant sur la microstructure afin de réduire l'incertitude de mesure aux nœuds où sont extraites les conditions aux limites. En effet, si un nœud intérieur du maillage constitué d'éléments triangles possède en moyenne six voisins, un nœud du bord, respectivement d'un coin, n'en possède plus que quatre, respectivement trois ou deux, ce qui a pour conséquence une augmentation de l'incertitude de mesure à ce nœud [Hild et Roux, 2012].

A chaque image de la série acquise au cours d'un essai *in situ* correspond un pas de temps de la simulation auquel sont imposés les déplacements nodaux mesurés. Aucune interpolation ou extrapolation spatiale n'est alors requise étant donné que le même maillage est utilisé pour la simulation. Une interpolation temporelle linéaire peut être réalisée par le code éléments finis en découpant les pas de temps pour faciliter l'intégration de la loi de comportement. Lorsque

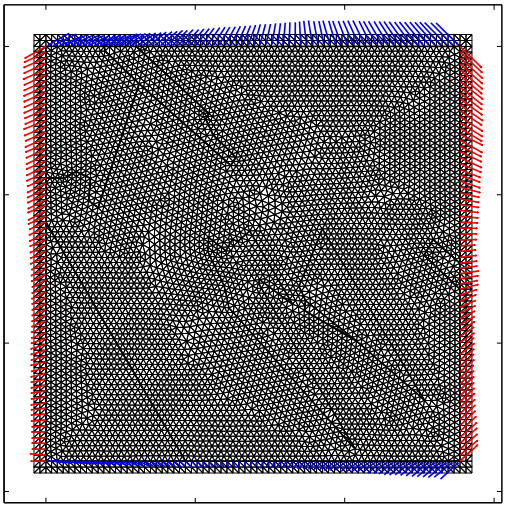


FIGURE 3.10 – Extraction comme conditions aux limites des déplacements nodaux mésurés par corrélation d'images. En rouge le chargement est en traction, en bleu en compression

le maillage quasi 2D est utilisé, les conditions aux limites sont également imposées aux nœuds extrudés dans la profondeur.

La Figure 3.11 illustre sur un exemple le gain que représente la régularisation mécanique de la corrélation d'images, présentée dans la partie 2.4, pour le conditionnement de la simulation. Sans régularisation, les déplacements sont bruités à cause des conditions d'imagerie et de la finesse du maillage. Avec la régularisation adoptée pour les mesures de champs (pour rappel avec les longueurs ξ et ξ_b égales à 4 fois la longueur caractéristique du maillage) l'effet du bruit n'est presque plus lisible dans les hautes fréquences spatiales, donnant lieu à des conditions aux limites expérimentales plus favorables à la convergence du calcul par éléments finis.

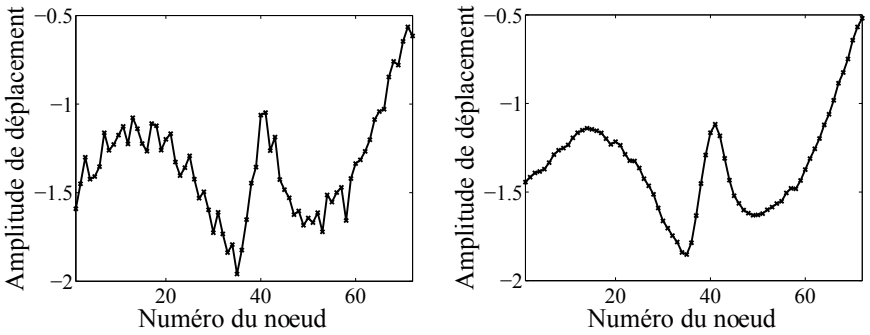


FIGURE 3.11 – Exemple de l'une des composantes des déplacements (en µm) mesurés sur l'un des bords sans régularisation (a) et avec régularisation avec ξ et ξ_b égales à 4 fois la longueur caractéristique du maillage (b). Les déplacements sont tracés en fonction de l'indice du nœud du bord

Pour résumer, pour la simulation des cinq essais *in situ*, un maillage 2D s'appuyant sur la microstructure sera utilisé par la suite, sous l'hypothèse des contraintes planes et avec les déplacements mesurés sur les bords comme conditions aux limites. Les orientations cristallographiques expérimentales moyennes par grain (ou macle) sont utilisées, étant donné qu'aucune courbure du réseau cristallin n'a été observée sur les figures de pôle inverse de chacune des microstructures étudiées (voir Figure 2.17).

3.4 Résultats de la simulation des essais *in situ*

3.4.1 Paramètres de la résolution numérique

L'intégration incrémentale de la loi de comportement non linéaire est réalisée suivant la méthode de Newton-Raphson. L'hypothèse des petites perturbations a été choisie car la simulation par éléments finis n'a pas été menée au delà de 5 % de déformation macroscopique. En conséquence, le calcul des déformations est linéarisé et la rotation du réseau cristallin n'est pas considérée. Notons qu'avec Code_Aster, il est possible de réaliser des calculs polycristallins en grande déformation ou avec l'hypothèse des petites perturbations avec mise à jour des orientations cristallographiques [Proix, 2014].

Si un calcul par homogénéisation peut être résolu en séquentiel sur un seul processeur, les simulations par éléments finis des microstructures réelles sollicitées au cours des essais *in situ* ont requis une parallélisation du calcul. Tous les calculs seront ainsi réalisés sur 8 processeurs répartis sur 2 nœuds. C'est l'intégration de la loi de comportement qui représente l'essentiel de la mémoire et du temps consommés dans un calcul. A titre d'exemple, pour la simulation de l'essai sur la microstructure A_{70} avec le maillage 2D qui met en jeu environ 48000 degrés de liberté, l'intégration de la loi de comportement de Méric et Cailletaud jusqu'à 5 % de déformation macroscopique met environ 2h16 (soit 85 % du temps total). Le parallélisme utilisé entre les différents processeurs consiste en une distribution de la mémoire (ou communication MPI), permettant un traitement parallèle d'opérations élémentaires et d'assemblages, en utilisant des solveurs issus de la bibliothèque PETSc [2014] développée par l'Argonne National Laboratory.

3.4.2 Identification d'un jeu initial de paramètres par homogénéisation

Pour chaque essai, un jeu initial des paramètres des lois de plasticité cristalline présentées précédemment est identifié par homogénéisation par rapport à la courbe de traction macroscopique expérimentale. Pour cela, nous utilisons le modèle autocohérent d'homogénéisation proposé par Berveiller et Zaoui [1979] et implémenté dans Code_Aster. Il consiste à considérer chaque grain d'un polycristal comme une inclusion sphérique dans une matrice infinie qui correspond à un milieu homogène équivalent aux autres grains du polycristal. Le tenseur local des contraintes $\boldsymbol{\sigma}^g$ du grain g est exprimé suivant la relation

$$\boldsymbol{\sigma}^g = \boldsymbol{\Sigma} + 2\alpha\mu(1-\beta)\left(\boldsymbol{E}_p - \varepsilon_p^g\right) \tag{3.18}$$

où $\boldsymbol{\Sigma}$ et $\boldsymbol{E}_p$ sont respectivement les tenseurs macroscopiques de contrainte et de déformation plastique, ε_p^g le tenseur local de déformation plastique du grain g, μ le module de cisaillement

élastique isotrope, et les paramètres β, décrit dans le modèle de Kröner [1961], et α sont donnés par les relations suivantes :

$$\frac{1}{\alpha} = 1 + \frac{3}{2}\mu\frac{E_{p_{eq}}}{\Sigma_{eq}} \quad , \quad \beta = \frac{2(4-5\nu)}{15(1-\nu)} \tag{3.19}$$

où ν est le coefficient de Poisson, Σ_{eq} et $E_{p_{eq}}$ respectivement la contrainte et la déformation équivalentes au sens de von Mises. En remarque, pour $\alpha = 1$ ce modèle est équivalent au modèle de Taylor [1938]. Enfin, la transition d'échelle considère une relation d'homogénéisation écrite en vitesse de déformation plastique, telle que

$$\dot{\boldsymbol{E}}_p = \sum_g f_g \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}_p^g \tag{3.20}$$

où, pour chaque phase g, f_g représente sa fraction volumique dans le polycristal et $\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}_p^g$ sa vitesse de déformation plastique (donnée par l'équation (3.4)). Le comportement de chaque phase est donné par la loi de plasticité cristalline considérée reliant la cission résolue τ_s au glissement γ_s.

Le modèle de Berveiller et Zaoui est valable pour l'élasticité homogène isotrope. Pour l'élasticité de chaque phase, nous avons choisi des paramètres de l'élasticité du milieu homogène cohérents avec ceux de l'élasticité cubique. Pour cela, nous avons utilisé le modèle autocohérent proposé par Bornert *et al.* [2001], selon lequel une bonne estimation du module de cisaillement macroscopique est solution de l'équation

$$8\mu^3 + \left(9\kappa' + 4\mu^a\right)\mu^2 - 3\mu^b\left(\kappa' + 4\mu^a\right)\mu - 6\kappa'\mu^a\mu^b = 0 \tag{3.21}$$

où κ', μ^a et μ^b sont les trois paramètres de l'élasticité cubique, dont nous rappelons les expressions

$$\kappa' = \frac{C_{11} + 2C_{12}}{3} \qquad \mu^a = \frac{C_{11} - C_{12}}{2} \qquad \mu^b = C_{44} \tag{3.22}$$

Le Tableau 3.3 résume les paramètres de l'élasticité utilisés pour les simulations.

Isotrope		Cubique		
κ	μ	κ'	μ^a	μ^b
158 GPa	75 GPa	158 GPa	37 GPa	117 GPa
issus du modèle autocohérent		issus de Ledbetter [1985]		

TABLEAU 3.3 – Paramètres de l'élasticité isotrope du polycristal et de l'élasticité cubique du monocristal utilisés pour la simulation

Le modèle d'homogénéisation est utilisé dans ce travail comme un « capteur d'effort » pour obtenir une simulation du comportement macroscopique du matériau. Pour recaler ce comportement

sur les données expérimentales, nous avons dans un premier temps corrigé la courbe contrainte-déformation macroscopique expérimentale, obtenue à partir du capteur d'effort et du déplacement de la traverse de la platine de traction, qui sous-évalue le module d'Young du matériau. Cet écart est observé pour chaque essai et peut s'expliquer par la rigidité de la platine ou encore les conditions de serrage de l'éprouvette. La Figure 3.12 montre pour le cas de l'éprouvette A_{70} l'écart entre la déformation obtenue à partir du déplacement de la traverse et la déformation moyenne du champ mesuré par corrélation d'images. Notons que pour les données issues de la platine de traction, nous avons considéré les points acquis une fois la relaxation terminée, lorsque l'acquisition de l'image est achevée (soit la courbe enveloppe passant par les minima locaux de la courbe tracée en Figure 2.13). Etant donné que l'incertitude de mesure des déformations est du même ordre de grandeur que les déformations élastiques et que la région d'intérêt analysée n'est pas un volume élémentaire représentatif du matériau, nous avons choisi de recaler les déformations élastiques macroscopiques en utilisant le module d'Young obtenu par le modèle autocohérent (voir Figure 3.12). On remarquera que pour les niveaux plus importants un accord quasi parfait entre les mesures par corrélation d'images et la déformation corrigée est obtenu.

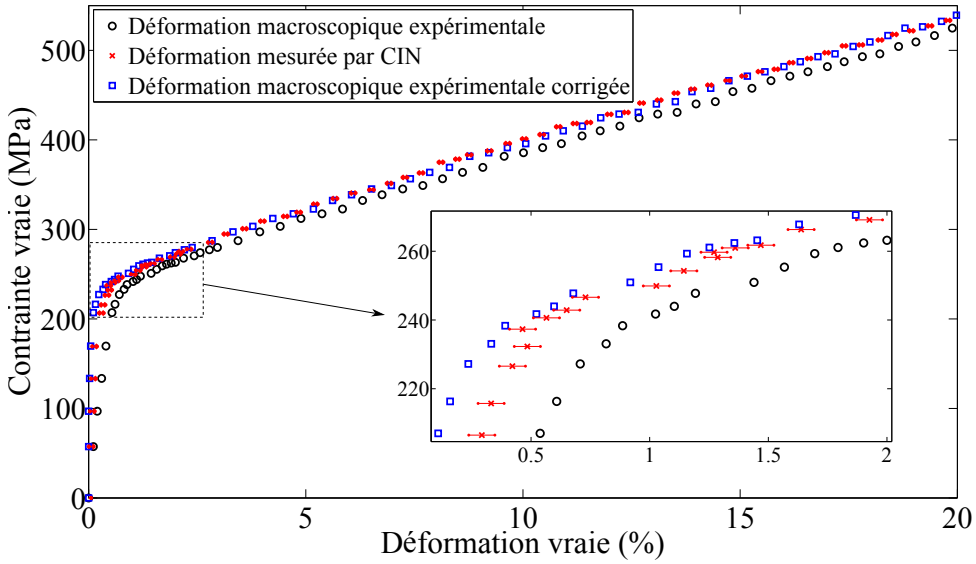


FIGURE 3.12 – Contrainte macroscopique expérimentale en fonction de la déformation longitudinale correspondant à la moyenne du champ mesuré par corrélation d'images (en rouge, avec l'incertitude de mesure) ou à la prise en compte du déplacement de la traverse de la platine (en noir) pour l'éprouvette A_{70}. La partie élastique de cette dernière est corrigée en considérant le module d'Young obtenu par homogénéisation (en bleu)

L'identification par homogénéisation des paramètres $\boldsymbol{p}$ de la loi de plasticité cristalline est réalisée par la minimisation du critère de moindres carrés χ_F, tel que

$$\chi_F^2(\boldsymbol{p}) = \{\boldsymbol{\delta F}\}^T \{\boldsymbol{\delta F}\} \tag{3.23}$$

où $\{\boldsymbol{\delta F}\}$ est le vecteur contenant l'écart à même niveau de déformation entre l'effort appliqué expérimentalement $\{\boldsymbol{F}_m\}$ et celui obtenu par homogénéisation $\{\boldsymbol{F}_c(\boldsymbol{p})\}$. Le calcul d'homogé-

néisation est réalisé en considérant 300 orientations cristallographiques tirées aléatoirement (voir Annexe B). Les paramètres sont identifiés itérativement, où à chaque itération n l'incrément des paramètres $\{\boldsymbol{\delta p}^{(n)}\}$ est déterminé par

$$\{\boldsymbol{\delta p}^{(n)}\} = [\boldsymbol{H}_F^{(n-1)}]^{-1}[\boldsymbol{S}_F^{(n-1)}]^T(\{\boldsymbol{F}_m\} - \{\boldsymbol{F}_c{}^{(n-1)}\}) \tag{3.24}$$

avec $[\boldsymbol{S}_F^{(n-1)}]$ la matrice de sensibilité calculée à partir de l'estimation à l'itération précédente des paramètres, telle que

$$[\boldsymbol{S}_F^{(n-1)}] = \left[\frac{\boldsymbol{\delta F}_c^{(n-1)}}{\boldsymbol{\delta p}}\right] \tag{3.25}$$

et avec $[\boldsymbol{H}_F^{(n-1)}] = [\boldsymbol{S}_F^{(n-1)}]^T[\boldsymbol{S}_F^{(n-1)}]$ l'estimation du Hessien à l'itération $n-1$. A partir d'une seule courbe de traction monotone pour chaque éprouvette, c'est l'identification des paramètres d'écrouissage isotrope des lois de comportement étudiées qui nous a paru pertinent. De plus, ces paramètres présentent un intérêt industriel particulier dans la perspective de la comparaison du comportement de différents matériaux. Les autres paramètres restent fixés à leur valeur initiale.

Pour la loi de Méric et Cailletaud, les paramètres q et b ont une influence très proche sur l'écrouissage isotrope tant que la saturation est loin d'être atteinte. Un développement limité de l'équation (3.8) pour des faibles valeurs de p_j montre que seul le produit qb entre en jeu comme paramètre influent d'un écrouissage pseudo-linéaire. La Figure 3.13 montre qu'en conséquence la sensibilité de l'effort calculé $\{\boldsymbol{F}_c\}$ par rapport à chacun de ces deux paramètres est identique. C'est pourquoi nous avons choisi d'identifier r_0 et le produit qb en fixant la valeur de b, sur la gamme de déformation de 0 à 20 %. Cette figure nous indique également que l'effort calculé est plus sensible au paramètre r_0 qu'aux deux autres paramètres de l'écrouissage isotrope sur la gamme de petites déformations étudiée, ce qui est favorable à l'identification de la limite d'écoulement. Notons que cette différence aurait été moins marquée si des niveaux de déformation plus élevés avaient été considérés.

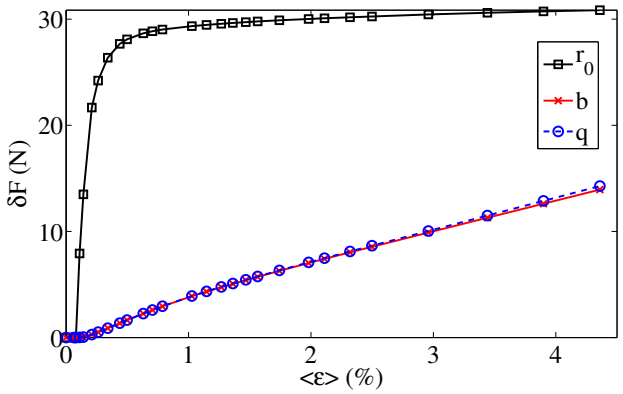


FIGURE 3.13 – Sensibilité de l'effort calculé par homogénéisation par rapport à une perturbation de 20 % de chacun des paramètres de l'écrouissage isotrope de la loi de Méric et Cailletaud

La Figure 3.14 montre la courbe contrainte-déformation obtenue à convergence de l'algorithme de recalage par homogénéisation des paramètres pour chacune des cinq éprouvettes étudiées. Une fois les paramètres optimisés, on constate globalement une très bonne correspondance entre le modèle d'homogénéisation et le comportement macroscopique expérimental. Notons néanmoins que la correspondance est légèrement moins bonne pour l'éprouvette D_{50} pour les petites et les grandes déformations (c'est-à-dire pour une déformation macroscopique inférieure à 1 % ou supérieure à 15 %), ainsi que pour l'éprouvette B_{10} également pour les petites déformations. Ces différences peuvent être dues aux incertitudes de mesures ou à la valeur du paramètre b imposée. Notons également que l'identification pour l'éprouvette E_{1000+} a été réalisée jusqu'à 10 % de déformation afin de ne pas prendre en compte une relaxation de la contrainte réalisée expérimentalement à ce niveau de déformation. Le choix de la gamme de déformation de 0 à 20 % pour l'identification est critiquable étant donné que nous travaillons avec l'hypothèse des petites perturbations. Néanmoins, on constate *a posteriori* que la correspondance entre les courbes simulées et expérimentales est également satisfaisante pour de plus faibles niveaux de déformation (inférieure à 10 %). Les valeurs des paramètres obtenues par cette méthode de recalage pour les différentes tailles de grain sont données dans le Tableau 3.4.

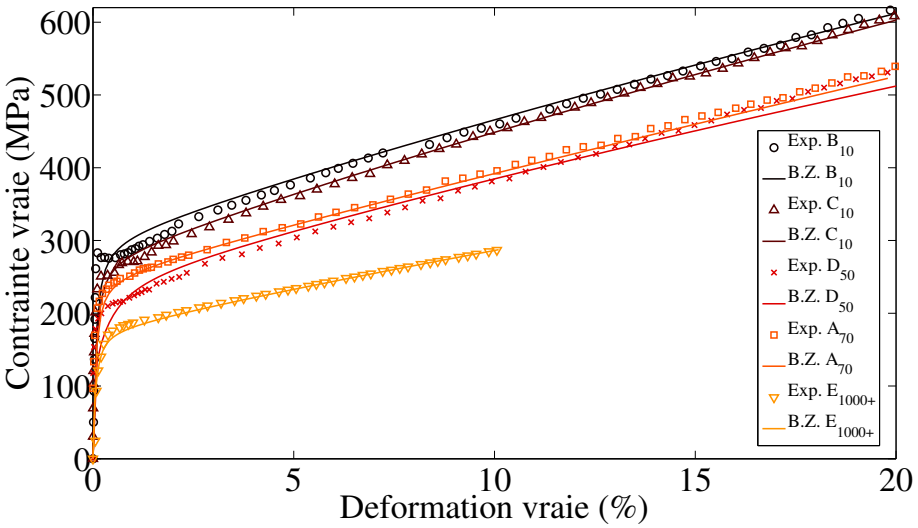


FIGURE 3.14 – Courbe contrainte-déformation expérimentale de référence (Exp.) et celle obtenue par homogénéisation (B.Z.) à convergence de l'algorithme de recalage des paramètres r_0 et qb pour chacune des éprouvettes

Une diminution de la limite d'écoulement r_0 est clairement observée lorsque la taille moyenne de grain augmente. Ce résultat est cohérent avec l'effet Hall-Petch discuté dans le chapitre précédent (voir partie 2.5.4). De même, le produit qb semble diminuer lorsque la taille moyenne de grain augmente. Notons qu'une valeur particulièrement faible de qb est obtenue pour la microstructure millimétrique. Cet effet durcissant avait été mis en évidence expérimentalement et avec un modèle non-local de plasticité cristalline dans le travail d'Acharya et Beaudoin [2000] pour des tailles de grain comparables à celles étudiées ici, de 20 à 200 micromètres. Nous proposons d'identifier la loi Hall-Petch non pas à l'échelle macroscopique mais à celle des systèmes de glissement à partir de la cission résolue. Une relation entre la limite d'écoulement r_0 et la taille moyenne de grain d

Eprouvette	r_0 (MPa)	q (MPa)	b	qb (MPa)
B_{10}	69	183	1.2	220
C_{10}	60	195	1.2	234
D_{50}	41	179	1.2	215
A_{70}	50	163	1.2	196
E_{1000+}	29	159	0.4	64

TABLEAU 3.4 – Valeurs des paramètres de l'écrouissage isotrope de la loi de Méric et Cailletaud identifiés par homogénéisation sur la gamme de déformation de 0 à 20 %

est alors recherchée telle que

$$r_0 = c_1 + \frac{c_2}{\sqrt{d}} \tag{3.26}$$

où c_1 est une constante et c_2 le facteur de Hall-Petch. A partir des cinq microstructures, une estimation par régression linéaire présentée en Figure 3.15 nous donne $c_1 = 28$ MPa et $c_2 = 0.12$ MPa.m$^{1/2}$ avec un coefficient de corrélation de 0.93. Les valeurs de r_0 identifiées rendent donc bien compte d'un effet durcissant lié à la taille des grains étudiés. Notons que cet effet peut aussi bien être observé pour différents niveaux de déformation sur la courbe contrainte-déformation macroscopique (Figure 2.33 et Figure 3.14).

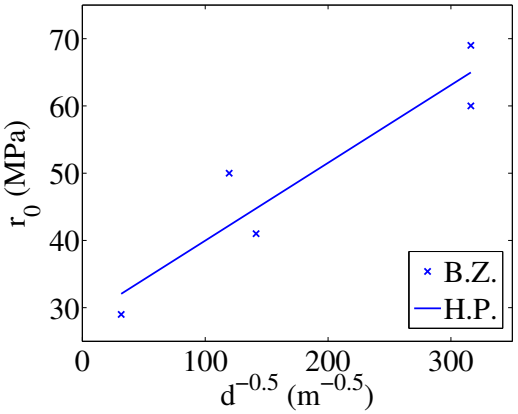


FIGURE 3.15 – Identification de la loi Hall-Petch (trait plein) à partir des valeurs identifiées par homogénéisation de la limite d'écoulement r_0 (points)

Pour la loi DD-CFC, nous avons cherché à recaler de la même manière les paramètres d'écrouissage isotrope. La Figure 3.16 montre la sensibilité de l'effort calculé par homogénéisation par rapport à chacun de ces paramètres. On constate tout d'abord que le paramètre τ_f, qui est la partie du seuil d'écoulement indépendante de la densité de dislocations, a une forte influence sur la réponse macroscopique du modèle, comme r_0 de la loi de Méric et Cailletaud. Son identification

semble donc bien conditionnée. Il apparaît ensuite que les paramètres A et B intervenant dans l'augmentation de la densité de dislocations n'ont pas la même influence sur le comportement macroscopique : A associé au durcissement lié aux jonctions avec les systèmes de la forêt a une forte influence, tandis que B associé au durcissement lié aux jonctions avec les systèmes coplanaires n'a pratiquement pas d'influence, ou très faible pour une déformation macroscopique supérieure à 2 %. Le fait que la sensibilité du comportement macroscopique soit différente par rapport à A et B, l'identification distincte de ces deux paramètres semble possible, bien que la sensibilité par rapport à B soit faible (légèrement supérieure à l'incertitude du capteur d'effort de la platine de traction, soit 1 N, à la fin du chargement). Enfin, le paramètre y qui porte sur l'annihilation de dislocations a une influence très faible sur la réponse macroscopique.

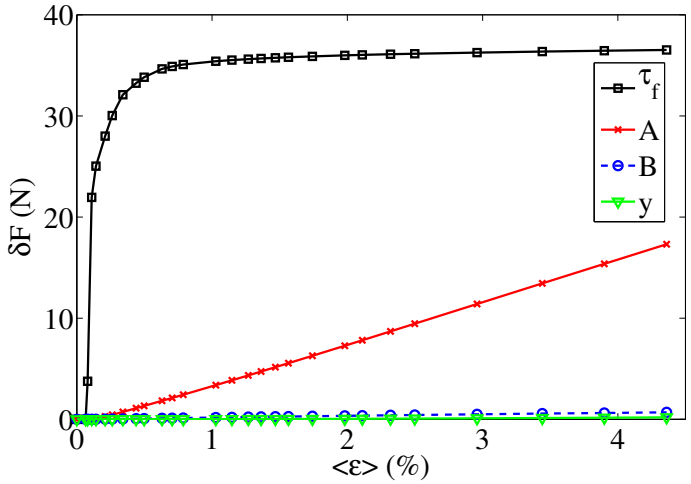


FIGURE 3.16 – Sensibilité de l'effort calculé par homogénéisation par rapport à une perturbation de 20 % de chacun des paramètres de l'écrouissage isotrope de la loi DD-CFC

Nous avons alors choisi d'identifier par homogénéisation les paramètres τ_f, A et B par rapport aux courbes contrainte-déformation expérimentales, en conservant y ainsi que tous les autres paramètres du modèle fixés aux valeurs de référence. Le Tableau 3.5 donne les paramètres optimisés pour les différentes microstructures.

Eprouvette	τ_f (MPa)	A	B
B_{10}	90	0.024	0.082
C_{10}	84	0.084	0.027
D_{50}	67	0.089	0.0012
A_{70}	64	0.041	0.0015
E_{1000+}	45	0.041	0.0016

TABLEAU 3.5 – Valeurs des paramètres de l'écrouissage isotrope de la loi DD-CFC identifiés par homogénéisation sur la gamme de déformation de 0 à 20 %

Comme précédemment avec le paramètre r_0 de la loi de Méric et Cailletaud, une diminution de τ_f, donc de la limite d'écoulement, est obtenue lorsque la taille moyenne de grain augmente. En revanche, le paramètre A ne semble pas dépendre de la taille de grain et fluctue dans l'intervalle 0.02 à 0.09. Le paramètre B quant à lui est identifié dans une large gamme de valeurs, variant de 0.001 à 0.08, *a priori* indépendamment de la taille de grain. Ces fortes fluctuations sont la conséquence de la faible sensibilité de la réponse du modèle d'homogénéisation à ce paramètre mise en évidence sur la Figure 3.16.

3.4.3 Champs cinématiques simulés

Une fois qu'un jeu de paramètres de loi de comportement a été optimisé pour chaque microstructure par rapport au comportement macroscopique, la simulation par éléments finis des cinq essais *in situ* peut être réalisée. Nous rappelons que cette simulation utilise un maillage 2D s'appuyant sur les interfaces de la microstructure ainsi que les déplacements mesurés au cours du temps sur les bords du domaine comme conditions aux limites. Les champs cinématiques alors simulés avec la loi de Méric et Cailletaud sont présentés dans cette partie. La Figure 3.17 montre les champs de déplacement et de déformation obtenus pour chacune des microstructures au dernier pas de temps simulé, soit pour une déformation macroscopique d'environ 5 %. Les joints de grains et de macles sont tracés en noir sur ces champs.

Les champs de déplacement ainsi obtenus sont lisses et, au premier abord, ressemblent fortement à ceux mesurés par corrélation d'images (Figures 2.20-2.24). Par rapport aux champs de déformation simulés, des schémas de localisation typiques de polycristaux sont obtenus, avec de fortes hétérogénéités aussi bien à l'intérieur des grains qu'au niveau des interfaces de la microstructure. De plus, on observe des effets des conditions aux limites hétérogènes sur les champs de déformation. Pour les mettre en évidence, la Figure 3.18 propose des grandissements de deux champs de déformation ε_{yy} présentés en Figure 3.17. Ceci se traduit soit par une forte localisation qui s'étend sur plusieurs éléments sur le bord et vers l'intérieur du maillage, particulièrement visible pour la microstructure A_{70} (Figure 3.18a), soit par des oscillations de faible période spatiale sur les bords (quelques éléments) et qui s'éteignent rapidement vers l'intérieur du maillage, visibles par exemple pour les microstructures C_{10} (Figure 3.18b) ou E_{1000+}. Ces secondes perturbations correspondent à des bandes de glissement mesurées mais non prédites par la simulation. Une confrontation entre les champs simulés avec chacune des deux lois de comportement utilisées dans ce travail et avec les champs mesurés par corrélation d'images est maintenant détaillée.

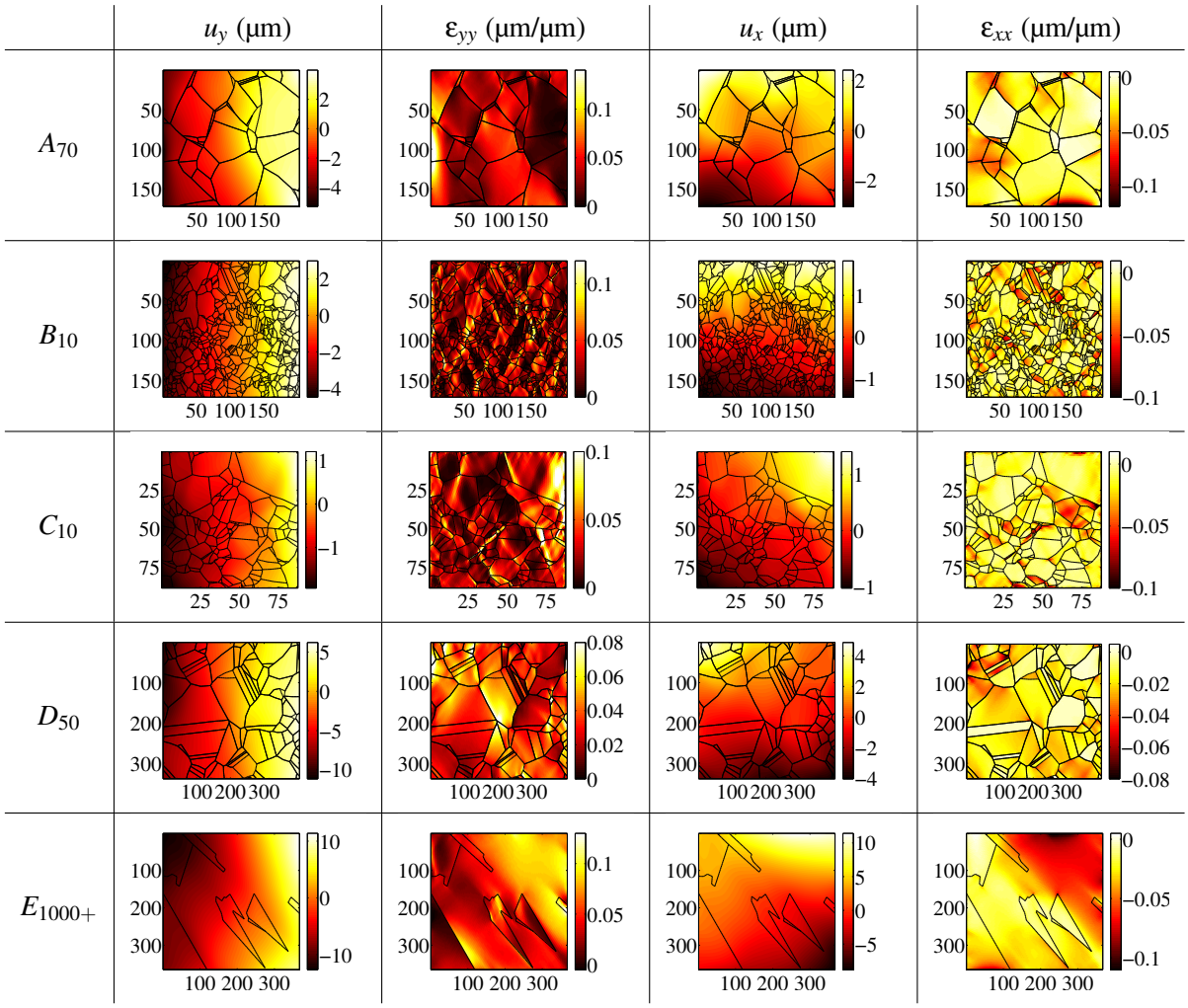


FIGURE 3.17 – Champs de déplacement et de déformation, selon les directions horizontale (direction de traction) y et verticale x simulés pour les différentes microstructures avec la loi de Méric et Cailletaud et pour une déformation macroscopique d'environ 5 %. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres

3.4.4 Confrontation des lois de plasticité cristalline

Tout d'abord, les champs obtenus avec la loi de Méric et Cailletaud sont confrontés à ceux obtenus avec la loi DD-CFC. La Figure 3.19 montre, dans le cas de la microstructure C_{10}, la différence entre les champs de déplacement et de déformation simulés avec ces deux lois, au même instant du calcul correspondant à une déformation macroscopique d'environ 5 %. Globalement, les champs sont très proches. En regardant de plus près, les écarts sur les déplacements sont inférieurs à 200 nm, avec un écart-type de 27 nm, alors que l'amplitude des déplacements est d'environ 2.5 µm à ce niveau du chargement. Cette différence est essentiellement localisée dans des bandes couvrant plusieurs grains au centre de la microstructure, mais aussi dans des grains appartenant à un bord, ce qui montre que les conditions aux limites expérimentales imposées en déplacement

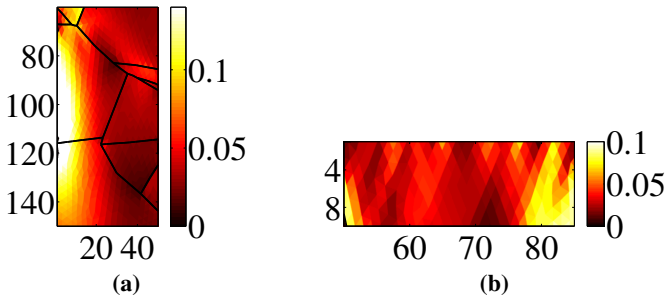


FIGURE 3.18 – Grandissements du champ de déformation ε_{yy} de la Figure 3.17 pour les microstructures A_{70} (a) et C_{10} (b) mettant en évidence des effets des conditions aux limites

ne surcontraignent pas les champs. En termes de déformation, les deux lois prédisent le même schéma de localisation (Figures 3.20a et 3.20b). La différence réside dans l'amplitude des localisations qui sont plus élevées avec la loi DD-CFC, ce qui se traduit par de fortes hétérogénéités sur les Figures 3.19c et 3.19d. La dynamique des déformations est imposée sur ces quatre figures afin de mettre en évidence ce constat. De manière quantitative, le ratio du quantile à 99 % sur la valeur moyenne du champ de déformation longitudinale, $\varepsilon_{0.99}/\langle\varepsilon\rangle$ vaut 3.5 avec la loi de Méric et Cailletaud contre 4.1 avec la loi DD-CFC, pour une déformation macroscopique d'environ 5 %. Expérimentalement, nous avions montré au chapitre précédent qu'il valait 2.3 (Figure 2.36). L'indépendance de cette mesure vis-à-vis du maillage et de l'échelle de régularisation demande néanmoins à être vérifiée.

Comparons maintenant les champs simulés avec les champs mesurés, toujours dans le cas de la microstructure C_{10}. La Figure 3.20 présente l'écart en valeur absolue entre les déplacements et les déformations obtenus par corrélation d'images et ceux obtenus avec chacune des deux lois. En termes de déplacement, les écarts sont inférieurs à 1 µm, avec un écart-type (moyen sur les deux composantes) de 160 nm avec la loi de Méric et Cailletaud et de 170 nm avec la loi DD-CFC, pour une déformation macroscopique d'environ 5 %. Ces valeurs sont assez faibles par rapport à la dynamique des déplacements à ce niveau du chargement (de l'ordre de 2.5 µm), ce qui tend à valider la modélisation et le jeu de paramètres identifiés par homogénéisation. Cependant, par rapport à l'incertitude de mesure, qui est de 2.2 nm pour cette microstructure, ces écarts apparaissent bien plus importants. Une telle différence est essentiellement due aux choix de modélisation, que ce soit au niveau de la loi de comportement ou de la modélisation de la microstructure, mais aussi du jeu de paramètres de loi utilisé, qui n'est pas optimisé par rapport aux champs locaux. Une telle identification des paramètres sera présentée au chapitre suivant.

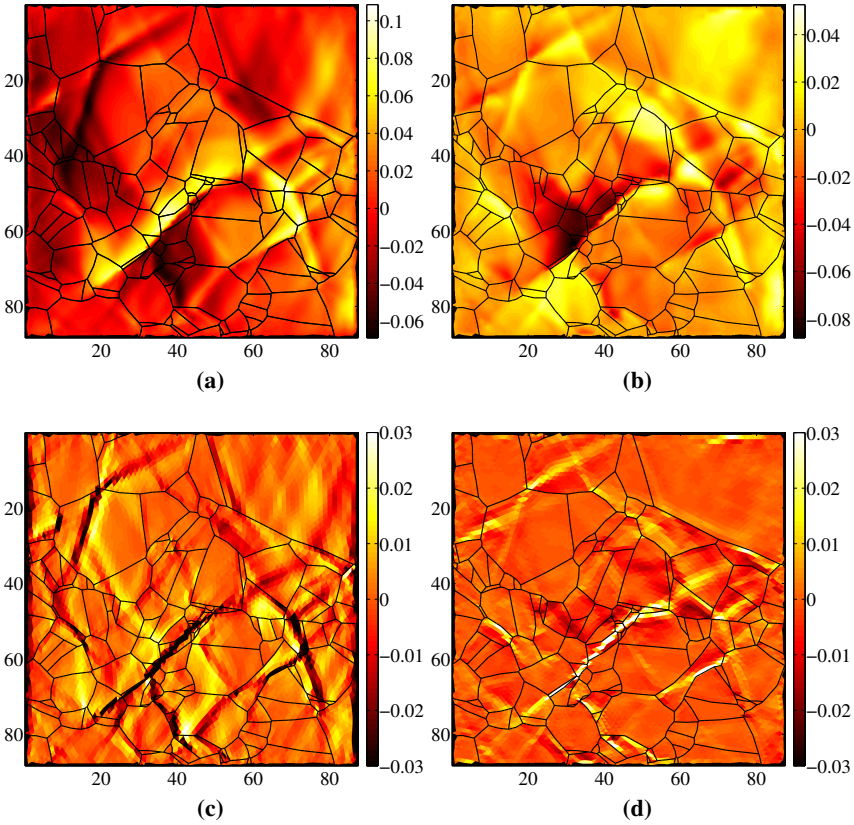


FIGURE 3.19 – Différence entre les lois de Méric et Cailletaud et DD-CFC sur le champ de déplacement (en µm) selon les directions de traction (a) et transverse (b) et sur le champ de déformation (en µm/µm) selon les directions de traction (c) et transverse (d) pour la microstructure C_{10} et pour une déformation macroscopique d'environ 5 %. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres

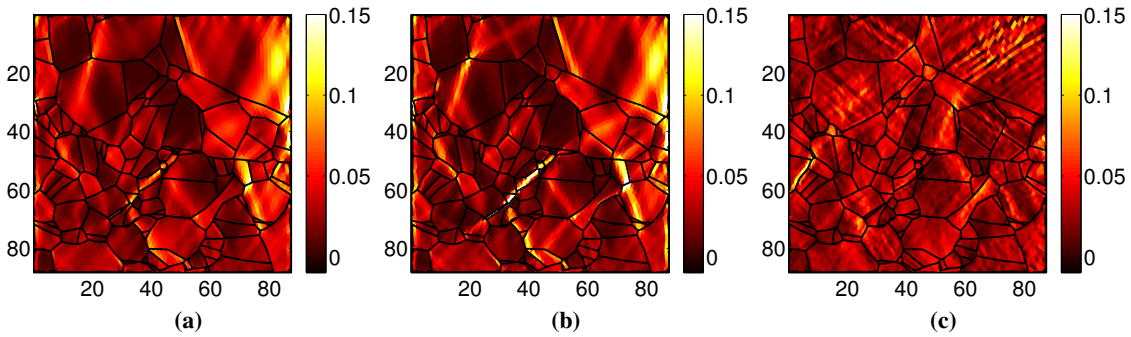


FIGURE 3.20 – Champ de déformation selon la direction de traction obtenu avec la loi de Méric et Cailletaud (a), avec la loi DD-CFC (b) et expérimentalement (c) pour la microstructure C_{10} et pour une déformation macroscopique d'environ 5 %. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres

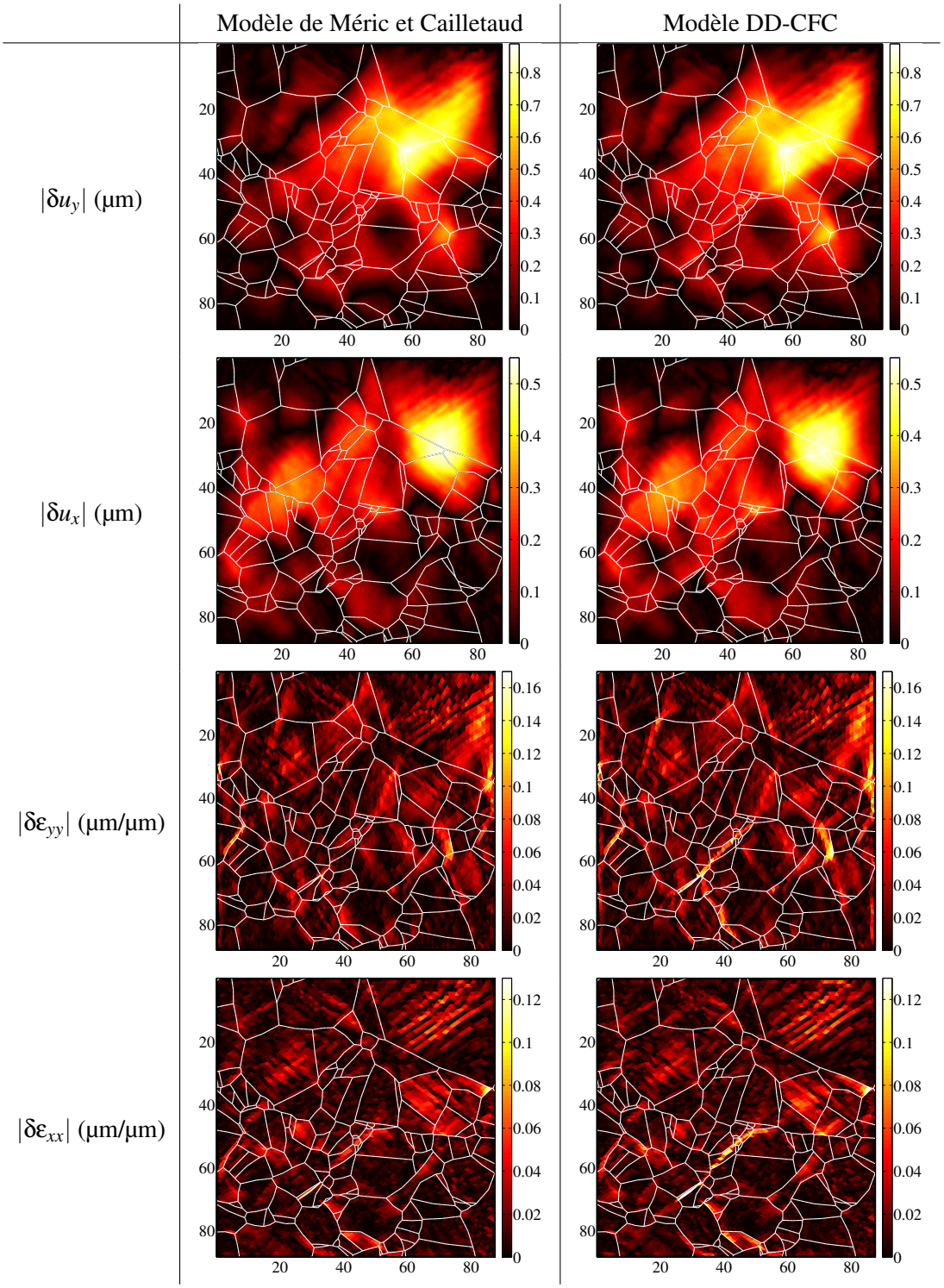


FIGURE 3.21 – Ecart entre les champs de déplacement et de déformation mesurés et simulés avec chacune des deux lois, suivant les directions longitudinale y et transverse x pour la microstructure C_{10} et pour une déformation macroscopique d'environ 5 %. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres

En termes de déformation, sur l'ensemble des cinq essais, la simulation permet généralement une bonne prévision des hétérogénéités observées au niveau des interfaces de la microstructure. Néanmoins, les lois de plasticité cristalline utilisées ainsi que les choix de modélisation de la microstructure ne permettent pas de prédire certaines bandes de déformation intragranulaire observées expérimentalement (Figure 3.20). Ceci se traduit par l'apparition de bandes sur les champs $|\delta\varepsilon_{yy}|$ et $|\delta\varepsilon_{xx}|$ de la Figure 3.21, comme par exemple dans le grain situé dans le coin en haut à droite. Ce résultat est également mis en évidence pour la microstructure E_{1000+}, dont la microstructure millimétrique a permis de détecter avec beaucoup de finesse des bandes de déformation qui n'ont pas été prédites par la simulation, malgré le fait que les deux extrémités des bandes soient interceptées par les bords du domaine et donc prises en compte par les conditions aux limites. Ceci semble être une limitation de la modélisation continue qui ne permet qu'une évolution diffuse des déformations au sein de chaque phase lorsque la nature discrète de la déformation est clairement observée expérimentalement. L'utilisation d'une formulation en énergie libre non convexe permettrait d'introduire des fluctuations à courtes périodes spatiales et d'obtenir ainsi une réponse plus réaliste en termes de localisations [Klusemann et Yalçinkaya, 2013]. Notons enfin que si la comparaison a été illustrée ici pour le cas de la microstructure C_{10}, les mêmes conclusions peuvent être faites à partir des autres microstructures.

3.4.5 Confrontation multiéchelle du comportement local et macroscopique

L'influence des conditions aux limites expérimentales sur les champs de déplacement simulés est étudiée dans cette partie. Pour la microstructure D_{50}, une série d'analyses EBSD a été réalisée et assemblée afin de déterminer la microstructure sur toute la largeur de la partie utile de l'éprouvette (soit sur 1.9 mm) contenant la région d'intérêt de 400×400 µm^2, notée ROI 1, dans laquelle ont été précédemment mesurés (partie 2.5.3.2) et simulés (partie 3.4.3) les déplacements. Cette microstructure est présentée en Figure 3.22 et couvre une surface qui sera notée ROI 2 par la suite. Elle a été recalée dans le référentiel des images MEB grâce à une extrapolation quadratique de la fonction de transformation déterminée dans la région ROI 1 grâce à la méthode présentée dans la partie 2.5.2. Un maillage 2D s'appuyant sur cette microstructure a ensuite été construit avec la même longueur caractéristique de 20 pixels (ou 5.7 µm) que celle du maillage généré pour la région ROI 1.

La simulation de l'essai *in situ* considérant la microstructure de la région ROI 1, réalisée avec les conditions aux limites expérimentales, peut alors être confrontée à une simulation considérant la microstructure de la région ROI 2. Pour les conditions aux limites de ce second calcul, nous avons choisi d'imposer un déplacement sur les bords verticaux du maillage et de manière homogène pour simuler la déformation macroscopique expérimentale corrigée. Les bords horizontaux sont laissés libres de contrainte. Les deux calculs ont été réalisés avec la loi de Méric et Cailletaud avec le même jeu de paramètres identifiés par homogénéisation. On notera de plus que ce dernier calcul, étant donnée la taille de l'agrégat, n'a été possible qu'en hypothèse de contraintes planes.

Dans la Figure 3.23, les champs de déplacement simulés par les deux calculs sont comparés dans la même région ROI 1 et au même pas de temps correspondant à une déformation macroscopique d'environ 5 %. Les translations de corps rigides entre les deux simulations sont corrigés en retranchant aux champs de déplacements leur valeur moyenne. Si les champs sont assez proches pour la direction de traction, des différences notables sont observées sur la forme et sur la dynamique des champs pour la direction transverse. L'écart-type de la différence de ces champs de déplacement est de 1.5 µm pour chacune des composantes, ce qui n'est pas négligeable (pour rap-

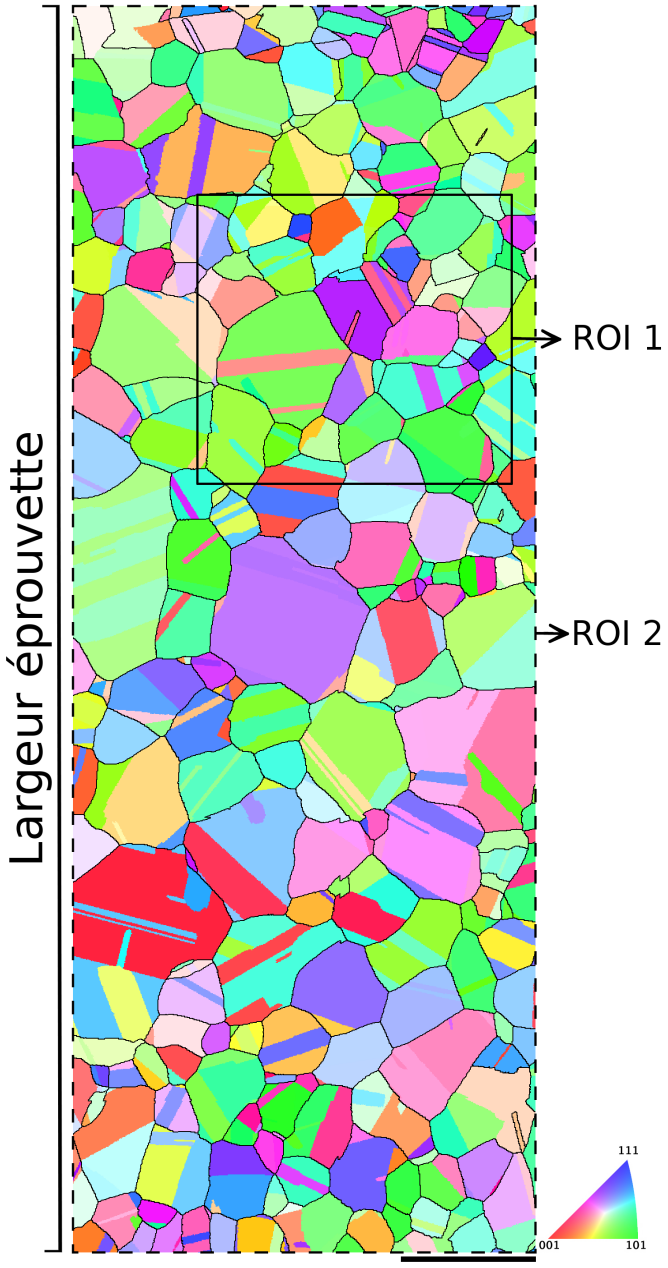


FIGURE 3.22 – Cartographie IPF et des joints de grains sur toute la largeur de l'éprouvette D_{50}. Le contour de la région d'intérêt dans laquelle ont été mesurés les déplacements est tracé trait plein en noir (ROI 1). La barre d'échelle fait 200 µm

pel l'incertitude de mesure est de 7.1 nm). Deux arguments peuvent expliquer de telles différences. D'une part, l'effet de la microstructure sous-jacente qu'on essaye de prendre en compte au travers des conditions aux limites expérimentales du calcul sur la région ROI 1 n'est pas considéré dans le calcul sur la région ROI 2. D'autre part, ce second calcul permet d'éviter les effets de bords induits par les conditions aux limites expérimentales imposées au calcul sur la région ROI 1 et de

prendre en compte la forme entière des grains de cette région qui sont tronqués dans l'autre cas. Cependant, notons que la région ROI 1 est proche du bord sur lequel est imposée la déformation macroscopique homogène et qui peut probablement créer un effet de bord. Il a été montré en effet que les effets de conditions aux limites homogènes n'affectent pas les champs seulement si plusieurs rangées de grains séparent le bord de la zone d'observation [Zeghadi *et al.*, 2007a,b], une condition qui n'est pas vérifiée ici, notamment sur le bord droit de la région ROI 1.

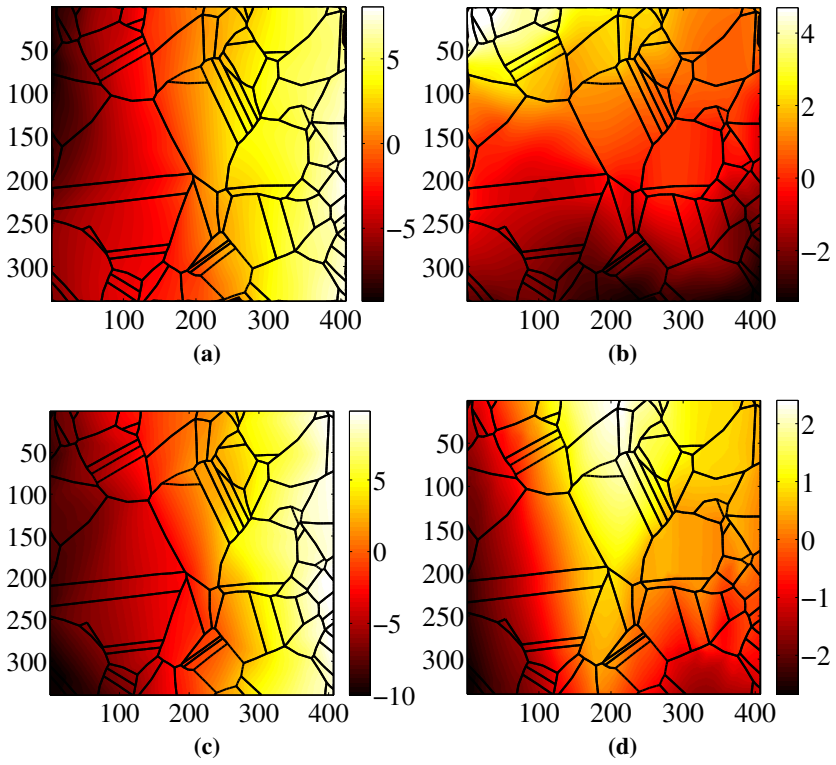


FIGURE 3.23 – Champ de déplacement dans la région ROI 1 issu du calcul sur la région ROI 1 selon les directions de traction (a) et transverse (b) et celui issu du calcul sur la région ROI 2 selon les directions de traction (c) et transverse (d) pour une déformation macroscopique d'environ 5 %. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres

En termes de comportement effectif, les valeurs moyennes de la totalité des champs de contrainte et de déformation dans la direction de traction ont été évaluées à partir des deux calculs et sont représentées dans la Figure 3.24. La région ROI 1 n'étant pas un volume élémentaire représentatif, la moyenne des champs issus du calcul limité à cette région conduit à d'importantes fluctuations sur la courbe contrainte-déformation. Ces fluctuations sont également provoquées par les conditions aux limites expérimentales qui impliquent une redistribution de contraintes dans la microstructure. Un plus grand nombre de grains intervient dans la moyenne pour le calcul sur la région ROI 2 et mène *a priori* à un comportement effectif du matériau. Les fluctuations observées pour le premier calcul sont évitées, tandis que le niveau de la contrainte moyenne issue des deux calculs est comparable. Un décalage sur le niveau de déformation moyenne est observé et qui correspond à un décalage entre la déformation mesurée moyenne et la déformation macroscopique

expérimentale corrigée. Si on compare maintenant ces deux courbes avec la réponse expérimentale construite avec la déformation moyenne mesurée et la contrainte macroscopique expérimentale issue de la platine de traction, on observe une différente importante sur le niveau de la contrainte. Un tel écart est surprenant étant donné que les paramètres utilisés pour chaque calcul a été optimisé par homogénéisation par rapport à cette courbe expérimentale (mais sur la gamme de déformation de 0-20 %) et que la microstructure de la région ROI 2 semble être *a priori* un volume élémentaire représentatif. C'est pourquoi nous proposons par la suite plusieurs analyses complémentaires pour essayer de comprendre cet écart en contrainte.

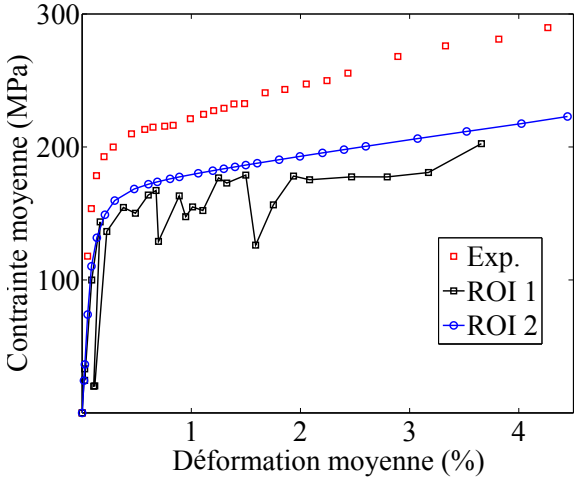


FIGURE 3.24 – Courbe contrainte-déformation obtenue par moyenne des champs issus des calculs sur la région ROI 1 et sur région ROI 2, et courbe expérimentale de l'évolution de la contrainte appliquée en fonction de la moyenne des champs de déformation mesurés (Exp.)

Plusieurs hypothèses de modélisation peuvent être à l'origine d'une telle différence. Nous avons soupçonné dans un premier temps que le calcul sur la microstructure de la région ROI 2 avec les conditions aux limites homogènes n'était peut-être pas équivalent à un calcul sur un volume élémentaire représentatif. La morphologie et l'orientation de quelques grains peuvent en effet être défavorables à la cinématique imposée et suffire pour impliquer localement de fortes hétérogénéités de contrainte. Ceci est d'autant plus vrai que le nombre de grains dans la longueur est restreint (entre 5 et 10), ce qui se rapproche d'une configuration où tous les grains sont chargés en déformation homogène. Pour analyser cette hypothèse, nous avons réalisé pour chaque orientation cristallographique de la microstructure de la région ROI 2 un calcul élémentaire monocristallin sur un seul élément fini quadrangle (Q4). Chaque calcul est réalisé en déformation homogène, jusqu'au même niveau de déformation moyenne que pour le calcul sur la région ROI 2 et sous l'hypothèse des contraintes planes. La moyenne sur l'ensemble des orientations de la contrainte dans la direction de traction, pondérée par la fraction surfacique de chaque grain, conduit à une estimation de la réponse du modèle de Voigt [Bornert *et al.*, 2001] en accord quasi parfait avec la courbe contrainte-déformation obtenue par moyenne des champs issus du calcul sur la région ROI 2 (Figure 3.25). La microstructure de la région ROI 2 et les conditions aux limites ne sont donc pas à l'origine de la différence sur les contraintes observées avec la courbe expérimentale, étant donné que la moyenne sur les calculs élémentaires ne considère pas les effets d'interface. Cette approche est intitulée « Voigt 2D ».

Si maintenant nous réalisons le même exercice mais avec une modélisation 3D avec un élément finis hexaédrique (Q8) à la place du quadrangle et toujours piloté en déformation homogène, le comportement effectif obtenu (« Voigt 3D ») est alors très proche de la courbe expérimentale ou de la courbe obtenue par homogénéisation en considérant 300 orientations aléatoires avec le modèle de Berveiller-Zaoui (qui a servi à identifier le jeu de paramètres utilisés pour tous les calculs), comme illustré en Figure 3.25. Notons néanmoins que les deux méthodes d'homogénéisation (Berveiller-Zaoui et Voigt 3D) conduisent à un écart sur la contrainte pour les plus grandes valeurs de déformation, ce qui est la conséquence d'un calcul différent de la contrainte moyenne dans les deux cas mais aussi d'orientations cristallographiques différentes (expérimentales dans un cas, aléatoires dans l'autre). Au final, le résultat reporté sur la Figure 3.25 démontre que la modélisation 2D avec l'hypothèse des contraintes planes est à l'origine de la sous-estimation de la contrainte par le calcul sur la microstructure expérimentale.

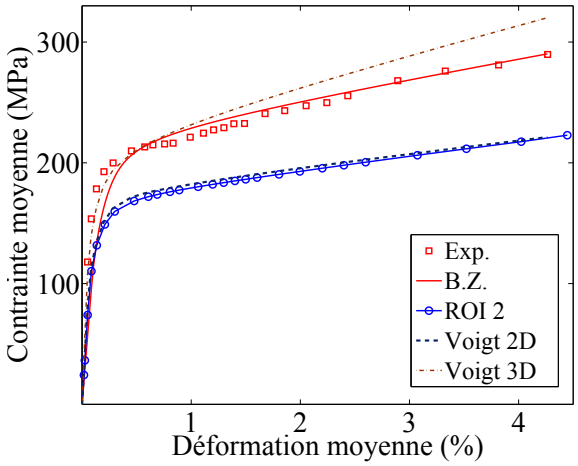


FIGURE 3.25 – Courbe contrainte-déformation obtenue par moyenne des champs issus des calculs sur la région ROI 2, par homogénéisation (B.Z.), par moyenne des calculs élémentaires avec l'hypothèse 2D (Voigt 2D), avec l'hypothèse 3D (Voigt 3D), et courbe expérimentale (Exp.)

Un calcul sur la région ROI 1 avec le maillage 3D obtenu par extrusion de la microstructure surfacique (présentée en partie 3.3.3) permet de renforcer ce constat. En effet, la contrainte moyenne dans la direction de traction alors obtenue est globalement plus grande que celle obtenue avec l'approche 2D (Figure 3.26). Notons que le niveau de déformation moyenne est en revanche pratiquement identique entre les deux approches (ROI 1 2D et ROI 1 quasi 2D).

Un écart en contrainte entre la courbe expérimentale et l'approche quasi 2D reste cependant notable, ce qui est probablement dû au fait que la région ROI 1 n'est pas un volume élémentaire représentatif. Cette hypothèse pourrait être validée en réalisant le calcul sur la région ROI 2 en approche quasi 2D, mais les capacités de calcul disponibles ne nous l'ont pas permis. En termes de champs, la Figure 3.27 compare entre les approches 2D et quasi 2D le champ de contrainte dans la direction de traction, en surface et au dernier pas de temps de la simulation. Même si des localisations de la contrainte dans certains grains sont prédites par les deux calculs, les différences entre ces champs sont significatives.

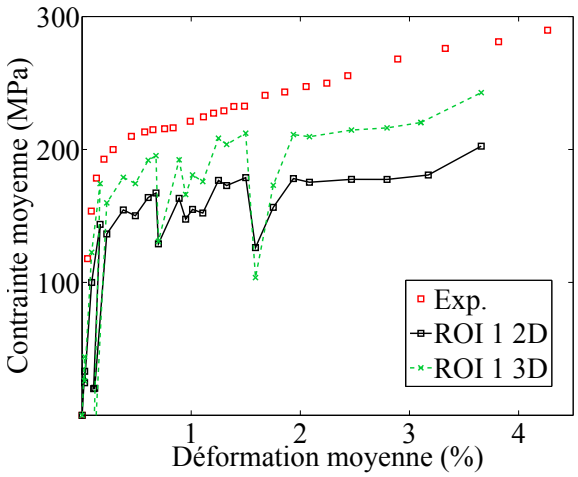


FIGURE 3.26 – Courbe contrainte-déformation obtenue par moyenne des champs issus des calculs sur la région ROI 1 avec l'hypothèse 2D, avec l'hypothèse 3D, et courbe expérimentale

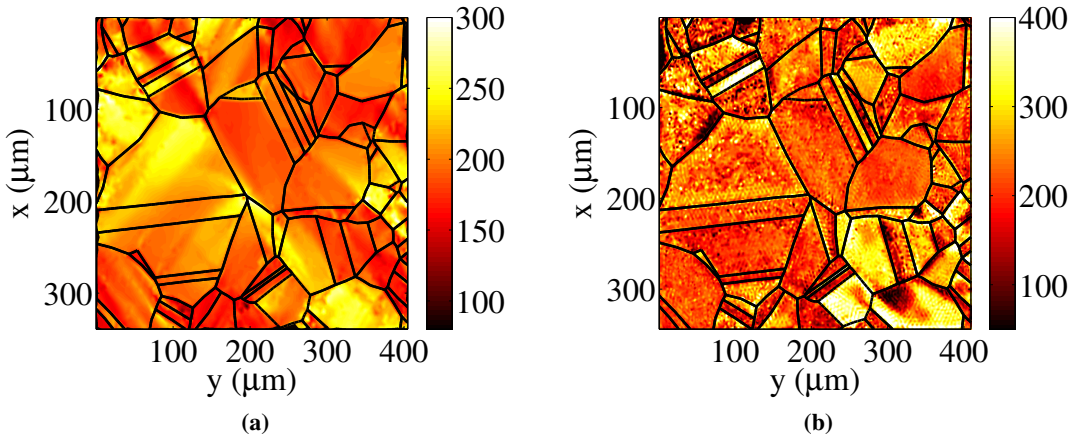


FIGURE 3.27 – Champ de contrainte longitudinale σ_{yy} (en MPa) en surface obtenu par le calcul sur la région ROI 1 avec l'hypothèse 2D (a) et avec l'hypothèse quasi 2D (b) pour une déformation macroscopique d'environ 5 %

Ces différences semblent être la conséquence d'effets volumiques dans la simulation quasi 2D. Pour ce calcul, une variation du champ de contrainte dans la direction de traction σ_{yy} est en effet observée suivant la profondeur z. La Figure 3.28a montre par exemple une coupe suivant le plan médian normal à la direction de traction y du champ σ_{yy}. Pour l'obtenir, une interpolation à partir des valeurs aux points de Gauss a été réalisée. On peut alors noter que l'amplitude des variations dans la profondeur z de cette composante du tenseur des contraintes est relativement importante. De plus, on peut remarquer sur cette figure qu'il n'y a pas de corrélation particulière entre la localisation de ces variations et les interfaces de la microstructure. Pour faciliter l'analyse de l'amplitude de ces variations, la Figure 3.28c trace chaque profil $\sigma_{yy}(z)$, auquel est retranchée la valeur moyenne, prélevé tous les micromètres selon la direction x dans cette coupe. Si des valeurs

extrêmes semblent être liées à quelques éléments finis ayant un rapport de forme de mauvaise qualité, le faisceau des courbes est inclus dans l'intervalle -200 à 200 MPa. L'écart-type de l'amplitude des variations dans la profondeur de σ_{yy} est de 113 MPa. Une modélisation 2D néglige ces fluctuations pouvant être à l'origine de différences importantes sur l'activité des systèmes de glissement et sur l'énergie stockée et dissipée par la microstructure. Ceci peut expliquer l'écart sur le comportement moyen.

On peut observer de la même manière des variations dans la profondeur sur la composante σ_{zz}, selon le même plan de coupe (Figure 3.28b) ou en superposant l'ensemble des profils de cette coupe (Figure 3.28d). Notons que la valeur de $\langle\sigma_{zz}\rangle$ sur ces profils est non nulle et varie dans l'intervalle -50 à 50 MPa. Si ces variations de σ_{zz} sont un peu plus faibles que pour σ_{yy}, avec un écart-type de leur amplitude de 100 MPa sur l'ensemble des profils, elles atteignent des valeurs élevées malgré la faible épaisseur de la structure. L'hypothèse des contraintes planes pour la modélisation 2D néglige alors un fort effet de volume sur le champ des contraintes.

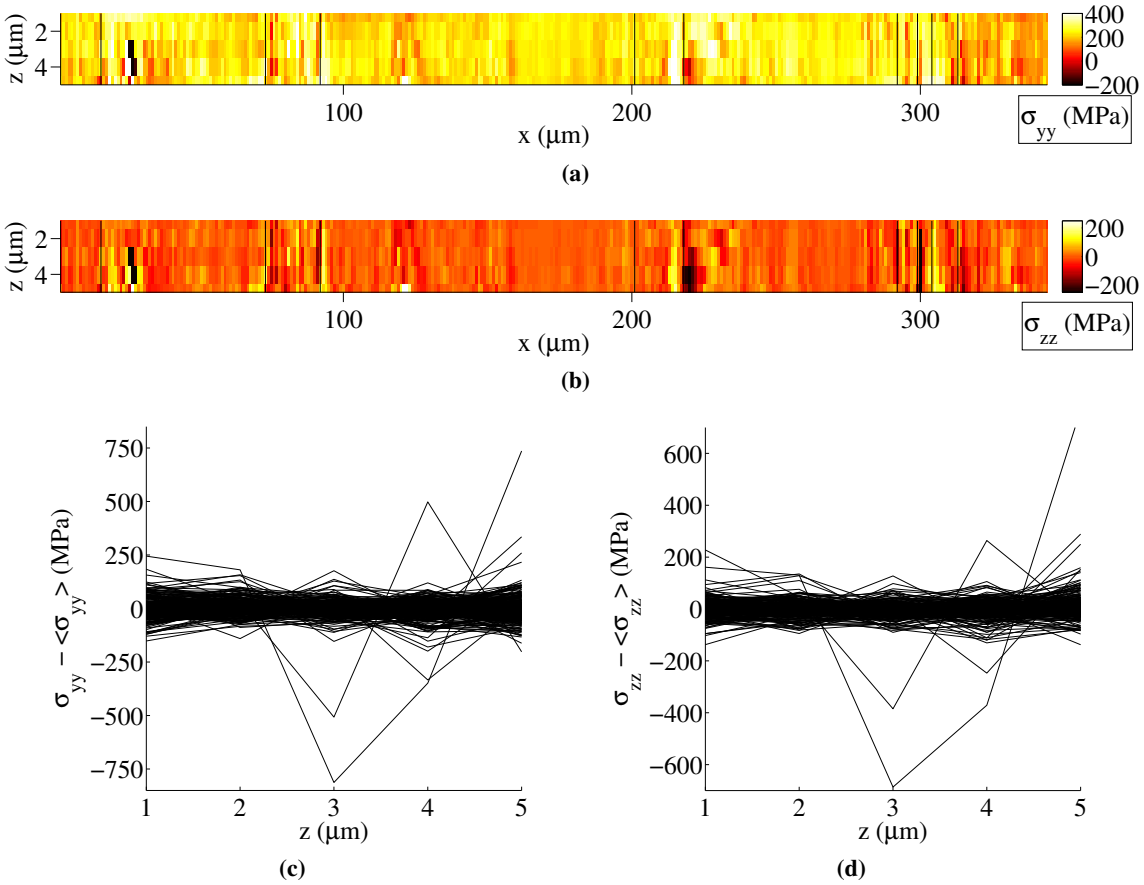


FIGURE 3.28 – Coupe suivant le plan médian de la direction de traction y des champs de contrainte σ_{yy} (a) et σ_{zz} (b) obtenus par le calcul sur la région ROI 1 avec l'hypothèse quasi 2D pour une déformation macroscopique d'environ 5 %. Les joints de la microstructure extrudée sont tracés en noir sur ces champs. Ensemble des profils suivant la profondeur z de σ_{yy} (c) et de σ_{zz} (d) de ces coupes respectives auxquels la valeur moyenne a été retranchée

La variation des contraintes dans la profondeur pour l'approche quasi 2D est également liée aux conditions aux limites imposées sur la face arrière. Rappelons qu'il a été choisi dans cette étude d'imposer que la projection du déplacement selon la normale à cette face soit nulle de manière homogène. Elles sont aussi la conséquence de la plasticité cristalline étant donné que le comportement moyen calculé à partir des calculs élémentaires sur un unique élément fini 3D n'implique pas une sous-estimation de la contrainte.

Ces différentes analyses nous montrent que si la modélisation 2D avec l'hypothèse de contraintes planes conduit à une prévision des champs cinématiques très proches de ceux obtenus avec la modélisation quasi 2D (Figure 3.9), elle semble néanmoins négliger un effet volumique sur les champs de contrainte en surface (Figure 3.27). La modélisation quasi 2D proposée n'est pas pour autant la solution optimale par rapport à l'expérience (Figure 3.26). Il conviendrait d'étudier plus en profondeur cette hypothèse quasi 2D conjointement avec les conditions aux limites choisies. D'autres hypothèses pour moins contraindre la face arrière pourraient être explorées, comme par exemple un déplacement nul suivant sa normale imposé non pas de manière homogène mais en moyenne. Nous montrerons dans la partie suivante que l'approche quasi 2D conduit néanmoins à un très bon accord avec l'expérience par rapport à l'activité des systèmes de glissement du matériau.

Avec les capacités de calculs et la méthode de résolution employée (voir partie 3.4.1), une approche quasi 2D met en jeu des temps de calculs incompatibles avec la stratégie d'identification à partir des champs cinématiques que nous souhaitions mettre en œuvre. C'est pourquoi la modélisation 2D avec l'hypothèse de contraintes planes sera utilisée dans le chapitre suivant dédié à la méthode d'identification qui exploitera uniquement les champs de déplacement simulés et mesurés en surface de la microstructure. L'influence de l'hypothèse de modélisation sur les paramètres de lois identifiés avec cette méthode mériterait d'être étudiée dans de prochains travaux.

Enfin, les résultats présentés en Figure 3.25 conforte également notre choix d'utiliser le modèle d'homogénéisation proposé par Berveiller et Zaoui pour obtenir une simulation réaliste du comportement macroscopique du matériau. En effet, avec le même jeu de paramètres de la loi de plasticité cristalline, la réponse de ce modèle est bien plus proche de la courbe expérimentale que celle obtenue par la moyenne de Voigt 3D. Notons qu'il emploie un tirage aléatoire uniforme de 300 orientations cristallographiques alors que le seconde approche utilise les orientations expérimentales de la région ROI 2 mais qui peuvent être considérées quasiment comme une distribution uniforme étant donné le grand nombre d'éléments de la microstructure (environ 700). Une alternative au schéma auto-cohérent pour l'identification de paramètres par homogénéisation aurait été d'utiliser un calcul d'agrégat sur une microstructure obtenue par tesselation de Voronoï. Une différence non négligeable sur la réponse macroscopique peut alors être obtenue. La Figure 3.29 illustre par exemple l'écart entre la réponse du modèle de Berveiller-Zaoui et celle obtenue par moyenne des champs sur un agrégat polycristallin 3D généré par des polyèdres de Voronoï. Ce agrégat à 300 grains a été utilisé dans le travail de Dang [2012]. Les deux calculs utilisent la même distribution uniforme de 300 orientations cristallographiques et les mêmes conditions de déplacements homogènes sur les bords.

On observe alors un écart de l'ordre de 10 MPa dans le régime plastique, cohérent avec des écarts déjà observés par Barbe *et al.* [2001]. Les modèles d'homogénéisation basés sur le schéma auto-cohérent mènent généralement à une surestimation de la contrainte d'écoulement [Hutchinson, 1970]. L'utilisation du modèle de Berveiller-Zaoui est un choix parmi d'autres, qui présente l'avantage d'être plus simple à mettre en œuvre et plus rapide à intégrer, aussi il conviendra de conserver un regard critique sur les prévisions auxquelles il conduit.

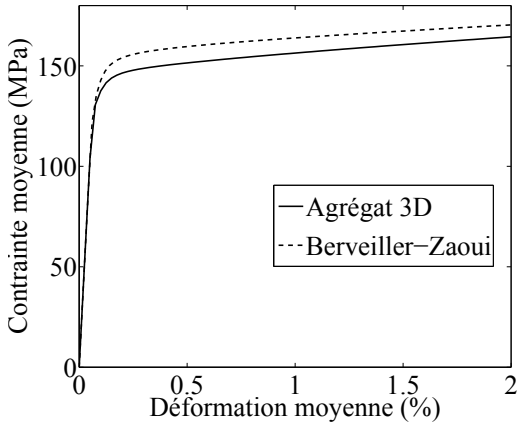


FIGURE 3.29 – Courbe contrainte-déformation obtenue par moyenne des champs issus d'un calcul d'agrégat 3D et d'un calcul d'homogénéisation avec le modèle de Berveiller-Zaoui

3.5 Corrélation entre le glissement et l'orientation cristallographique

Les trois parties suivantes proposent différentes approches à la fois expérimentales et numériques analysant l'activité des systèmes de glissement présentées dans le cas de l'éprouvette A_{70}. L'objectif est de confronter les prévisions de la simulation aux résultats expérimentaux par rapport à l'activité des systèmes de glissement, en vue de valider les choix de modélisation du comportement cristallin et de la microstructure expérimentale. Les résultats numériques présentés ici sont issus de simulations utilisant la loi de Méric et Cailletaud avec le jeu de paramètres identifié précédemment par homogénéisation et avec une modélisation quasi 2D de la microstructure. Rappelons que les orientations cristallographiques expérimentales considérées sont moyennées par grain (ou macle) étant donné qu'aucune courbure de réseau n'a été observée sur la figure de pôle inverse obtenue par EBSD (voir Figure 2.17).

3.5.1 Facteurs de Schmid

Toutes les descriptions théoriques de la plasticité cristalline requièrent une évaluation de la cission résolue sur chaque système de glissement. Représentatifs de la microstructure, les facteurs de Schmid sont particulièrement importants pour étudier l'accumulation de l'endommagement dans les polycristaux sollicités en fatigue. Par exemple, il a été montré que les bandes de glissement persistantes, à l'origine de l'amorçage de fissures de fatigue, apparaissent préférentiellement là où les valeurs maximales des facteurs de Schmid sont atteintes [Villechaise *et al.*, 2002; Miao *et al.*, 2009]. Pour une microstructure donnée, les orientations cristallographiques offrent une précieuse information sur les incompatibilités des systèmes de glissement et donc sur le schéma de localisation des déformations qui peut se produire pour le chargement considéré. Il est proposé d'évaluer l'activité des systèmes de glissement à partir des facteurs de Schmid. L'approche la plus simple consiste à considérer une contrainte uniforme Σ_0 dans la direction de chargement $\boldsymbol{e}_L$

$$\boldsymbol{\sigma} = \Sigma_0 \boldsymbol{e}_L \otimes \boldsymbol{e}_L \tag{3.27}$$

ce qui permet d'exprimer la cission résolue (à partir de son expression (3.3)) en fonction des facteurs de Schmid f_s

$$\tau_s = \Sigma_0 f_s \tag{3.28}$$

avec

$$f_s = (\boldsymbol{e}_L \otimes \boldsymbol{e}_L) : \boldsymbol{\mu}_s = (\boldsymbol{m}_s^* \cdot \boldsymbol{e}_L)(\boldsymbol{n}_s^* \cdot \boldsymbol{e}_L) \tag{3.29}$$

où le tenseur de Schmid $\boldsymbol{\mu}_s$ de chaque système de glissement s peut être exprimé en fonction de l'orientation cristallographique locale tel que

$$\boldsymbol{\mu}_s = \frac{1}{2}(\boldsymbol{m}_s^* \otimes \boldsymbol{n}_s^* + \boldsymbol{n}_s^* \otimes \boldsymbol{m}_s^*) \tag{3.30}$$

avec

$$\boldsymbol{m}_s^* = \boldsymbol{R}\boldsymbol{m}_s, \quad \boldsymbol{n}_s^* = \boldsymbol{R}\boldsymbol{n}_s \tag{3.31}$$

où $\boldsymbol{R}$ est la matrice de rotation construite à partir des angles d'Euler mesurés par EBSD.

Cependant, cette écriture repose sur l'hypothèse forte que l'orientation cristallographique n'a pas d'influence sur les contraintes locales. Autrement dit, cela néglige les incompatibilités des orientations à l'origine de champs de contraintes hétérogènes localement [Roters *et al.*, 2010; Klusemann *et al.*, 2013]. Ainsi, une seconde approche est proposée, consistant à définir un facteur de Schmid « local » f_s^l à partir d'une évaluation locale du tenseur des contraintes $\boldsymbol{\sigma}$. Ce dernier est estimé ici à chaque pas de temps et en chaque point d'intégration par la simulation par éléments finis. Pour obtenir une expression de la cission résolue similaire à celle de l'équation (3.28), la contrainte équivalente de von Mises σ_{eq} définie en tout point matériel est utilisée telle que

$$\tau_s = \sigma_{eq} f_s^l \tag{3.32}$$

avec

$$f_s^l = \frac{1}{\sigma_{eq}}(\boldsymbol{\sigma} \cdot \boldsymbol{n}_s^*) \cdot \boldsymbol{m}_s^* \tag{3.33}$$

Sur les bords de la région d'intérêt, étant donné que les déplacements mesurés sont appliqués comme conditions aux limites, le champ des contraintes calculé, ainsi que f_s^l, sont dégradés par l'incertitude de mesure. Pour les deux approches proposées, nous rappelons que les orientations cristallographiques sont moyennées par grain. Dans la Figure 3.30, les facteurs de Schmid « macroscopiques » f_s sont comparés aux facteurs de Schmid « locaux » f_s^l, en prenant le système $s = 10$

à titre d'illustration. Cette comparaison peut être réalisée à différents niveaux de chargement, mais les facteurs de Schmid locaux semblent évoluer notablement uniquement dans le régime transitoire (c'est-à-dire pour une déformation macroscopique variant de 0 à 1 %). On peut noter que les grains dans lesquels le système de glissement considéré est principalement activé selon le facteur local sont assez différents de ceux principalement activé selon le facteur macroscopique et la différence est significative pour chaque pas de temps considéré. La même analyse peut être réalisée pour chaque système de glissement.

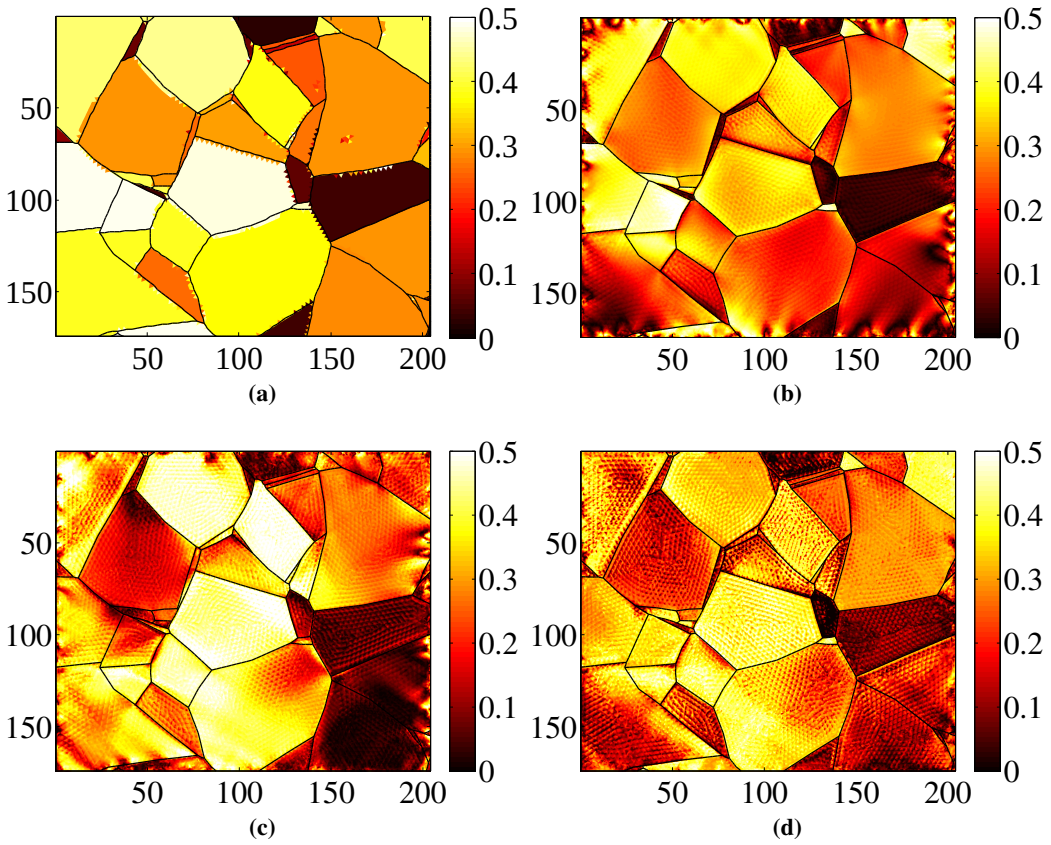


FIGURE 3.30 – Facteur de Schmid pour le système de glissement $s = 10$ calculé en supposant une contrainte de traction uniforme selon la direction horizontale (a), et à partir du tenseur local des contraintes obtenu par simulation pour une déformation moyenne de 0.1 % (b), 0.5 % (c) et 1 % (d). Les joints de la microstructure sont tracés en noir sur ces champs. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres

Ce résultat était attendu car les facteurs macroscopiques ne prennent pas en compte les hétérogénéités locales des contraintes dues aux incompatibilités des orientations, ni l'évolution des contraintes au cours du temps. Le champ de l'indice s_I du système ayant le facteur de Schmid local le plus élevé est présenté en Figure 3.31b pour une déformation moyenne de 1 %. Il peut être directement comparé à celui obtenu en considérant le facteur de Schmid macroscopique (Figure 3.31a) ou encore à celui obtenu à partir du glissement principalement activé prédit par la simulation et présenté en Figure 3.31c. Si des similarités sont observées avec ce dernier, l'approche avec les fac-

teurs de Schmid macroscopiques offre l'information la plus pauvre sans variation intragranulaire et le champ obtenu à partir des facteurs de Schmid locaux apparaît bien plus fluctuant. Ce dernier résultat peut être expliqué par le fait que, pour calculer le facteur de Schmid, le tenseur complet des contraintes est utilisé, dont chacune des composantes peut fluctuer localement, et du coup il s'agit de plus d'une estimation instantanée alors que l'approche à partir des glissements principaux prend en compte l'histoire du chargement. Cette concordance moyennement satisfaisante montre que l'influence des grains environnants sur l'activité locale des systèmes de glissement, qui n'est pas considérée dans une approche utilisant les facteurs de Schmid macroscopiques, doit être prise en considération pour permettre une description plus précise de l'activation des systèmes de glissement.

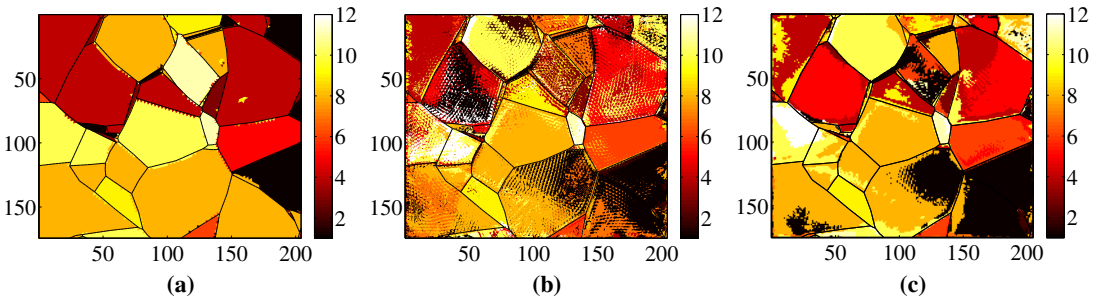


FIGURE 3.31 – Champ de l'indice s_I du système ayant le facteur de Schmid macroscopique le plus élevé (a), du système ayant le facteur de Schmid local le plus élevé (b) et du système de glissement principal (c) pour une déformation moyenne de 1 %. Les joints de la microstructure sont tracé en noir sur ces champs. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres

3.5.2 Glissement sur les systèmes activés

On propose ici d'évaluer le glissement sur les différents systèmes activés à partir des mesures par corrélations d'images de manière similaire à une étude antérieure proposée par Latourte *et al.* [2012] sur un matériau cubique centré. A partir de l'expression formulée en vitesse du tenseur de déformation plastique en fonction des glissements sur chaque système (équation (3.4)), et en connaissant les gradients de déplacement dans le plan à partir de la mesure des déplacements, une estimation expérimentale du glissement est recherchée. Quelques hypothèses sont alors nécessaires. Tout d'abord, la vitesse de déformation totale expérimentale $\dot{\varepsilon}$ est supposée être uniquement composée d'une partie viscoplastique $\dot{\varepsilon}_p$, étant donné qu'expérimentalement la partie élastique apparaît négligeable (ou comparable à la résolution de la corrélation d'images, voir Tableau 2.2), telle que

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_e + \dot{\varepsilon}_p \approx \dot{\varepsilon}_p \tag{3.34}$$

Les petites perturbations sont considérées (en particulier les rotations sont négligées), l'équation (3.4) peut ainsi être intégrée par rapport au temps

$$\varepsilon_p = \sum_{s=1}^{12} \gamma_s \boldsymbol{\mu}_s \tag{3.35}$$

De plus, les mesures de corrélation fournissent uniquement des gradients de déplacement 2D (c'est-à-dire dans le plan), alors qu'une information 3D est attendue dans l'équation (3.35). Nous faisons alors l'hypothèse que le matériau est plastiquement incompressible et que la direction z normale au plan de l'image est une direction principale, ce qui a pour conséquence qu'une seule composante selon z du tenseur des déformations est non nulle

$$\varepsilon_{zz} \approx -\varepsilon_{xx} - \varepsilon_{yy} \tag{3.36}$$

Le système exprimé dans l'équation (3.35) ne peut pas être inversé car il possède douze inconnues γ_s pour seulement neuf équations. Cependant, seulement quelques uns des douze systèmes sont généralement activés au cours de la plasticité, comme le met en évidence par exemple l'étude proposée par Abuzaid *et al.* [2012] où cinq systèmes suffisent à vérifier l'équation (3.4). Pour illustrer ce point, la Figure 3.32a montre l'évolution au cours du temps des glissements à un point matériel donné de la simulation. Dans cet exemple, seuls quatre systèmes de glissement ont été activés localement.

Considérons les quatre systèmes principalement activés, notés s_I, s_{II}, s_{III} et s_{IV}, identifiés par simulation à chaque point matériel et à chaque pas de temps (correspondant à l'acquisition d'une image MEB), tels que

$$\{s_I, s_{II}, s_{III}, s_{IV}\} \in [1,12] \quad | \quad |\gamma_{s_I}| \geq |\gamma_{s_{II}}| \geq |\gamma_{s_{III}}| \geq |\gamma_{s_{IV}}| \geq |\gamma_{s_{j\neq\{I,II,III,IV\}}}| \tag{3.37}$$

et la fonction $\kappa(\gamma_s)$, qui représente la part de l'activité de chaque système de glissement relativement à l'activité plastique totale

$$\kappa(\gamma_s) = \frac{|\gamma_s|}{\sum_{i=1}^{12} |\gamma_i|} \tag{3.38}$$

La distribution sur tous les points de Gauss de $\kappa(\gamma_s)$, calculée pour les quatre systèmes principalement activés pour une déformation moyenne de 4 %, est présentée en Figure 3.32b sous la forme de fonctions de distribution cumulée. Ce résultat indique que les quatre systèmes principalement activés représentent en moyenne 95 % de l'activité plastique. La Figure 3.32c montre l'évolution au cours du temps de la moyenne et de l'écart-type de ces distributions. On peut noter que l'activité des systèmes de glissement fluctue au début de l'essai de traction (c'est-à-dire pour une déformation macroscopique inférieure à 2 %) avant de se stabiliser. Le quatrième système principalement activé n'excède pas en moyenne 10 % de l'activité de glissement totale.

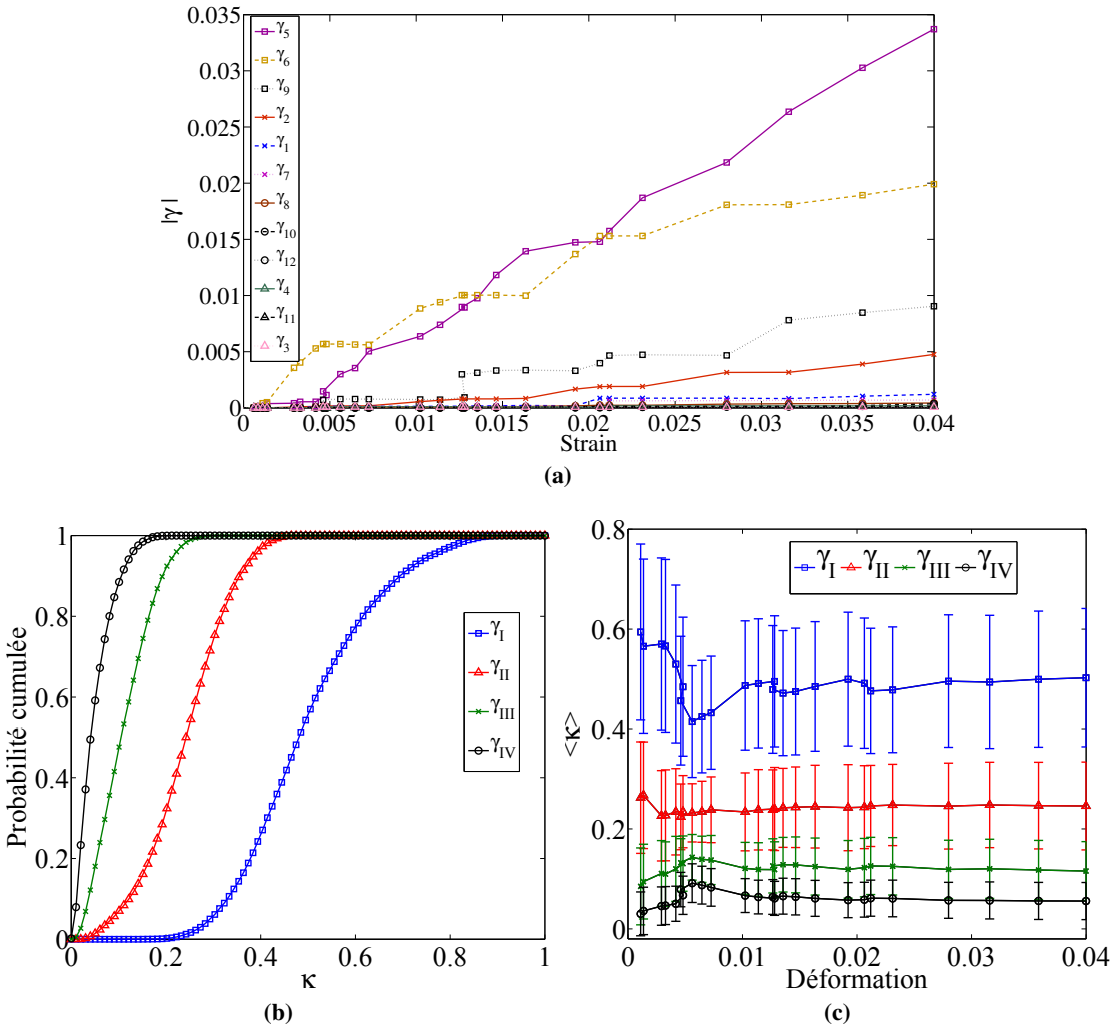


FIGURE 3.32 – Evolution en un point matériel de la valeur absolue des douze glissements simulés (a). Fonctions de distribution cumulée du champ κ des quatre systèmes principalement activés obtenus par simulation pour une déformation macroscopique de 4 % (b). Evolution de la moyenne de ces distributions (c). Les barres verticales indiquent l'écart-type des distributions

A la vue de ces résultats, nous choisissons de faire l'hypothèse que l'activité de glissement est limitée aux seuls quatre systèmes principalement activés, ce qui permet d'inverser le système de l'équation (3.35). L'évolution au cours du temps du champ de l'indice s_I du système principalement activé, identifié par simulation, est représentée en Figures 3.33a-c. Il est intéressant de noter que deux ou trois systèmes différents sont généralement activés principalement en même temps au sein de chaque grain. En chaque point matériel, les quatre glissements principaux correspondants sont maintenant déterminés à partir de l'estimation expérimentale du tenseur des déformations. Le champ expérimental du glissement principal $\gamma^e_{s_I}$ est comparé Figure 3.33 à celui obtenu par le calcul par éléments finis $\gamma^c_{s_I}$. La simulation et la mesure conduisent tous deux à un motif de localisation des déformations très similaire au cours du temps. La faible différence réside dans une

dispersion de γ_{s_I} plus importante dans le cas de la mesure, ce qui peut s'expliquer par le fait que seuls les quatre systèmes principalement activés sont combinés pour construire le tenseur expérimental des déformations, ou que les tenseurs de Schmid $\boldsymbol{\mu}_s$ restent inchangés au cours du temps pour l'approche expérimentale. Cette concordance presque parfaite entre les deux approches valide les choix faits pour la simulation de l'essai expérimental avec la loi de Méric et Cailletaud. La partie suivante présente des résultats montrant une adéquation plus nuancée entre les observations expérimentales et la simulation.

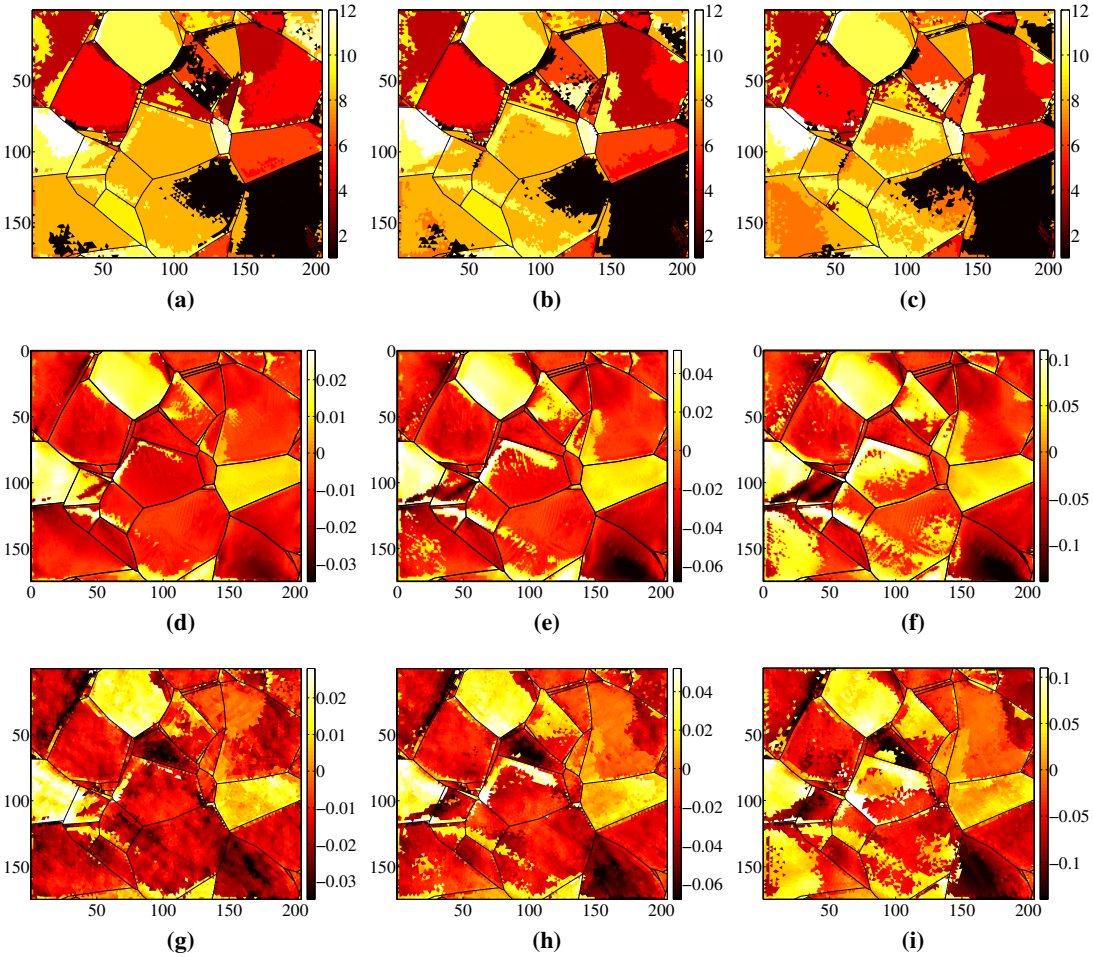


FIGURE 3.33 – Champ de l'indice s_I du système principalement activé pour une déformation moyenne de 1 % (a), 2 % (b) et 4 % (c). Champ simulé du glissement principal $\gamma^c_{s_I}$ pour une déformation moyenne de 1 % (d), 2 % (e) et 4 % (f). Champ expérimental du glissement principal $\gamma^e_{s_I}$ pour une déformation moyenne de 1 % (g), 2 % (h) et 4 % (i). Les joints de la microstructure sont tracés en noir sur ces champs. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres

3.5.3 Traces de glissement sur la surface

Au cours d'un essai de traction *in situ*, la surface initialement polie est progressivement marquée par des bandes de glissement dues aux systèmes de glissement activés qui interceptent la surface externe de l'éprouvette. Ces bandes sont particulièrement visibles lorsque le mode SE est utilisé (voir Figure 1.2), ce qui est la raison pour laquelle le mode BSE a été choisi pour les mesures par corrélation d'images. Il est maintenant proposé de simuler l'intensité et l'orientation de ces bandes et de les comparer avec les observations expérimentales, soit une approche voisine de celle présentée dans une étude proposée par Abuzaid *et al.* [2012]. A partir de la simulation de l'essai expérimental, seuls les deux systèmes principalement activés sont retenus

$$\{s_I, s_{II}\} \in [1,12] \quad | \quad |p_{s_I}| \geq |p_{s_{II}}| \geq |p_{s_{j\neq\{I,II,III\}}}| \tag{3.39}$$

La déformation plastique cumulée p_s est cette fois-ci choisie dans ce critère car il s'agit *a priori* d'un indicateur pertinent pour la prévision des bandes de glissement en plasticité monotone comme cyclique [Villechaise *et al.*, 2002]. L'intersection du système principal s_I de normal $\boldsymbol{n}_{s_I}$ avec la surface externe, supposée plane au cours du temps et de normale $\boldsymbol{e}_z$, est le vecteur $\boldsymbol{t}_{s_I}$ défini par

$$\boldsymbol{t}_{s_I} = \boldsymbol{n}_{s_I} \times \boldsymbol{e}_z \tag{3.40}$$

où l'opérateur $\times$ est le produit vectoriel. Le vecteur $\boldsymbol{t}_{s_{II}}$ est obtenu de la même manière. Dans la Figure 3.34a, ces deux vecteurs $\boldsymbol{t}_{s_I}$ et $\boldsymbol{t}_{s_{II}}$ sont tracés par des segments de longueur proportionnelle à la valeur de p_{s_I}, respectivement $p_{s_{II}}$, pour une déformation moyenne de 4 %. Une image en SE de la région d'intérêt a été acquise uniquement à la fin de l'essai, pour une déformation moyenne de 22 %. D'après les résultats présentés Figure 3.32c, l'activité des systèmes de glissement ne semble pas évoluer considérablement lorsque la déformation moyenne varie entre 4 % et 22 %. L'image SE $g(\boldsymbol{x})$ a été corrigée du déplacement mesuré par corrélation d'images, pour donner l'image $\tilde{g}(\boldsymbol{x}) = g(\boldsymbol{x} + \boldsymbol{u}(\boldsymbol{x}))$, qui est représentée en Figure 3.34b pour une comparaison Lagrangienne cohérente avec l'approche numérique précédente (les orientations des traces de glissement sont représentées dans le système de coordonnées non-déformé). Quelques zones agrandies sont détaillées dans les Figures 3.34c à 3.34j, se focalisant sur du glissement simple ou double observé expérimentalement, proche ou loin des joints de grains.

Aucune corrélation ne peut être clairement établie entre les observations numériques et expérimentales, que ce soit la localisation ou la nature du glissement. Par exemple, du glissement simple observé en Figure 3.34d est correctement prédit par la simulation (Figure 3.34c), alors que pour une situation similaire (Figure 3.34j), la simulation suggère du glissement double sans l'activation du système principalement activé expérimentalement (Figure 3.34i). Les différences entre la simulation et l'expérience peuvent être la conséquence non seulement de la méconnaissance de la microstructure sous-jacente, mais aussi de la modélisation choisie du comportement. Le fait que l'image SE corresponde à un état de chargement bien plus avancé que dans la simulation peut également expliquer les différences, même si l'activité des systèmes ne semble pas fluctuer au delà d'une déformation macroscopique de 2 % (Figure 3.32c).

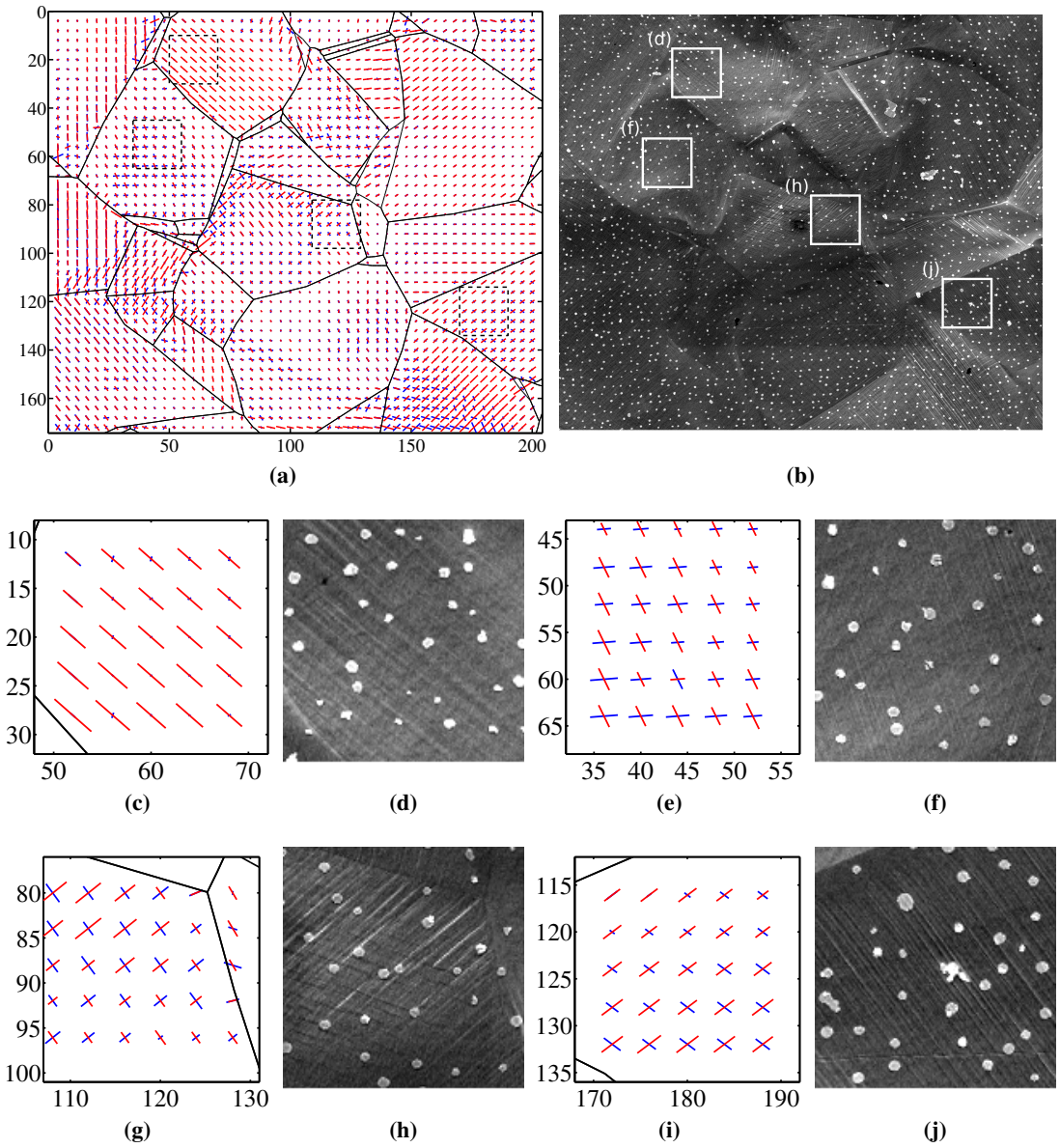


FIGURE 3.34 – Intersection du premier et du second système de glissement (segments rouge et bleu respectivement) avec le plan de l'image tracée pour une déformation moyenne de 4 % (a). La longueur des segments est proportionnelle à la déformation plastique cumulée correspondante. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres. Les joints de la microstructure sont tracés en noir sur ces champs. Image SE de la région d'intérêt acquise à la fin de l'essai de traction et corrigée du champ de déplacement mesuré (b). Quatre grandissements de ces deux figures sont présentés (c-j)

3.5.4 Discussion

Plusieurs enseignements peuvent être tirés à partir de cette analyse sur la corrélation entre la déformation plastique et l'orientation cristalline. Pour relier la déformation plastique à l'orientation cristallographique, un calcul local des facteurs de Schmid a été réalisé, à partir de différentes hypothèses pour estimer les contraintes locales. Même si une évaluation locale des contraintes fournit une meilleure corrélation entre les facteurs de Schmid et la déformation plastique par rapport à une approche macroscopique, la concordance n'est pas entièrement satisfaisante. La compatibilité des systèmes de glissement entre grains voisins apparaît alors comme une caractéristique essentielle jouant sur l'évolution des champs mécaniques dans un polycristal. Cela suggère également que les modèles d'homogénéisation en champ moyen basés sur le schéma autocohérent peuvent négliger une contribution importante à la plasticité macroscopique et doivent être considérés prudemment. La plupart des développements récents des méthodes d'homogénéisation ont consisté à introduire les moments du second ordre des tenseurs par phase, dans le cadre de matériaux composites [Lahellec et Suquet, 2013] ou de polycristaux [Liu et Castañeda, 2004], permettant pour des trajets de chargement complexes d'améliorer la description macroscopique mais sans rendre compte des interactions entre grains. Une autre voie d'amélioration consiste à intégrer dans ces modèles les incompatibilités cinématiques intergranulaires [Tjahjanto *et al.*, 2010].

Il a été montré dans ce travail que plusieurs systèmes de plans distincts pouvaient s'activer simultanément dans chaque grain. Une comparaison entre les mesures expérimentales des déformations et les résultats de la simulation numérique de l'essai utilisant la loi de Méric et Cailletaud montre une bonne concordance pour le système de glissement principalement activé et pour l'amplitude du glissement dans chaque grain. Néanmoins, des différences parfois notables apparaissent dans quelques régions spécifiques proches des joints de grains. Ceci peut aussi bien remettre en question la loi de comportement utilisée ou être la conséquence de la méconnaissance de la morphologie des grains dans le volume qui reste inaccessible en ayant recours à l'imagerie MEB sans une reconstruction EBSD-3D *post-mortem*.

Enfin, dans ces analyses, les joints de grains sont simplement définis comme des surfaces géométriques avec une désorientation entre grains et sans aucune dépendance au gradient de déformation dans la loi de plasticité cristalline rendant compte des GNDs, telle qu'elle a été envisagée dans plusieurs études [Cordero *et al.*, 2012; Taupin *et al.*, 2012]. Une description mécanique dans un polycristal utilisant à la fois la plasticité à gradient et une loi de comportement spécifique pour les joints de grains mériterait d'être explorée dans le cadre de futures études.

3.6 Conclusions

Dans ce chapitre nous avons présenté la mise en œuvre d'une simulation réaliste de la sollicitation des cinq microstructures observées par corrélation d'images au cours d'essai *in situ*.

Cette simulation a été menée en utilisant deux lois de plasticité cristalline locales, la loi de Méric et Cailletaud et la loi DD-CFC davantage basée sur la physique. Un jeu initial de paramètres de ces lois a été identifié grâce au modèle d'homogénéisation de Berveiller et Zaoui par rapport au comportement macroscopique expérimental. Pour modéliser la sollicitation de la microstructure expérimentale connue uniquement en surface, une approche 2D, avec l'hypothèse de contraintes planes et avec des conditions aux limites expérimentales imposées au cours du temps sans interpolation spatiale, s'est avérée une solution satisfaisante en termes de champs cinématiques simulés. Les deux lois de comportement conduisent à des prévisions très proches en termes de déplace-

ment. Les différences résident dans l'amplitude des localisations sur les champs de déformation. Au niveau microstructural, la différence majeure entre ces deux lois est la nature de l'interaction entre les systèmes de glissement. La comparaison de la réponse microstructurale réalisée montre cependant que cet effet reste faible.

Le jeu identifié par homogénéisation pour les différentes microstructures conduit également à un écart relativement faible entre les champs de déplacement mesurés et simulés par rapport à la dynamique des champs (mais important devant l'incertitude de mesure). Néanmoins, certaines bandes de déformation intragranulaire observées ne sont pas prédites avec les hypothèses de modélisation choisies. Par rapport à une approche quasi 2D, consistant à extruder l'information en surface pour obtenir un maillage 3D, si les champs cinématiques obtenus en surface sont relativement proches, des écarts non négligeables sont observés sur les champs de contrainte. Ces différences semblent être la conséquence d'effets volumiques liés non seulement aux conditions aux limites dans la direction normale à la surface mais aussi à la loi de plasticité dans l'épaisseur. Des analyses plus approfondies demanderaient à être réalisées dans de prochaines études pour mieux comprendre ces différences.

Par ailleurs, une étude a été réalisée pour confronter la modélisation et l'expérience en termes d'activation des systèmes de glissement. Il a été montré que les facteurs de Schmid conduisent à une corrélation pas entièrement satisfaisante entre l'orientation cristallographique et l'activation des systèmes de glissement prédit par le modèle. Une évaluation locale des contraintes conduit néanmoins à une meilleure concordance. En revanche, en considérant les champs de déplacement mesurés, qui contrairement aux facteurs de Schmid prennent en compte la compatibilité des systèmes de glissement entre grains voisins, la corrélation est quasiment parfaite. Des différences peuvent néanmoins être observées près de certaines interfaces de la microstructure ou en comparant les traces de glissement en surface prédites et observées expérimentalement.

Si un modèle d'homogénéisation permet d'optimiser les paramètres des lois par rapport au comportement macroscopique expérimental du matériau, des différences importantes par rapport à l'incertitude de mesure subsistent entre les mesures et la simulation en termes de champs cinématiques en surface. Bien que ces différences soient la conséquence en partie des choix adoptés pour la modélisation, que ce soit la loi de comportement ou les hypothèses sur la microstructure, elles sont aussi dues aux paramètres des lois qui ne sont pas *a priori* optimisés pour fournir la meilleure prévision du comportement local des polycristaux. C'est pourquoi nous proposons dans le chapitre suivant une méthode d'identification des paramètres des lois de plasticité cristalline basée sur l'écart entre les champs de déplacement simulés et mesurés par corrélation d'images. Plusieurs résultats ont montré que les hypothèses adoptées pour pallier la méconnaissance de la microstructure sous-jacente peuvent avoir une influence non négligeable sur les champs surfaciques et en conséquence sur les paramètres identifiés en confrontant ces champs à ceux mesurés. La méthode que nous proposons sera mise en œuvre pour une hypothèse de modélisation donnée. Nous utiliserons la modélisation 2D avec l'hypothèse de contraintes planes car les temps de calculs mis en jeu avec la modélisation quasi 2D se sont révélés incompatibles avec la stratégie d'identification. Nous restons conscients des limites de la modélisation 2D qui reste suffisamment performante pour aborder le problème d'identification que nous allons explorer. Etant donné que les deux lois de plasticité cristalline étudiées ont fourni une réponse assez proche en termes de champs cinématiques, qu'elles considèrent des systèmes de glissement identiques et qu'une correspondance a été établie entre les principaux paramètres d'écrouissage de ces deux lois que nous cherchons à identifier, seule la loi de Méric et Cailletaud sera utilisée dans le chapitre suivant.

Chapitre 4

Identification par approche inverse

Dans ce chapitre, une identification de paramètres de lois de plasticité cristalline est réalisée par approche inverse en utilisant la méthode de recalage du modèle par éléments finis. Après avoir passé en revue les méthodes existantes, nous proposerons dans un premier temps une identification uniquement basée sur l'écart entre les champs de déplacement mesurés par corrélation d'images et ceux calculés avec la modélisation par éléments finis présentée au chapitre précédent. Cette méthode sera appliquée à l'identification des paramètres d'écrouissage et des coefficients de la matrice d'interaction entre systèmes de glissement de la loi de Méric et Cailletaud. Une seconde méthode introduisant un couplage multiéchelle en considérant les efforts en plus des champs de déplacement sera ensuite proposée. Elle sera analysée puis utilisée pour identifier les paramètres d'écrouissage isotrope pour différentes tailles de grain.

Sommaire

4.1 Méthodes existantes 118
4.1.1 Méthodes d'identification par approche inverse 118
4.1.2 Méthode de recalage du modèle par éléments finis 119
4.1.3 Contexte de la plasticité cristalline 120
4.2 Identification à partir de champs de déplacement 121
4.2.1 Méthode proposée 121
4.2.2 Paramètres d'écrouissage isotrope 123
4.2.3 Coefficients de la matrice d'interaction entre systèmes de glissement 134
4.3 Identification à partir de champs de déplacement et d'efforts 141
4.3.1 Méthode proposée 141
4.3.2 Etude sur un cas-test 142
4.3.3 Paramètres d'écrouissage isotrope 145
4.4 Conclusions 152

4.1 Méthodes existantes

4.1.1 Méthodes d'identification par approche inverse

Contrairement à une approche directe où les données d'entrée (paramètres de loi, conditions aux limites, etc.) d'un modèle sont connues et la réponse en sortie est à déterminer, dans une approche inverse une partie des données d'entrée est inconnue et recherchée en fonction de la réponse du modèle. Les méthodes d'identification par approche inverse permettent d'optimiser ces données manquantes en confrontant la réponse du modèle à des données de référence [Avril *et al.*, 2008a]. Les mesures de champs cinématiques représentent une abondance d'informations expérimentales qui peut être alors pleinement exploitée dans ce type d'approche. Une méthode inverse tente généralement de résoudre un problème mal posé : l'existence d'une solution unique au problème n'est pas garantie d'une part, et elle est particulièrement sensible à l'incertitude de mesure d'autre part.

Il existe plusieurs méthodes d'identification par approche inverse adaptées au cas où les données expérimentales de référence sont des champs cinématiques. Une revue de ces différentes méthodes est proposée par Avril *et al.* [2008a]. Il est possible de les classer en cinq catégories :

- La méthode de l'écart à l'équilibre, introduite par Claire *et al.* [2002, 2004] pour l'identification, par exemple, de champs d'endommagement, est basée sur la vérification par les champs mesurés des équations locales de l'équilibre mécanique. Notons que cette méthode a été utilisée dans ce travail, non pas pour identifier des paramètres, mais pour régulariser les champs mesurés par corrélation d'images (voir partie 2.4).
- La méthode de l'écart à la réciprocité repose sur l'écriture du théorème de réciprocité de Betti [Barber, 2004]. Elle est essentiellement utilisée lorsque les champs cinématiques ne sont connus que sur les frontières du domaine étudié. Cette méthode est notamment adaptée pour l'identification de défauts qui apparaissent à l'intérieur du domaine. Elle a été appliquée par exemple à l'identification de fissures [Andrieux *et al.*, 1997; Bui *et al.*, 2004].
- La méthode des champs virtuels, introduite par Grédiac [1989], repose sur l'écriture du principe des travaux virtuels. A partir de cette formulation, des champs virtuels sont judicieusement construits pour faire apparaître dans un système d'équation à résoudre les paramètres des relations de comportement à identifier. Notons que cette méthode suppose généralement la connaissance expérimentale du champ de déformation. Elle a été par exemple appliquée à l'identification de paramètres de loi viscoplastique [Avril *et al.*, 2008b].
- La méthode de l'erreur en relation de comportement, introduite par Ladevèze et Leguillon [1983] pour estimer l'erreur dans la méthode des éléments finis, ne requiert pas spécifiquement des mesures de champs. Elle consiste à exprimer l'écart entre un champ de contrainte de référence et celui évalué par un modèle de comportement à partir d'un champ de déplacement donné [Calloch *et al.*, 2002; Geymonat *et al.*, 2002]. Les mesures de champs sont utilisées pour restreindre l'espace des champs admissibles dans la minimisation de cet écart, pour l'identification par exemple de paramètres d'un modèle élastoplastique [Latourte *et al.*, 2008].
- La méthode de recalage du modèle par éléments finis, notée FEMU (pour Finite Element Model Updating) est généralement basée sur la minimisation de l'écart entre une mesure et sa simulation par la méthode des éléments finis grâce à un modèle dont les paramètres

sont à identifier [Grédiac et Hild, 2011]. La description de cette méthode fait l'objet de la partie suivante.

4.1.2 Méthode de recalage du modèle par éléments finis

La méthode de recalage du modèle par éléments finis vise à déterminer un jeu de paramètres intervenant dans la modélisation qui minimise l'écart entre le résultat de la simulation et des données de références issues d'un essai [Grédiac et Hild, 2011]. Cette méthode a été introduite en mécanique des matériaux par Kavanagh et Clough [1971] pour une application médicale. L'objectif peut être aussi bien d'identifier les paramètres de la loi de comportement, par exemple ceux d'une loi élastoplastique [Meuwissen *et al.*, 1998], que d'optimiser les conditions aux limites [Padmanabhan *et al.*, 2007], ou encore la géométrie du domaine étudié [Bruno *et al.*, 2008].

Le principe de cette méthode est représenté dans la Figure 4.1. D'un côté un ensemble de mesures, notées $\boldsymbol{m}$, sont réalisées au cours d'un essai, d'un autre côté la simulation de cet essai fournit une réponse comparable à ces mesures $\boldsymbol{h}_{\varpi}(\boldsymbol{\theta})$ sous un certain nombre d'hypothèses de modélisation ϖ et pour un jeu de paramètres $\boldsymbol{\theta}$ à optimiser à partir d'une estimation initiale $\boldsymbol{\theta}^{(0)}$.

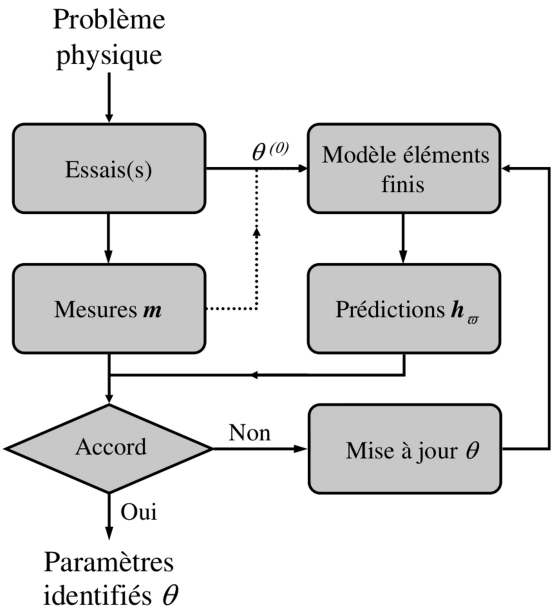


FIGURE 4.1 – Schéma du principe de recalage du modèle par éléments finis, issu de [Grédiac et Hild, 2011]

Ces paramètres sont recherchés pour minimiser l'écart χ entre les mesures $\boldsymbol{m}$ et la réponse du modèle $\boldsymbol{h}_{\varpi}(\boldsymbol{\theta})$, suivant un critère le plus souvent choisi de type moindres carrés pondérés, tel que

$$\chi^2(\boldsymbol{\theta}) = \{\boldsymbol{m} - \boldsymbol{h}_{\varpi}(\boldsymbol{\theta})\}^T [\boldsymbol{V}] \{\boldsymbol{m} - \boldsymbol{h}_{\varpi}(\boldsymbol{\theta})\} \tag{4.1}$$

où $[\boldsymbol{V}]$ est une matrice symétrique définie positive qui définit une métrique particulière sur le résidu $\boldsymbol{m} - \boldsymbol{h}_{\varpi}$ et qui est choisie égale à la matrice identité dans le cas le plus simple. Différents algo-

rithmes peuvent alors être utilisés selon l'application pour résoudre ce problème de minimisation. On peut les classer en deux catégories. D'une part, les méthodes de recherche directe consistent à trouver le jeu de paramètres optimum parmi un ensemble de jeux testés, comme par exemple la méthode du simplexe [Kajberg et Lindkvist, 2004] ou encore les méthodes génétiques [Mitchell, 1998; Bruno *et al.*, 2008] mais qui ne sont pas adaptées dans le cas d'une fonctionnelle quadratique. D'autre part, les méthodes de gradient recherchent le minimum de manière itérative dont la direction de recherche est déterminée par dérivation de la fonction coût χ^2. Parmi ces méthodes, on peut citer l'algorithme de Gauss-Newton [Meuwissen *et al.*, 1998; Lecompte *et al.*, 2007] ou l'algorithme de Levenberg-Marquardt [Molimard *et al.*, 2005; Cugnoni *et al.*, 2006].

Selon les applications et les paramètres à identifier, la fonction coût peut être exprimée en déplacement [Hermez et Farhat, 1993; Meuwissen *et al.*, 1998], en déformation [Lecompte *et al.*, 2007], ou encore en contrainte [Molimard *et al.*, 2005]. Dans d'autres travaux, la fonction coût est construite avec une combinaison de ces différentes grandeurs à différentes échelles [Kajberg et Lindkvist, 2004; Hérípré *et al.*, 2007; Haddadi et Belhabib, 2012; Mathieu *et al.*, 2014]. Dans ces derniers travaux, les champs de déplacement ou de déformation sont considérés dans le critère à minimiser avec un poids identique ou inférieur par rapport aux deux (ou à l'un des deux) tenseurs macroscopiques des contraintes et de déformation.

Si la méthode de recalage du modèle par éléments finis a été utilisée dans de nombreuses études pour étudier le comportement des matériaux à l'échelle macroscopique et identifier des paramètres élastiques [Molimard *et al.*, 2005; Cugnoni *et al.*, 2006] ou ceux de lois de plasticité [Meuwissen *et al.*, 1998; Kajberg et Lindkvist, 2004; Kajberg *et al.*, 2004; Haddadi et Belhabib, 2012; Mathieu *et al.*, 2014], nous montrerons dans la partie suivante qu'un faible nombre de travaux ont utilisé les mesures de champs pour l'identification des paramètres de loi de plasticité cristalline.

Nous avons choisi cette méthode d'identification par approche inverse en particulier, car c'est celle qui nous a paru la plus pertinente par rapport au contexte et aux enjeux de ce travail de thèse. En effet, de par l'utilisation du code éléments finis Code_Aster qui dispose de tout un ensemble d'outils pour le calcul du comportement mécanique de polycristaux, le recalage du modèle par éléments finis était la méthode la plus simple à mettre en œuvre. C'était également la méthode la mieux adaptée pour étudier par la suite l'identification dans une gamme très large d'applications, que ce soit l'utilisation d'autres lois de comportement, ou encore le recours à d'autres hypothèses de modélisation comme par exemple le passage à des cas 3D.

4.1.3 Contexte de la plasticité cristalline

L'utilisation de mesures de champs réalisées à l'échelle microscopique pour l'identification par approche inverse de paramètres de modèle est relativement récente. Citons par exemple les travaux de Kajberg *et al.* [2004] ou encore de Cugnoni *et al.* [2006] qui ont exploité les champs mesurés par microscopie optique afin d'identifier des paramètres de loi de comportement macroscopique décrivant la plasticité des grains sans introduire les systèmes de glissement. Si plusieurs études ont couplé des simulations par éléments finis de plasticité cristalline avec des mesures de champs réalisées à l'échelle de la microstructure de polycristaux, à partir d'images acquises au microscope optique [Zhao *et al.*, 2008] ou au MEB [Delaire *et al.*, 2000; Hérípré *et al.*, 2007], rares sont celles qui ont abouti à l'identification de paramètres grâce aux mesures de champs. Nous détaillons ici quelques travaux trouvés dans la littérature.

Tout d'abord, dans l'étude réalisée par Hoc *et al.* [2003], une identification de paramètres de plusieurs lois d'écrouissage linéaire et non-linéaire est proposée pour un polycristal d'un acier CC.

Les auteurs proposent de construire la fonction coût du recalage du modèle par éléments finis à partir de huit valeurs issues de la distribution de la déformation longitudinale locale mesurée et simulée à différents pas de temps, ainsi que de la courbe contrainte-déformation macroscopique. Notons qu'un poids prépondérant est attribué au comportement macroscopique dans la minimisation de cette fonction.

Dans le travail de thèse de Dexet [2006], les cissions résolues initiales et à saturation pour les différents systèmes de glissement, ainsi qu'un paramètre d'écrouissage de la loi proposée par Héraud [2000] sont identifiés pour différents agrégats polycristallins d'un alliage de zirconium. Notons que pour la description de la plasticité cristalline de cet alliage, une difficulté supplémentaire provient du fait que plusieurs familles de systèmes de glissement de nature différente sont considérées. Le critère à minimiser contient le champ de déformation locale et le tenseur macroscopique des contraintes.

Enfin, dans le travail de thèse de Héripré [2006], la fonction coût du recalage est construite à partir de la déformation macroscopique dans la direction de traction, des contraintes macroscopiques dans les directions de traction et transverse, ainsi que des champs locaux de déplacement ou de déformation. Elle a été minimisée sur un cas uniquement numérique pour valider la faisabilité de l'identification de la cission critique et du paramètre d'écrouissage linéaire de la loi de plasticité cristalline issue de [Cailletaud, 1988; Cailletaud *et al.*, 2003].

C'est dans la continuité de ces différents travaux que nous proposons une méthode d'identification de paramètres de la loi de Méric et Cailletaud présentée dans le chapitre précédent (voir partie 3.2.3.1). Dans un premier temps, seuls les champs de déplacement seront pris en compte dans l'identification des paramètres. En théorie, cette approche est suffisante car l'élasticité étant fixée, il n'est pas nécessaire de considérer la résultante des efforts. Si dans les travaux cités précédemment les champs locaux de déformation sont souvent considérés, nous avons fait le choix d'utiliser les champs de déplacement, car ceux-ci sont obtenus directement par la corrélation d'images (sans dérivation) ce qui augmente le rapport signal sur bruit dans le cas des champs expérimentaux, diminuant en conséquence l'incertitude sur les paramètres identifiés. Dans un second temps, la fonction coût à minimiser considérera en plus le comportement macroscopique du polycristal. Initialement, tous les paramètres de la loi sont fixés à leur valeur de référence : identifiée par homogénéisation pour les paramètres d'écrouissage isotrope (voir Tableau 3.4) ou issue de la littérature pour les autres (voir Tableau 3.1).

4.2 Identification à partir de champs de déplacement

4.2.1 Méthode proposée

Nous proposons tout d'abord une identification d'un jeu de paramètres $\boldsymbol{p}$ minimisant l'écart $\boldsymbol{\delta u}_t$ entre les déplacements mesurés et simulés à tous les pas de temps t. Il s'agit alors de minimiser le critère de moindres carrés pondérés χ_u, choisi tel que

$$\chi_u^2(\boldsymbol{p}) = \frac{1}{2\eta_f^2 N_{ddl} N_t} \sum_t \{\boldsymbol{\delta u}\}_t^T [\boldsymbol{M}] \{\boldsymbol{\delta u}\}_t \tag{4.2}$$

avec

$$\{\boldsymbol{\delta u}\}_t = \{\boldsymbol{u}_m\}_t - \{\boldsymbol{u}_c(\boldsymbol{p})\}_t \tag{4.3}$$

où $\{\boldsymbol{u}_m\}_t$ et $\{\boldsymbol{u}_c\}_t$ sont les vecteurs contenant les deux composantes du champ de déplacement mesuré, respectivement calculé avec le jeu de paramètres $\boldsymbol{p}$, au pas de temps t et à tous les nœuds du maillage. Rappelons que l'utilisation du même maillage s'appuyant sur les interfaces de la microstructure pour la mesure et la simulation permet cette comparaison directe entre les déplacements. La matrice de la corrélation d'images $[\boldsymbol{M}]$, adimensionnée par la variance η_f^2 du bruit d'acquisition des images MEB, est utilisée comme matrice de pondération dans ce critère de moindres carrés, étant donné qu'elle est proportionnelle à l'inverse de la matrice de covariance $[\boldsymbol{C}_u]$ du champ de déplacement mesuré (voir partie 2.2.2). Ainsi, un poids plus important est donné aux degrés de liberté de plus faible incertitude de mesure dans cette procédure d'identification. Les corrélations spatiales entre les degrés de liberté sont également prises en compte grâce à cette pondération. Elles sont la conséquence de l'utilisation de fonctions de forme de type éléments finis dans la formulation globale de la corrélation d'images. N_{ddl} et N_t sont respectivement le nombre de degrés de liberté du maillage et le nombre de pas de temps introduits pour normer $\{\boldsymbol{\delta u}\}_t$.

Il est alors intéressant de remarquer que χ_u est sans dimension et que plus sa valeur est proche de 1 plus l'écart entre la modélisation et l'expérience en termes de champs de déplacement est proche de l'incertitude de mesure. Dans la pratique, la modélisation n'étant pas parfaite, l'écart entre les champs mesuré et simulé ne correspond pas uniquement à l'incertitude de mesure. χ_u ne pourra donc pas atteindre de valeurs inférieures à 1 mais uniquement s'en rapprocher au maximum lorsque $\boldsymbol{p}$ est optimisé.

Le jeu de paramètres $\boldsymbol{p}$ est alors identifié itérativement un utilisant un algorithme de Levenberg-Marquardt [Levenberg, 1944; Marquardt, 1963], où à chaque itération n l'incrément des paramètres $\{\boldsymbol{\delta p}^{(n)}\}$ est déterminé par la relation

$$([\boldsymbol{H}_u^{(n-1)}] + \lambda^{(n-1)}[\boldsymbol{I}])\{\boldsymbol{\delta p}^{(n)}\} = [\boldsymbol{N}_u^{(n-1)}] \tag{4.4}$$

avec

$$[\boldsymbol{N}_u^{(n-1)}] = \sum_t [\boldsymbol{S}_u^{(n-1)}]_t^T [\boldsymbol{M}] \{\boldsymbol{\delta u}\}_t \tag{4.5}$$

et

$$[\boldsymbol{H}_u^{(n-1)}] = \sum_t [\boldsymbol{S}_u^{(n-1)}]_t^T [\boldsymbol{M}] [\boldsymbol{S}_u^{(n-1)}]_t \tag{4.6}$$

Notons qu'un problème voisin a été traité dans le chapitre précédent (voir partie 3.4.2) pour une métrique $[\boldsymbol{M}] = [\boldsymbol{I}]$. La matrice de sensibilité $[\boldsymbol{S}_u^{(n-1)}]_t$ est calculée au pas de temps t à partir de l'estimation à l'itération précédente du jeu de paramètres, telle que

$$[\boldsymbol{S}_u^{(n-1)}]_t = \left[\frac{\boldsymbol{\delta u}_c^{(n-1)}}{\boldsymbol{\delta p}}\right]_t \tag{4.7}$$

$[\boldsymbol{I}]$ est la matrice identité et $\lambda^{(n-1)}$ un scalaire introduit de manière à pallier une éventuelle singularité de la matrice $[\boldsymbol{H}_u^{(n-1)}]$. Sa valeur est choisie par rapport au spectre de l'estimation courante du Hessien. Tant que l'algorithme n'a pas atteint un critère de convergence portant sur la norme de l'incrément des paramètres, le jeu de paramètres est mis à jour pour l'itération suivante

$$\{\boldsymbol{p}^{(n)}\} = \{\boldsymbol{p}^{(n-1)}\} + \{\boldsymbol{\delta p}^{(n)}\} \tag{4.8}$$

Notons que si une pondération spatiale est introduite grâce à la matrice $[\boldsymbol{M}]$, le même poids est donné à tous les pas de temps considérés. D'une manière similaire, une pénalisation pourrait être introduite pour les premiers pas de temps auxquels le niveau de déformation est comparable à l'incertitude de mesure. Cependant, du fait qu'un nombre suffisant de pas de temps ait été considéré, nous avons estimé que cette pondération temporelle n'était pas nécessaire. Par exemple, sur les 27 pas de temps (ou images) décrivant le chargement jusqu'à un allongement de 5 % de l'éprouvette A_{70}, seuls 3 pas de temps correspondent à une déformation mesurée moyenne inférieure ou de l'ordre de l'incertitude de mesure.

4.2.2 Paramètres d'écrouissage isotrope

4.2.2.1 Identifiabilité

Nous souhaitons utiliser cette méthode de recalage du modèle par éléments finis pour l'identification des paramètres d'écrouissage isotrope de la loi de Méric et Cailletaud. Une analyse de l'identifiabilité de ces paramètres est proposée au préalable. L'identifiabilité des paramètres suppose que l'équation (4.4) soit inversible et qu'elle implique une variation $\{\boldsymbol{\delta p}\}$ non nulle pour différents jeux initiaux de paramètres considérés. Pour cela, il est nécessaire que les champs de déplacement simulés soient sensibles à une perturbation des paramètres à identifier.

Pour le cas de la microstructure A_{70}, la Figure 4.2 montre la sensibilité en valeur absolue du champ de déplacement simulé $\boldsymbol{\delta u}_c$ correspondant à une perturbation de 20 % de chacun des paramètres de l'écrouissage isotrope. Chaque paramètre est perturbé par rapport à sa valeur de référence identifiée par homogénéisation dans le chapitre précédent (voir partie 3.4.2), les autres paramètres restant fixés. Ce champ est représenté pour le dernier pas de temps du calcul correspondant à une déformation macroscopique d'environ 5 %. Pour rappel, l'incertitude de mesure est de 4.3 nm pour cette microstructure.

Plusieurs constats peuvent être faits. Tout d'abord, en comparant la localisation du champ de sensibilité dans la microstructure (tracée en blanc sur les champs), on remarque que la réponse du modèle suite à une perturbation de b ou de q est identique, mais diffère en revanche de celle correspondant à une perturbation de r_0. Ce résultat observé au dernier pas de temps se retrouve tout au long du chargement, au regard de l'évolution au cours du temps de l'écart-type de $\boldsymbol{\delta u}_c$ (Figure 4.3). Cela signifie que les paramètres b et q ne peuvent pas être identifiés de manière distincte à partir de la réponse du modèle en déplacement. Ce résultat s'explique par la même analyse que celle faite au chapitre précédent pour la réponse en effort à l'échelle macroscopique par homogénéisation. En conséquence, nous choisirons d'identifier r_0 et le produit qb en fixant la valeur de q à celle identifiée par homogénéisation.

Nous pouvons remarquer que la sensibilité des champs de déplacement varie fortement d'un grain à l'autre de la microstructure. Cela suggère qu'une microstructure donnée peut être plus ou

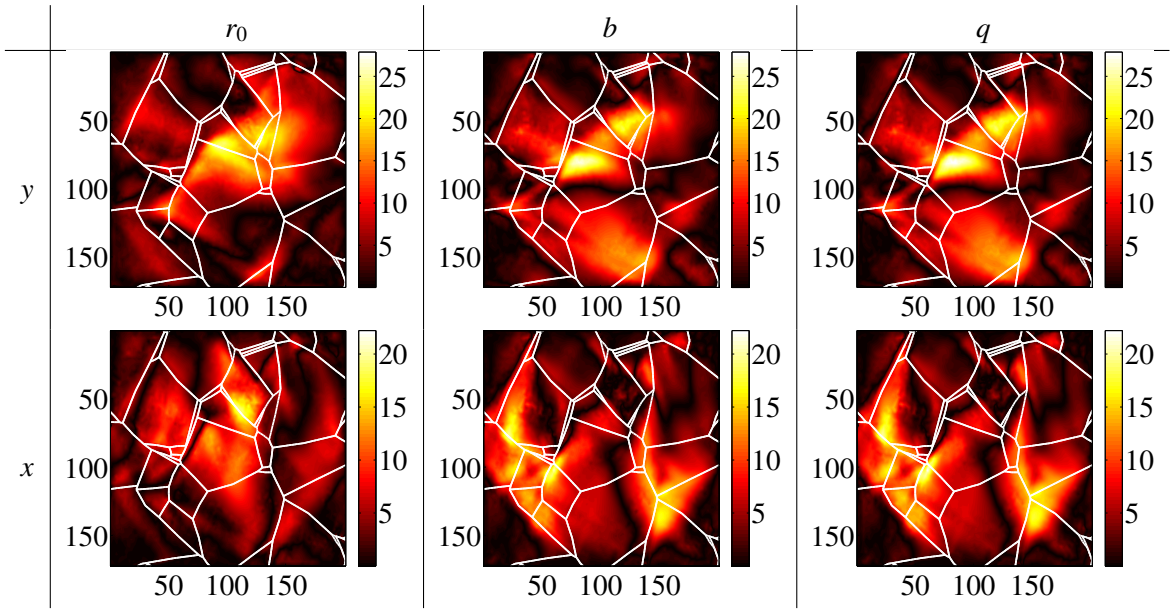


FIGURE 4.2 – Valeur absolue de la sensibilité du champ de déplacement calculé $|\delta \boldsymbol{u}_c|$ exprimé en nanomètres, pour une déformation moyenne d'environ 4 % et pour la microstructure A_{70}, par rapport à une perturbation de 20 % de chacun des paramètres r_0, b et q de la loi de Méric et Cailletaud, représentée suivant les directions longitudinale y et transverse x. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres

moins favorable à l'identification des paramètres en fonction des orientations cristallographiques et de la morphologie de ses grains. De plus, la sensibilité est globalement faible dans les grains des bords du domaine étudié. Ceci est la conséquence des conditions aux limites de Dirichlet qui contraignent fortement la cinématique près des bords. Cependant, il faut un nombre suffisant de grains pour que $\delta \boldsymbol{u}_c$ puisse se développer à l'intérieur du domaine. Or on impose ici $\delta \boldsymbol{u}_c = 0$ sur les bords et, à l'exception du cas B_{10}, les microstructures étudiées dans ce travail ne disposent pas de beaucoup de grains dans le domaine. Aucune des cinq microstructures n'a semblé être défavorable ou plus favorable qu'une autre à l'identification des paramètres d'écrouissage isotrope.

Par ailleurs, la Figure 4.3 montre que la sensibilité du champ de déplacement au paramètre r_0 est plus importante que la sensibilité aux paramètres b ou q en première partie du chargement, c'est-à-dire pour une déformation moyenne inférieure à 2.8 %, et moins importante au delà. Ceci semble traduire le fait que r_0 fixe l'entrée en plasticité de chaque système ce qui influence davantage les faibles niveaux de déformation, alors que b ou q fixe la pente de l'écrouissage ce qui a une influence d'autant plus importante sur le comportement que la déformation est élevée. En fonction du nombre d'images de la série utilisées dans le recalage (c'est-à-dire du niveau de déformation atteint au dernier pas de temps), l'identification d'un paramètre peut donc être privilégiée par rapport à un autre, et les valeurs des paramètres identifiés peuvent varier notablement [Mathieu *et al.*, 2014]. Dans le cas présent, nous n'étudierons pas cette influence, et toute identification sera réalisée en considérant l'ensemble des images jusqu'à 5 % d'allongement macroscopique avec un même poids dans l'identification.

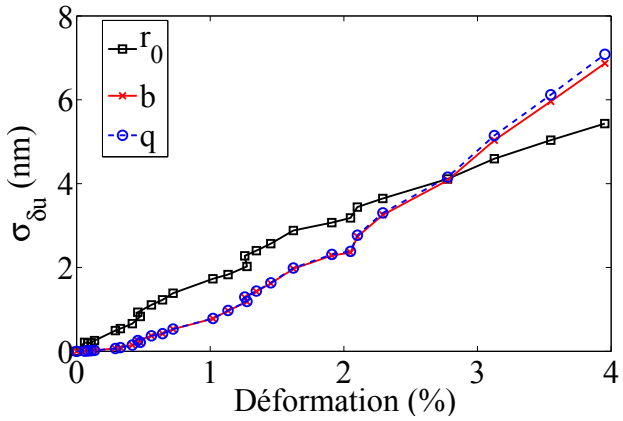


FIGURE 4.3 – Evolution de l'écart quadratique moyen du champ $\boldsymbol{\delta u}_c$ correspondant à une perturbation de 20 % de chacun des paramètres r_0, b et q en fonction de la déformation moyenne

Il est ensuite intéressant de noter que l'amplitude des champs de sensibilité apparaît plusieurs fois supérieure à l'incertitude de mesure de 4.3 nm pour cette microstructure. Ceci semble indiquer que les paramètres peuvent être identifiés avec la méthode de recalage avec une précision d'au moins 20 % (pour chaque paramètre lorsque les autres sont fixés). En revanche, la Figure 4.3 montre pour chaque paramètre que l'écart quadratique moyen des champs $\boldsymbol{\delta u}_c$ n'est supérieur à l'incertitude de mesure que pour les trois derniers pas de temps. L'identification de ces paramètres apparaît alors délicate. Seule une partie des champs de déplacement peuvent y contribuer, là où la sensibilité est supérieure à l'incertitude de mesure (Figure 4.2). De plus, le nombre de nœuds où cette condition est vérifiée diminue avec le niveau de la déformation moyenne.

Pour aller plus loin par rapport cette analyse, il est possible de quantifier *a priori* l'incertitude de chaque paramètre identifié connaissant l'incertitude de mesure [Gras *et al.*, 2014]. Pour cela, nous supposons que la convergence de l'algorithme est atteinte pour l'identification du jeu de paramètres $\boldsymbol{p}$. D'après l'équation (4.4), la variation $\{\boldsymbol{\delta p}\}$ des paramètres à convergence due à une variation $\{\boldsymbol{\delta u}_t\}$ entre les champs de déplacement mesuré et simulé à tous les pas de temps est donnée par

$$\{\boldsymbol{\delta p}\} = [\boldsymbol{H}_u]^{-1}(\sum_t [\boldsymbol{S}_u]_t^T\,[\boldsymbol{M}]\,[\boldsymbol{\delta u}]_t) \tag{4.9}$$

La régularisation du Hessien n'est pas considérée ici ($\lambda = 0$). Nous supposons que cet écart entre la simulation et l'expérience est uniquement lié à l'incertitude de mesure $\{\boldsymbol{\delta u}_m\}$ correspondant à un bruit blanc gaussien sur les images de variance η_f^2, identique pour tous les pas de temps. Notons qu'avec cette hypothèse, toutes les perturbations des images qui peuvent survenir au cours de la déformation sont négligées. Nous avions par exemple montré au chapitre 2 que l'incertitude de mesure augmentait au cours du temps (Figure 2.7) mais tout en restant faible devant les déplacements mesurés. Rappelons que sous ces hypothèses la matrice de covariance du champ de déplacement mesuré est donnée par

$$[\boldsymbol{C}_u]_t = \langle \{\boldsymbol{\delta u}_m\}_t \otimes \{\boldsymbol{\delta u}_m\}_t \rangle = 2\eta_f^2 [\boldsymbol{M}]^{-1} \tag{4.10}$$

On peut alors exprimer la matrice de covariance $[\boldsymbol{C}_p] = \langle \{\boldsymbol{\delta p}\} \otimes \{\boldsymbol{\delta p}\} \rangle$ des paramètres identifiés en fonction de la variance du bruit d'acquisition des images par la relation

$$[\boldsymbol{C}_p] = 2\eta_f^2 [\boldsymbol{H}_u]^{-1} (\sum_t [\boldsymbol{P}]_t [\boldsymbol{M}]^{-1} [\boldsymbol{P}]_t^T) [\boldsymbol{H}_u]^{-1} \tag{4.11}$$

avec

$$[\boldsymbol{P}]_t = [\boldsymbol{S}_u]_t^T [\boldsymbol{M}] \tag{4.12}$$

Cette matrice prend en compte les couplages possibles entre les paramètres identifiés simultanément. Elle est évaluée pour les paramètres de l'écrouissage isotrope, à partir de leur valeur de référence (identifiée par homogénéisation) et dans le cadre de l'éprouvette A_{70}. Les champs de sensibilité sont calculés pour une perturbation de 2 % des paramètres. Ces derniers sont rangés dans le vecteur $\{\boldsymbol{p}\}$ dans l'ordre suivant :

$$\{\boldsymbol{p}\} = \{r_0 \ (MPa) \quad b \quad q \ (MPa)\}^T \tag{4.13}$$

On détermine ainsi la matrice de covariance de ces paramètres :

$$[\boldsymbol{C}_p] = \begin{bmatrix} 0.0018 & -0.0001 & 0.032 \\ -0.0001 & 0.0002 & -0.040 \\ 0.032 & -0.040 & 8.4 \end{bmatrix} \tag{4.14}$$

Sa diagonale donne la variance η_p^2 de chacun des paramètres en supposant que leur identification est indépendante des autres paramètres. L'écart-type correspondant est indiqué dans le Tableau 4.1.

	r_0 (MPa)	b	q (MPa)
Valeur de référence	50	1.2	163
Incertitude η_p	0.043	0.014	2.9

TABLEAU 4.1 – Ecart-type de l'incertitude de chaque paramètre d'écrouissage isotrope due à l'incertitude de mesure pour la microstructure A_{70}

On constate que l'incertitude autour de chaque paramètre obtenue avec cette méthode de recalage est faible, tout particulièrement pour les paramètres r_0 et b. Pour ces paramètres, la méthode de recalage proposée est donc peu sensible au bruit d'acquisition des images MEB et conduit en conséquence à une bonne précision sur les valeurs des paramètres identifiés. Notons que des différences peuvent être observées sur ces niveaux d'incertitude si chaque paramètre est identifié individuellement en conservant les autres fixés, ce qui a été par exemple montré le travail de Gras *et al.* [2014]. Dans ce cas de figure, cela revient à négliger les corrélations entre paramètres. Or,

dans notre cas, les termes non diagonaux de la matrice $[\boldsymbol{C}_p]$ ne sont clairement pas nuls, ce qui traduit un couplage entre les paramètres. Pour s'en rendre compte, il convient d'analyser le matrice de corrélation des paramètres $[\boldsymbol{R}]$ [Mathieu *et al.*, 2014], qui correspond à une normalisation de la matrice $[\boldsymbol{C}_p]$ telle que

$$R_{ij} = \frac{C_{p_{ij}}}{\sqrt{C_{p_{ii}} C_{p_{jj}}}} \tag{4.15}$$

$|R_{ij}|$ vaut 1 si les paramètres i et j sont corrélés et 0 s'ils sont décorrélés. Le sens de la corrélation est indiqué par le signe de R_{ij} : ils sont anticorrélés si R_{ij} est négatif. La matrice $[\boldsymbol{R}]$ obtenue est la suivante :

$$[\boldsymbol{R}] = \begin{bmatrix} 1 & -0.24 & 0.26 \\ -0.24 & 1 & -0.998 \\ 0.26 & -0.998 & 1 \end{bmatrix} \tag{4.16}$$

On observe alors un fort couplage entre les paramètres b et q, ce qui est cohérent avec les résultats obtenus précédemment en étudiant les champs de sensibilité (Figures 4.2 et 4.3). Plus précisément, ces deux paramètres sont anticorrélés. Etant donné que $d(qb)/(qb) = dq/q + db/b$, si dq/q et db/b sont opposés, c'est-à-dire que $dq/q = -db/b$ et donc que leur corrélation croisée normalisée vaut -1, alors $d(qb)$ est nul. Ces paramètres ne peuvent pas être identifiés séparément avec la méthode de recalage proposée. Ce résultat renforce notre choix d'identifier le produit qb. On remarque également un couplage entre r_0 et b et entre r_0 et q, mais de faible intensité. Le paramètre r_0 est légèrement moins corrélé à b qu'à q. C'est pourquoi nous choisirons d'identifier r_0 et le produit qb en conservant le paramètre q fixé.

4.2.2.2 Etude sur un cas-test

Avant de mettre en application la méthode d'identification proposée à partir des mesures réalisées sur les microstructures expérimentales, nous proposons de l'étudier sur un cas-test numérique. Celui-ci a été introduit dans [Guery *et al.*, 2013]. Ce cas-test considère un nombre réduit de degrés de liberté, grâce au maillage simplifié présenté en Figure 4.4. Le champ de référence pour le recalage est le résultat d'un calcul par éléments finis avec la loi de Méric et Cailletaud et un jeu initial de paramètres servant de référence. Pour que ce cas-test soit représentatif du cas réel, les conditions aux limites de ce calcul sont les déplacements mesurés par corrélation d'images (non régularisée) sur les bords du maillage simplifié à partir de la série d'images de l'essai sur la microstructure E_{1000+}. Le calcul par éléments finis est réalisé avec le même maillage, extrudé sur un élément de profondeur pour une modélisation quasi 2D. Le volume est découpé en quatre sous-volumes égaux (en prenant les deux plans médians des axes x et y comme plans de coupe). A chaque sous-volume est associée une orientation cristallographique tirée aléatoirement suivant la méthode présentée en Annexe B. La microstructure test étudiée est donc constituée de quatre grains. Le calcul est conduit jusqu'à une déformation macroscopique de 3%. La comparaison entre le calcul par élément finis avec la valeur courante des paramètres et le calcul de référence est réalisée sur les 9 nœuds intérieurs et sur 6 pas de temps (correspondant à 6 images).

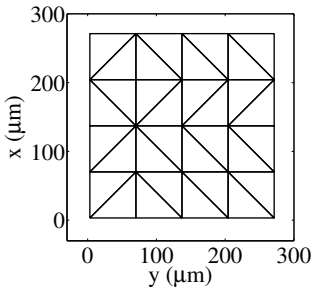


FIGURE 4.4 – Maillage utilisé pour le cas-test

Le test vise à identifier la valeur de référence d'un paramètre initialement fixé à une valeur quelconque. En initialisant par exemple la limite d'écoulement r_0 à 62.00 MPa, l'algorithme converge en 6 itérations sur la valeur de référence fixée à 66.62 MPa avec une erreur absolue de 10^{-4} MPa. Les autres paramètres sont maintenus à leur valeur de référence au cours de l'identification. La Figure 4.5a présente l'évolution de la fonctionnelle χ_u pour les valeurs de r_0 déterminées à chaque itération. La convergence est rapide, dès la deuxième itération l'écart absolu par rapport à la valeur de référence est de 2.10^{-3} MPa. Sur la Figure 4.5b, l'écart-type de la différence $\boldsymbol{\delta u}$ des champs de déplacement calculé et de référence, évalué pour chaque pas de temps, est présenté pour chaque itération. Il est intéressant de noter que l'écart-type est inférieur à 30 pm (ou 10^{-4} pixel) dès la deuxième itération, pour une amplitude des déplacements d'environ 12 µm (ou 45 pixels) au dernier pas de temps. A partir de la quatrième itération, l'écart entre le champ calculé et le champ de référence devient nul pour certains pas de temps. Ce résultat est rendu possible du fait que le champ de référence soit issu d'un calcul par éléments finis avec le jeu de paramètres de référence, dépourvu de bruit de mesure. Un tel champ de référence, conjointement au faible nombre de nœuds intérieurs, a également pour conséquence la faible valeur initiale de la fonctionnelle χ_u, d'environ 0.4.

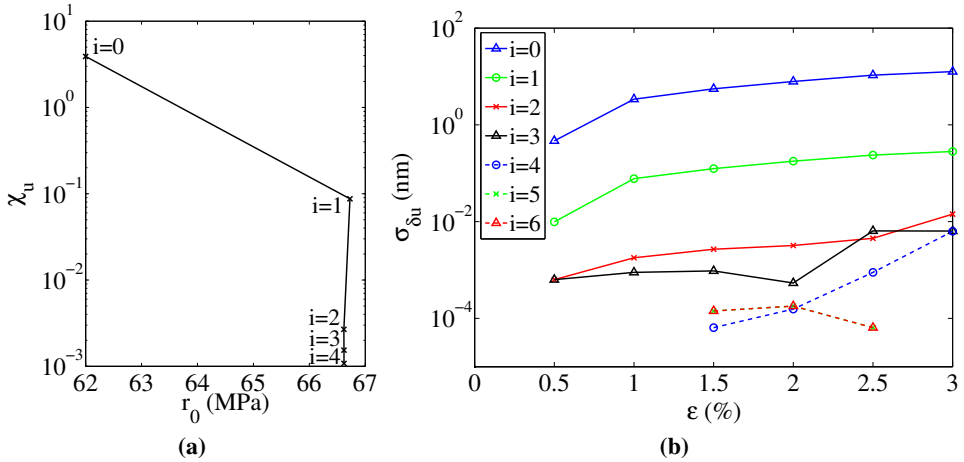


FIGURE 4.5 – Evolution de la fonctionnelle χ_u en fonction de la valeur à chaque itération i de r_0 (a), et écart-type de la différence des déplacements calculés et de référence en fonction de la déformation macroscopique et pour chaque itération (b). L'échelle est semi-logarithmique, les valeurs nulles de l'écart-type ne sont pas représentées sur cette figure

Un bruit de mesure est maintenant ajouté sur les champs de déplacement de référence. Pour cela, à partir d'une image MEB du mouchetis de la microstructure E_{1000+}, notée f, on fabrique une image « déformée » g en ajoutant à f un bruit blanc gaussien d'écart-type $\sqrt{2}\eta_f$, qui correspond à l'écart-type en niveaux de gris de la différence entre deux images MEB. Cela revient à attribuer le bruit de la différence, de variance $2\eta_f^2$, à g uniquement et à considérer f sans bruit [Besnard *et al.*, 2006]. Pour un pas de temps donné, le champ de déplacement mesuré par corrélation d'images entre f et g avec le maillage du cas-test, est ajouté au champ de déplacement de référence. Le bruit d'imagerie MEB en termes d'incertitude de déplacement ainsi caractérisé a un écart-type de 0.02 pixel (soit 5 nm). L'opération est alors réitérée pour chaque pas de temps. Un champ de déplacement de référence est ainsi obtenu avec un bruit représentatif de celui induit par l'environnement MEB.

La variance sur le paramètre r_0 correspondant à l'incertitude de mesure ainsi introduite est déterminée à partir de l'équation (4.11) mais en considérant ici un seul paramètre. L'écart-type η_{r_0} sur le paramètre r_0 vaut 0.12 MPa. On notera que cette valeur est trois fois plus grande que celle déterminée pour la microstructure A_{70} (Tableau 4.1) mais pour des conditions différentes (grandissement, maillage, régularisation de la corrélation d'images, nombre de paramètres identifiés).

L'algorithme de recalage est de nouveau exécuté avec la valeur initiale de r_0 fixée à 62.00 MPa, mais avec cette fois-ci en référence le champ bruité. Les résultats de l'identification sont présentés en Figure 4.6 et Figure 4.7. Dès la première itération la fonctionnelle et l'écart-type de la différence des déplacements évoluent peu. r_0 se rapproche progressivement de sa valeur de référence au cours des itérations suivantes. L'amplitude de l'écart-type de la différence des déplacements est comparable aux incertitudes sur les déplacements de référence (5 nm), qui correspond au minimum d'écart entre calcul et expérience qu'il est possible d'atteindre. Sur 10 itérations, la valeur du paramètre r_0 évolue autour d'une valeur moyenne de 66.50 MPa avec un écart-type de 9×10^{-2} MPa, comparable à l'incertitude σ_{r_0} déterminée *a priori*.

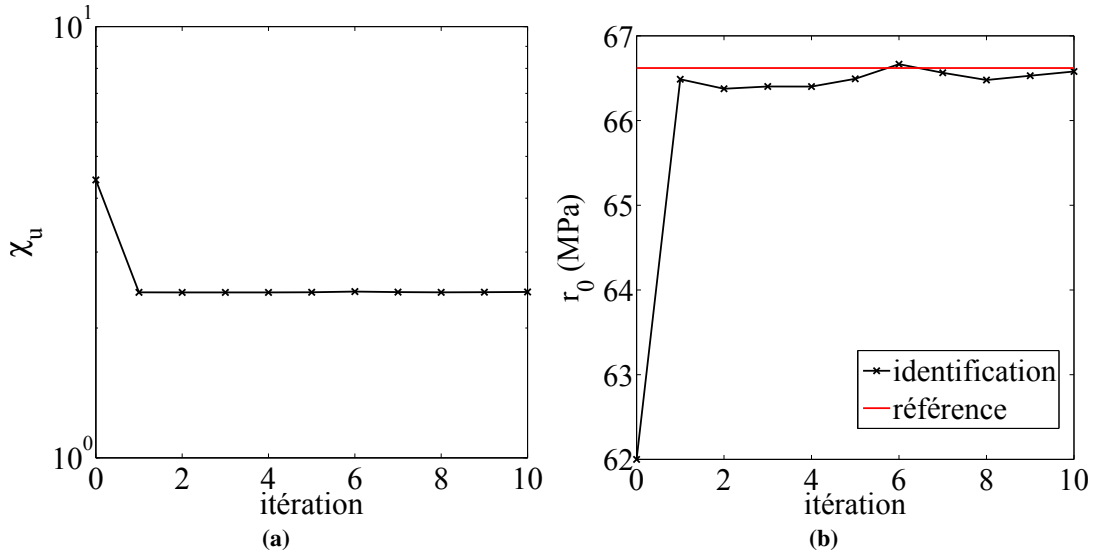


FIGURE 4.6 – Evolution de la fonctionnelle χ_u (a) et du paramètre r_0 (b) au cours des itérations de l'identification

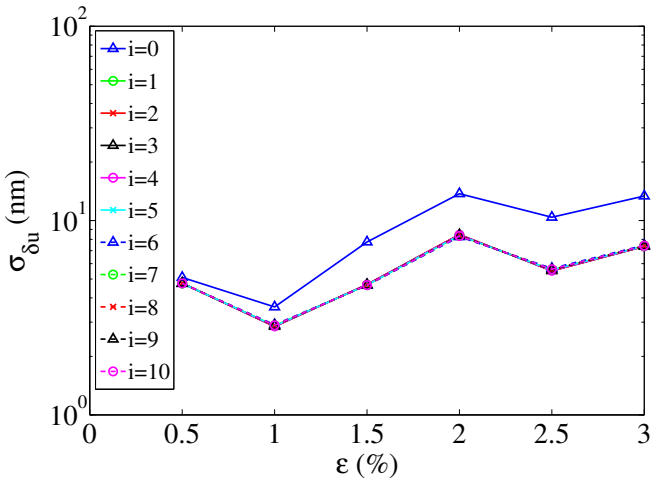


FIGURE 4.7 – Ecart-type de la différence des déplacements calculés et de référence en fonction de la déformation macroscopique et pour chaque itération

Ce cas-test nous a ainsi permis de valider le fonctionnement de la méthode d'identification proposée dans ce travail. L'algorithme de résolution employé apparaît particulièrement performant, même lorsqu'un bruit de mesure est ajouté au champ de référence, et laisse présager la possibilité d'identifier les paramètres de manière robuste dans le cas réel. Notons que dans ce cas-test, un seul paramètre a été identifié. L'identification de plusieurs paramètres simultanément peut rendre le problème plus difficile à résoudre. Cette méthode est maintenant utilisée pour identifier les paramètres à partir des mesures de déplacement réalisées sur les microstructures expérimentales.

4.2.2.3 Résultats à partir des champs expérimentaux

Etant donnée leur identifiabilité, le paramètre r_0 et le produit qb sont maintenant identifiés (simultanément) avec la méthode de recalage présentée précédemment. Le paramètre q est fixé à sa valeur identifiée par homogénéisation, et les autres paramètres de la loi de Méric et Cailletaud à leur valeur de référence. L'identification est présentée pour le cas de la microstructure A_{70}. La Figure 4.8 montre l'évolution de la fonction coût χ_u et des paramètres r_0 et b au cours des itérations de l'algorithme de recalage. Le jeu de départ de ces deux paramètres correspond aux valeurs identifiées par homogénéisation. L'algorithme converge en 38 itérations pour un critère d'arrêt portant sur l'amplitude de l'incrément des paramètres. On observe une diminution non négligeable de la fonction coût qui passe de 21.8 à 18.3. L'écart entre les champs de déplacement reste néanmoins conséquent par rapport à l'incertitude de mesure ($\chi_u = 1$) ce qui est dû en grande partie aux choix de modélisation (erreurs de modèle) et aux autres paramètres de loi qui n'ont pas été optimisés.

Les paramètres identifiés se sont fortement écartés de leur valeur de départ identifiée par homogénéisation, avec une variation de 83 % pour r_0 et de 460 % pour b. Au delà de leur variation, c'est la valeur identifiée de ces paramètres qui peut surprendre. La limite d'écoulement r_0 atteint une valeur très basse de 8.3 MPa, ce qui signifie que les systèmes de glissement s'activent très tôt au cours du chargement. De même, la valeur importante de 6.7 identifiée pour b indique une grande amplitude d'écrouissage sur les systèmes activés.

En termes de déplacement, la Figure 4.9 montre pour le dernier pas de temps l'écart en valeur absolue entre les champs de déplacement mesuré et simulé à l'itération 0 et à la dernière itération de l'algorithme. Globalement, la variation à ce pas de temps est relativement faible (l'écart-type de la différence passe de 252 nm à 248 nm). En regardant plus en détail, on observe une amélioration dans tous les grains de la microstructure (tracée en blanc sur les champs) dans la direction de traction y, mais une dégradation localement autour d'un joint de grains dans la direction transverse. Quantitativement, l'écart-type moyen sur les deux directions progresse de l'ordre de l'amplitude de l'incertitude de mesure (soit environ 4 nm) à ce pas de temps, contre en moyenne sur l'ensemble des pas de temps 3.5 fois l'amplitude.

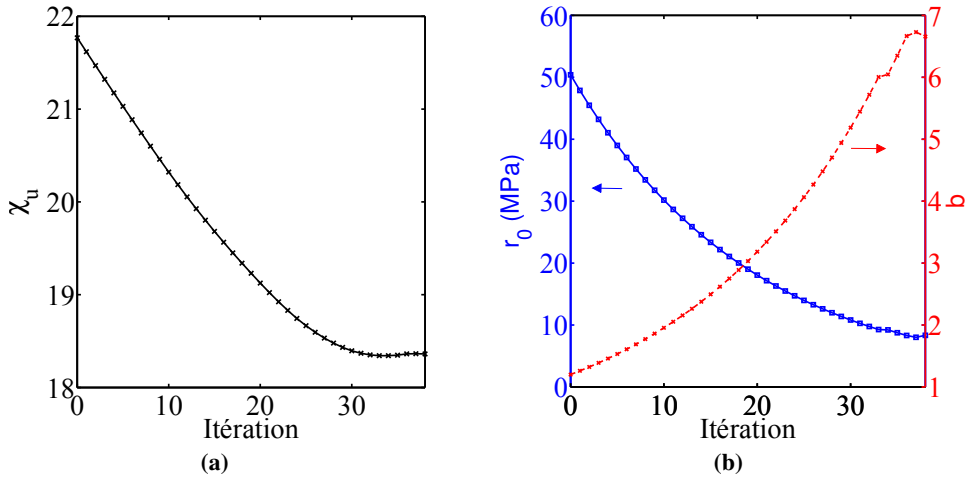


FIGURE 4.8 – Evolution de la foncton coût χ_u (a) et de la valeur des paramètres identifiés (b) au cours des itérations de l'algorithme. L'axe des ordonnées associé à chaque paramètre est indiqué par une flèche

En termes de déformation, les Figures 4.10 et 4.11 comparent également pour le dernier pas de temps les champs de déformation, respectivement dans les directions de traction et transverse, obtenus à l'itération 0, à la dernière itération et mesurés. Comme pour les champs de déplacement, la variation sur ces champs est relativement faible. On observe essentiellement une réduction des effets de bords, mais aussi une diminution de l'amplitude de localisations absentes du champ expérimental. Certaines localisations observées expérimentalement ne sont toujours pas prédites malgré l'optimisation des paramètres d'écrouissage isotrope, bien que globalement la concordance des champs soit meilleure. Ces écarts persistants peuvent être dus à la modélisation adoptée, notamment l'hypothèse de contraintes planes, ou encore à la loi de comportement utilisée. Bien que des résultats macroscopiques très proches aient été prédits avec la loi DD-CFC après identification par homogénéisation (présentés au chapitre précédent en partie 3.4.4), il serait intéressant de confronter de nouveau les deux lois de comportement après identification des paramètres d'écouissage de cette seconde loi par rapport aux champs de déplacement.

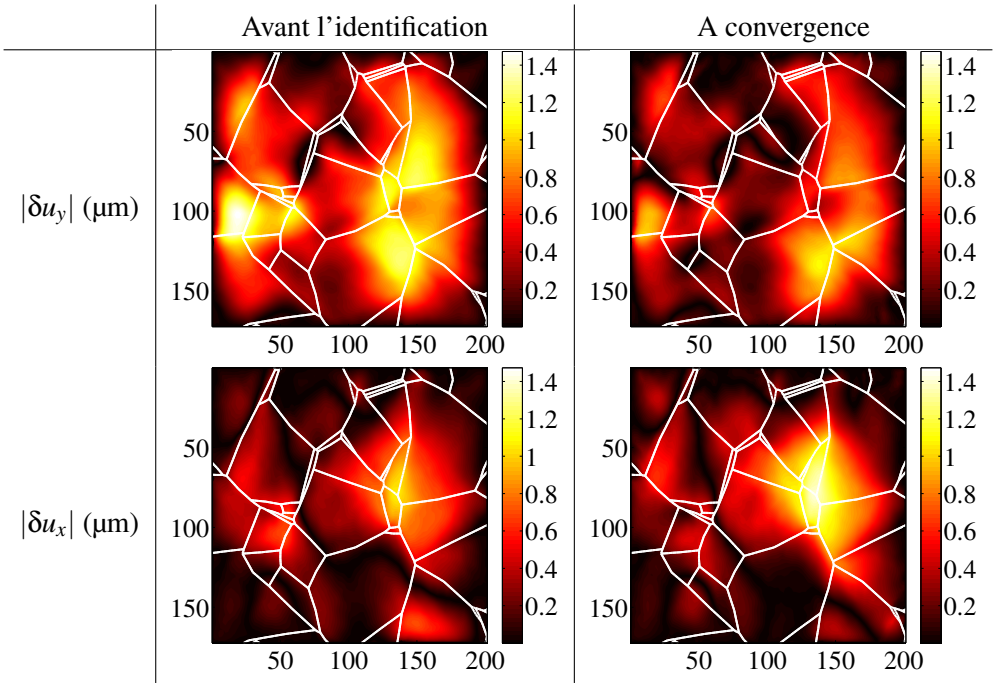


FIGURE 4.9 – Ecart en valeur absolue entre les champs de déplacement mesuré et simulé avant l'identification et à convergence, suivant les directions longitudinale y et transverse x et pour une déformation macroscopique d'environ 5 %. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres

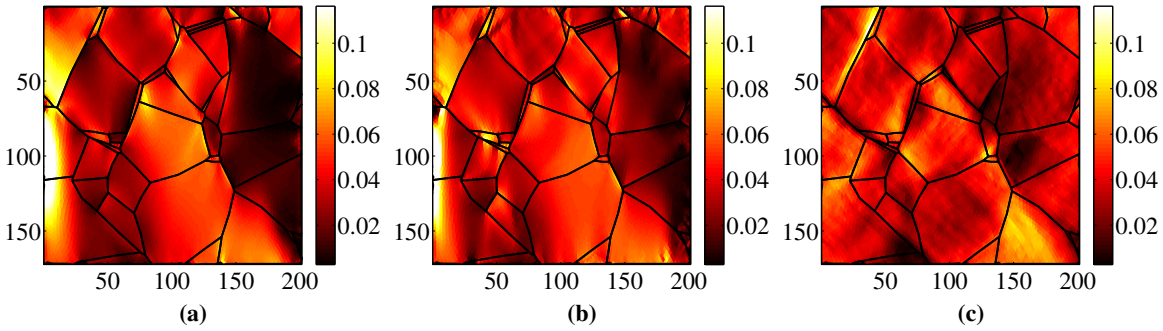


FIGURE 4.10 – Champ de déformation selon la direction de traction obtenu par la simulation avant (a) et après (b) l'identification, et obtenu expérimentalement (c) pour une déformation macroscopique d'environ 5 %. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres

En termes de comportement effectif, nous comparons en Figure 4.12 la courbe contrainte-déformation obtenue par homogénéisation avec le modèle de Berveiller et Zaoui (présenté au chapitre précédent en partie 3.4.2) avec le jeu de paramètres à l'itération 0 et à convergence de l'algorithme. La courbe obtenue à l'itération 0 est très proche de la courbe macroscopique expérimentale corrigée étant donné que le jeu initial de paramètres a été identifié par homogénéisation sur cette même courbe expérimentale (mais sur la gamme de déformation 0-20 %). En revanche,

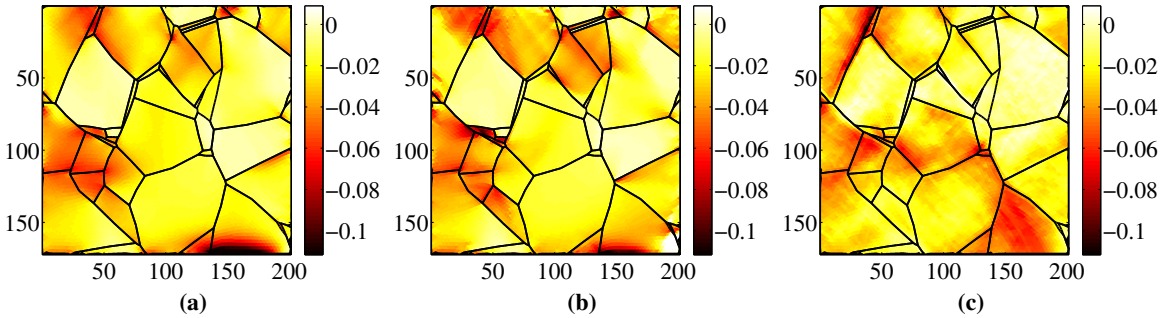


FIGURE 4.11 – Champ de déformation selon la direction transverse obtenu par la simulation avant (a) et après (b) l'identification, et obtenu expérimentalement (c) pour une déformation macroscopique d'environ 5 %. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres

la courbe obtenue avec le jeu de paramètres à convergence s'est fortement écartée de la courbe expérimentale. Ceci est la conséquence de la diminution de la limite d'écoulement r_0 et de la forte augmentation de b donc du produit qb.

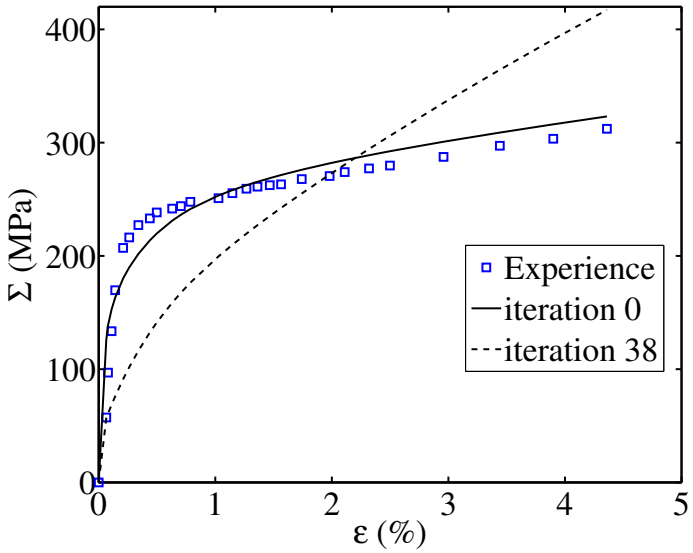


FIGURE 4.12 – Comparaison entre la courbe contrainte-déformation expérimentale et celle obtenue par homogénéisation avec le jeu de paramètres initial et avec celui à convergence de l'identification des paramètres r_0 et b

La méthode de recalage proposée a permis d'optimiser les paramètres d'écrouissage isotrope de la loi de comportement et offre une meilleure correspondance entre les champs cinématiques mesuré et simulé. Elle conduit en contre-partie à une dégradation de la réponse macroscopique simulée.

Rappelons que l'un des enjeux de ce travail est d'obtenir une loi de plasticité cristalline identifiée à l'échelle de la microstructure afin de permettre l'étude des mécanismes de dégradation intervenant à cette échelle. A ce titre, la méthode de recalage proposée répond aux objectifs fixés en optimisant le réponse microstructurale prédite par le calcul par éléments finis. Cependant, le gain relativement faible sur la réponse locale par rapport à la forte dégradation de la réponse macroscopique nous a poussé à étudier des solutions alternatives. Dans un premier temps, il est proposé d'identifier avec la même méthode de recalage une combinaison des coefficients de la matrice d'interaction entre systèmes de glissement qui n'influence pas le comportement macroscopique. Cette étude s'inspire en partie des travaux proposés par Hoc *et al.* [2003] qui avaient démontré qu'une optimisation des paramètres de la loi cristalline à partir de la réponse locale des grains était possible, à comportement effectif constant. Néanmoins le calcul en champ complet dont nous avons montré l'intérêt précédemment n'a pas été utilisé dans ces travaux. D'autre part, différentes lois y ont été comparées sans permettre l'optimisation de mécanismes locaux, comme par exemple l'interaction entre systèmes. Dans un deuxième temps, une seconde méthode de recalage basée à la fois sur les champs de déplacement et sur le comportement macroscopique sera utilisée. Ces différentes études font l'objet des parties suivantes.

4.2.3 Coefficients de la matrice d'interaction entre systèmes de glissement

Actuellement les coefficients de la matrice d'interaction entre les systèmes de glissement sont encore mal connus et peu étudiés à part via des calculs de dynamique des dislocations discrètes [Devincre *et al.*, 2006]. Il est assez difficile de les identifier aussi bien expérimentalement que numériquement, et les valeurs de ces coefficients trouvées dans la littérature présentent une forte variabilité (voir Tableau 1.3). Etant donné qu'ils rendent compte de phénomènes physiques intervenant à l'échelle des systèmes de glissement et qu'il ne semble pas cohérent de les identifier via la seule connaissance du comportement effectif, il était intéressant dans ce travail de chercher à les identifier grâce à la méthode de recalage proposée basée sur les champs microstructuraux. De plus, nous verrons qu'une combinaison particulière de ces paramètres peut permettre de garantir l'invariance du comportement effectif, ce qui est particulièrement intéressant au vu des résultats précédents.

4.2.3.1 Identifiabilité

Comme pour les paramètres r_0, b et q précédemment, la Figure 4.13 montre la sensibilité du champ de déplacement simulé $\boldsymbol{\delta u}_c$ en valeur absolue correspondant à une perturbation de 20 % de chacun des coefficients de la matrice d'interaction. Chaque coefficient est perturbée par rapport à sa valeur de référence [Guilhem, 2011] (voir Tableau 1.3), les autres paramètres de la loi de Méric et Cailletaud restent fixés à leur valeur de référence.

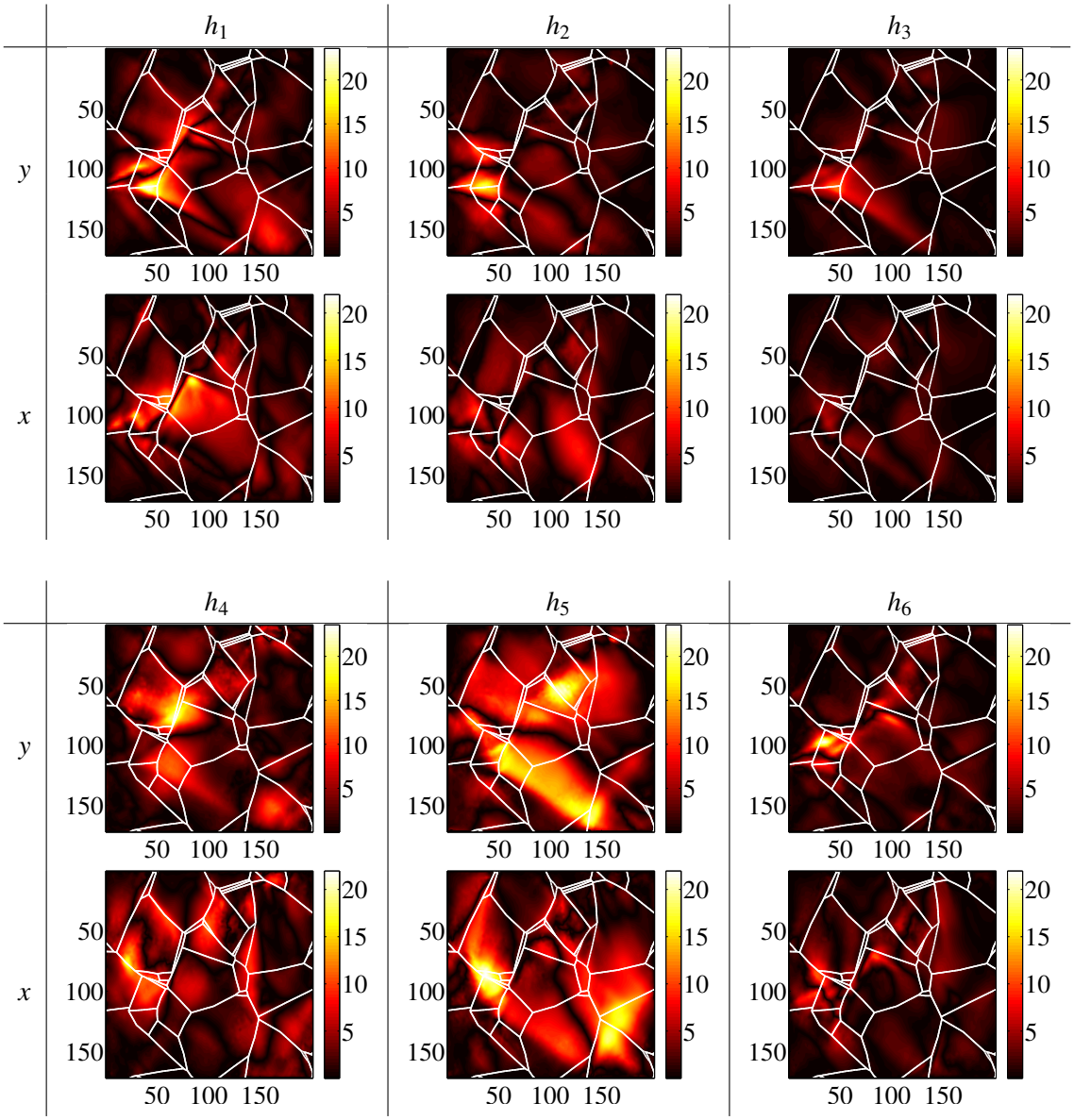


FIGURE 4.13 – Valeur absolue de la sensibilité du champ de déplacement calculé $|\boldsymbol{\delta u}_c|$ exprimé en nanomètres, pour une déformation moyenne d'environ 4 % et pour la microstructure A_{70}, par rapport à une perturbation de 20 % de chacun des coefficients de la matrice d'interaction, représentée suivant les directions longitudinale y et transverse x. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres

Le coefficient h_5, décrivant les jonctions glissiles entre systèmes, est celui qui induit la plus forte sensibilité du champ de déplacement simulé au dernier pas de temps. Ce sont ensuite les coefficients h_4 et h_1, décrivant respectivement les interactions colinéaires et l'auto-écrouissage, qui entraînent un champ de sensibilité relativement important et de forme distincte. Les coefficients h_2, h_3 et h_6 impliquent en revanche une sensibilité plus faible et de forme très proche. Cette tendance est globalement vraie tout au long du chargement. La Figure 4.14 indique la progressi-

vité des évolutions des champs de sensibilité au cours du temps. Notons qu'en deuxième partie du chargement, pour une déformation moyenne supérieure à 2.2 %, la réponse à une perturbation de h_5 devient prépondérante. Pour les faibles niveaux de déformation, le coefficient h_4 a la plus forte influence sur le champ de déplacement simulé. Par ailleurs, l'écart quadratique moyen du champ $\boldsymbol{\delta u}_c$ est généralement inférieur ou du même ordre que l'incertitude de mesure de 4.3 nm. Ce résultat indique que l'identification des coefficients sera difficile. Seuls les nœuds ayant les plus grandes valeurs du champ $\boldsymbol{\delta u}_c$ auront une influence sur l'identification.

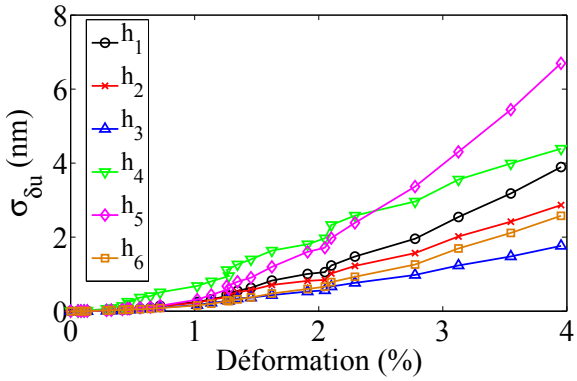


FIGURE 4.14 – Evolution de l'écart quadratique moyen du champ $\boldsymbol{\delta u}_c$ correspondant à une perturbation de 20 % de chacun des coefficients de la matrice d'interaction en fonction de la déformation moyenne

De la même manière que pour les paramètres d'écrouissage isotrope, une analyse de propagation de l'incertitude de mesure sur les paramètres à identifier est réalisée pour l'ensemble des coefficients de la matrice d'interaction. Les champs de sensibilité sont calculés pour une perturbation de 2 % des coefficients. On considère le vecteur $\{\boldsymbol{p}\}$ tel que

$$\{\boldsymbol{p}\} = \{h_1 \quad h_2 \quad h_3 \quad h_4 \quad h_5 \quad h_6\}^T \tag{4.17}$$

La matrice de covariance obtenue est alors la suivante :

$$[\boldsymbol{C}_p] = 10^{-3} \begin{bmatrix} 0.0058 & -0.0002 & -0.0037 & 0.013 & -0.0005 & 0.0037 \\ -0.0002 & 0.012 & 0.0079 & 0.0091 & 0.0004 & -0.0039 \\ -0.0037 & 0.0079 & 0.014 & 0.015 & 0.0003 & -0.0064 \\ 0.013 & 0.0091 & 0.015 & 0.35 & -0.010 & 0.014 \\ -0.0005 & 0.0004 & 0.0003 & -0.010 & 0.0037 & 0.0016 \\ 0.0037 & -0.0039 & -0.0064 & 0.014 & 0.0016 & 0.020 \end{bmatrix} \tag{4.18}$$

La diagonale de cette matrice donne la variance η_p^2 de chaque coefficient en supposant que son identification est indépendante des autres coefficients. Le Tableau 4.2 donne l'écart-type η_p correspondant. L'incertitude sur ces paramètres induite par l'incertitude de mesure est très faible, ce

qui montre que la méthode de recalage utilisée rend bien posé le problème d'identification des coefficients de la matrice d'interaction et qu'une bonne précision sur les valeurs identifiées semble pouvoir être obtenue.

	h_1	h_2	h_3	h_4	h_5	h_6
Valeur de référence	1	1	0.6	12.3	1.6	1.3
Incertitude η_p	0.0024	0.0034	0.0037	0.019	0.0019	0.0044

TABLEAU 4.2 – Ecart-type de l'incertitude de chaque coefficient de la matrice d'interaction due à l'incertitude de mesure pour la microstructure A_{70}

Le couplage entre les coefficients est analysé en considérant la matrice de corrélation $[\boldsymbol{R}]$ (définie par l'équation (4.15)). La Figure 4.15a représente la matrice obtenue et la Figure 4.15b donne sa valeur absolue pour faciliter la lecture de la corrélation entre les coefficients. Plusieurs observations peuvent être faites. On remarque tout d'abord que le coefficient d'auto-écrouissage (h_1) et celui des interactions coplanaires (h_2) sont décorrélés. De même, le coefficient h_5 est pratiquement décorrélé de h_1, h_2 ou encore h_3. A l'inverse, h_2 et h_3 sont fortement corrélés. Il est difficile de relier ces observations à la nature des interactions entre les systèmes de glissement décrites par ces coefficients. En revanche, elles nous donnent une information précieuse sur l'identifiabilité des coefficients. Nous privilégierons ainsi les coefficients h_1, h_2, h_4 et h_5 car ils présentent la plus forte sensibilité du champ de déplacement (Figure 4.13) tout en étant suffisamment décorrélés.

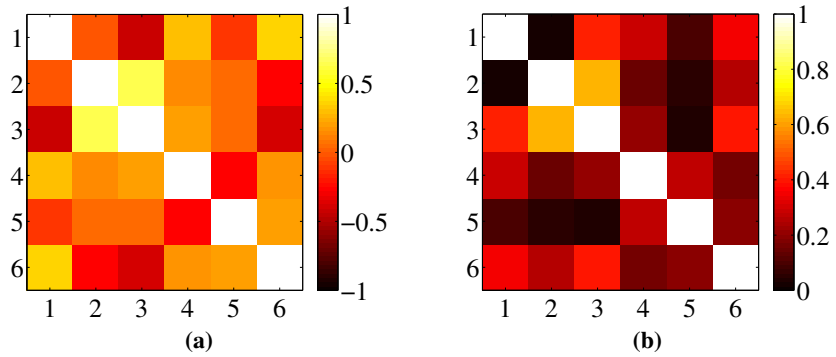


FIGURE 4.15 – Matrice de corrélation $[\boldsymbol{R}]$ des coefficients h_i (a) et sa valeur absolue (b). Les axes correspondent à l'indice i

La Figure 4.16 montre la sensibilité de l'effort calculé par homogénéisation avec le modèle de Berveiller et Zaoui par rapport à une perturbation de 20 % de chacun de ces coefficients. On constate tout d'abord que la réponse macroscopique est différente pour chaque coefficient. h_1 et h_5 induisent la plus forte sensibilité, ce qui était également observé à l'échelle de la microstructure, mais avec cette fois-ci une légère prédominance de h_1. Une sensibilité nettement moins importante est obtenue par rapport aux autres coefficients, tout particulièrement pour h_4 qui impliquait pourtant une forte sensibilité sur le champ de déplacement.

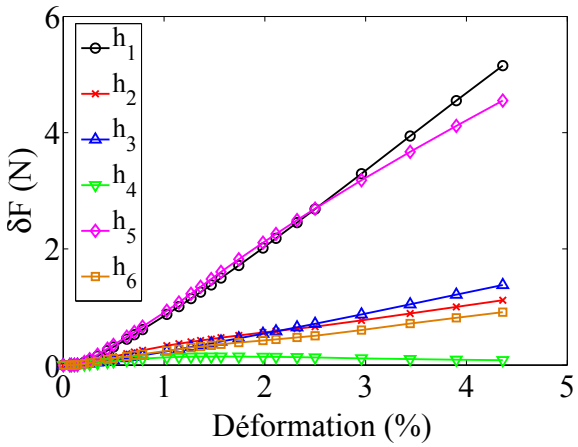


FIGURE 4.16 – Sensibilité de l'effort calculé par homogénéisation par rapport à une perturbation de 20 % de chacun des coefficients de la matrice d'interaction

4.2.3.2 Résultats à partir des champs expérimentaux

La méthode de recalage mise en place en considérant uniquement un écart en déplacement ne permet pas d'obtenir une réponse macroscopique réaliste (Figure 4.12). D'autre part, les coefficients de la matrice d'interaction ont une influence sur l'effort obtenu par homogénéisation (Figure 4.16), nous avons alors cherché à identifier une combinaison de ces coefficients n'induisant pas de modification du comportement macroscopique. Pour cela, considérons le Hessien $[\boldsymbol{H}_F]$ de l'algorithme de résolution du problème d'identification par homogénéisation des coefficients (défini par l'équation (3.24)). Les vecteurs propres associés aux deux plus faibles valeurs propres de $[\boldsymbol{H}_F]$ indiquent les deux directions de recherche des paramètres ayant la plus faible influence sur l'effort calculé par homogénéisation. Cela permet d'obtenir dans l'espace des paramètres les deux premières relations entre les coefficients de la matrice d'interaction du système (4.19). Le coefficient h_1 intervenant directement dans la pente à l'origine de l'écrouissage isotrope, nous choisissons de le fixer à sa valeur de référence, soit $\delta h_1 = 0$. Le système d'équations garantissant l'invariance du comportement effectif s'écrit alors :

$$\begin{cases} 0.02\delta h_2 + 0.37\delta h_3 - 0.89\delta h_4 - 0.01\delta h_5 + 0.27\delta h_6 &= 0 \\ 0.22\delta h_2 + 0.81\delta h_3 + 0.38\delta h_4 - 0.38\delta h_5 + 0.06\delta h_6 &= 0 \\ \delta h_1 &= 0 \end{cases} \tag{4.19}$$

Ainsi, l'identification des coefficients de la matrice d'interaction est réalisée en minimisant la fonction coût en déplacement avec l'algorithme présenté précédemment (équation (4.4)) par rapport aux coefficients h_2, h_4 et h_5 et en contraignant le problème avec le système d'équation (4.19). Les variables h_2, h_4 et h_5 ont été préférées à h_3 et h_6 car elles induisent une plus grande sensibilité sur les champs de déplacement simulés. Les résultats de l'identification sont présentés en Figure 4.17. La convergence est atteinte en quelques itérations de l'algorithme et elle conduit à une diminution de la fonction coût χ_u de 0.22, ce qui est relativement faible. La Figure 4.17b montre l'évolution correspondante des paramètres au cours des itérations. Les paramètres ont pra-

tiquement atteint leur valeur à convergence en moins de dix itérations, seuls quelques ajustements mineurs ont impliqué les itérations suivantes.

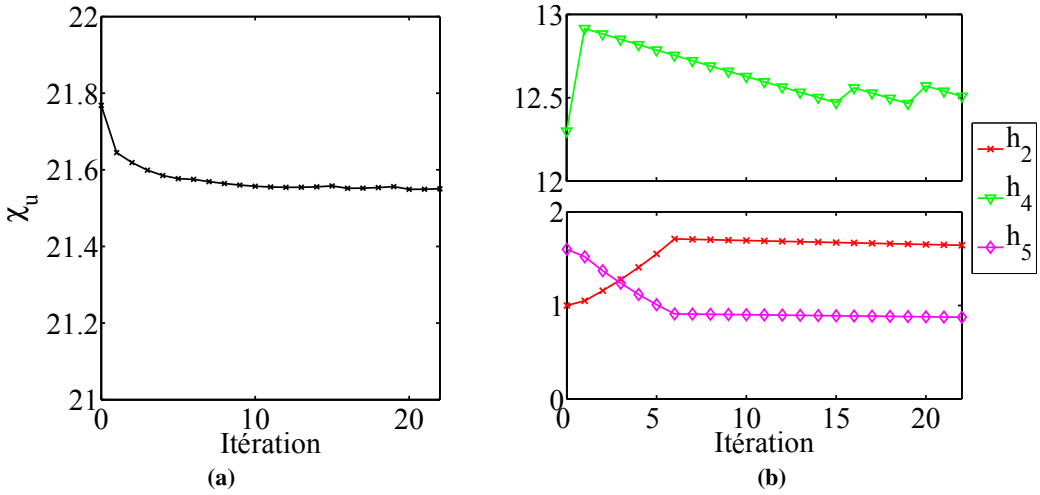


FIGURE 4.17 – Evolution au cours des itérations de l'identification de la foncton coût χ_u (a) et de la valeur des paramètres identifiés (b)

Le Tableau 4.3 donne la valeur de l'ensemble des coefficients de la matrice d'interaction à convergence. Par rapport à l'état de référence, plusieurs constats peuvent être faits sur le poids relatif entre ces coefficients ainsi identifiés. On observe tout d'abord une légère augmentation de h_4 décrivant les interactions colinéaires qui reste le terme prédominant. La part des interactions coplanaires (h_2) augmente et se démarque alors de l'auto-écrouissage (h_1). En contre partie, la légère prédominance des jonctions glissiles est effacée avec une diminution de h_5 qui devient inférieur à h_1, h_2 et h_6. On observe également une forte augmentation de h_6 rendant compte des verrous de Lomer et une forte diminution de h_3 modélisant les jonctions de Hirth. S'il est difficile de valider ces résultats étant donné le faible nombre de travaux portant sur l'étude de ces coefficients, ils nous offrent néanmoins de précieuses indications sur la part des différentes interactions entre les systèmes de glissement pour permettre la description la plus réaliste possible des champs cinématiques à l'échelle de la microstructure. Ils nous permettent également d'apporter un regard critique sur les choix empiriques parfois adoptés pour déterminer ces coefficients.

	h_1	h_2	h_3	h_4	h_5	h_6
Valeur initiale	1.00	1.00	0.60	12.3	1.60	1.30
Valeur identifiée	1.00	1.64	0.10	12.5	0.87	2.60

TABLEAU 4.3 – Valeur des coefficients de la matrice d'interaction de référence et identifiés pour la microstructure A_{70}

Nous pouvons vérifier *a posteriori* que le comportement macroscopique n'est pas affecté par l'identification à l'échelle microscopique des coefficients. La Figure 4.18 compare la courbe contrainte-déformation obtenue par homogénéisation avant l'identification et à convergence et ne montre pratiquement aucune évolution entre ces deux courbes. Le faible écart observé se justifie par le fait que le système d'équations (4.19), utilisé pour garantir l'invariance du comportement effectif, est une solution numérique approchée.

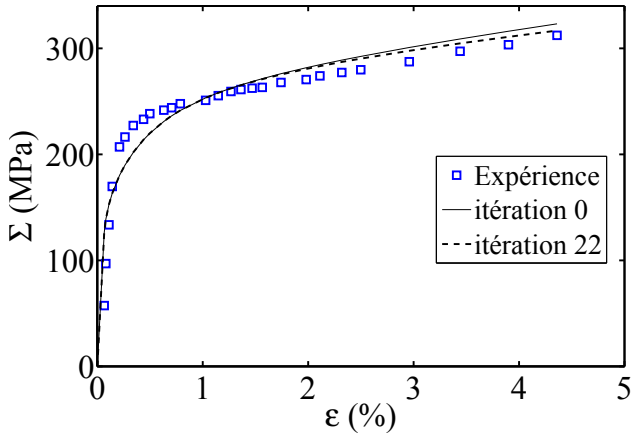


FIGURE 4.18 – Comparaison entre la courbe contrainte-déformation expérimentale et celle obtenue par homogénéisation avec le jeu de paramètres initial, et avec celui à convergence de l'identification des coefficients de la matrice d'interaction

Les coefficients de la matrice d'interaction entre systèmes de glissement ont ainsi été identifiés par la minimisation de l'écart des champs de déplacement simulés par rapport à ceux mesurés, tout en conservant le comportement homogène au plus proche du comportement macroscopique expérimental. Pour aller plus loin, il serait intéressant d'étudier l'influence de la taille de grain sur les valeurs identifiées en réalisant cette même identification avec les quatre autres microstructures.

La méthode d'identification proposée permet donc d'optimiser des paramètres influents sur la réponse microstructurale à comportement effectif constant. Il est important de rester prudent sur l'appréciation des résultats obtenus étant donné la faible diminution de la fonction coût χ_u. Les coefficients de la matrice d'interaction intervenant dans la loi de comportement ne permettent pas à eux seuls d'expliquer l'écart entre le modèle et l'expérience à l'échelle microstructurale en termes de champs de déplacement. Les autres paramètres de l'écrouissage isotrope (r_0, b et q) utilisés ici ont été fixés à leur valeur identifiée par homogénéisation. En effet, leur identification par la méthode proposée ne permet pas de prédire un comportement homogène réaliste. Nous souhaitons néanmoins pouvoir les identifier par rapport à la réponse à l'échelle de la microstructure, tout en garantissant une réponse macroscopique réaliste. C'est pourquoi une seconde méthode d'identification est proposée dans une dernière partie, basée à la fois sur les champs de déplacement et sur le comportement macroscopique.

4.3 Identification à partir de champs de déplacement et d'efforts

4.3.1 Méthode proposée

La seconde méthode d'identification propose la minimisation par rapport à un jeu de paramètre $\boldsymbol{p}$ d'une fonction coût χ_T qui est le couplage de deux critères de moindres carrés, l'un portant sur les champs de déplacement à l'échelle de la microstructure, noté χ_u et utilisé dans la partie précédente, et l'autre portant sur les efforts macroscopiques, noté χ_F et utilisé au chapitre précédent pour l'identification par homogénéisation, telle que

$$\chi_T^2(\boldsymbol{p}) = (1-w)\chi_u^2 + w\chi_F^2 \tag{4.20}$$

où w est un poids à choisir entre 0 et 1. Avec les expressions de χ_u^2 et de χ_F^2, la fonction coût à minimiser devient

$$\chi_T^2(\boldsymbol{p}) = (1-w)\frac{1}{2\eta_f^2 N_{ddl} N_t}\sum_t \{\boldsymbol{\delta u}\}_t^T [\boldsymbol{M}] \{\boldsymbol{\delta u}\}_t + w\frac{1}{\eta_F^2 N_t}\{\boldsymbol{\delta F}\}^T\{\boldsymbol{\delta F}\} \tag{4.21}$$

avec

$$\{\boldsymbol{\delta F}\} = \{\boldsymbol{F}_m\} - \{\boldsymbol{F}_c(\boldsymbol{p})\} \tag{4.22}$$

où $\{\boldsymbol{F}_m\}$ est le vecteur contenant l'effort appliqué expérimentalement à tous les pas de temps t et $\{\boldsymbol{F}_c\}$ celui obtenu par homogénéisation avec le modèle Berveiller et Zaoui et avec la valeur courante des paramètres. Rappelons que l'utilisation de ce modèle a été choisie pour pallier le fait que le calcul sur la microstructure expérimentale permettant d'accéder au champ de déplacement ne fait pas toujours intervenir un volume élémentaire représentatif et que l'approche 2D semble sous-estimer la contrainte macroscopique (observation faite en partie 3.4.5). Comme précédemment, $\{\boldsymbol{\delta u}\}_t$ est le vecteur contenant l'écart entre les champs de déplacement mesuré et calculé à tous les pas de temps et à tous les nœuds du maillage. Le nombre de degrés de liberté N_{ddl} et le nombre de pas de temps N_t permettent de normer $\{\boldsymbol{\delta u}\}_t$ et $\{\boldsymbol{\delta F}\}$. L'incertitude du capteur d'effort expérimental η_F est utilisée ici pour adimensionner χ_F. Elle a été estimée à 1 N. Ceci explique en particulier le fait que l'identification des coefficients de la matrice d'interaction (partie 4.2.3.1) n'ait pas utilisé la mesure d'effort.

Le poids w est le paramètre de couplage de cette méthode de recalage, déjà introduite dans un autre travail pour l'identification des paramètres de la loi Ramberg-Osgood [Mathieu *et al.*, 2014]. Pour $w = 0$, l'identification est uniquement basée sur les champs de déplacement, il s'agit alors de la méthode mise en place dans la partie précédente. Pour $w = 1$, l'identification est uniquement basée sur les efforts et correspond à l'identification par homogénéisation utilisée dans le chapitre précédent. Avec une valeur de w entre ces deux bornes, une pondération est ainsi réalisée entre les deux approches d'identification. Etant donné que les deux critères χ_u et χ_F sont déjà chacun pénalisés par l'incertitude de mesure, le choix naturel est de ne pas privilégier une information par rapport à une autre ($w = 0.5$). Cependant, nous verrons que ce choix mène à une solution très proche du cas $w = 1$ et nous analyserons par la suite l'influence de ce paramètre sur les valeurs

des paramètres identifiés pour déterminer la valeur de w permettant de répondre au mieux aux objectifs fixés dans ce travail.

La résolution du problème de minimisation de la fonction coût total χ_T est réalisée itérativement par la méthode de Gauss-Newton. Celle-ci ne considère pas la régularisation du Hessien introduite dans la méthode de Levenberg-Marquardt utilisée précédemment. Nous avons en effet constaté qu'une telle régularisation n'était plus nécessaire si $w > 0$, car le couplage entre les deux fonctionnelles permet de pallier une éventuelle singularité du Hessien $[\boldsymbol{H}_u]$. A chaque itération n de la méthode de résolution, l'incrément des paramètres $\{\boldsymbol{\delta p}^{(n)}\}$ est déterminé par

$$((1-w)[\boldsymbol{H}_u^{(n-1)}] + w[\boldsymbol{H}_F^{(n-1)}])\{\boldsymbol{\delta p}^{(n)}\} = (1-w)[\boldsymbol{N}_u^{(n-1)}] + w[\boldsymbol{N}_F^{(n-1)}] \tag{4.23}$$

avec les matrices Hessiennes telles que

$$[\boldsymbol{H}_u^{(n-1)}] = \frac{1}{2\eta_f^2 N_{ddl} N_t} \sum_t [\boldsymbol{S}_u^{(n-1)}]_t^T \, [\boldsymbol{M}] \, [\boldsymbol{S}_u^{(n-1)}]_t \tag{4.24}$$

$$[\boldsymbol{H}_F^{(n-1)}] = \frac{1}{\eta_F^2 N_t} [\boldsymbol{S}_F^{(n-1)}]^T [\boldsymbol{S}_F^{(n-1)}] \tag{4.25}$$

et les matrices du second membre définies par

$$[\boldsymbol{N}_u^{(n-1)}] = \frac{1}{2\eta_f^2 N_{ddl} N_t} \sum_t [\boldsymbol{S}_u^{(n-1)}]_t^T \, [\boldsymbol{M}] \, \{\boldsymbol{\delta u}\}_t \tag{4.26}$$

$$[\boldsymbol{N}_F^{(n-1)}] = \frac{1}{\eta_F^2 N_t} [\boldsymbol{S}_F^{(n-1)}]^T \{\boldsymbol{\delta F}\} \tag{4.27}$$

Pour rappel, $[\boldsymbol{S}_u^{(n-1)}]_t$ et $[\boldsymbol{S}_F^{(n-1)}]$ sont les matrices de sensibilité respectivement du champ de déplacement calculé au pas de temps t et de l'effort homogénéisé, évaluées à chaque itération de l'algorithme.

4.3.2 Etude sur un cas-test

Avant de mettre en application cette seconde méthode d'identification à partir des mesures réalisées sur les microstructures expérimentales, nous proposons de l'étudier sur le cas-test numérique utilisé pour la validation de la première méthode (voir partie 4.2.2.2). Pour rappel, ce cas-test porte sur une microstructure simplifiée avec un nombre réduit de degrés de liberté (maillage présenté en Figure 4.4) et de pas de temps. Le calcul est cette fois-ci conduit jusqu'à une déformation macroscopique de 5 %. Le test consiste à identifier les valeurs de référence d'un jeu de paramètres initialement fixés à des valeurs quelconques. Les champs de déplacement et la courbe macroscopique « expérimentaux » sont issus d'un calcul par éléments finis sur la microstructure, respectivement d'un calcul d'homogénéisation, avec le jeu de paramètres de référence. Nous travaillons ici avec $w = 0.5$ afin de donner un poids équivalent aux deux fonctionnelles.

Dans un premier temps, nous proposons d'identifier les paramètres r_0 et q de l'écrouissage isotrope, en conservant les autres paramètres fixés à leur valeur de référence. La Figure 4.19 présente l'évolution au cours des itérations des deux fonctionnelles, du comportement effectif et des paramètres, en initialisant ces derniers avec un écart d'environ 20 % par rapport à leur valeur de référence. Aucun bruit de mesure n'est considéré sur le champ de déplacement ou sur la courbe contrainte-déformation de référence dans cette étude. En conséquence χ_u et χ_F peuvent atteindre des valeurs inférieures à 1. La convergence est rapide, seules 4 itérations sont alors nécessaires pour identifier les paramètres avec une erreur absolue de 10^{-4} MPa. On observe en particulier qu'il suffit d'une itération pour que le paramètre r_0 soit pratiquement identifié et de deux itérations pour q et le comportement macroscopique. Ainsi, cet exemple simple permet de valider le fonctionnement de la méthode de recalage.

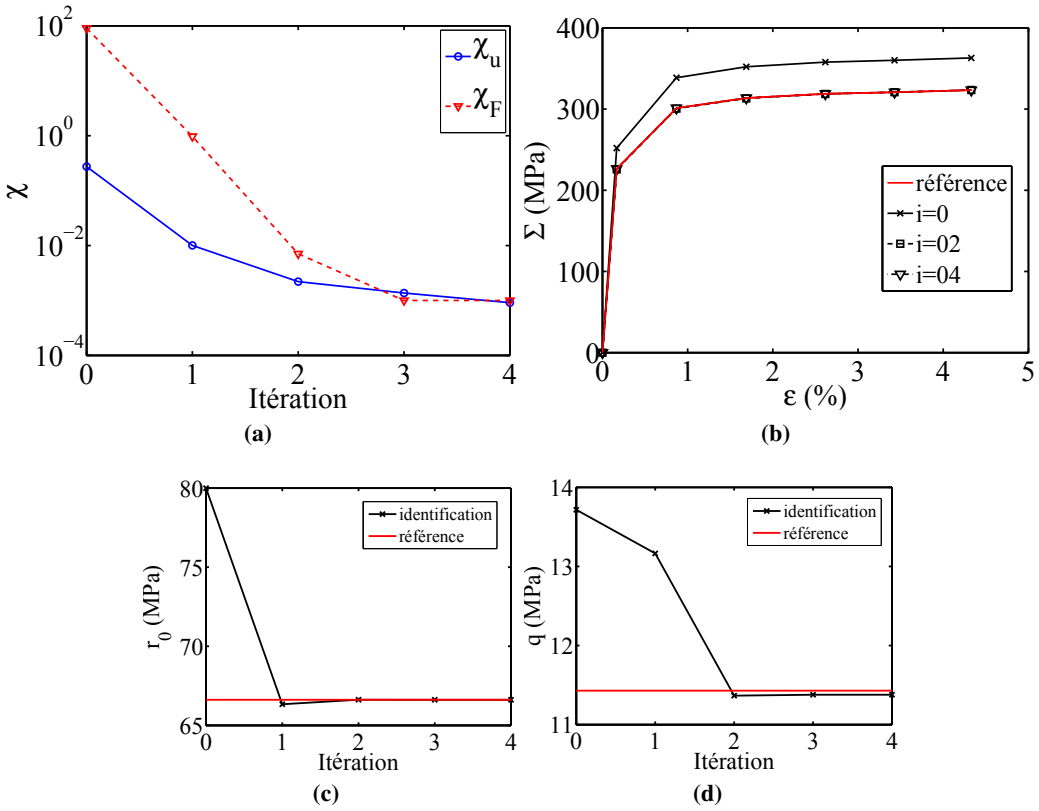


FIGURE 4.19 – Evolution des fonctionnelles χ_u et χ_F (a), de la courbe contrainte-déformation macroscopique (b) et des paramètres r_0 (c) et q (d), au cours des itérations i de l'identification avec $w = 0.5$

Dans un second temps, nous cherchons à tester la robustesse de cette méthode. Pour cela, le test, présenté dans [Guery *et al.*, 2014c], vise maintenant à identifier simultanément les valeurs de référence des paramètres r_0, q et b de l'écrouissage isotrope. La difficulté réside dans le fait que q et b sont fortement couplés et que la sensibilité à ces paramètres du calcul par éléments finis sur la microstructure ou du calcul d'homogénéisation est identique (voir partie 4.2.2.1). Initialement, ces trois paramètres sont fixés avec un écart d'environ 20 % par rapport à leur valeur de référence.

Comme précédemment, un poids $w = 0.5$ est choisi pour ne pas favoriser l'une ou l'autre des fonctionnelles. La Figure 4.20 présente les résultats de l'identification. Le problème est résolu en 20 itérations avec une erreur absolue de 10^{-4} sur chaque paramètre à convergence. On observe que r_0 est le premier paramètre à être identifié. Le comportement effectif est de même identifié rapidement, comme nous pouvons l'observer en Figure 4.20b à la dixième itération. On retrouve sur les Figures 4.20d et 4.20e le fait que les paramètres q et b sont anti-corrélés : une diminution de l'un implique une augmentation de l'autre. Ainsi, au cours des premières itérations, ces deux paramètres ne convergent pas vers la solution, alors que les deux fonctionnelles χ_u et χ_F diminuent. Cependant, cette tendance s'inverse ensuite, une fois que le paramètre r_0 est suffisamment proche de sa valeur de référence et que le comportement effectif est pratiquement recalé.

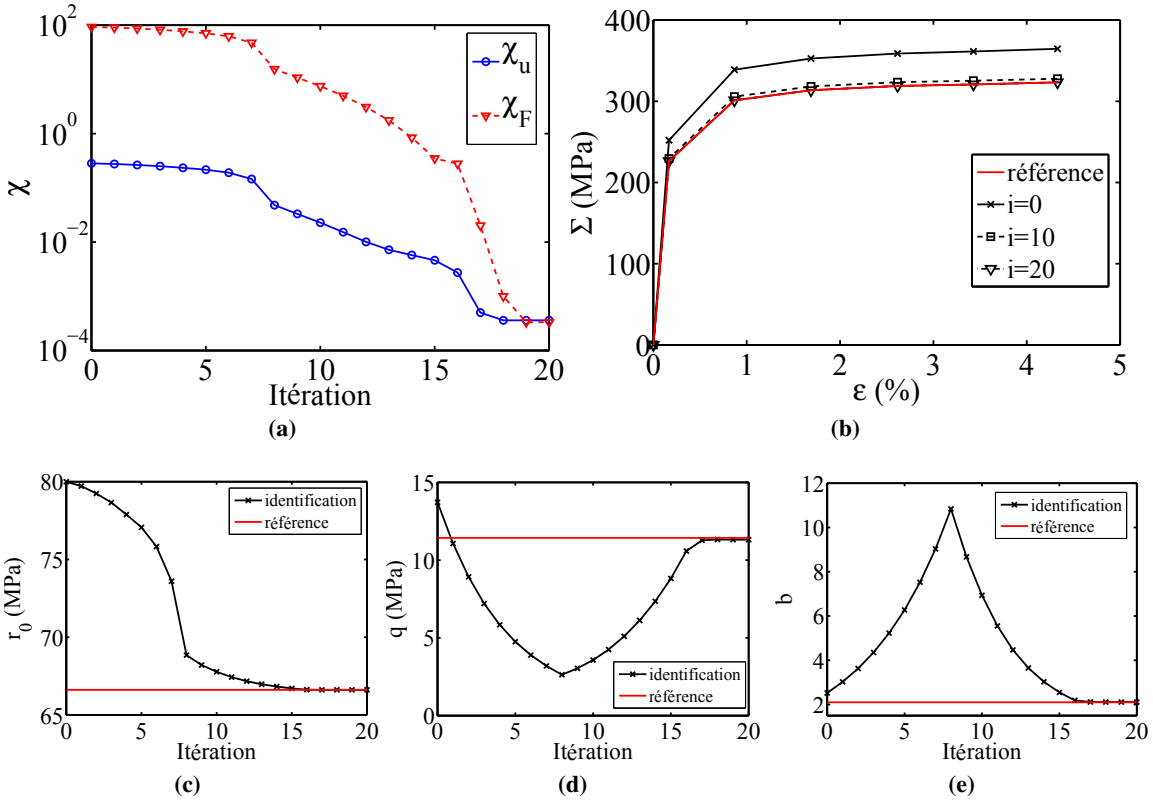


FIGURE 4.20 – Evolution des fonctionnelles χ_u et χ_F (a), de la courbe contrainte-déformation macroscopique (b) et des paramètres r_0 (c), q (d) et b (e), au cours des itérations i de l'identification avec $w = 0.5$

Ces deux tests nous ont ainsi montré que la méthode d'identification proposée était particulièrement performante et robuste. En réalisant la même étude avec différentes valeurs du poids w, les mêmes tendances sont obtenues pour l'évolution des paramètres de la Figure 4.20, seule la vitesse de convergence varie : avec le même jeu initial et pour la même erreur absolue sur les paramètres à convergence, 13 itérations sont requises avec $w = 0$ (soit uniquement χ_u), contre 22 itérations avec $w = 1$ (soit uniquement χ_F). Ainsi, dans ce cas-test, la fonctionnelle sur les efforts est défavorable à l'identification. Ceci est la conséquence du fait que χ_F est initialement beaucoup

plus grande que χ_u (de deux ordres de grandeur). Deux facteurs contribuent à ce résultat : la plus forte sensibilité du calcul d'homogénéisation à une variation des paramètres et le faible nombre de degrés de liberté pour le calcul par éléments finis. Dans le cas réel, nous verrons que cette tendance n'est plus vraie.

4.3.3 Paramètres d'écrouissage isotrope

Nous proposons maintenant d'appliquer cette seconde méthode à l'identification des paramètres d'écrouissage isotrope de la loi de Méric et Cailletaud. Comme précédemment, nous cherchons à identifier le paramètre r_0 et le produit qb en gardant q fixé à sa valeur de référence. En considérant tout d'abord un poids équivalent entre les deux fonctions coûts, c'est-à-dire en choisissant $w = 0.5$, une contribution identique entre les champs de déplacement microstructuraux et le comportement macroscopique est espérée. Néanmoins, on constate alors une très faible évolution du problème d'identification. Pour la microstructure A_{70}, l'algorithme converge en 5 itérations, offrant un gain négligeable de 0.07 sur χ_u et de 0.01 sur χ_F. La limite d'écoulement r_0 passe de 50 MPa à 49 MPa, et le paramètre b de 1.20 à 1.23. Cela dépend de la valeur initiale des paramètres. Les évolutions observées ici sont faibles car les valeurs initiales sont obtenues en résolvant le problème d'homogénéisation (pour $w = 1$). Sur la Figure 4.21 on observe de même pratiquement aucune évolution de la courbe contrainte-déformation simulée. Le problème d'identification proposé semble donc être trop contraint. Le couplage avec la fonction coût portant sur les efforts χ_F ne permet pratiquement aucune évolution de la fonction coût portant sur les déplacements χ_u.

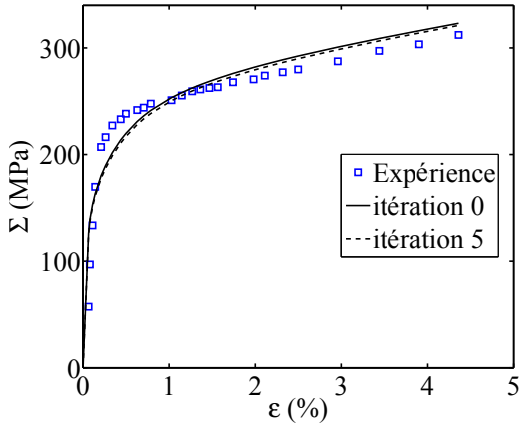


FIGURE 4.21 – Comparaison entre la courbe contrainte-déformation expérimentale, et celle obtenue par homogénéisation avec le jeu de paramètres initial et avec celui à convergence de l'identification réalisée avec $w = 0.5$

Pour permettre à la méthode d'identification de s'écarter davantage des valeurs initiales et pour donner plus de poids au champ de déplacement, nous proposons de relancer l'étude avec différentes valeurs de w (0.1, 0.01 et 0.001) et en partant du même jeu de paramètres initial identifié par homogénéisation. Les résultats obtenus sont présentés en Figure 4.22. Comme attendu, plus w est petit, plus la solution tend vers celle obtenue avec la fonctionnelle χ_u seule (présentée en Figure 4.8). Le niveau de χ_u atteint à convergence est d'autant plus faible que la valeur de w est petite mais en contre-partie la valeur de χ_F augmente fortement. Valant initialement 21.78

à l'itération 0, la fonction coût χ_u converge à la valeur de 20.95 pour $w = 0.1$, de 18.32 pour $w = 0.01$ et de 18.28 pour $w = 0.001$. L'impact de w sur χ_F apparaît clairement plus important que sur χ_u : par exemple entre $w = 0.1$ et $w = 0.01$ le gain sur χ_u est de 2.63 alors que la perte sur χ_F est de 36.9. On observe cependant une faible différence entre le cas $w = 0.01$ et $w = 0.001$.

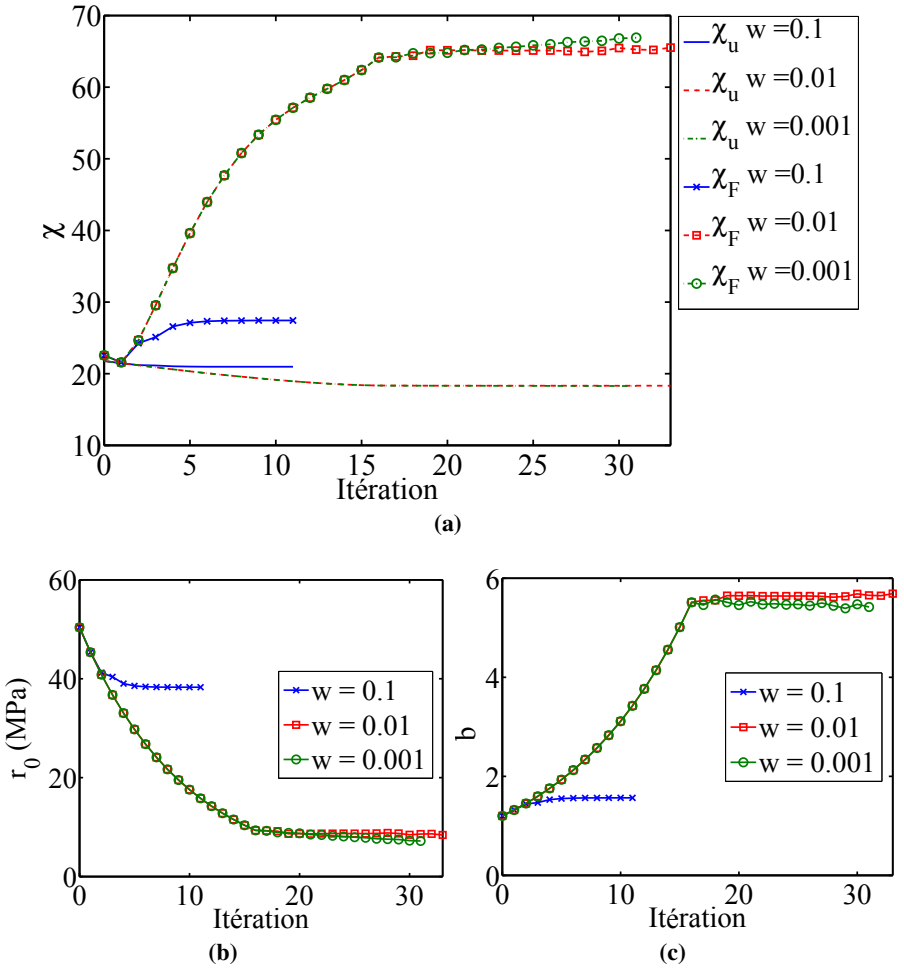


FIGURE 4.22 – Evolution des fonctions coûts χ_u et χ_F (a) et de la valeur des paramètres r_0 (b) et de b (c) au cours des itérations de l'identification réalisée avec $w = 0.1$, $w = 0.01$ et $w = 0.001$ sur la microstructure A_{70}

En termes de comportement effectif, plus la valeur de w est faible plus on laisse de liberté à la courbe contrainte-déformation obtenue par homogénéisation de s'éloigner de la courbe expérimentale (voir Figure 4.23). Si les courbes obtenues pour $w = 0.01$ et $w = 0.001$ ne sont clairement plus représentatives du comportement macroscopique expérimental pour cette microstructure, l'écart entre la courbe obtenue pour $w = 0.1$ et la courbe expérimentale reste raisonnable. On observe en particulier une bonne correspondance entre ces deux courbes pour un niveau de déformation supérieur à 2 %. Néanmoins, il s'agit ici d'un jugement assez subjectif, il serait intéressant de définir un critère de tolérance quantifiable pour valider ou invalider le comportement macroscopique simulé par le modèle d'homogénéisation.

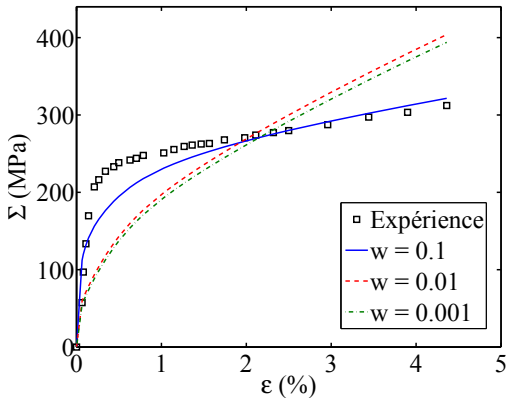


FIGURE 4.23 – Comparaison entre la courbe contrainte-déformation expérimentale, et celle obtenue par homogénéisation à convergence de l'identification sur la microstructure A_{70} pour différentes valeurs de w

Les valeurs des paramètres r_0 et b obtenues à convergence sont présentées en fonction de la valeur de w en Figure 4.24. On obtient ainsi une gamme de valeurs pour ces deux paramètres comprises entre l'identification uniquement par homogénéisation ($w = 0$) et celle uniquement basée sur les champs de déplacement à l'échelle de la microstructure ($w = 1$).

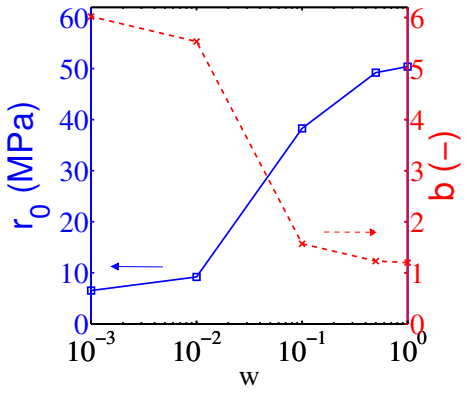


FIGURE 4.24 – Valeurs des paramètres r_0 et b identifiés sur la microstructure A_{70} en fonction de la valeur de w

La Figure 4.25 compare l'écart entre les champs de déplacement mesuré et simulé avant identification et à convergence en fonction de la valeur de w choisie. L'écart est représenté au dernier pas de temps (soit pour une déformation macroscopique d'environ 5 %). Pour faciliter la comparaison, la même dynamique des déplacements est imposée sur ces figures pour chacune des directions. Quelle que soit la valeur de w, on a globalement un gain sur l'écart entre les déplacements sur l'ensemble des pas de temps. Plus la valeur de w est petite, plus on permet une réduction de cet écart. Au dernier pas de temps, ceci se traduit par une amélioration pour la composante dans la direction de traction δu_y à tous les points de l'espace et par une dégradation pour la composante dans la direction transverse δu_x dans une partie de la microstructure. L'écart entre les champs de

déplacement obtenus à convergence est une solution intermédiaire entre l'écart à l'état initial avant convergence ($w = 0$) et celui à convergence ($w = 1$) (Figure 4.9).

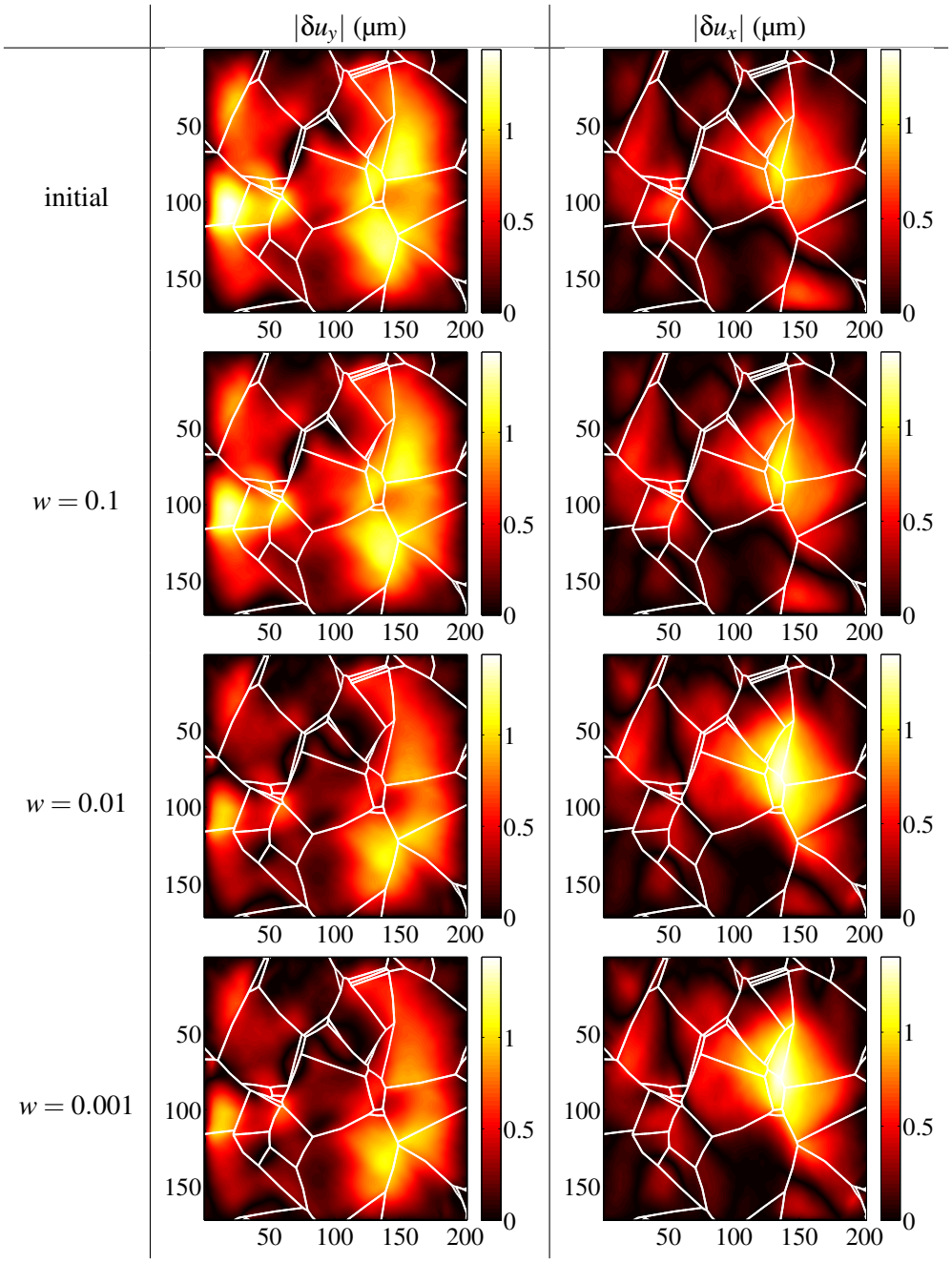


FIGURE 4.25 – Ecart en valeur absolue entre les champs de déplacement mesuré et simulé avant l'identification et à convergence pour les différentes valeurs de w, suivant les directions longitudinale y et transverse x et pour une déformation macroscopique d'environ 5 %. Les axes spatiaux sont exprimés en micromètres

L'identification par approche inverse est généralement un problème mal posé car l'unicité de la solution n'est pas garantie. Ce point est mis en évidence en Figure 4.26 où sont comparés les résultats de l'identification des paramètres r_0 et b avec $w = 0.01$ mais pour deux points de départ de l'algorithme différents : le calcul 1 est celui présenté précédemment utilisant les paramètres identifiés par homogénéisation comme jeu initial, alors que le calcul 2 propose un jeu initial écarté de 20 % par rapport à ces valeurs de référence.

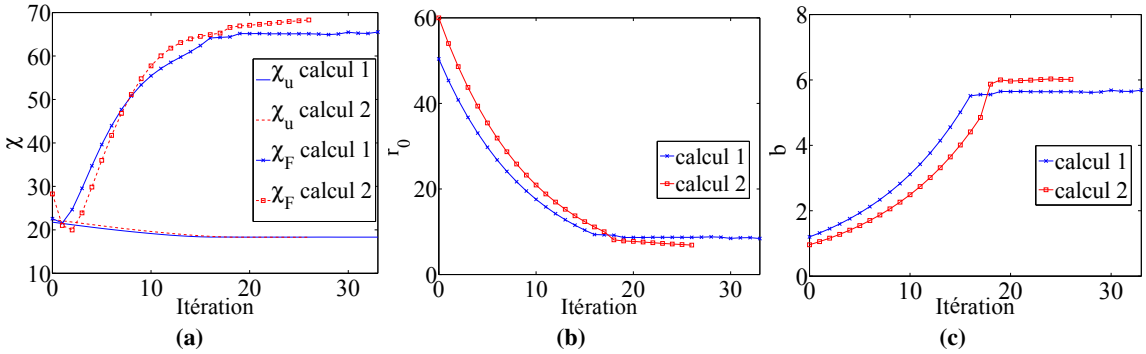


FIGURE 4.26 – Evolution des fonctons coûts χ_u et χ_F(a) et de la valeur de r_0 (b) et de b (c) au cours des itérations de l'identification avec $w = 0.01$ pour deux jeux de paramètres (r_0, b) initiaux différents

On observe alors une variation non négligeable à convergence des deux calculs sur la fonctionnelle χ_F de 3.64, ainsi que sur la valeur des paramètres identifiés, de 1.5 MPa sur r_0 et de 0.33 sur b. Ces écarts représentent respectivement 10 % et 5 % des valeurs identifiées par le calcul 1, ce qui est relativement faible par rapport à l'écart sur les valeurs initiales. Notons que le calcul 2 a convergé pour une valeur plus grande de la fonctionnelle totale χ_T que le calcul 1 (19.44 contre 19.35), les paramètres identifiés à l'issue de ce calcul représentent donc une solution légèrement moins satisfaisante. Une différence négligeable de 0.03 est en revanche obtenue sur la valeur de la fonctionnelle χ_u. Ces résultats sont plutôt satisfaisants et montrent que la méthode d'identification est assez robuste. Pour compléter ces observations, il serait intéressant de quantifier plus précisément cette incertitude autour des paramètres identifiés en lien avec la méthode de recalage grâce à une approche statistique.

Par ailleurs, nous avons étudié l'influence de la taille moyenne des grains de la microstructure mise en jeu sur les paramètres identifiés avec la méthode de recalage proposée. Cette étude a été réalisée pour une valeur donnée du poids w. Nous avons alors choisi $w = 0.1$ car cette pondération nous a paru être un bon compromis pour permettre à la fois une minimisation de la fonctionnelle χ_u tout en conservant un comportement macroscopique acceptable par rapport au comportement expérimental. Comme précédemment, les paramètres r_0 et le produit qb ont été identifiés en conservant le paramètre q fixé à sa valeur identifiée par homogénéisation. L'évolution des fonctionnelles et des paramètres est présentée en Figure 4.27.

Pour ces quatre microstructures, une faible diminution de la fonction coût χ_u est obtenue. On observe en parallèle soit une dégradation de la fonction coût χ_F, pour les microstructures A_{70} et C_{10}, soit une amélioration, pour les microstructures D_{50} et E_{1000+}. Il est intéressant également de remarquer la forte variation sur la valeur de ces fonctionnelles à l'état initial ou à convergence. La

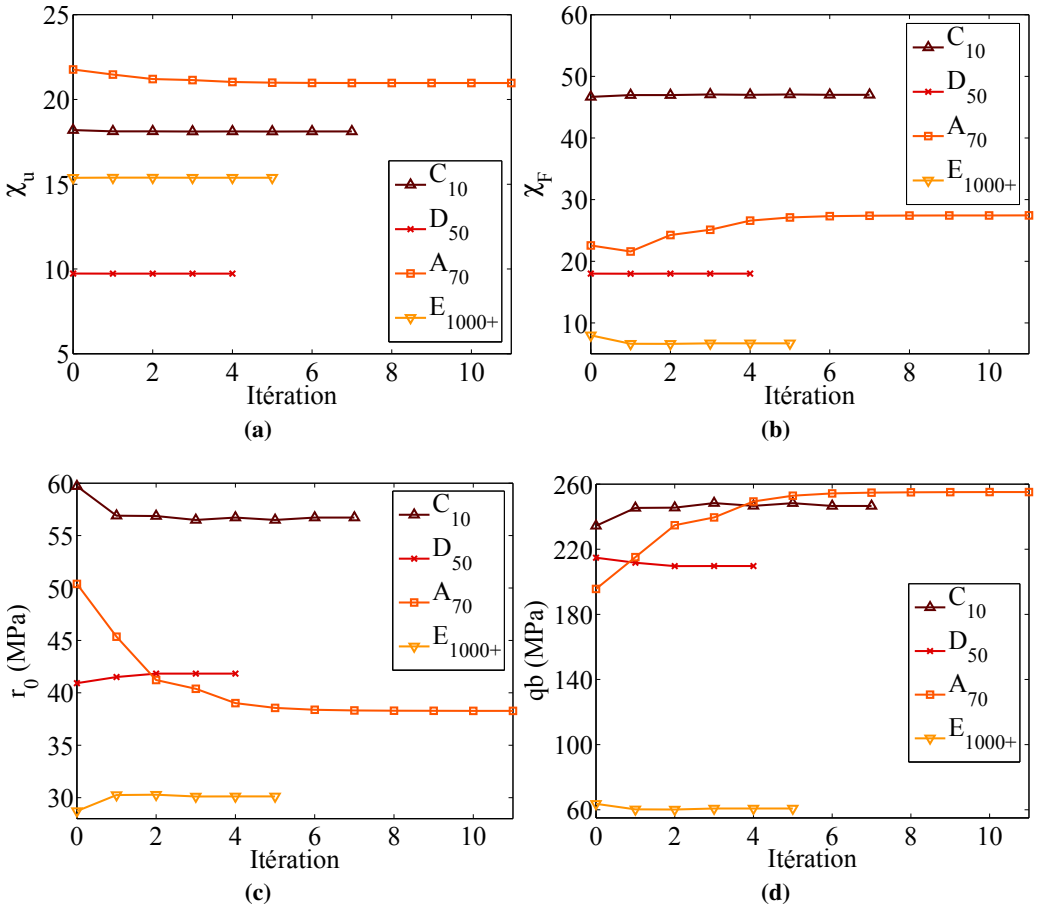


FIGURE 4.27 – Evolution de χ_u (a), de χ_F (b), de r_0 (c) et du produit qb (d) au cours des itérations de l'identification de r_0 et b avec $w = 0.1$ pour différentes tailles moyennes de grain

qualité de la prévision de la simulation relativement à l'incertitude de mesure n'est clairement pas identique pour les quatres microstructures. En termes de comportement macroscopique, c'est la microstructure E_{1000+} qui conduit à la meilleure concordance entre le calcul d'homogénéisation et la courbe contrainte-déformation macroscopique expérimentale. En termes de comportement local, le plus faible écart entre la simulation et les champs mesurés est obtenu pour la microstructure D_{50}. C'est également cette microstructure qui donne la meilleure prévision globale (par rapport à χ_T). Cependant, même avec les paramètres optimisés, les niveaux de χ_u et de χ_F sont encore loin de 1 et donc d'un écart entre la mesure et la prévision comparable à l'incertitude de mesure. Cet écart « résiduel » correspond à l'erreur de modélisation. Il pourrait être réduit en considérant par exemple d'autres hypothèses de modélisation (passage à une modélisation 3D) ou d'autres lois de comportement.

Le Tableau 4.4 rassemble les valeurs des paramètres ainsi identifiés. A l'exception de la microstructure A_{70}, les paramètres évoluent relativement peu par rapport à leur valeur de référence identifiée par homogénéisation au chapitre précédent. Aucune tendance liée à la taille de grain n'est mise en évidence sur l'évolution des paramètres lorsque les champs de déplacement sont ajoutés

dans la méthode d'identification. La diminution de la limite d'écoulement r_0 avec l'augmentation de la taille de grain observée après identification par homogénéisation est toujours constatée après la minimisation de le fonctionnelle totale χ_T. Cependant, la diminution du produit qb, donc de la cission à saturation, avec l'augmentation de la taille de grain n'est plus rigoureusement vérifiée étant donnée la forte valeur de ce produit identifiée pour la microstructure A_{70}.

	r_0 (MPa)		b (-)		qb (MPa)	
Eprouvette	référence	identifié	référence	identifié	référence	identifié
C_{10}	60	56	1.20	1.27	234	248
D_{50}	41	42	1.20	1.17	215	209
A_{70}	50	38	1.20	1.57	196	254
E_{1000+}	29	30	0.40	0.38	64	61

TABLEAU 4.4 – Valeurs des paramètres d'écrouissage isotrope identifiés avec $w = 0.1$ pour différentes tailles moyennes de grain

Nous proposons d'identifier la loi Hall-Petch à partir des valeurs de la limite d'écoulement r_0. Pour rappel, une relation entre r_0 et la taille moyenne de grain d est alors recherchée sous la forme

$$r_0 = c_1 + \frac{c_2}{\sqrt{d}} \tag{4.28}$$

avec c_1 une constante et c_2 le facteur de Hall-Petch. Les résultats de la régression linéaire réalisée avant et après l'identification de r_0 avec $w = 0.1$ sont présentés en Figure 4.28. Nous obtenons $c_1 = 30$ MPa et $c_2 = 0.10$ MPa.m$^{1/2}$ avant identification et $c_1 = 28$ MPa et $c_2 = 0.09$ MPa.m$^{1/2}$ après. Il est particulièrement intéressant de noter que les valeurs de r_0 identifiées pour les différentes microstructures conduisent à une meilleure description de la loi Hall-Petch à l'échelle

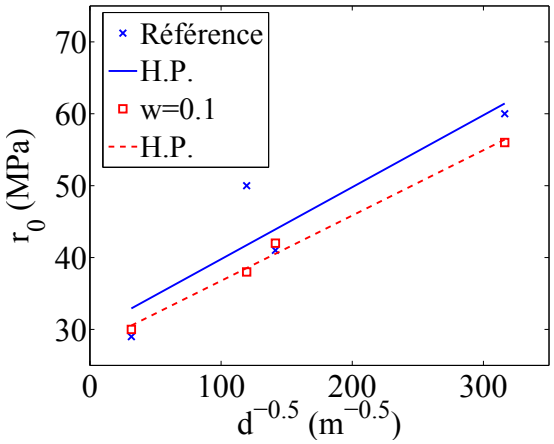


FIGURE 4.28 – Identification de la loi Hall-Petch (H.P.) à partir des valeurs de le limite d'écoulement r_0 (points) de référence (identifiées par homogénéisation) et de celles identifiées avec $w = 0.1$

des systèmes de glissement. En effet, le coefficient de corrélation est de 0.99 avec ces valeurs contre 0.91 pour les valeurs de référence. Ces premiers résultats d'identification proposent ainsi une valeur optimisée des paramètres d'écrouissage isotrope de la loi de Méric et Cailletaud pour la modélisation de la microstructure choisie et pour différentes tailles de grain.

La prise en compte simultanée du comportement local et macroscopique introduit dans la méthode d'identification offre un levier pour l'utilisateur permettant de donner plus ou moins d'importance à l'une ou à l'autre de ces deux échelles. La valeur des paramètres identifiés est alors fortement dépendante du poids w choisi (Figure 4.24). Le choix d'une pondération basée uniquement sur l'incertitude de mesure des deux sources d'information (c'est-à-dire pour $w = 0.5$) ne permet pas de minimiser l'écart entre le modèle et les mesures à l'échelle microscopique. Nous avons alors « arbitrairement » choisi des valeurs plus faibles de w pour discréditer la réponse du modèle d'homogénéisation et exploiter au mieux les données microstructurales. Nous avons estimé qu'un poids $w = 0.1$ était *a posteriori* une solution satisfaisante. Une bonne manière de faire serait de conserver $w = 0.5$ mais de quantifier *a priori* l'erreur de la réponse du modèle d'homogénéisation et de la prendre en compte en plus de l'incertitude de mesure pour l'adimensionnement de χ_F. Les écarts entre la réponse du modèle d'homogénéisation et celle d'un calcul sur un agrégat polycristallin 3D observés (Figure 3.29) pourraient par exemple être considérés.

4.4 Conclusions

Nous avons présenté une méthode inverse d'identification des paramètres de lois de plasticité cristalline par recalage du modèle par éléments finis. Dans un premier temps cette méthode a uniquement été construite sur l'écart des champs de déplacement mesuré par corrélation d'images et simulé avec la modélisation 2D de la microstructure réelle proposée au chapitre précédent. Si les paramètres d'écrouissage isotrope de la loi de Méric et Cailletaud identifiés avec cette méthode permettent une prévision optimisée des champs cinématiques pour la modélisation choisie, ils impliquent une prévision peu réaliste du comportement macroscopique par le modèle d'homogénéisation de Berveiller-Zaoui. L'identification d'une combinaison des coefficients de la matrice d'interaction entre systèmes de glissement, qui est tout particulièrement intéressante de par leur méconnaissance, a néanmoins été possible sans altérer le comportement homogénéisé supposé réaliste. L'identifiabilité de ces différents paramètres avait été démontrée au préalable en considérant la sensibilité des champs de déplacement simulés par rapport à ces paramètres. Nous avons montré de plus que l'incertitude *a priori* d'identification des paramètres liée à l'incertitude de mesure était très faible, quantifiant ainsi la précision de la méthode de recalage proposée.

Pour permettre d'identifier les paramètres d'écrouissage isotrope sans pour autant conduire à une prévision irréaliste du comportement macroscopique, une seconde méthode de recalage a été proposée. Elle considère une approche multiéchelle, couplant l'écart entre les champs de déplacement mesuré et simulé à l'échelle de la microstructure à celui entre la courbe macroscopique expérimentale et celle obtenue par le modèle d'homogénéisation. La pondération introduite entre ces deux contributions au problème d'identification a été analysée. Si un poids équivalent est donné aux deux échelles relativement aux incertitudes de mesures respectives, le problème d'identification semble entièrement contrôlé par l'écart sur le comportement macroscopique. Une pénalisation de cette contribution a alors été utilisée pour proposer une gamme de valeurs identifiées pour les paramètres d'écrouissage isotrope en fonction de la part dans l'identification de chacune des deux échelles. Une quantification de l'erreur de la réponse du modèle d'homogénéisation permettrait

d'ajuster plus précisément la pondération. Néanmoins, la méthode d'identification a été appliquée pour différentes tailles moyennes de grain, pour une pondération conduisant *a posteriori* à un compromis satisfaisant par rapport à la solution aux deux échelles. Les effets de tailles de grain sur les paramètres identifiés par par homogénéisation seule, observés au chapitre précédent, sont également constatés lorsque les champs de déplacement sont en plus considérés dans la minimisation, c'est-à-dire une diminution de la limite d'écoulement lorsque la taille de grain augmente.

La méthode d'identification des paramètres a été mise en œuvre pour des hypothèses de modélisation et une loi de plasticité cristalline données. Il en résulte un écart encore conséquent entre les mesures et la réponse du modèle une fois les paramètres identifiés. C'est pourquoi, à la suite du travail proposé dans ce chapitre, il serait intéressant d'étudier la performance de la méthode proposée pour d'autres hypothèses de modélisation, en considérant par exemple la modélisation quasi 2D de la microstructure à la place de l'approche 2D, ou pour d'autres lois de comportement, comme la loi DD-CFC notamment.

Conclusions et perspectives

Les travaux présentés dans ce manuscrit de thèse avaient pour objectif de développer une méthode de corrélation d'images numériques adaptée aux mesures cinématiques dans les polycristaux afin d'identifier les paramètres de lois de plasticité cristalline. Nous avons présenté les différents éléments mis en œuvre pour permettre le couplage entre l'expérience et la simulation à l'échelle microstructurale et d'aboutir à une procédure d'identification des paramètres basée sur les mesures de champs. Ces travaux nous ont permis d'aborder de nombreuses problématiques autour de cet axe principal de recherche, en lien avec des aspects aussi bien expérimentaux que numériques.

Les mesures de champs par corrélation d'images ont été réalisées à la surface de polycristaux d'acier austénitique 316LN, sollicités au cours d'essais de traction monotone *in situ* dans un MEB. Des développements spécifiques ont été réalisés pour adapter cette technique de mesure à l'environnement du MEB : le dépôt d'un mouchetis par microlithographie, la quantification des distorsions ou encore une stratégie de corrélation d'images régularisée pour traiter de grandes amplitudes de déplacement. Un couplage entre les mesures de champs et des analyses EBSD réalisées en amont des essais a été mis en place. Les champs cinématiques ont ainsi pu être mesurés en utilisant un maillage éléments finis non-structuré s'appuyant sur les interfaces de la microstructure. Une telle stratégie permet non seulement d'assurer une cohérence entre la mesure et la cinématique observée dans les polycristaux, mais aussi d'établir un dialogue direct entre la mesure et la simulation. Les mesures de champs ont été réalisées pour différentes tailles moyennes de grain et ont permis de capitaliser une abondance d'informations expérimentales utilisée par la suite pour l'identification par approche inverse. Ces mesures représentent également une base de donnés de référence qui permettra de valider d'autres lois de plasticité cristalline.

Des effets de taille moyenne de grain ont été mis en évidence sur le comportement effectif ou sur la distribution du champ de déformation mesuré. Pour aller plus loin, il serait intéressant d'étudier des microstructures avec des tailles moyennes de grain plus petites (d'un ou de deux ordres de grandeur). Sans changer la taille moyenne de grain, des mesures de champs pourraient également être réalisées avec une plus grande résolution spatiale afin d'analyser plus en détails des phénomènes se produisant aux joints de grains. Dans tous les cas, pour descendre à des échelles sub-microniques, il faudrait alors utiliser un mouchetis plus fin, ce qui est possible avec la technique de marquage utilisée mais qui demande à être validé. De plus, les limites de résolution spatiale du MEB n'ont pas été atteintes dans ce travail, ce qui laisse présager la faisabilité de mesures de champs à des échelles plus fines.

Par ailleurs, cette approche expérimentale nous a permis d'enrichir la compréhension des mécanismes de déformation à l'échelle microstructurale. Un lien étroit entre les champs cinématiques mesurés et la microstructure a clairement été mis en évidence. C'est pourquoi nous avons étudié différents axes de recherche pour essayer d'enrichir la mesure avec les informations disponibles

sur la microstructure, avec par exemple un maillage autorisant les discontinuités des déplacements aux interfaces ou encore une régularisation mécanique de la mesure exploitant les orientations cristallographiques locales. Ces premiers résultats demandent à être complétés par des études plus approfondies. Une perspective particulièrement intéressante serait alors de réaliser des analyses EBSD tout au long de l'essai. La corrélation d'images pourrait ainsi être enrichie par des informations expérimentales sur la microstructure à tout instant, comme par exemple la connaissance locale de la rotation ou de la déformation du réseau cristallin. Cependant un tel suivi de l'essai *in situ* demande un dispositif d'essai particulier permettant l'inclinaison de l'éprouvette par rapport au détecteur et limite le niveau de déformation totale de par la planéité de la surface requise pour l'analyse EBSD. Les phénomènes aux interfaces de la microstructure que nous avons cherché à analyser par les mesures de champs sont des mécanismes 3D. Il serait alors intéressant de réaliser des mesures 3D en surface par stéréocorrélation. Néanmoins ces différentes possibilités de suivi d'essais *in situ* engendraient des temps d'acquisition plus longs, qui risquent d'entacher les champs mesurés par des phénomènes de relaxation.

Un couplage a été mis en œuvre entre les mesures et la simulation par éléments finis à l'échelle microstructurale. Pour cela, le même maillage éléments finis a été utilisé pour le calcul avec les déplacements nodaux mesurés sur le bord du domaine d'étude comme conditions aux limites. Deux lois de plasticité cristalline locales ont été étudiées, la loi de Méric et Cailletaud et la loi DD-CFC davantage basée sur la physique. Elles ont donné des prévisions très proches en termes de champs cinématiques. Par rapport aux champs expérimentaux, une identification des paramètres par homogénéisation a permis une correspondance satisfaisante entre les mesures et la simulation, validant la modélisation proposée. Ce couplage a également permis d'établir une très bonne corrélation en termes d'activité des systèmes de glissement. Néanmoins, des différences ont pu être observées généralement dans des régions proches des interfaces de la microstructure. Il serait alors intéressant de comparer les résultats obtenus en considérant des modèles de plasticité plus complexes, faisant intervenir une description des dislocations géométriquement nécessaires. De plus, l'utilisation d'une une loi de comportement spécifique pour décrire les interfaces de la microstructure est une piste de recherche qui mériterait d'être explorée.

Une modélisation 2D a été adoptée pour pallier la méconnaissance de la microstructure sous-jacente et pour son gain important en termes de temps de calcul afin de mettre en œuvre la stratégie d'identification. Néanmoins, des limites de cette modélisation ont été mises en évidence en termes des champs de contrainte prédits. Une perspective à ce travail serait alors d'étudier d'autres hypothèses de modélisation. En particulier, l'approche quasi 2D serait une solution réaliste si la microstructure présente des grains colonnaires, ce qui est par exemple le cas des aciers 308L et 309L utilisés pour le revêtement de la cuve des réacteurs. Pour étendre ce couplage à l'étude d'une microstructure expérimentale 3D, une solution consisterait par exemple à restreindre l'essai *in situ* aux petites déformations macroscopiques. La microstructure 3D faiblement déformée pourrait ensuite être reconstruite grâce à des polissages successifs couplés à des analyses EBSD, ce qui a été par exemple mis en œuvre dans les travaux de Musienko *et al.* [2007]. La microstructure réelle 3D d'un acier austénitique peut également être reconstruite par tomographie à rayons X en diffraction, mais avec une source synchrotron qui est difficilement accessible. Mettre en œuvre le couplage entre les mesures et la simulation dans le cas d'une microstructure 3D demanderait d'optimiser la méthode de résolution numérique afin de rendre compatibles les temps de calculs avec une stratégie d'identification.

La finesse des champs de déformation expérimentaux a parfois mis en défaut la description continue de la plasticité. Il serait alors intéressant d'étendre le couplage proposé à des échelles plus fines, afin de tester la validité de cette modélisation à partir de mesures de champs à ces échelles. Les mesures de champs à plus fort grandissement permettraient par exemple d'étudier plus finement des mécanismes de localisation des déformations qui pourrait servir à valider des modèles de plasticité cristalline permettant une description discontinue de la déformation. Par ailleurs, le matériau étudié dans ce travail est l'acier 316LN, dont le comportement polycristallin intéresse tout particulièrement EDF R&D de par son utilisation dans les composants des réacteurs à eau pressurisée. Pour la modélisation, ce matériau présentait l'avantage de disposer d'une microstructure austénitique simple et régulière. La suite logique de ce travail serait d'étudier des microstructures plus complexes, comme par exemple celle d'un acier bainitique utilisé dans la cuve. La modélisation des lattes de bainite d'épaisseur micronique apparaît alors comme un enjeu supplémentaire de travailler à des échelles plus fines. Des stratégies de modélisations et de mesures de champs multiéchelles pourraient être envisagées pour permettre une meilleure compréhension du comportement de matériaux présentant une microstructure complexe, à plusieurs échelles d'hétérogénéités.

Le couplage entre les mesures et la simulation a conduit au développement d'une méthode de recalage du modèle par éléments finis. L'enjeu était de permettre l'identification des paramètres par rapport aux champs cinématiques à l'échelle de la microstructure. Nous avons alors montré qu'une fonctionnelle basée uniquement sur les champs de déplacement simulé et mesuré ne permet pas de prédire un comportement effectif réaliste avec les paramètres identifiés. Cette méthode a néanmoins été validée lorsque les paramètres identifiés vérifient en parallèle une condition d'invariance du comportement macroscopique. Il a ainsi été possible d'identifier des coefficients de la matrice d'interaction entre systèmes de glissement optimisant la réponse microstructurale. Une seconde méthode d'identification a ensuite été proposée, basée à la fois sur les champs de déplacement et sur le comportement effectif. Sa particularité repose sur le fait que la simulation du comportement effectif n'est pas issue du même calcul que celui simulant la réponse microstructurale, mais d'un calcul d'homogénéisation. Cette méthode nous a permis d'identifier les paramètres d'écrouissage isotrope de la loi de Méric et Cailletaud pour différentes tailles de grain. Avec le jeu de paramètres identifiés, l'erreur de modèle reste conséquente par rapport à l'incertitude de mesure. La suite logique de ce travail serait d'appliquer cette méthode d'identification à d'autres lois de plasticité cristalline, comme par exemple la loi DD-CFC également étudiée dans ce travail ou encore une loi non-locale.

Une pondération équivalente entre la fonctionnelle sur les champs de déplacement et celle sur les efforts, toutes deux normées par rapport à l'incertitude de mesure, ne prend pratiquement pas en compte l'influence des déplacements. Plusieurs axes de recherche mériteraient alors d'être explorés. Tout d'abord, il serait intéressant de prendre en compte dans cette pondération l'erreur de la réponse du modèle d'homogénéisation servant à calculer l'effort macroscopique [Barbe *et al.*, 2001]. Ensuite, les conditions aux limites du calcul sur la microstructure semblent contraindre fortement les champs cinématiques calculés, laissant en conséquence peu de liberté à la minimisation de la fonctionnelle. D'autres manières d'imposer les conditions aux limites pourraient être envisagées. Celles-ci pourraient par exemple être espacées de plusieurs rangées de grains par rapport aux bords du domaine étudiée. Elles pourraient également être déterminées grâce une approche multiéchelle dans laquelle un calcul d'agrégat sur l'ensemble de la zone utile de l'éprouvette prendrait en compte le chargement imposé expérimentalement. Dans la continuité de ce travail, on pourrait

également envisager des essais *in situ* avec des chargements plus complexes, comme par exemple un chargement biaxial ou encore cyclique. Dans ce second cas, l'identification des paramètres d'écrouissage cinématique pourrait alors réalisée.

Enfin, des interrogations en lien avec les conditions d'utilisation (température et irradiation) des matériaux des composants des réacteurs n'ont pas été étudiées dans ce travail. Il a par exemple été montré qu'une variation de température avait une influence non négligeable sur les hétérogénéités des champs de déformation mesurés [Latourte *et al.*, 2014]. On peut supposer que l'influence de la température sur les paramètres identifiés n'est pas nulle, ce qui demanderait à être quantifié précisément. De même, si des modèles de plasticité cristalline prennent en compte l'influence de l'irradiation, l'identification de leurs paramètres n'a été réalisée que sur le comportement effectif du matériau irradié [Han, 2013]. Des mesures de champs à l'échelle microstructurale sur des matériaux irradiés sont difficilement réalisables mais représentent une perspective ambitieuse à la vue des travaux de Hosemann *et al.* [2008] où des essais de compression sur des micro-piliers d'acier irradié sont réalisés *in situ*.

Bibliographie

[Abuzaid *et al.*, 2012] ABUZAID, W. Z., SANGID, M. D., CARROLL, J. D., SEHITOGLU, H. et LAMBROS, J. (2012). Slip transfer and plastic strain accumulation across grain boundaries in hastelloy x. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 60(6):1201–1220.

[Acharya et Beaudoin, 2000] ACHARYA, A. et BEAUDOIN, A. (2000). Grain-size effect in viscoplastic polycrystals at moderate strains. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 48(10):2213–2230.

[Allais *et al.*, 1994] ALLAIS, A., BORNERT, M., BRETHEAU, T. et CALDEMAISON, D. (1994). Experimental characterization of the local strain field in an heterogeneous elastoplastic material. *Acta Metalurgica Materialia*, 42(11):3865–3880.

[Alpers *et al.*, 2005] ALPERS, A., KNUDSEN, E., POULSEN, H. et HERMAN, G. (2005). Resolving ambiguities in reconstructed grain maps using discrete tomography. *Electronic Notes in Discrete Mathematics*, 20(0):419–437.

[Altendorf *et al.*, 2014] ALTENDORF, H., LATOURTE, F., JEULIN, D., FAESSEL, M. et SAINTOYANT, L. (2014). 3D reconstruction of a multiscale microstructure by anisotropic tessellation models. *Image Analysis and Stereology*, 33:121–130.

[Andrews *et al.*, 1967] ANDREWS, C., DAVIES, J. et SCHWARTZ, G. (1967). Adaptive data compression. *In Proceedings of the Institute of Electrical and Electronics Engineers*, volume 55, pages 267–277.

[Andrieux *et al.*, 1997] ANDRIEUX, S., ABDA, A. B. et BUI, H. D. (1997). Sur l'identification de fissures planes via le concept d'écart à la réciprocité en élasticité. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences - Series I - Mathematics*, 324(12):1431–1438.

[Asaro et Needleman, 1985] ASARO, R. et NEEDLEMAN, A. (1985). Overview no. 42 texture development and strain hardening in rate dependent polycrystals. *Acta Metallurgica*, 33(6):923–953.

[Asaro et Rice, 1977] ASARO, R. et RICE, J. (1977). Strain localization in ductile single crystals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 25:309–338.

[Ashby, 1970] ASHBY, M. (1970). The deformation of plastically non-homogeneous alloys. *Philosophical Magazine*, 21:399–424.

[Avril *et al.*, 2008a] AVRIL, S., BONNET, M., BRETELLE, A.-S., GRÉDIAC, M., HILD, F., IENNY, P., LATOURTE, F., LEMOSSE, D., PAGANO, S., PAGNACCO, E. et PIERRON, F. (2008a). Overview of identification methods of mechanical parameters based on full-field measurements. *Experimental Mechanics*, 48:381–402.

[Avril *et al.*, 2008b] AVRIL, S., PIERRON, F., SUTTON, M. A. et YAN, J. (2008b). Identification of elasto-visco-plastic parameters and characterization of lüders behavior using digital image correlation and the virtual fields method. *Mechanics of Materials*, 40(9):729–742.

[Badulescu *et al.*, 2011] BADULESCU, C., GRÉDIAC, M., HADDADI, H., MATHIAS, J.-D., BALANDRAUD, X. et TRAN, H.-S. (2011). Applying the grid method and infrared thermography to investigate plastic deformation in aluminium multicrystal. *Mechanics of Materials*, 43(1):36–53.

[Baker *et al.*, 2014] BAKER, B., MCNELLEY, T. et BREWER, L. (2014). Grain size and particle dispersion effects on the tensile behavior of friction stir welded MA956 oxide dispersion strengthened steel from low to elevated temperatures. *Materials Science and Engineering: A*, 589:217–227.

[Barbe *et al.*, 2001] BARBE, F., FOREST, S. et CAILLETAUD, G. (2001). Intergranular and intragranular behavior of polycrystalline aggregates. Part 2: Results. *International Journal of Plasticity*, 17(4):537–563.

[Barber, 2004] BARBER, J. (2004). The reciprocal theorem. *In Solid Mechanics and Its Applications - Elasticity*, volume 107, pages 393–404. Springer.

[Bassani et Wu, 1991] BASSANI, J. et WU, T. (1991). Latent hardening in single crystals II. Analytical characterization and predictions. *In Proceedings Royal Society London A*.

[Baudin, 2010] BAUDIN, T. (2010). Analyse EBSD - Principe et cartographies d'orientations. *Techniques de l'Ingénieur*, M4138:21pp.

[Beaudoin *et al.*, 2000] BEAUDOIN, A., ACHARYA, A., CHEN, S., KORZEKWA, D. et STOUT, M. (2000). Consideration of grain-size effect and kinetics in the plastic deformation of metal polycrystals. *Acta Materialia*, 48(13):3409–3423.

[Belgacem et Bretheau, 1985] BELGACEM, M. et BRETHEAU, T. (1985). A local study of the mechanical interaction between a rigid inclusion and the surrounding plasticized matrix. *Scripta Metallurgica*, 19(3):285–288.

[Beremin, 1983] BEREMIN, F. (1983). A local criterion for cleavage fracture of a nuclear pressure vessel steel. *Metallurgical Transactions A*, 14:2277–2287.

[Berfield *et al.*, 2007] BERFIELD, T., PATEL, J., SHIMMIN, R., BRAUN, P., LAMBROS, J. et SOTTOS, N. (2007). Micro- and nanoscale deformation measurement of surface and internal planes via digital image correlation. *Experimental Mechanics*, 47:51–62.

[Bertolino *et al.*, 2007] BERTOLINO, G., BILGER, N. et CRÉPIN, J. (2007). Modeling microstructures and microstructural effects on macroscopic and intragranular mechanical behavior. *Computational Materials Science*, 40(3):408–416.

[Berveiller et Zaoui, 1979] BERVEILLER, M. et ZAOUI, A. (1979). An extension of the self-consistent scheme to plastically-flowing polycrystals. *Journal of The Mechanics and Physics of Solids*, 26:325–344.

[Besnard *et al.*, 2006] BESNARD, G., HILD, F. et ROUX, S. (2006). "Finite-Element" displacement fields analysis from digital images: application to Portevin-Le Châtelier bands. *Experimental Mechanics*, 46:789–803.

[Bilby *et al.*, 1955] BILBY, B., BULLOUGH, R. et SMITH, E. (1955). Continuous distributions of dislocations: a new application of the methods of non Riemannian geometry. *Proceedings of the Royal Society of London A*, 231:263–273.

[Bodelot, 2008] BODELOT, L. (2008). *Etude couplée des champs cinématiques et thermiques à l'échelle de la microstructure des matériaux métalliques*. Thèse de doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille I.

[Bornert *et al.*, 2001] BORNERT, M., BRETHEAU, T. et GILORMINI, P. (2001). *Homogénéisation en mécanique des matétiaux 1 : Matériaux aléatoires éélastique et milieux périodiques*, pages 236 – 238.

[Brauser *et al.*, 2010] BRAUSER, S., KROMM, A., KANNENGIESSER, T. et RETHMEIER, M. (2010). In-situ synchrotron diffraction and digital image correlation technique for characterizations of retained austenite stability in low-alloyed transformation induced plasticity steel. *Scripta Materialia*, 63(12):1149–1152.

[Brenner et Suquet, 2013] BRENNER, R. et SUQUET, P. (2013). Overall response of viscoelastic composites and polycrystals: exact asymptotic relations and approximate estimates. *International Journal of Solids and Structures*, 50:1824–1838.

[Britton et Wilkinson, 2011] BRITTON, T. et WILKINSON, A. (2011). Measurement of residual elastic strain and lattice rotations with high resolution electron backscatter diffraction. *Ultramicroscopy*, 111(8):1395–1404.

[Broggiato, 2004] BROGGIATO, G. (2004). Adaptive image correlation technique for full-field strain measurement. *In Proceedings 12th International Conference on Experimental Mechanics*.

[Bruno *et al.*, 2008] BRUNO, L., FURGIUELE, F., PAGNOTTA, L., POGGIALINI, A. et STIGLIANO, G. (2008). Elastic characterization of orthotropic plates of any shape via static testing. *International Journal of Solids and Structures*, 45(3-4):908–920.

[Bui *et al.*, 2004] BUI, H. D., CONSTANTINESCU, A. et MAIGRE, H. (2004). Numerical identification of linear cracks in 2D elastodynamics using the instantaneous reciprocity gap. *Inverse Problems*, 20(4):993–1001.

[Burt *et al.*, 1982] BURT, P., YEN, C. et XU, X. (1982). Local correlation measures for motion analysis: a comparative study. *In Proceedings IEEE Conference on Pattern Recognition and Image Processing*, pages 269–274.

[Byun *et al.*, 2004] BYUN, T., HASHIMOTO, N. et FARRELL, K. (2004). Temperature dependence of strain hardening and plastic instability behaviors in austenitic stainless steels. *Acta Materialia*, 52(13):3889–3899.

[Cailletaud, 1988] CAILLETAUD, G. (1988). Une approche micromécanique du comportement des polycristaux. *Revue de Physique Appliquée*, 23:353–363.

[Cailletaud *et al.*, 2003] CAILLETAUD, G., FOREST, S., JEULIN, D., FEYEL, F., GALLIET, I., MOUNOURY, V. et QUILICI, S. (2003). Some elements of microstructural mechanics. *Computational Materials Science*, 27(3):351–374.

[Cailletaud et Pilvin, 1994] CAILLETAUD, G. et PILVIN, P. (1994). Utilisation de modèles polycristallins pour le calcul par éléments finis. *Revue Européenne des Éléments Finis*, 3(4):515–541.

[Calloch *et al.*, 2002] CALLOCH, S., DUREISSEIX, D. et HILD, F. (2002). Identification de modèles de comportement de matériaux solides: utilisation d'essais et de calculs. *Technologies et Formations*, 100:36–41.

[Carroll *et al.*, 2013] CARROLL, J. D., ABUZAID, W., LAMBROS, J. et SEHITOGLU, H. (2013). High resolution digital image correlation measurements of strain accumulation in fatigue crack growth. *International Journal of Fatigue*, 57:140–150.

[Chang *et al.*, 2012] CHANG, H.-J., GAUBERT, A., FIVEL, M., BERBENNI, S., BOUAZIZ, O. et FOREST, S. (2012). Analysis of particle induced dislocation structures using three-dimensional dislocation dynamics and strain gradient plasticity. *Computational Materials Science*, 52(1):33–39.

[Cheong *et al.*, 2005] CHEONG, K., BUSSO, E. et ARSENLIS, A. (2005). A study of microstructural length scale effects on the behaviour of FCC polycrystals using strain gradient concepts. *International Journal of Plasticity*, 21(9):1797–1814.

[Chu *et al.*, 1985] CHU, T., RANSON, W., SUTTON, M. et PETERS, W. (1985). Application of digital image correlation techniques to experimental mechanics. *Experimental Mechanics*, 25(3):232–244.

[Claire *et al.*, 2002] CLAIRE, D., HILD, F. et ROUX, S. (2002). Identification of damage fields using kinematic measurements. *Comptes Rendus Mécanique*, 330:729–734.

[Claire *et al.*, 2004] CLAIRE, D., HILD, F. et ROUX, S. (2004). A finite element formulation to identify damage fields: the equilibrium gap method. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 61(2):189–208.

[Code_Aster, 2014] CODE_ASTER (2014). http://www.code-aster.org/.

[Collette *et al.*, 2004] COLLETTE, S. A., SUTTON, M. A., MINEY, P., REYNOLDS, A. P., LI, X., COLAVITA, P. E., SCRIVENS, W. A., LUO, Y., SUDARSHAN, T., MUZYKOV, P. et MYRICK, M. L. (2004). Development of patterns for nanoscale strain measurements: I. Fabrication of imprinted Au webs for polymeric materials. *Nanotechnology*, 15(12):1812–1817.

[Cordero *et al.*, 2012] CORDERO, N., FOREST, S., BUSSO, E., BERBENNI, S. et CHERKAOUI, M. (2012). Grain size effects on plastic strain and dislocation density tensor fields in metal polycrystals. *Computational Materials Science*, 52(1):7–13.

[Couvant *et al.*, 2012] COUVANT, T., LEGRAS, L., GHYS, T., GAMBIER, P., HUIN, N. et ILEVBARE, G. (2012). *Strain Path Effect on IGSCC Initiation and Oxidation of Alloy 182 Exposed to PWR Primary Water*, pages 1631–1643. John Wiley & Sons, Inc.

[Crépin *et al.*, 1995] CRÉPIN, J., BRETHEAU, T. et CALDEMAISON, D. (1995). Plastic deformation mechanisms of β treated zirconium. *Acta Metallurgica et Materialia*, 43(10):3709–3719.

[Cugnoni *et al.*, 2006] CUGNONI, J., BOTSIS, J., SIVASUBRAMANIAM, V. et JANCZAK-RUSCH, J. (2006). Experimental and numerical studies on size and constraining effects in lead-free solder joints. *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, 30(2):387–399.

[Dahlberg *et al.*, 2014] DAHLBERG, C., SAITO, Y., ÖZTOP, M. et KYSAR, J. (2014). Geometrically necessary dislocation density measurements associated with different angles of indentations. *International Journal of Plasticity*, 54(0):81–95.

[Dai et Parks, 1997] DAI, H. et PARKS, D. M. (1997). Geometrically-necessary dislocation density and scale-dependent crystal plasticity. *In* A. KHAN, éditeur : *Proceedings of Sixth International Symposium on Plasticity*, pages 17–18. Gordon and breach.

[Dang, 2012] DANG, X. H. (2012). *Identification de la variabilité spatiale des champs de contraintes dans les agrégats polycristallins et application à l'approche locale de la rupture*. Thèse de doctorat, Université Blaise Pascal - Clermont II.

[Dautriat *et al.*, 2011] DAUTRIAT, J., BORNERT, M., GLAND, N., DIMANOV, A. et RAPHANEL, J. (2011). Localized deformation induced by heterogeneities in porous carbonate analysed by multi-scale digital image correlation. *Tectonophysics*, 503(1–2):100–116.

[De Borst, 1991] DE BORST, R. (1991). The zero-normal-stress condition in plane-stress and shell elastoplasticity. *Communcations in Applied Numerical Methods*, 7:29–33.

[Delaire *et al.*, 2000] DELAIRE, F., RAPHANEL, J. et REY, C. (2000). Plastic heterogeneities of a copper multicrystal deformed in uniaxial tension: experimental study and finite element simulations. *Acta Materialia*, 48(5):1075–1087.

[Devincre *et al.*, 2006] DEVINCRE, B., KUBIN, L. et HOC, T. (2006). Physical analyses of crystal plasticity by DD simulations. *Scripta Materialia*, 54(5):741–746.

[Dexet, 2006] DEXET, M. (2006). *Méthode de couplage entre expérimentations et simulations numériques en vue de l'identification de lois de comportement intracristallin. Application aux alliages de zirconium*. Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique.

[Di Gioacchino et Quinta da Fonseca, 2013] DI GIOACCHINO, F. et Quinta da FONSECA, J. (2013). Plastic strain mapping with sub-micron resolution using digital image correlation. *Experimental Mechanics*, 53:743–754.

[Diard *et al.*, 2005] DIARD, O., LECLERCQ, S., ROUSSELIER, G. et CAILLETAUD, G. (2005). Evaluation of finite element based analysis of 3D multicrystalline aggregates plasticity: Application to crystal plasticity model identification and the study of stress and strain fields near grain boundaries. *International Journal of Plasticity*, 21:691–722.

[Domain, 2006] DOMAIN, C. (2006). Ab initio modelling of defect properties with substitutional and interstitials elements in steels and Zr alloys. *Journal of Nuclear Materials*, 351:1–19.

[Doumalin, 2000] DOUMALIN, P. (2000). *Microextensométrie locale par corrélation d'images numériques : Application aux études micromécaniques par microscopie électronique à balayage*. Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique.

[Doumalin et Bornert, 2000] DOUMALIN, P. et BORNERT, M. (2000). Micromechanical applications of digital image correlation techniques. *In* JACQUOT, P. et FOURNIER, J.-M., éditeurs : *Interferometry in Speckle Light*, pages 67–74. Springer Berlin Heidelberg.

[Doumalin *et al.*, 2003] DOUMALIN, P., BORNERT, M. et CRÉPIN, J. (2003). Caractérisation de la répartition de la déformation dans les matériaux hétérogènes. *Mécanique & Industries*, 4(6): 607–617.

[Dupuy et Fivel, 2002] DUPUY, L. et FIVEL, M. (2002). A study of dislocation junctions in FCC metals by an orientation dependent line tension model. *Acta Materialia*, 50(19):4873–4885.

[Dutta *et al.*, 2013] DUTTA, R., HUIZENGA, R., AMIRTHALINGAM, M., KING, A., GAO, H., HERMANS, M. et RICHARDSON, I. (2013). In situ synchrotron diffraction studies on the temperature-dependent plane-specific elastic constants in a high-strength quenched and tempered structural steel. *Scripta Materialia*, 69(2):187–190.

[Déprés, 2004] DÉPRÉS, C. (2004). *Modélisation physique des stades précurseurs de l'endommagement en fatigue de l'acier inoxydable austénitique 316L*. Thèse de doctorat, INP Grenoble.

[Efstathiou *et al.*, 2010] EFSTATHIOU, C., SEHITOGLU, H. et LAMBROS, J. (2010). Multiscale strain measurements of plastically deforming polycrystalline titanium: Role of deformation heterogeneities. *International Journal of Plasticity*, 26(1):93–106.

[Eshelby, 1957] ESHELBY, J. (1957). The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion, and related problems. *Proceedings of the Royal Society of London A*, 241:376–396.

[Espinosa *et al.*, 2012] ESPINOSA, H., BERNAL, R. et MINARY-JOLANDAN, M. (2012). In situ TEM electromechanical testing of nanowires and nanotubes. *Small*, 8:3233–3252.

[Estrin et Mecking, 1984] ESTRIN, Y. et MECKING, H. (1984). A unified phenomenological description of work hardening and creep based on one-parameter models. *Acta Metallurgica*, 32(1):57–70.

[Evans et Hutchinson, 2009] EVANS, A. et HUTCHINSON, J. (2009). A critical assessment of theories of strain gradient plasticity. *Acta Materialia*, 57(5):1675–1688.

[Evrard *et al.*, 2010] EVRARD, P., BARTALI, A. E., AUBIN, V., REY, C., DEGALLAIX, S. et KONDO, D. (2010). Influence of boundary conditions on bi-phased polycrystal microstructure calculation. *International Journal of Solids and Structures*, 47(16):1979–1986.

[Fleck et Hutchinson, 1993] FLECK, N. et HUTCHINSON, J. (1993). A phenomenological theory for strain gradient effects in plasticity. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 41(12): 1825–1857.

[Forest *et al.*, 2000] FOREST, S., BARBE, F. et CAILLETAUD, G. (2000). Cosserat modelling of size effects in the mechanical behaviour of polycrystals and multi-phase materials. *International Journal of Solids and Structures*, 37:7105–7126.

[Forquin *et al.*, 2004] FORQUIN, P., ROTA, L., CHARLES, Y. et HILD, F. (2004). A method to determine the macroscopic toughness scatter of brittle materials. *International Journal of Fracture*, 125(1): 171–187.

[Franciosi, 1985] FRANCIOSI, P. (1985). The concepts of latent hardening and strain hardening in metallic single crystals. *Acta Metallurgica*, 33:1601–1612.

[Franciosi *et al.*, 1980] FRANCIOSI, P., BERVEILLER, M. et ZAOUI, A. (1980). Latent hardening in copper and aluminium single crystals. *Acta Metallurgica*, 28:273–283.

[Gao *et al.*, 1999] GAO, H., HUANG, Y., NIX, W. et HUTCHINSON, J. (1999). Mechanism-based strain gradient plasticity – I. Theory. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 47(6):1239–1263.

[Geers *et al.*, 2006] GEERS, M., BREKELMANS, W. et JANSSEN, P. (2006). Size effects in miniaturized polycrystalline FCC samples: Strengthening versus weakening. *International Journal of Solids and Structures*, 43:7304–7321.

[Geymonat *et al.*, 2002] GEYMONAT, G., HILD, F. et PAGANO, S. (2002). Identification of elastic parameters by displacement field measurement. *Comptes-Rendus Mecanique*, 330:403–408.

[GN-MEBA Groupe et Brisset, 2008] GN-MEBA GROUPE et BRISSET, F. (2008). *Microscopie électronique à balayage et Microanalyses*. EDP Sciences.

[Gras *et al.*, 2014] GRAS, R., LECLERC, H., HILD, F., ROUX, S. et SCHNEIDER, J. (2014). Identification of a set of macroscopic elastic parameters in a 3D woven composite: Uncertainty analysis and regularization. *International Journal of Solids and Structures*, (0):15pp. *In press*.

[Grennerat, 2011] GRENNERAT, F. (2011). *Hétérogénéités de déformation au cours du fluage transitoire de la glace polycristalline*. Thèse de doctorat, Université de Grenoble.

[Groeber *et al.*, 2008] GROEBER, M., GHOSH, S., UCHIC, M. D. et DIMIDUK, D. M. (2008). A framework for automated analysis and simulation of 3D polycrystalline microstructures: Part 1: Statistical characterization. *Acta Materialia*, 56(6):1257–1273.

[Grédiac, 1989] GRÉDIAC, M. (1989). Principe des travaux virtuels et identification. *Comptes rendus de l'Académie des sciences. Série 2, Mécanique, Physique, Chimie, Sciences de l'univers, Sciences de la Terre*, 309(1):233–253.

[Grédiac et Hild, 2011] GRÉDIAC, M. et HILD, F. (2011). *Mesures de champs et identification en mécanique des solides*. Lavoisier.

[Guan et Yu, 2013] GUAN, M. et YU, H. (2013). Fatigue crack growth behaviors in hot-rolled low carbon steels: A comparison between ferrite–pearlite and ferrite–bainite microstructures. *Materials Science and Engineering: A*, 559(0):875–881.

[Guery *et al.*, 2013] GUERY, A., HILD, F., LATOURTE, F. et ROUX, S. (2013). Identification de paramètres d'une loi de plasticité cristalline à partir de mesures cinématiques dans les polycristaux d'acier 316L(N). *In CSMA 2013 - 11e Colloque National en Calcul des Structures*, page 7pp.

[Guery *et al.*, 2014a] GUERY, A., LATOURTE, F., HILD, F. et ROUX, S. (2014a). Analysis of e-beam microlithography and SEM imaging distortions. *In SEM 2014 Annual Conference & Exposition on Experimental and Applied Mechanics*, page 6pp.

[Guery *et al.*, 2014b] GUERY, A., LATOURTE, F., HILD, F. et ROUX, S. (2014b). Characterization of SEM speckle pattern marking and imaging distortion by digital image correlation. *Measurement Science and Technology*, 24:12pp.

[Guery *et al.*, 2014c] GUERY, A., LATOURTE, F., HILD, F. et ROUX, S. (2014c). Identification of crystal plasticity law parameters using kinematic measurements in polycrystals. *In WCCM XI - 11th World Congress on Computational Mechanics*, page 8pp.

[Guilhem, 2010] GUILHEM, Y. (2010). Identification du modèle de comportement monmonocristal de méric-cailletaud pour l'acier 316LN sous chargement cyclique. Rapport technique EDF R&D, projet ANR AFGRAP.

[Guilhem, 2011] GUILHEM, Y. (2011). *Etude numérique des champs mécaniques locaux dans les agrégats polycristallins d'acier 316L sous chargement de fatigue*. Thèse de doctorat, Mines ParisTech.

[Guilhem *et al.*, 2010] GUILHEM, Y., BASSEVILLE, S., CURTIT, F., STÉPHAN, J.-M. et CAILLETAUD, G. (2010). Investigation of the effect of grain clusters on fatigue crack initiation in polycrystals. *International Journal of Fatigue*, 32(11):1748–1763.

[Guo *et al.*, 2014] GUO, Y., BRITTON, T. et WILKINSON, A. (2014). Slip band-grain boundary interactions in commercial-purity titanium. *Acta Materialia*, 76(0):1–12.

[Gurtin, 2002] GURTIN, M. E. (2002). A gradient theory of single-crystal viscoplasticity that accounts for geometrically necessary dislocations. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 50(1): 5–32.

[Gutierrez-Urrutia *et al.*, 2010] GUTIERREZ-URRUTIA, I., ZAEFFERER, S. et RAABE, D. (2010). The effect of grain size and grain orientation on deformation twinning in a Fe-22 wt.% Mn-0.6 wt.% C TWIP steel. *Materials Science and Engineering: A*, 527(15):3552–3560.

[GéoWiki, 2011] GÉOWIKI (2011). http://www.geowiki.fr/index.php?title=Les_macles/.

[Gérard, 2008] GÉRARD, C. (2008). *Mesures de champs et identification de modèles de plasticité cristalline*. Thèse de doctorat, Université Paris 13.

[Gérard *et al.*, 2009] GÉRARD, C., N'GUYEN, F., OSIPOV, N., CAILLETAUD, G., BORNERT, M. et CALDEMAISON, D. (2009). Comparison of experimental results and finite element simulation of strain localization scheme under cyclic loading. *Computational Materials Science*, 46:755–760.

[Haddadi et Belhabib, 2012] HADDADI, H. et BELHABIB, S. (2012). Improving the characterization of a hardening law using digital image correlation over an enhanced heterogeneous tensile test. *International Journal of Mechanical Sciences*, 62(1):47–56.

[Han, 2013] HAN, X. (2013). *Modélisation de la fragilisation due au gonflement dans les aciers inoxydables austénitiques irradiés*. Thèse de doctorat, Mines ParisTech.

[Helm *et al.*, 1996] HELM, J., SUTTON, M. et MCNEILL, S. (1996). 3D image correlation for surface displacement measurement. *Optical Engineering*, 35(7):1911–1920.

[Hermez et Farhat, 1993] HERMEZ, F. et FARHAT, C. (1993). Updating finite element dynamic models using element-by-element sensitivity methodology. *The American Institute of Aeronautics and Astronautics Journal*, 31(9):1702–1711.

[Hild *et al.*, 2002] HILD, F., RAKA, B., BAUDEQUIN, M., ROUX, S. et CANTELAUBE, F. (2002). Multiscale displacement field measurements of compressed mineral-wool samples by digital image correlation. *Applied Optics*, 41(32):6815–6828.

[Hild et Roux, 2012] HILD, F. et ROUX, S. (2012). Comparison of local and global approaches to digital image correlation. *Experimental Mechanics*, 52:1503–1519.

[Hill, 1965] HILL, R. (1965). Continuum micro–mechanisms of elastoplastic polycrystals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 13:89–101.

[Hirth, 1960] HIRTH, J. (1960). On the dislocation interactions in the FCC lattice. *Journal of Applied Mechanics*, 32:700–706.

[Hoc *et al.*, 2003] HOC, T., CRÉPIN, J., GÉLÉBART, L. et ZAOUI, A. (2003). A procedure for identifying the plastic behavior of single crystals from the local response of polycrystals. *Acta Materialia*, 51(18):5477–5488.

[Hosemann *et al.*, 2008] HOSEMANN, P., SWADENER, J., KIENER, D., WAS, G., MALOY, S. et LI, N. (2008). An exploratory study to determine applicability of nano-hardness and micro-compression measurements for yield stress estimation. *Journal of Nuclear Materials*, 375(1): 135–143.

[Huntington, 1958] HUNTINGTON, H. (1958). The elastic constants of crystals. *In* F. SEITZ & D. TURNBULL, éditeur : *Solid State Physics*, volume 7, pages 217–351. Academic Press Incorporation Publishers, New York (USA).

[Hutchinson, 1970] HUTCHINSON, J. (1970). Elastic-plastic behaviour of polycristallins metals and composites. *In Proceedings of the Royal Society of Londond A*, volume 319, pages 247–272.

[Héraud, 2000] HÉRAUD, S. (2000). *Du polycristal au multicristal : élaboration d'un mésoscope numérique pour une analyse locale en élastoviscoplasticité*. Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique.

[Héripré, 2006] HÉRIPRÉ, E. (2006). *Méthode de couplage multi-échelles entre simulations numériques polycristallines et mesures de champs pour l'identification des paramètres de lois de comportement et de fissuration des matériaux métalliques. Application à l'étude des alliages TiAl*. Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique.

[Héripré *et al.*, 2007] HÉRIPRÉ, E., DEXET, M., CRÉPIN, J., GÉLÉBART, L., ROOS, A., BORNERT, M. et CALDEMAISON, D. (2007). Coupling between experimental measurements and polycrystal finite element calculations for micromechanical study of metallic materials. *International Journal of Plasticity*, 23(9):1512–1539.

[Jayakumar *et al.*, 2013] JAYAKUMAR, T., MATHEW, M. et LAHA, K. (2013). High temperature materials for nuclear fast fission and fusion reactors and advanced fossil power plants. *Procedia Engineering*, 55(0):259–270.

[Jiang *et al.*, 2013] JIANG, J., BRITTON, T. et WILKINSON, A. (2013). Measurement of geometrically necessary dislocation density with high resolution electron backscatter diffraction: Effects of detector binning and step size. *Ultramicroscopy*, 125:1–9.

[Joy *et al.*, 1982] JOY, D., NEWBURY, D. et DAVIDSON, D. (1982). Electron channeling patterns in the scanning electron microscope. *Journal of Applied Physics*, 53(8):R81–R122.

[Kajberg et Lindkvist, 2004] KAJBERG, J. et LINDKVIST, G. (2004). Characterization of materials subjected to large strains by inverse modelling based on in-plane displacement fields. *International Journal of Solids and Structures*, 41:3439–3459.

[Kajberg *et al.*, 2004] KAJBERG, J., SUNDIN, K., MELIN, L. et STÅHLE, P. (2004). High strain rate tensile testing and viscoplastic parameter identification using microscopic high-speed phottesting. *International Journal of Plasticity*, 20:561–575.

[Kamaya et Itakura, 2009] KAMAYA, M. et ITAKURA, M. (2009). Simulation for intergranular stress corrosion cracking based on a three-dimensional polycrystalline model. *Engineering Fracture Mechanics*, 76:386–401.

[Kammers et Daly, 2011] KAMMERS, A. D. et DALY, S. (2011). Small-scale patterning methods for digital image correlation under scanning electron microscopy. *Measurement Science and Technology*, 22(12):12pp.

[Kanjarla *et al.*, 2012] KANJARLA, A., LEBENSOHN, R., BALOGH, L. et TOMÉ, C. (2012). Study of internal lattice strain distributions in stainless steel using a full-field elasto-viscoplastic formulation based on fast Fourier transforms. *Acta Materialia*, 60:3094–3106.

[Karhunen, 1947] KARHUNEN, K. (1947). Über lineare Methoden in der Wahrscheinlichkeitsrechnung. *Annales Academiae Scientiarum Fennicae, Ser. A137*, 37:3–79. "On linear methods in probability theory", English translation, Doc. T-131, The RAND Corp., Santa Monica, CA 1960.

[Kavanagh et Clough, 1971] KAVANAGH, K. et CLOUGH, R. (1971). Finite element applications in the characterization of elastic solids. *International Journal of Solids and Structures*, 7:11–23.

[Khan-Jetter et Chu, 1990] KHAN-JETTER, Z. et CHU, T. (1990). Three-dimensional displacement measurements using digital image correlation and photogrammic analysis. *Experimental Mechanics*, 30(1):10–16.

[Kirby et Sirovich, 1990] KIRBY, M. et SIROVICH, K. (1990). Application of the karhunen-loeve procedure for the characterization of human faces. *IEEE Transactions on Pattern Analysis and Machine Intelligence*, 12(1):103–108.

[Klusemann *et al.*, 2013] KLUSEMANN, B., SVENDSEN, B. et VEHOFF, H. (2013). Modeling and simulation of deformation behavior, orientation gradient development and heterogeneous hardening in thin sheets with coarse texture. *International Journal of Plasticity*, 50:109–126.

[Klusemann et Yalçinkaya, 2013] KLUSEMANN, B. et YALÇINKAYA, T. (2013). Plastic deformation induced microstructure evolution through gradient enhanced crystal plasticity based on a non-convex helmholtz energy. *International Journal of Plasticity*, 48(0):168–188.

[Kocks, 1976] KOCKS, U. (1976). Laws for work-hardening and low-temperature creep. *Journal of Engineering Materials and Technology*, 98(1):76–85.

[Koury *et al.*, 2013] KOURY, D., JOHNSON, A., HO, T. et FARLEY, J. (2013). Analysis of bi-layer oxide on austenitic stainless steel, 316L, exposed to Lead–Bismuth Eutectic (LBE) by X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS). *Journal of Nuclear Materials*, 440(1–3):28–33.

[Koyama *et al.*, 2013] KOYAMA, M., AKIYAMA, E., SAWAGUCHI, T., OGAWA, K., KIREEVA, I. V., CHUMLYAKOV, Y. I. et TSUZAKI, K. (2013). Hydrogen-assisted quasi-cleavage fracture in a single crystalline type 316 austenitic stainless steel. *Corrosion Science*, 75(0):345–353.

[Kröner, 1959] KRÖNER, E. (1959). Nicht lineare elasticitätstherie des versetzung und eigenspannungen. *Archive for Rational Mechanics and Analysis*, 3(1):97–119.

[Kröner, 1961] KRÖNER, E. (1961). Zur plastischen verformung des vielkristalls. *Acta Metallurgica*, 9:155–161.

[Kuffner, 2004] KUFFNER, J. J. (2004). Effective sampling and distance metrics for 3D rigid body path planning. *In Proc. IEEE International Conference on Robotics and Automation*, pages 3993–3998.

[Kunze *et al.*, 1993] KUNZE, K., WRIGHT, S., ADAMS, B. et DINGLEY, D. (1993). Advances in automatic EBSP single orientation measurements. *Textures and Microstructures*, 20:41–54.

[Kysar *et al.*, 2010] KYSAR, J., SAITO, Y., OZTOP, M., LEE, D. et HUH, W. (2010). Experimental lower bounds on geometrically necessary dislocation density. *International Journal of Plasticity*, 26(8):1097–1123.

[Ladevèze et Leguillon, 1983] LADEVÈZE, P. et LEGUILLON, D. (1983). Error estimate procedure in the finite element method and applications. *The Society for Industrial and Applied Mathematics Journal on Numerical Analysis*, 20:485–509.

[Lahellec et Suquet, 2013] LAHELLEC, N. et SUQUET, P. (2013). Effective response and field statistics in elasto-plastic and elasto-viscoplastic composites under radial and non-radial loadings. *International Journal of Plasticity*, 42:1–30.

[Latourte *et al.*, 2008] LATOURTE, F., CHRYSOCHOOS, A., PAGANO, S. et WATTRISSE, B. (2008). Elastoplastic behavior identification for heterogeneous loadings and materials. *Experimental Mechanics*, 48(4):435–449.

[Latourte *et al.*, 2012] LATOURTE, F., RUPIN, N., HE, M., PARROT, A. et LECLERCQ, S. (2012). Full field measurements used for assessing industrial issues - Two examples. *Procedia IUTAM*, 4(0):92–105.

[Latourte *et al.*, 2014] LATOURTE, F., SALEZ, T., GUERY, A., RUPIN, N. et MAHÉ, M. (2014). Deformation studies from in-situ SEM experiments of a reactor pressure vessel steel at room and low temperatures. *Journal of Nuclear Materials*, 454(1-3):373–380.

[Le Pécheur, 2008] LE PÉCHEUR, A. (2008). *Fatigue thermique d'un acier inoxydable austénitique : influence de l'état de surface par une approche multi-échelles*. Thèse de doctorat, Ecole Centrale Paris.

[Le Pécheur *et al.*, 2012] LE PÉCHEUR, A., CURTIT, F., CLAVEL, M., STEPHAN, J., REY, C. et BOMPARD, P. (2012). Polycrystal modelling of fatigue: Pre-hardening and surface roughness effects on damage initiation for 304L stainless steel. *International Journal of Fatigue*, 45(0):48–60.

[Lebensohn *et al.*, 2005] LEBENSOHN, R., CASTELNAU, O., BRENNER, R. et GILORMINI, P. (2005). Study of the antiplane deformation of linear 2-D polycrystals with different microstructures. *International Journal of Solids and Structures*, 42(20):5441–5459.

[Lebensohn *et al.*, 2008] LEBENSOHN, R. A., BRENNER, R., CASTELNAU, O. et ROLLETT, A. D. (2008). Orientation image-based micromechanical modelling of subgrain texture evolution in polycrystalline copper. *Acta Materialia*, 56(15):3914–3926.

[Leclerc *et al.*, 2009] LECLERC, H., PÉRIÉ, J.-N., ROUX, S. et HILD, F. (2009). Integrated digital image correlation for the identification of mechanical properties. *MIRAGE 2009, LNCS*, 5496:161–171.

[Leclercq *et al.*, 2010] LECLERCQ, S., LIDBURY, D., DYCK, S. V., MOINEREAU, D., ALAMO, A. et MAZOUZI, A. A. (2010). PERFORM 60 – prediction of the effects of radiation for reactor pressure vessel and in-core materials using multi-scale modelling – 60 years foreseen plant lifetime. *Journal of Nuclear Materials*, 406(1):193–203.

[Lecompte *et al.*, 2007] LECOMPTE, D., SMITS, A., SOL, H., VANTOMME, J. et HEMELRIJCK, D. V. (2007). Mixed numerical–experimental technique for orthotropic parameter identification using biaxial tensile tests on cruciform specimens. *International Journal of Solids and Structures*, 44(5):1643–1656.

[Ledbetter, 1985] LEDBETTER, H. (1985). Monocrystal elastic constants in the ultrasonic study of welds. *Ultrasonics*, 23(1):9–13.

[Levenberg, 1944] LEVENBERG, K. (1944). A method for the solution of certain problems in least squares. *Quarterly Journal of Applied Mathmatics*, 2:164–168.

[Li *et al.*, 2013] LI, C., LIU, Z. et XIE, H. (2013). A measurement method for micro 3D shape based on grids-processing and stereovision technology. *Measurement Science and Technology*, 24:9pp.

[Li *et al.*, 2008] LI, N., SUTTON, M. A., LI, X. et SCHREIER, H. W. (2008). Full-field thermal deformation measurements in a scanning electron microscope by 2D digital image correlation. *Experimental Mechanics*, 48:635–646.

[Li *et al.*, 2012] LI, Y., AUBIN, V., REY, C. et BOMPARD, P. (2012). Polycrystalline numerical simulation of variable amplitude loading effects on cyclic plasticity and microcrack initiation in austenitic steel 304L. *International Journal of Fatigue*, 42(0):71–81.

[Liu et Castañeda, 2004] LIU, Y. et CASTAÑEDA, P. P. (2004). Second-order theory for the effective behavior and field fluctuations in viscoplastic polycrystals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 52(2):467–495.

[Liu et Fischer, 1997] LIU, Y. et FISCHER, G. (1997). In situ measurement of local strain in a metal matrix composite by the object grating technique. *Scripta Materialia*, 36(10):1187–1194.

[Loève, 1948] LOÈVE, M. (1948). Fonctions aléatoires de second ordre. *In* HERMANN, éditeur : *Processus stochastiques et mouvement Brownien by P. Lévy*. Gauthier-Villars, Paris.

[Lucas et Kanade, 1981] LUCAS, B. et KANADE, T. (1981). An iterative registration technique with an application to stereo vision. *In Proceedings 1981 DARPA Imaging Understanding Workshop*, pages 121–130.

[Lumley, 1967] LUMLEY, J. (1967). The structure of inhomogeneous turbulent flows. *In Atmospheric turbulence and radio propagation*, pages 166–178. A.M. Yaglom and V.I. Tatarski, Moscow.

[Luo *et al.*, 1994] LUO, P., CHAO, Y. et SUTTON, M. (1994). Application of stereo vision to 3D deformation analysis in fracture mechanics. *Optical Engineering*, 33(3):981–990.

[Ma *et al.*, 2006a] MA, A., ROTERS, F. et RAABE, D. (2006a). On the consideration of interactions between dislocations and grain boundaries in crystal plasticity finite element modeling – Theory, experiments, and simulations. *Acta Materialia*, 54(8):2181–2194.

[Ma *et al.*, 2006b] MA, A., ROTERS, F. et RAABE, D. (2006b). Studying the effect of grain boundaries in dislocation density based crystal-plasticity finite element simulations. *International Journal of Solids and Structures*, 43(24):7287–7303. Size-dependent Mechanics of Materials.

[Madec *et al.*, 2003] MADEC, R., DEVINCRE, B., KUBIN, L., HOC, T. et RODNEY, D. (2003). The role of collinear interaction in dislocation-induced hardening. *Science*, 5641:1879–1882.

[Malerba *et al.*, 2010] MALERBA, L., MARINICA, M., ANENTO, N., BJÖRKAS, C., NGUYEN, H., DOMAIN, C., DJURABEKOVA, F., OLSSON, P., NORDLUND, K., SERRA, A., TERENTYEV, D., WILLAIME, F. et BECQUART, C. (2010). Comparison of empirical interatomic potentials for iron applied to radiation damage studies. *Journal of Nuclear Materials*, 406(1):19–38.

[Marquardt, 1963] MARQUARDT, D. (1963). An algorithm for least-squares estimation of nonlinear parameters. *Journal of the Society for Industrial and Applied Mathematics*, 11(2):431–441.

[Martin *et al.*, 2008] MARTIN, F., BATAILLON, C. et COUSTY, J. (2008). In situ AFM detection of pit onset location on a 304L stainless steel. *Corrosion Science*, 50(1):84–92.

[Martin, 2012] MARTIN, G. (2012). *Simulation numérique multi-échelles du comportement mécanique des alliages de titane bêta-métastable Ti5553 et Ti17*. Thèse de doctorat, Mines ParisTech.

[Mathieu *et al.*, 2014] MATHIEU, F., LECLERC, H., HILD, F. et ROUX, S. (2014). Estimation of elastoplastic parameters via weighted FEMU and integrated-DIC. *Experimental Mechanics*. *In press*.

[Mazza *et al.*, 1996] MAZZA, E., DANUSER, G. et DUAL, J. (1996). Light optical measurements in microbars with nanometer resolution. *Microsystem Technologies*, 2:83–91.

[McMurtrey *et al.*, 2011] MCMURTREY, M., WAS, G., PATRICK, L. et FARKAS, D. (2011). Relationship between localized strain and irradiation assisted stress corrosion cracking in an austenitic alloy. *Materials Science and Engineering*, 528:3730–3740.

[McNeill *et al.*, 1987] MCNEILL, S., PETERS, W. et SUTTON, M. (1987). Estimation of stress intensity factor by digital image correlation. *Engineering Fracture Mechanics*, 28:101–112.

[McNeill *et al.*, 1983] MCNEILL, S., SUTTON, M., WOLTERS, W., PETERS, W. et RANSON, W. (1983). Determination of displacements using an improved digital correlation method. *Image and Vision Computing*, 1(3):133–139.

[Mecking et Kocks, 1981] MECKING, H. et KOCKS, U. (1981). Kinetics of flow and strain-hardening. *Acta Metallurgica*, 29(11):1865–1875.

[Meuwissen *et al.*, 1998] MEUWISSEN, M., OOMENS, C., BAAIJENS, F., PETTERSON, R. et JANSSEN, J. (1998). Determination of the elasto-plastic properties of aluminium using a mixed numerical–experimental method. *Journal of Materials Processing Technology*, 75:204–211.

[Miao *et al.*, 2009] MIAO, J., POLLOCK, T. M. et JONES, J. W. (2009). Crystallographic fatigue crack initiation in nickel-based superalloy René 88DT at elevated temperature. *Acta Materialia*, 57: 5964–5974.

[Mitchell *et al.*, 1999] MITCHELL, H., KNIEST, H. et WON-JIN, O. (1999). Digital photogrammetry and microscope photographs. *Photogrammetric Record*, 16(94):695–704.

[Mitchell, 1998] MITCHELL, M. (1998). *An Introduction to Genetic Algorithms*. MIT Press, Cambridge (USA).

[Molimard *et al.*, 2005] MOLIMARD, J., LE RICHE, R., VAUTRIN, A. et LEE, J. (2005). Identification of the four orthotropic plate stiffnesses using a single open-hole tensile test. *Journal of SEM*, 45(5):404–411.

[Monnet, 2007] MONNET, G. (2007). Mechanical and energetical analysis of molecular dynamics simulations of dislocation-defect interactions. *Acta Materialia*, 55(15):5081–5088.

[Monnet, 2009] MONNET, G. (2009). A crystalline plasticity law for austenitic stainless steels. Rapport technique EDF R&D, H-B60-2008-04690-EN.

[Montagnat *et al.*, 2011] MONTAGNAT, M., BLACKFORD, J. R., PIAZOLO, S., ARNAUD, L. et LEBENSOHN, R. A. (2011). Measurements and full-field predictions of deformation heterogeneities in ice. *Earth and Planetary Science Letters*, 305(1–2):153–160.

[Morrison, 1966] MORRISON, W. (1966). The effect of grain size on the stress-strain relationship in low-carbon steel. *Transactions of the American Society of Metals*, 59.

[Mudry, 1987] MUDRY, F. (1987). A local approach to cleavage fracture. *Nuclear Engineering and Design*, 105:65–76.

[Musienko et Cailletaud, 2009] MUSIENKO, A. et CAILLETAUD, G. (2009). Simulation of inter- and transgranular crack propagation in polycrystalline aggregates due to stress corrosion cracking. *Acta Materialia*, 57(13):3840–3855.

[Musienko *et al.*, 2007] MUSIENKO, A., TATSCHL, A., SCHMIDEGG, K., KOLEDNIK, O., PIPPAN, R. et CAILLETAUD, G. (2007). Three-dimensional finite element simulation of a polycrystalline copper specimen. *Acta Materialia*, 55(12):4121–4136.

[Méric et Cailletaud, 1991] MÉRIC, L. et CAILLETAUD, G. (1991). Single crystal modeling for structural calculations : Part 2 – Finite Element implementation. *Journal of Engineering Materials and Technology*, 113:171–182.

[Méric *et al.*, 1994] MÉRIC, L., CAILLETAUD, G. et GASPÉRINI, M. (1994). FE calculations of copper bicrystal specimens submitted to tension–compression tests. *Acta Metallurgica*, 42(3):921–935.

[Neff, 2006] NEFF, P. (2006). A finite-strain elastic-plastic Cosserat theory for polycrystals with grain rotations. *International Journal of Engineering Science*, 44:574–594.

[Nye, 1953] NYE, J. (1953). Some geometrical relations in dislocated crystals. *Acta Metallurgica*, 1:153–162.

[N'Guyen *et al.*, 2012] N'GUYEN, C., BARBE, F., OSIPOV, N., CAILLETAUD, G., MARINI, B. et PETRY, C. (2012). Micromechanical local approach to brittle failure in bainite high resolution polycrystals: A short presentation. *Computational Materials Science*, 64(0):62–65. Proceedings of the 21st International Workshop on Computational Mechanics of Materials (IWCMM 21).

[Padmanabhan *et al.*, 2007] PADMANABHAN, S., HUBNER, J., KUMAR, A. et IFJU, P. (2007). Local and boundary conditions calibration using full-field strain measurement. *Experimental Mechanics*, 46(5):569–578.

[Peirce *et al.*, 1983] PEIRCE, D., ASARO, R. et NEEDLEMAN, A. (1983). Material rate dependence and localized deformation in crystalline solids. *Acta Metallurgica*, 31(12):1951–1976.

[Perrin *et al.*, 2010] PERRIN, C., BERBENNI, S., VEHOFF, H. et BERVEILLER, M. (2010). Role of discrete intragranular slip on lattice rotations in polycrystalline Ni: Experimental and micromechanical studies. *Acta Materialia*, 58(14):4639–4649.

[Petch, 1953] PETCH, N. (1953). The cleavage strength of polycrystals. *Journal of the Iron and Steel Institute*, 174:25–28.

[Peters et Ranson, 1982] PETERS, W. et RANSON, W. (1982). Digital imaging techniques in experimental stress analysis. *Optical Engineering*, 21(3):427–432.

[PETSc, 2014] PETSC (2014). http://www.mcs.anl.gov/petsc/.

[Pilvin, 1994] PILVIN, P. (1994). The contribution of micromechanical approaches to the modelling of inelastic behaviour. *In* A. PINEAU, G. CAILLETAUD, T. LINDLEY, éditeur : *4th International Conference on Biaxial/Multiaxial Fatigue*, volume 1, pages 31–46.

[Pokor, 2002] POKOR, C. (2002). *Caractérisation microstructurale et modélisation du durcissement des aciers austénitiques irradiés des structures internes des réacteurs à eau pressurisée*. Thèse de doctorat, INP Grenoble.

[Pouillier, 2011] POUILLIER, E. (2011). *Hydrogen-induced intergranular fracture of aluminum-magnesium alloys*. Thèse de doctorat, Mines ParisTech.

[Pouillier *et al.*, 2012] POUILLIER, E., GOURGUES, A.-F., TANGUY, D. et BUSSO, E. (2012). A study of intergranular fracture in an aluminium alloy due to hydrogen embrittlement. *International Journal of Plasticity*, 34(0):139–153.

[Priester, 2001] PRIESTER, L. (2001). "dislocation-interface" interaction – stress accommodation processes at interfaces. *Materials Science and Engineering: A*, 309-310:430–439.

[Proix, 2011] PROIX, J.-M. (2011). Prise en compte de l'hypothèse des contraintes planes dans les comportements non linéaires. Documentation Code_Aster - R05.03.03.

[Proix, 2014] PROIX, J.-M. (2014). Comportements élastoviscoplastiques mono et polycristallins. Documentation Code_Aster - R5.03.11.

[Queyreau *et al.*, 2010] QUEYREAU, S., MONNET, G. et DEVINCRE, B. (2010). Orowan strengthening and forest hardening superposition examined by dislocation dynamics simulations. *Acta Materialia*, 58(17):5586–5595.

[Raabe *et al.*, 2001] RAABE, D., SACHTLEBER, M., ZHAO, Z., ROTERS, F. et ZAEFFERER, S. (2001). Micromechanical and macromechanical effects in grain scale polycrystal plasticity experimentation and simulation. *Acta Materialia*, 49(17):3433–3441.

[Rauch, 1993] RAUCH, E. (1993). *Etude de l'écrouissage des métaux. Aspects microstructuraux et lois de comportement*. Thèse de doctorat, INP Grenoble.

[Rodney, 2004] RODNEY, D. (2004). Molecular dynamics simulation of screw dislocations interacting with interstitial frank loops in a model FCC crystal. *Acta Materialia*, 52(3):607–614.

[Roters *et al.*, 2010] ROTERS, F., EISENLOHR, P., HANTCHERLI, L., TJAHJANTO, D., BIELER, T. et RAABE, D. (2010). Overview of constitutive laws, kinematics, homogenization and multiscale methods in crystal plasticity finite-element modeling: Theory, experiments, applications. *Acta Materialia*, 58(4):1152–1211.

[Rouffié *et al.*, 2013] ROUFFIÉ, A., WIDENT, P., ZIOLEK, L., DELABROUILLE, F., TANGUY, B., CRÉPIN, J., PINEAU, A., GARAT, V. et FOURNIER, B. (2013). Influences of process parameters and microstructure on the fracture mechanisms of {ODS} steels. *Journal of Nuclear Materials*, 433(1–3):108–115.

[Roux *et al.*, 2012] ROUX, S., HILD, F. et LECLERC, H. (2012). Mechanical assistance to DIC. *Procedia IUTAM*, 4:159–168.

[Ru *et al.*, 2011] RU, C., ZHANG, Y., SUN, Y., ZHONG, Y., SUN, X., HOYLE, D. et COTTON, I. (2011). Automated four-point probe measurement of nanowires inside a scanning electron microscope. *IEEE Transactions on Nanotechnology*, 10:674–681.

[Réthoré *et al.*, 2009] RÉTHORÉ, J., ROUX, S. et HILD, F. (2009). An extended and integrated digital image correlation technique applied to the analysis of fractured samples. *EJCM*, 18:285–306.

[Saai *et al.*, 2010] SAAI, A., LOUCHE, H., TABOUROT, L. et CHANG, H. (2010). Experimental and numerical study of the thermo-mechanical behavior of al bi-crystal in tension using full field measurements and micromechanical modeling. *Mechanics of Materials*, 42(3):275–292.

[Sachtleber *et al.*, 2002] SACHTLEBER, M., ZHAO, Z. et RAABE, D. (2002). Experimental investigation of plastic grain interaction. *Materials Science and Engineering: A*, 336(1–2):81–87.

[Sauzay, 2006] SAUZAY, M. (2006). Effet de l'anisotropie élastique cristalline sur la distribution des facteurs de schmid à la surface des polycristaux. *Comptes Rendus Mécanique*, 334(6):353–361.

[Schmid et Boas, 1935] SCHMID, E. et BOAS, W. (1935). *Kristalplastizität*. Springer Verlag.

[Schmidegg, 2000] SCHMIDEGG, K. (2000). *Finite element simulation of local deformations in polycrystals and comparison to experimental results*. Thèse de doctorat, Montanuniversität Leoben.

[Schroeter et McDowell, 2003] SCHROETER, B. M. et MCDOWELL, D. L. (2003). Measurement of deformation fields in polycrystalline {OFHC} copper. *International Journal of Plasticity*, 19(9): 1355–1376.

[Schwartz, 2011] SCHWARTZ, J. (2011). *Approche non locale en plasticité cristalline : application à l'étude du comportement mécanique de l'acier AISI 316LN en fatigue oligocyclique.* Thèse de doctorat, Ecole Centrale Paris.

[Schwartz *et al.*, 2010] SCHWARTZ, J., FANDEUR, O. et REY, C. (2010). Fatigue crack initiation modeling of 316LN steel based on non local plasticity theory. *Procedia Engineering*, 2:1353–1362.

[Scrivens *et al.*, 2007] SCRIVENS, W., LUO, Y., SUTTON, M. A., COLLETTE, S., MYRICK, M., MINEY, P., COLAVITA, P., REYNOLDS, A. P. et LI, X. (2007). Development of patterns for digital image correlation measurements at reduced length scales. *Experimental Mechanics*, 47:63–77.

[Seward *et al.*, 2004] SEWARD, G., CELOTTO, S., PRIOR, D., WHEELER, J. et POND, R. (2004). In situ SEM-EBSD observations of the hcp to bcc phase transformation in commercially pure titanium. *Acta Materialia*, 52(4):821–832.

[Sharma *et al.*, 2013] SHARMA, C., DWIVEDI, D. K. et KUMAR, P. (2013). Effect of post weld heat treatments on microstructure and mechanical properties of friction stir welded joints of Al-Zn-Mg alloy AA7039. *Materials & Design*, 43(0):134–143.

[Simonovski et Cizelj, 2013] SIMONOVSKI, I. et CIZELJ, L. (2013). Cohesive element approach to grain level modelling of intergranular cracking. *Engineering Fracture Mechanics*, 110(0):364–377.

[Soppa *et al.*, 2001] SOPPA, E., DOUMALIN, P., BINKELE, P., WIESENDANGER, T., BORNERT, M. et SCHMAUDER, S. (2001). Experimental and numerical characterisation of in-plane deformation in two-phase materials. *Computational Materials Science*, 21(3):261–275.

[Soula *et al.*, 2009] SOULA, A., RENOLLET, Y., BOIVIN, D., POUCHOU, J.-L., LOCQ, D., CARON, P. et BRÉCHET, Y. (2009). Analysis of high-temperature creep deformation in a polycrystalline nickel-base superalloy. *Materials Science and Engineering: A*, 510–511(0):301–306. 11th International Conference of Creep and Fracture of Engineering Materials and Structures, CREEP 2008.

[Spowart *et al.*, 2003] SPOWART, J., MULLENS, H. et PUCHALA, B. (2003). Collecting and analyzing microstructures in three dimensions: A fully automated approach. *Journal of the Minerals, Metals & Materials Society*, 55:35–37.

[St-Pierre *et al.*, 2008] ST-PIERRE, L., HÉRIPRÉ, E., DEXET, M., CRÉPIN, J., BERTOLINO, G. et BILGER, N. (2008). 3D simulations of microstructure and comparison with experimental microstructure coming from O.I.M analysis. *International Journal of Plasticity*, 24(9):1516–1532.

[Stéphan *et al.*, 2010] STÉPHAN, J.-M., FRÉVILLE, G., CHOLLET, P., LE BEC, P., TOUZEAU, D. et DELABROUILLE, F. (2010). Caractérisation de l'acier AISI 316LN (Tôle T252) fourni par AREVA pour le projet ANR AFGRAP. H-T24-2010-01328-FR, EDF R&D.

[Sutton *et al.*, 2006] SUTTON, M., LI, N., GARCIA, D., CORNILLE, N., ORTEU, J.-J., MCNEILL, S., SCHREIER, H. et LI, X. (2006). Metrology in a scanning electron microscope: theoretical developments and experimental validation. *Measurement Science and Technology*, 17:2613–2622.

[Sutton *et al.*, 2007] SUTTON, M., LI, N., JOY, D., REYNOLDS, A. et LI, X. (2007). Scanning electron microscopy for quantitative small and large deformation measurements Part I: SEM imaging at magnifications from 200 to 10.000. *Experimental Mechanics*, 47(6):775–787.

[Tabourot, 1992] TABOUROT, L. (1992). *Loi de comportement élastoviscoplastique d'un monocristal en grandes déformations*. Thèse de doctorat, INP Grenoble.

[Taillandier-Thomas *et al.*, 2014] TAILLANDIER-THOMAS, T., ROUX, S., MORGENEYER, T. F. et HILD, F. (2014). Localized strain field measurement on laminography data with mechanical regularization. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 324(0):70–79.

[Tatschl et Kolednik, 2003] TATSCHL, A. et KOLEDNIK, O. (2003). On the experimental characterization of crystal plasticity in polycrystals. *Materials Science and Engineering: A*, 356(1-2):447–463.

[Taupin *et al.*, 2012] TAUPIN, V., BERBENNI, S. et FRESSENGEAS, C. (2012). Size effects on the hardening of channel-type microstructures: A field dislocation mechanics-based approach. *Acta Materialia*, 60(2):664–673.

[Taupin *et al.*, 2010] TAUPIN, V., BERBENNI, S., FRESSENGEAS, C. et BOUAZIZ, O. (2010). On particle size effects: An internal length mean field approach using field dislocation mechanics. *Acta Materialia*, 58(16):5532–5544.

[Taylor, 1934] TAYLOR, G. (1934). The mechanism of plastic deformation of crystals. Part I. theoretical. *Proceedings of the Royal Society of London*, 145(855):362–387.

[Taylor, 1938] TAYLOR, G. (1938). Plastic strain in metals. *Journal of the Institute of Metals*, 62:307–325.

[Teodosiu *et al.*, 1993] TEODOSIU, C., RAPHANEL, J. et TABOUROT, L. (1993). Finite element simulation of the large elastoplastic deformation of multicrystals. *In Procedia International Seminar Mecamat*, volume 91, pages 153–168.

[Tikhonov et Arsenin, 1977] TIKHONOV, A. et ARSENIN, V. (1977). *Solution of ill-posed problems*. J. Wiley, New York (USA).

[Tjahjanto *et al.*, 2010] TJAHJANTO, D., EISENLOHR, P. et ROTERS, F. (2010). A novel grain cluster-based homogenization scheme. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 18(1):21pp.

[Tomičević *et al.*, 2013] TOMIČEVIĆ, Z., HILD, F. et ROUX, S. (2013). Mechanics-aided digital image correlation. *Journal of Strain Analysis for Engineering Design*, 48:330–343.

[Tschopp *et al.*, 2009] TSCHOPP, M., BARTHA, B., PORTER, W., MURRAY, P. et FAIRCHILD, S. (2009). Microstructure-dependent local strain behavior in polycrystals through in situ scanning electron microscope tensile experiments. *Metallurgical Transactions A*, 40:2363–2368.

[TSL, 2009] TSL (2009). Orientation Imaging Microscopy (OIM) Data Analysis v6.0 - Manual.

[Villechaise *et al.*, 2002] VILLECHAISE, P., SABATIER, L. et GIRARD, J. (2002). On slip band features and crack initiation in fatigued 316L austenitic stainless steel: Part 1: Analysis by electron back-scattered diffraction and atomic force microscopy. *Materials Science and Engineering: A*, 323(1–2):377–385.

[Vincent *et al.*, 2011] VINCENT, L., GELEBART, L., DAKHLAOUI, R. et MARINI, B. (2011). Stress localization in {BCC} polycrystals and its implications on the probability of brittle fracture. *Materials Science and Engineering: A*, 528(18):5861–5870.

[Wang *et al.*, 2009] WANG, Y. Q., SUTTON, M. A., BRUCK, H. A. et SCHREIER, H. W. (2009). Quantitative error assessment in pattern matching: Effects of intensity pattern noise, interpolation, strain and image contrast on motion measurements. *Strain*, 45(2):160–178.

[Watanabe *et al.*, 1998] WATANABE, O., ZBIB, H. M. et TAKENOUCHI, E. (1998). Crystal plasticity: micro-shear banding in polycrystals using voronoi tessellation. *International Journal of Plasticity*, 14(8):771–788.

[Xue *et al.*, 2002] XUE, Z., HUANG, Y. et LI, M. (2002). Particle size effect in metallic materials: a study by the theory of mechanism-based strain gradient plasticity. *Acta Materialia*, 50:149–160.

[Yellakara et Wang, 2014] YELLAKARA, R. N. et WANG, Z. (2014). A three-dimensional dislocation dynamics study of the effects of grain size and shape on strengthening behavior of fcc Cu . *Computational Materials Science*, 87(0):253–259.

[Zaefferer et Elhami, 2014] ZAEFFERER, S. et ELHAMI, N.-N. (2014). Theory and application of electron channelling contrast imaging under controlled diffraction conditions. *Acta Materialia*, 75(0):20–50.

[Zeghadi, 2005] ZEGHADI, A. (2005). *Effet de la morphologie tri-dimensionnelle et de la taille de grain sur le comportement mécanique d'agrégats polycristallins*. Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris.

[Zeghadi *et al.*, 2007a] ZEGHADI, A., N'GUYEN, F., FOREST, S., GOURGUES, A.-F. et BOUAZIZ, O. (2007a). Ensemble averaging stress-strain fields in polycrystalline aggregates with a constrained surface microstructure - Part 1: Anisotropic elastic behaviour. *Philosophical Magazine*, 87(8): 1401–1424.

[Zeghadi *et al.*, 2007b] ZEGHADI, A., N'GUYEN, F., FOREST, S., GOURGUES, A.-F. et BOUAZIZ, O. (2007b). Ensemble averaging stress-strain fields in polycrystalline aggregates with a constrained surface microstructure - Part 2: Crystal plasticity. *Philosophical Magazine*, 87(8):1425–1446.

[Zhao *et al.*, 2008] ZHAO, Z., RAMESH, M., RAABE, D., CUITINO, A. et RADOVITZKY, R. (2008). Investigation of three-dimensional aspects of grain-scale plastic surface deformation of an aluminum oligocrystal. *International Journal of Plasticity*, 24(12):2278–2297.

[Zhu *et al.*, 2011] ZHU, T., SUTTON, M. A., LI, N., ORTEU, J.-J., CORNILLE, N., LI, X. et REYNOLDS, A. P. (2011). Quantitative stereovision in a scanning electron microscope. *Experimental Mechanics*, 51:97–109.

[Zhu *et al.*, 2006] ZHU, Y., CORIGLIANO, A. et ESPINOSA, H. (2006). A thermal actuator for nanoscale in situ microscopy testing: design and characterization. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 16:242–253.

Annexe A

Plan d'une éprouvette de traction *in situ*

Cette annexe fournit le plan d'une éprouvette de traction in situ. Les cinq essais de traction présentés dans le manuscrit ont été réalisés sur des éprouvettes usinées suivant ce plan.

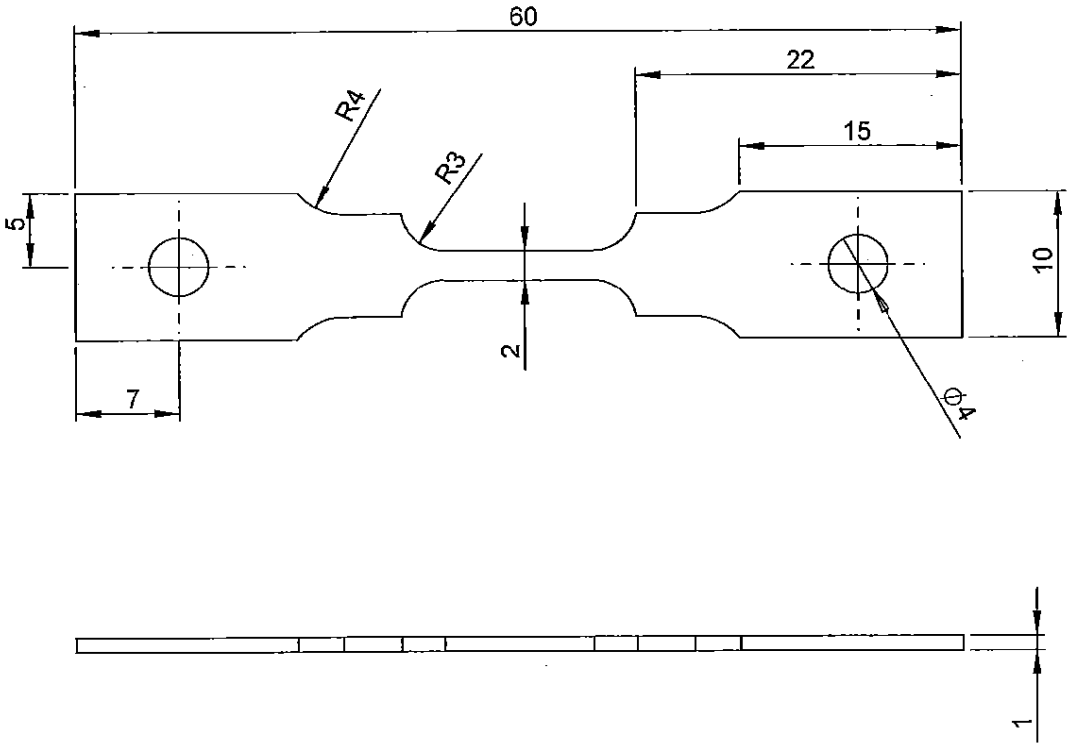


FIGURE A.1 – Plan d'une éprouvette de traction *in situ*. Les cotes sont données en millimètres

Annexe B

Tirage aléatoire d'orientations cristallographiques suivant une distribution uniforme

Cette annexe détaille la méthode utilisée dans ce travail pour réaliser un tirage aléatoire d'orientations cristallographique suivant une distribution uniforme.

Il existe plusieurs conventions pour décrire les rotations dans un espace à 3 dimensions et donc pour exprimer les orientations cristallographiques. Le choix retenu ici est d'exprimer les angles d'Euler avec la notation de Bunge : dans un repère orthogonal (x,y,z), les angles d'Euler φ_1, ϕ et φ_2 décrivent respectivement une rotation autour de l'axe z, x′ et z″, avec (x′,y′,z′) le repère obtenu après la rotation d'angle φ_1 et (x″,y″,z″) après la rotation d'angle ϕ. Nous avons fait ce choix étant donné que cette même convention est employée dans le Code_Aster [2014] que nous avons utilisé pour la simulation d'agrégats.

Avec cette convention, les deux premiers angles d'Euler, φ_1 et ϕ, fixent l'orientation dans le référentiel 3D d'un vecteur unitaire, initialement directeur de l'axe z, et suffisent pour décrire l'ensemble de la sphère unitaire. Le plan dont ce vecteur est la normale est ensuite orienté grâce à l'angle φ_2. Intuitivement, un tirage aléatoire des trois angles d'Euler est de tirer φ_1 dans l'intervalle $[0, 2\pi[$, ϕ dans $[0, \pi[$ et φ_2 dans $[0, 2\pi[$. Cependant, ce tirage ne suit pas une distribution uniforme [Kuffner, 2004] : certaines régions de la sphère unité ont une plus grande probabilité d'être décrites par le vecteur orienté par φ_1 et ϕ, plus précisément les pôles de la sphère (φ_1 proche de 0 ou π).

Pour obtenir une distribution uniforme, tout élément de surface de la sphère doit avoir la même probabilité d'avoir pour normale le vecteur orienté par φ_1 et ϕ. Avec les notation choisies (Figure B.1), l'aire d'un élément de surface de la sphère unité vaut $d\varphi_1 \sin\phi d\phi$, soit $-d\varphi_1 d(\cos\phi)$. La description uniforme la surface de la sphère revient donc à tirer aléatoirement φ_1 et $\cos\phi$ dans leur domaine de définition, c'est-à-dire dans $[0, 2\pi[$ et $[-1, 1[$ respectivement. Le tirage du troisième angle d'Euler φ_2 étant indépendant des deux premiers est réalisé aléatoirement dans $[0, 2\pi[$.

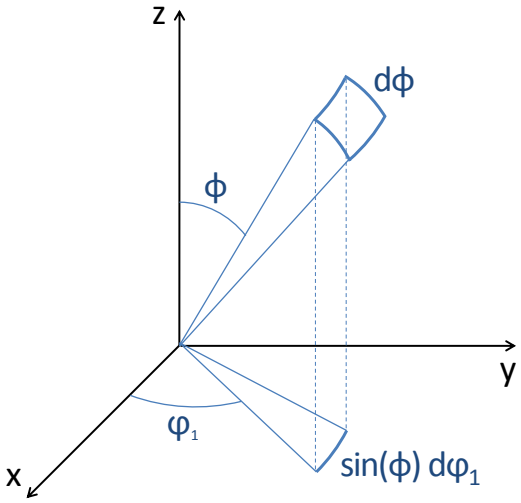


FIGURE B.1 – Elément de surface d'une sphère unité

En bilan, une réalisation (φ_1,ϕ,φ_2) d'un tirage aléatoire d'orientations cristallographiques suivant une distribution uniforme est définie par

- $\varphi_1 = 2\pi\, rand$
- $\phi = \cos^{-1}(2(rand - \frac{1}{2}))$
- $\varphi_2 = 2\pi\, rand$

où *rand* est un nombre tiré aléatoirement suivant une distribution uniforme dans l'intervalle $[0,1[$.

Annexe C

Distorsions liées à la technique de dépôt de mouchetis et à l'imagerie MEB

Cette annexe présente une méthode de quantification des distorsions liées à la fois à la technique de dépôt d'un mouchetis par microlithographie et à l'imagerie MEB. Elle prend la forme de l'article scientifique qui a été publié au cours de la thèse dans le journal Measurement Science and Technology sur cette méthode. Les distorsions globales des deux contributions sont tout d'abord quantifiées par corrélation d'images entre une image MEB et une image « idéale » du mouchetis déposé. Les deux contributions sont ensuite décorrélées grâce à une série d'images MEB pour différentes orientations du mouchetis.

IOP Publishing Measurement Science and Technology
Meas. Sci. Technol. **25** (2014) 015401 (12pp) doi:10.1088/0957-0233/25/1/015401

Characterization of SEM speckle pattern marking and imaging distortion by digital image correlation

Adrien Guery[1,2], **Félix Latourte**[1], **François Hild**[2] **and Stéphane Roux**[2]

[1] EDF R&D, Site des Renardières, avenue des Renardières - Ecuelles, F-77818 Moret-sur-Loing France
[2] LMT-Cachan (ENS Cachan/CNRS/UPMC/PRES UniverSud Paris), 61 avenue du Président Wilson, F-94235 Cachan France

E-mail: guery@lmt.ens-cachan.fr, felix.latourte@edf.fr, hild@lmt.ens-cachan.fr and stephane.roux@lmt.ens-cachan.fr

Received 23 September 2013, in final form 14 October 2013
Published 26 November 2013

Abstract
Surface patterning by e-beam lithography and scanning electron microscope (SEM) imaging distortions are studied via digital image correlation. The global distortions from the reference pattern, which has been numerically generated, are first quantified from a digital image correlation procedure between the (virtual) reference pattern and the actual SEM image both in secondary and backscattered electron imaging modes. These distortions result from both patterning and imaging techniques. These two contributions can be separated (without resorting to an external caliper) based on the images of the same patterned surface acquired at different orientations. Patterning distortions are much smaller than those due to imaging on wide field images.

Keywords: SEM, distortions, e-beam lithography patterning, digital image correlation

(Some figures may appear in colour only in the online journal)

1. Introduction

In recent decades, the mechanical behavior of metals at microstructural scales has been increasingly studied with numerical or experimental approaches [1, 2]. With the development of digital image correlation (DIC), kinematic measurements via scanning electron microscope (SEM) imaging can be performed to provide spatially dense experimental 2D [3, 4], or even 3D [5, 6] fields. These measurements allow for many possibilities, such as for instance, the coupling with simulations to identify material parameters [7]. However, SEM imaging induces distortions of different natures (e.g., drift or spatial) of the observed object and noise [3–5, 8–10] that are due to the electromagnetic environment of imaging, and that need to be considered to quantify the errors of the DIC measurements [5].

Kinematic measurements with DIC require gray level texture images whose dynamic range should be as large as possible with high local contrast. If the natural texture of the material does not provide such contrast, different marking techniques can produce a suitable artificial texture on the surface of interest. In the context of SEM imaging, the deposition of microgrids by microlithography is a viable technique [11, 12]. However, the spatial periodicity of the grid may induce displacement measurement errors or poorer spatial resolutions [13]. Investigations have been conducted on the development of random patterns [14], while speckles for SEM imaging can be obtained by remodeling of metallic films [15–17], by nanoparticle deposition techniques [18], or even by UV-photolithography [17].

An alternative solution described in this paper is also based on random patterning. The particularity is that the pattern is computer-generated before being deposited onto the specimen surface by microlithography. This procedure allows us to parameterize the desired pattern, and leads to a precise knowledge of the 'ideal' pattern (referred to as *reference pattern* in the following). An evaluation of pattern and imaging distortions is then possible by comparing an SEM image of the pattern and its reference counterpart.

 © 2014 IOP Publishing Ltd Printed in the UK

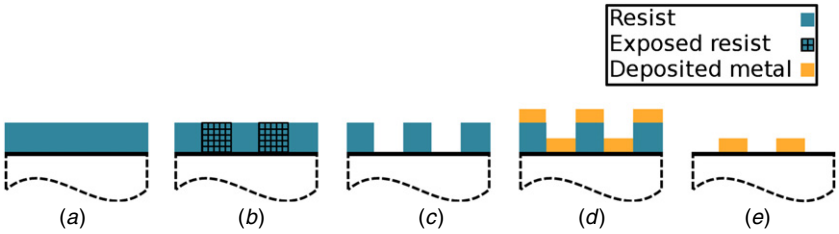


Figure 1. The five major steps of microlithographic gold patterning. Resin film deposition (*a*), electron beam exposure (*b*), development (*c*), gold deposition (*d*), dissolution of residual resist film (*e*).

The paper is organized as follows. First, section 2 is devoted to the presentation of the material and the adopted method of microlithographic gold deposition marking. Then, the reference and observed patterns are registered using DIC in section 3. SEM distortions are evaluated from a series of rotations of the sample and of the scan beam. Finally, although marking and imaging errors affect each image, collecting several of them after a physical rotation of the specimen in the SEM leads to the possibility of separating marking and imaging errors from the global distortion (section 4).

2. Materials and methods

2.1. Scanning electron microscope (SEM)

The SEM used in this study is an FEI Quanta FEG 600. For imaging, secondary electron (SE) Everhart–Thornley detector and backscattered electron (BSE) detector in Z-contrast have been used, both with an acceleration voltage of 10 kV and a working distance of 14 mm. The physical size of one pixel is 240 nm. This resolution was chosen for subsequent mechanical analyses so that a sufficient number of grains could be observed.

2.2. Microlithographic gold deposition marking

Electron beam lithography is classically employed in the production of microelectronic components [19]. The technique is based on the selective removal of the 'resist' film where it has been exposed to the e-beam according to a specific pattern. In solid mechanics, this technique has been selected to mark *in situ* specimens for kinematic measurements [3, 4, 7, 11, 12]. As for photolithography, two types of resist films can be used to achieve etching. A positive one that becomes soluble (depolymerized) once exposed to the electron beam, or a negative one, which becomes insoluble. For this study, a positive resist has been chosen.

The material chosen for this study is 316LN austenitic stainless steel. The aim is to deposit a gold pattern onto the surface of interest of the samples, such as an *in situ* tensile test sample to measure displacement fields during loading. A mechanical polishing of this surface is performed beforehand with cloths and diamond solutions down to 1 μm, and finishing with 50 nm colloidal silica suspension.

The process of microlithography gold patterning is divided into five steps (figure 1).

(i) The 'resist' film — in the present case, a thin layer of polymethylmethacrylate — is synthesized (cured at 180 °C for 90 s) from a precursor resin spin-coated on the surface.

(ii) Dedicated software for the SEM, Raith Elphy Quantum, controls the stage position, the magnification, the electron beam blanking and the electron beam deflection to write the generated pattern. The marked domain is chosen to be a 400 × 400 μm^2 square allowing the exposure to be performed with a fixed stage position, by electron beam deflection from the center of the region of interest (ROI). The marking consists of many elementary patterns, e.g., circular discs in the present case. The electron beam is unblanked at the coordinates of each disc center. Details about the pattern used in this study are given in section 2.3. A beam current of 50 pA, an acceleration voltage of 25 kV and a working distance of 10 mm have been selected.

(iii) The third step is the development of the pattern. The exposed resist is dissolved by immersion in a developer solution for 60 s followed by 30 s in isopropanol to stop the development. The bare specimen surface is obtained where the resist film was exposed to the electron beam.

(iv) A 20 nm thick gold film is then deposited across the entire sample surface, using a cathodic deposition apparatus with 40 mA current.

(v) Finally, the gold capped residual resist is dissolved with a remover solution, leaving the gold film only where it is in direct contact with the substrate. Ultrasound-enhanced cleaning steps are repeated several times. The result is a gold pattern marked in the ROI for SEM imaging (figure 2).

2.3. Parameterized pattern

The software used to control the SEM beam exposure offers a wide range of possibilities for the pattern design. The choice made in this paper is to mark the surface with a known distribution of the disc-shaped gold spots of random radius and position. The variation of radius is achieved via modulation of exposure time to electron beam. The number of spots is adjusted to get suitable density of surface covered by gold in the ROI — in the present case, 17% (figure 2(*c*)) — aiming for an appropriate gray level histogram of SEM images suitable for DIC. A specific visual marking is set in three corners of the region covered by the speckle to easily obtain the orientation of the marked pattern during observation.

One advantage of using a known pattern in this technique of microlithographic gold deposition marking is that the SEM image of the speckle can be compared with the ideal reference

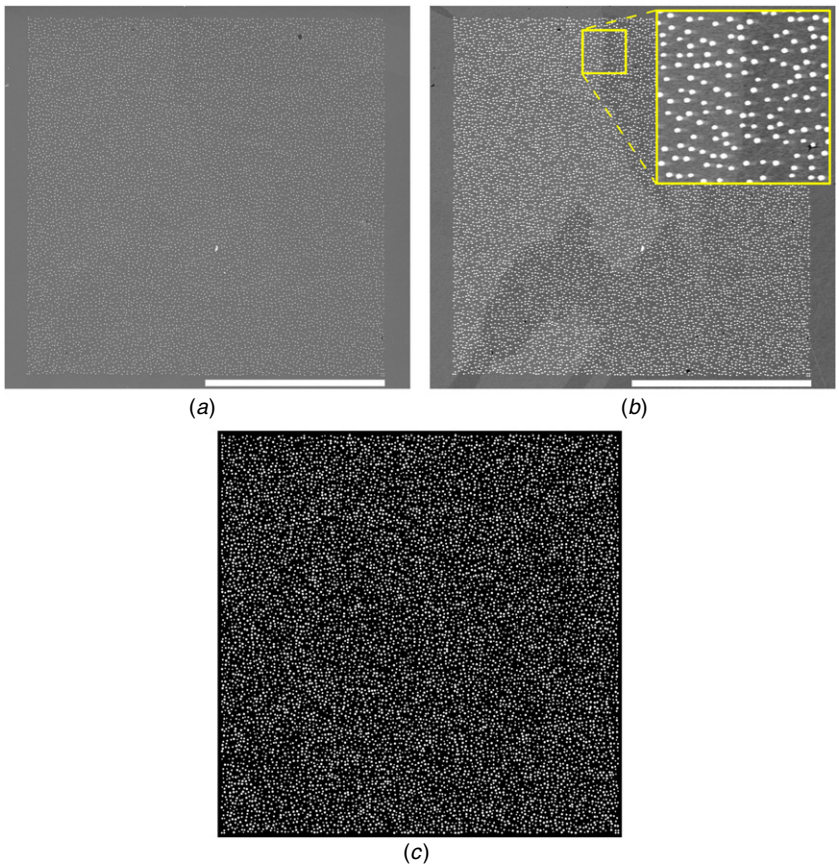


Figure 2. SEM imaging of the gold speckle with SE (*a*) and BSE (*b*) detectors. The scale bar is 200 μm. Binary image of the reference pattern (*c*).

to measure the errors resulting both from lithography and image acquisition with the SEM.

3. Quantification of systematic error in marking and imaging

3.1. Comparison between the reference and the observed pattern

The deposited gold speckle is observed with the SEM, using SE (figure 2(*a*)) or BSE (figure 2(*b*)) detectors. The binary reference that was used to create the speckle pattern is shown in figure 2(*c*).

An ideal image of the speckle, designated as the 'reference,' is generated from the known distribution of spots (figure 2(*c*)). Each spot is assumed to have a Gaussian-shaped distribution of gray levels. A typical histogram of the SEM images of the speckle shows two peaks (figure 3). The first peak corresponds to the mean gray level of the uncovered steel surface, and the second one to the mean gray level of the gold discs. These identified gray levels are used to generate the reference (synthetic) image of uniform background and Gaussian-shaped spots, as shown in figure 4(*a*) for the SE image. For the BSE images of the speckle, the underlying microstructure (twins in the present case) appears through the variation of the gray levels. The corresponding ideal image is therefore built regionally, namely, each element, twin or

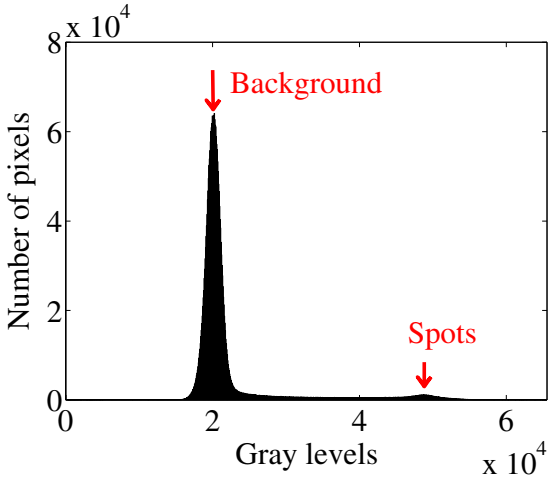


Figure 3. Gray level histogram of the SE image of the marked region.

grain, of the appearing microstructure is processed with the same method as previously adopted. The result is shown in figure 4(*b*).

The displacement fields are measured between an SEM image and the corresponding reference image of the speckle with finite element based DIC [20, 21]. It is convenient for the following developments to resort to a mapping of the image coordinate system (x, y) to the complex plane $z = (x + \mathrm{i}y)/L$,

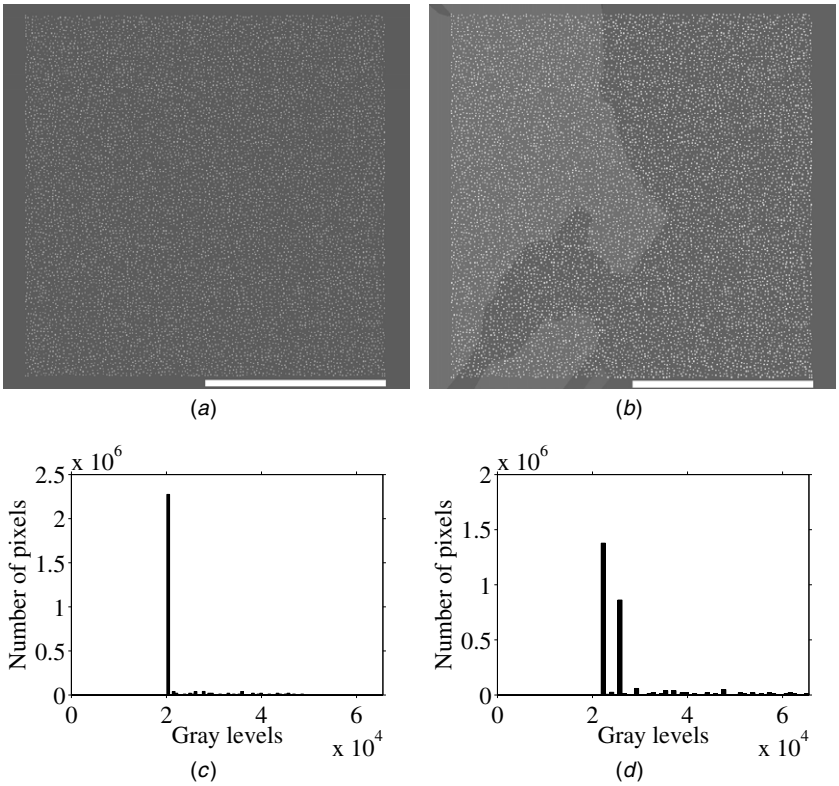


Figure 4. Reference image of the speckle built from SE image (*a*) and from BSE image (*b*). The scale bar is 200 μm. Gray level histograms of the reference SE image (*c*) and reference BSE image (*d*).

where L is the window size. The formulation is based on the texture conservation written with respect to the reference (complex-valued) coordinate systems, z. In the transformation, a point z of the reference image f moves to position $\boldsymbol{Z}(z)$ in the SEM image g

$$g(\boldsymbol{Z}(z)) = f(z), \tag{1}$$

where the Lagrangian displacement $\boldsymbol{u}$ (here again mapped into the complex plane) is defined by

$$\boldsymbol{Z}(z) = z + \boldsymbol{u}(z). \tag{2}$$

The minimization of the sum of squared differences $\rho_c^2 = (f(z) - g(z + u(z))^2$ of gray levels of the two images is performed by successive (indexed by n) solutions to the linear system in the incremental displacement vector $\{\delta u^{(n)}\}$ [22]

$$[\boldsymbol{M}]\{\boldsymbol{\delta u}^{(n)}\} = \{\boldsymbol{b}^{(n)}\}, \tag{3}$$

where $\{\delta u\}$ is the column vector gathering all the unknown amplitudes u_k when the displacement field, $\boldsymbol{u}$, is written as

$$\boldsymbol{u}(z) = \sum_k u_k \boldsymbol{\psi}_k(z), \tag{4}$$

where $\boldsymbol{\psi}_k(z)$ denotes the chosen trial displacement fields.

The matrix $[M]$ and the vector $\{b^{(n)}\}$ are known quantities, calculated over the whole ROI, from the gray levels f and g of respectively the reference image and the deformed image, such that

$$M_{kl} = \sum_{ROI} (\boldsymbol{\psi}_k \cdot \nabla f)(z)(\boldsymbol{\psi}_l \cdot \nabla f)(z), \tag{5}$$

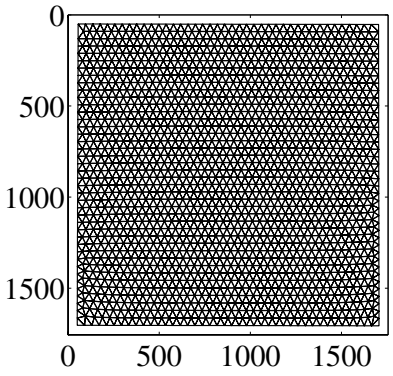


Figure 5. Unstructured mesh made of 3-noded triangular elements used for DIC calculations.

$$b_k = \sum_{ROI} (f - \tilde{g}^{(n)})(z)(\boldsymbol{\psi}_k \cdot \nabla f)(z), \tag{6}$$

where $\tilde{g}^{(n)}$ is the deformed image corrected by the current estimation of the displacement field ($\tilde{g}^{(n)}(z) = g(z + u^{(n)}(z))$). The displacement discretization is performed using an unstructured mesh (figure 5), built with 3-noded triangular elements (about 40 pixels/9.6 μm long sides). In the following, each DIC calculation will be conducted using this mesh. The adopted DIC technique leads to a displacement uncertainty due to acquisition noise as a root mean square (RMS) value of 0.021 pixel (or 5.0 nm). The latter was estimated by correlating two SE pictures with no motion applied between the two acquisitions. The RMS level of the correlation residual ρ_c at convergence is equal to 4.3% of the dynamic range of f.

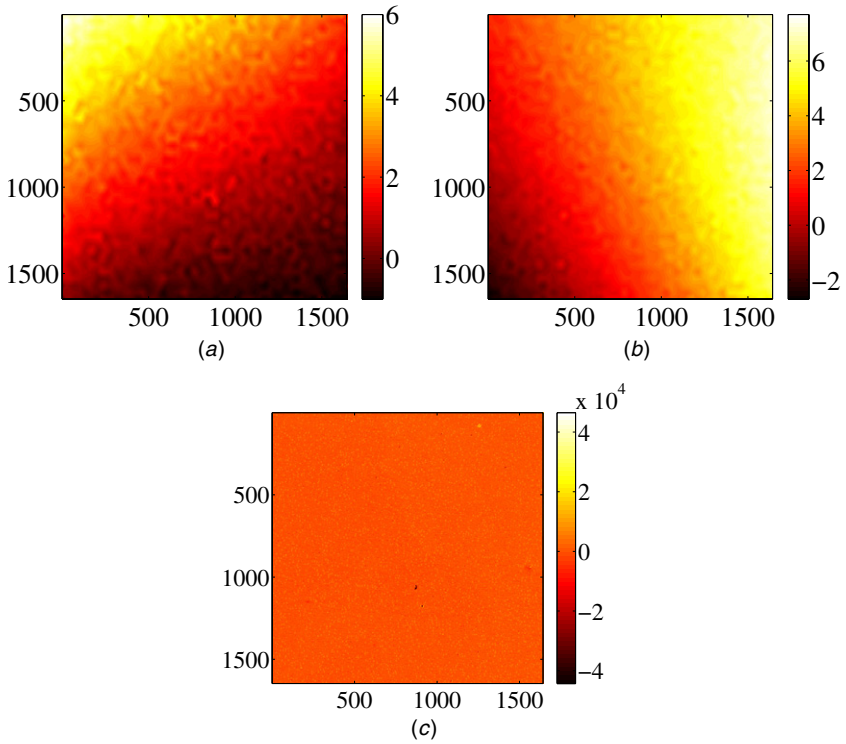


Figure 6. Displacement field expressed in pixels measured along the horizontal (*a*) and the vertical (*b*) directions between the reference image and the SE image of the speckle pattern. The physical size of one pixel is 240 nm. Correlation residuals expressed in gray levels (*c*).

Table 1. Coefficients (expressed in pixels) of the projection of the displacement field measured by DIC onto the trial fields defined in equation (8). The physical size of one pixel is 240 nm.

a_1	a_2	a_3	a_4	a_5	a_6
$3.3 + 1.5\mathrm{i}$	$-2.7 - 5.7\mathrm{i}$	$0.23 + 1.3\mathrm{i}$	$-0.089 - 0.82\mathrm{i}$	$-0.78 + 0.74\mathrm{i}$	$-1.3 + 0.61\mathrm{i}$

In figures 6(*a*) and (*b*), the measured displacements respectively along the horizontal and vertical directions between the SE image and the corresponding reference are presented. At the end of the DIC calculation, gray level residuals ρ_c, defined as the difference between the corrected deformed image $\tilde{g}$ and the reference picture f, indicate the quality of the registration (figure 6(*c*)). These residuals, from their definition, include all sources of mismatch between images that are not captured by the chosen kinematic basis (e.g., acquisition noise). Almost identical results are obtained using the BSE image, so that only the SE image will be considered thereafter.

Analytical expressions offer a suitable and convenient description of optical distortions [3–5, 8, 9], which have been proposed to describe experimentally observed distortions. In this paper, a polynomial basis in the complex variables z and $\bar{z}$ of maximum order p is considered

$$\boldsymbol{d}_{kl}(z) = z^k \bar{z}^l \qquad 0 \leqslant k, 0 \leqslant l, k + l \leqslant p \tag{7}$$

where $\bar{z}$ is the conjugate of z. The usual expressions for radial, prismatic and decentering distortions [8, 23, 24], may be expressed by using this series of complex shape functions. A second-order expansion $p = 2$ of the series has been chosen, which appeared to be sufficient to describe optical distortions. The first element of the series **1** (with complex amplitude), and the imaginary part of z, represent 2D rigid body motions (i.e., translations and rotation). The projection of the displacement field measured by DIC onto the chosen basis leads to

$$\boldsymbol{v}(z) = a_1\mathbf{1} + a_2 z + a_3\bar{z} + a_4 z^2 + a_5 z\bar{z} + a_6\bar{z}^2, \tag{8}$$

where $(a_1, \ldots, a_6)$ are complex-valued unknowns. Examples of the components of these trial fields are shown in the appendix. The measured displacement field $\boldsymbol{u}$ is approximated by $\boldsymbol{v}$ by resorting to least squares minimization

$$(a_1, \ldots, a_6) = \mathrm{argmin}\|\boldsymbol{v} - \boldsymbol{u}\|^2. \tag{9}$$

The problem of solving (9) can then be written as a linear system, whose inversion leads to the coefficients given in table 1. The approximated field $\boldsymbol{v}$ is shown in figures 7(*a*) and (*b*), and the residual displacement field $\rho = \boldsymbol{v} - \boldsymbol{u}$ in figures 7(*c*) and (*d*). The RMS value of the residual displacement is 0.14 pixel (or 34 nm).

The residual displacement fields still contains some kinematic signal, since the RMS value (0.14 pixel or 34 nm) is about seven times the standard displacement resolution (0.021 pixel or 5.0 nm). By comparison, the projection of the displacement field measured by DIC on spline functions, using the third-order Bézier curves with 16 control points (4×4 grid), leads to an RMS value of the residual displacement of 0.09 pixel (or 22 nm).

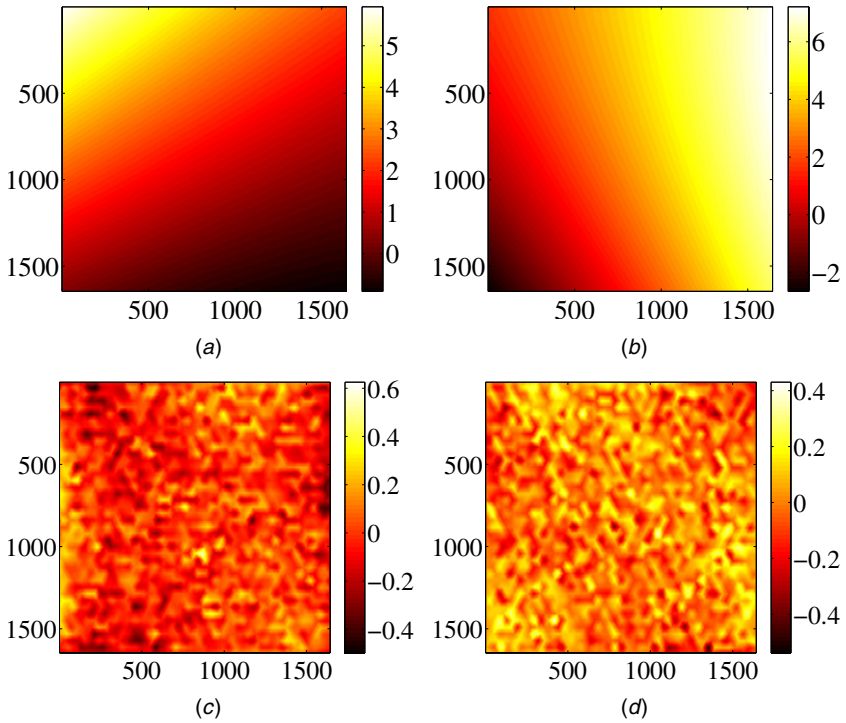


Figure 7. Projection of the displacements measured by DIC onto the basis defined in equation (8) along the horizontal (*a*) and the vertical (*b*) directions. Difference between these projected fields and the measured fields along the horizontal (*c*) and the vertical (*d*) directions. The fields are expressed in pixels, whose physical size is 240 nm

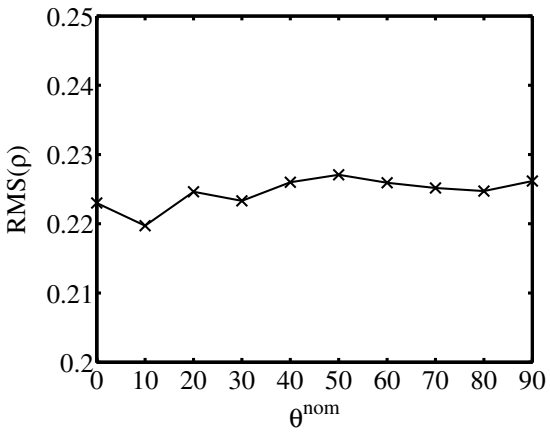


Figure 8. Change of the RMS displacement error ρ in pixels as a function of the nominal rotation angle of the SEM stage (in degrees). The physical size of one pixel is 240 nm.

3.2. SEM distortion measurements

Several SEM images of the pattern are now used to quantify both patterning and imaging distortions. The imaging distortions classically encompass drift in addition to spatial distortions. However, the drift component can be neglected for the short sequence of about 30 min necessary to acquire the images [3, 4, 9], and because a field emission gun SEM was used, known to induce very limited drift when compared to conventional tungsten filaments [3, 4, 9].

3.2.1. Apparent DIC motion from actual sample rotation. Several evaluations of SEM distortion are sought by measuring displacements between the ideal speckle and a set of SEM images. Between each image, an increment of 10° rotation of the SEM stage is applied, starting from 0° up to 90°, keeping the imaging conditions strictly identical.

Therefore, the assumption of small displacements is no longer true for the Taylor expansion of $g(\boldsymbol{Z}(z))$ in the DIC formulation summarized before. One may then consider finite transformation kinematics in DIC. The deformation gradient tensor $\boldsymbol{F}$ is defined as [25]

$$\boldsymbol{F} = \nabla_z \boldsymbol{Z} = \boldsymbol{I} + \nabla_z \boldsymbol{u}(z), \tag{10}$$

where $\boldsymbol{I}$ is the identity tensor.

The same DIC strategy as previously adopted is followed by correcting the deformed image and bringing it back onto the reference one. The transformation $\boldsymbol{Z}(z)$ is sought, and because of the intrinsic nonlinearities of the problem, an iterative approach is chosen. At step n of the algorithm, an approximation of the transformation is denoted by

$$\boldsymbol{Z} \approx \boldsymbol{\chi}^{(n)}(z), \tag{11}$$

and the corresponding displacement reads

$$\boldsymbol{v}^{(n)}(z) = \boldsymbol{\chi}^{(n)}(z) - z. \tag{12}$$

The incremental displacement correction $\delta\boldsymbol{v}^{(n+1)}(z)$ is obtained from its definition

$$\boldsymbol{Z} = \boldsymbol{\chi}^{(n)}(z) + \boldsymbol{\delta v}^{(n+1)}(z), \tag{13}$$

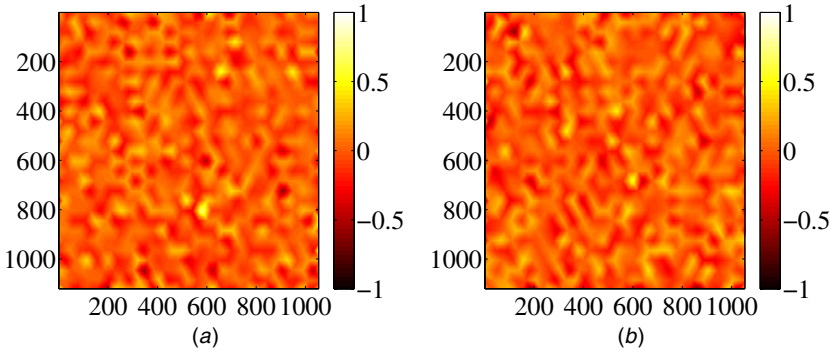


Figure 9. Average residual displacement fields along the horizontal (*a*) and the vertical (*b*) directions. The fields are expressed in pixels, whose physical size is 240 nm.

and a Taylor expansion of the corrected-deformed image, where $\tilde{g}^{(n)}(z)$ denotes $g(\boldsymbol{\chi}^{(n)}(z))$, becomes

$$\begin{aligned} g(\boldsymbol{Z}(z)) &= g(\boldsymbol{\chi}^{(n)}(z) + \boldsymbol{\delta v}^{(n+1)}(z)) \\ &= g(\boldsymbol{\chi}^{(n)}(z)) + \nabla_Z g(\boldsymbol{\chi}^{(n)}(z)) \cdot \boldsymbol{\delta v}^{(n+1)}(z) \\ &= g(\boldsymbol{\chi}^{(n)}(z)) + \nabla_z g(\boldsymbol{\chi}^{(n)}(z)) \cdot \boldsymbol{F}^{(n+1)^{-1}} \cdot \boldsymbol{\delta v}^{(n+1)}(z) \\ &\approx \tilde{g}^{(n)}(z) + \nabla_z f(z) \cdot \boldsymbol{F}^{(n+1)^{-1}} \cdot \boldsymbol{\delta v}^{(n+1)}(z). \end{aligned} \quad (14)$$

It is observed that if $\delta \boldsymbol{w}^{(n+1)}(z) \equiv \boldsymbol{F}^{(n+1)^{-1}} \cdot \delta \boldsymbol{v}^{(n+1)}(z)$ is introduced, then

$$g(\boldsymbol{Z}(z)) - f(z) \approx \tilde{g}^{(n)}(z) - f(z) + \nabla_z f(z) \cdot \boldsymbol{\delta w}^{(n+1)}(z), \quad (15)$$

hence, the standard DIC procedure (3) can be used (i.e., same matrix and second member construction) to evaluate $\delta \boldsymbol{w}^{(n+1)}$, but the incremental displacement should be corrected to

$$\boldsymbol{\delta v}^{(n+1)}(z) = \boldsymbol{F}^{(n+1)} \cdot \boldsymbol{\delta w}^{(n+1)}(z). \quad (16)$$

After the correction step, the updated fields read

$$\begin{aligned} &\boldsymbol{F}^{(n+1)} = \boldsymbol{F}^{(n)} + \nabla_z \boldsymbol{\delta v}^{(n+1)}(z), \\ &\boldsymbol{v}^{(n+1)}(z) = \boldsymbol{v}^{(n)}(z) + \boldsymbol{\delta v}^{(n+1)}(z), \\ &\boldsymbol{\chi}^{(n+1)}(z) = \boldsymbol{\chi}^{(n)}(z) + \boldsymbol{\delta v}^{(n+1)}(z), \\ &\tilde{g}^{(n+1)}(z) = g(\boldsymbol{\chi}^{(n+1)}(z)). \end{aligned} \quad (17)$$

In the particular case of large rigid body motions and small strains, $\boldsymbol{F}^{(n)}$ is essentially a rotation matrix, $\boldsymbol{R}^{(n)}$. The rotation is evaluated at each step n of the algorithm using the polar decomposition of the deformation gradient tensor

$$\boldsymbol{F}^{(n)} = \boldsymbol{R}^{(n)} \cdot \boldsymbol{V}^{(n)}, \quad (18)$$

where $\boldsymbol{V}^{(n)}$ is the right stretch tensor. From the right Cauchy–Green strain tensor:

$$\boldsymbol{C}^{(n)} = \boldsymbol{F}^{(n)^T} \cdot \boldsymbol{F}^{(n)}, \quad (19)$$

it is possible to evaluate the rotation tensor

$$\boldsymbol{R}^{(n)} = \boldsymbol{F}^{(n)} \cdot \boldsymbol{C}^{(n)^{-1/2}}. \quad (20)$$

The measured displacement fields are then projected onto the chosen basis of fields (8). The RMS value of the residual displacement is shown in figure 8 as a function of the prescribed rotation angle of the SEM stage. The residual displacements differ very slightly for all possible rotation angles. Its mean value over this set of ten evaluations is 0.22 pixel (or 54 nm) for a standard deviation of 0.009 pixel (or 2.0 nm).

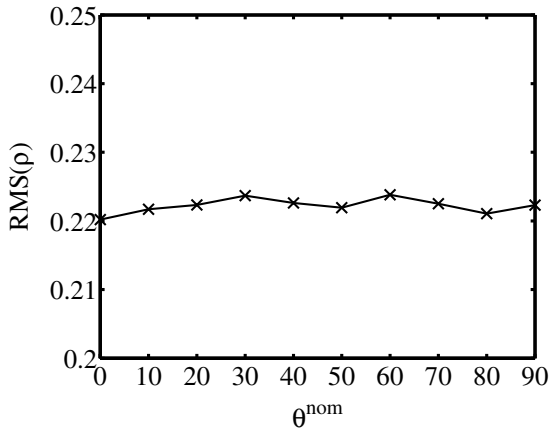


Figure 10. Change of the RMS of displacement error ρ in pixels as a function of the nominal rotation angle of the scan (in degrees). The physical size of one pixel is 240 nm.

For each rotation angle, the residual displacement fields are similar to those obtained without rotation (see figures 7(*c*) and (*d*)), but with different dynamic ranges. The average residual displacement fields are shown in figures 9(*a*) and (*b*).

The evaluation of the rotation matrix $\boldsymbol{R}^{(n)}$ during the DIC calculation gives us direct access to the true value of the rotation angle. Therefore, over the nine successive rotations of 10°, an average of measured angle increment of 9.8° is obtained, with an RMS value of 0.3°. This observation may result from an underestimation of the setpoint angle, or from a slight tilt of the rotation stage [24].

3.2.2. Apparent DIC motion from scan beam rotation. In this part, we apply the same procedure as earlier, but instead of rotating the sample using the SEM stage holder, a series of 10 rotation increments of the SEM scan beam is conducted. The working conditions of the SEM are kept identical. Displacement measurements between the reference speckle and the SEM images are achieved using the same DIC method and the same mesh as discussed above.

Similar residual displacement errors as functions of the nominal rotation angle are obtained (figure 10), once the measured displacement fields are approximated with the chosen basis of distortion fields. The mean value of the RMS levels of residual displacements over this set of ten evaluations

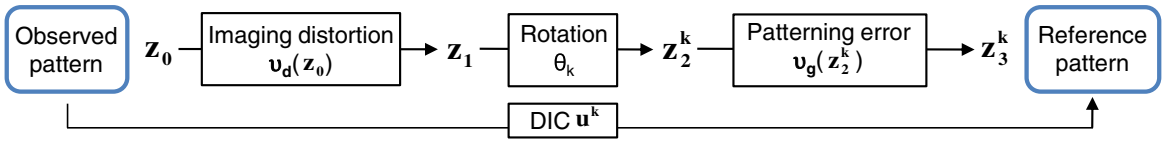


Figure 11. Schematic of the decomposition of each of the k displacement measurements into imaging distortions, rotation and patterning errors.

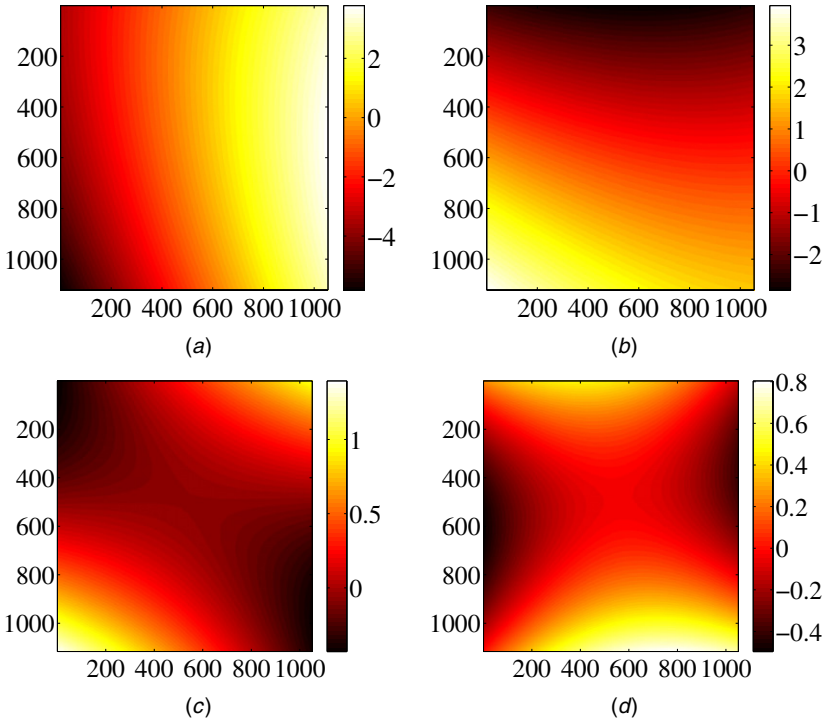


Figure 12. Imaging distortions along the horizontal (a) and the vertical (b) directions, and patterning errors along the horizontal (c) and the vertical (d) directions at convergence of the deconvolution. The fields are expressed in pixels, whose physical size is 240 nm.

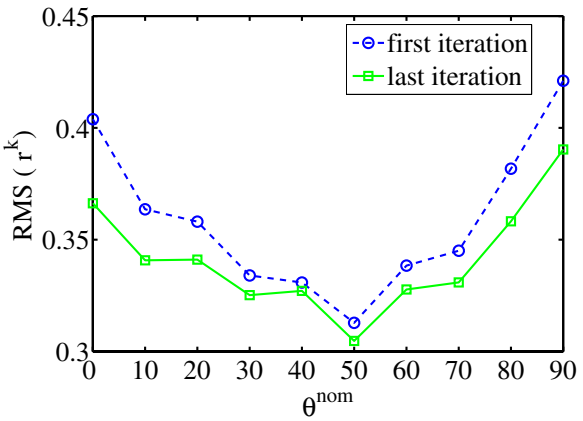


Figure 13. Change of the RMS value of the residual fields in pixels as a function of the nominal rotation angle of the pattern (in degrees). The physical size of one pixel is 240 nm.

is 0.22 pixel (or 54 nm) for a standard deviation of 0.008 pixel (or 2.0 nm), which is very close to the previous levels.

An average of measured angle increment of 10.0° is now obtained, with an RMS value of 0.008°. With regard to this result, the scan beam rotation appears to be much more accurate than the stage rotation. It does not involve any out-of-plane displacement due to misalignments as the stage is motionless.

4. Partition of patterning and imaging errors

Let us now separate the relative contributions of patterning and imaging in the overall error that has been measured. Ten DIC measurements of displacement fields between SEM images rotated at ten different angles (thanks to a stage rotation every 10° increment from 0° to 90°) and the reference pattern are used. The ROI and the mesh are identical for each measurement.

For each rotation angle, θ_k, the displacement measured by DIC, denoted $\boldsymbol{u}^k$, is sought as the composition of different transformations; first a patterning distortion, then a rotation roughly known, and finally an imaging error described in figure 11. The searched patterning error $\boldsymbol{\upsilon}_g$ is strictly identical for the ten displacement fields, which is expected since the pattern remains unchanged. Concerning the imaging distortions, $\boldsymbol{\upsilon}_d$, a similar assumption of stationarity is made, ignoring their time evolution.

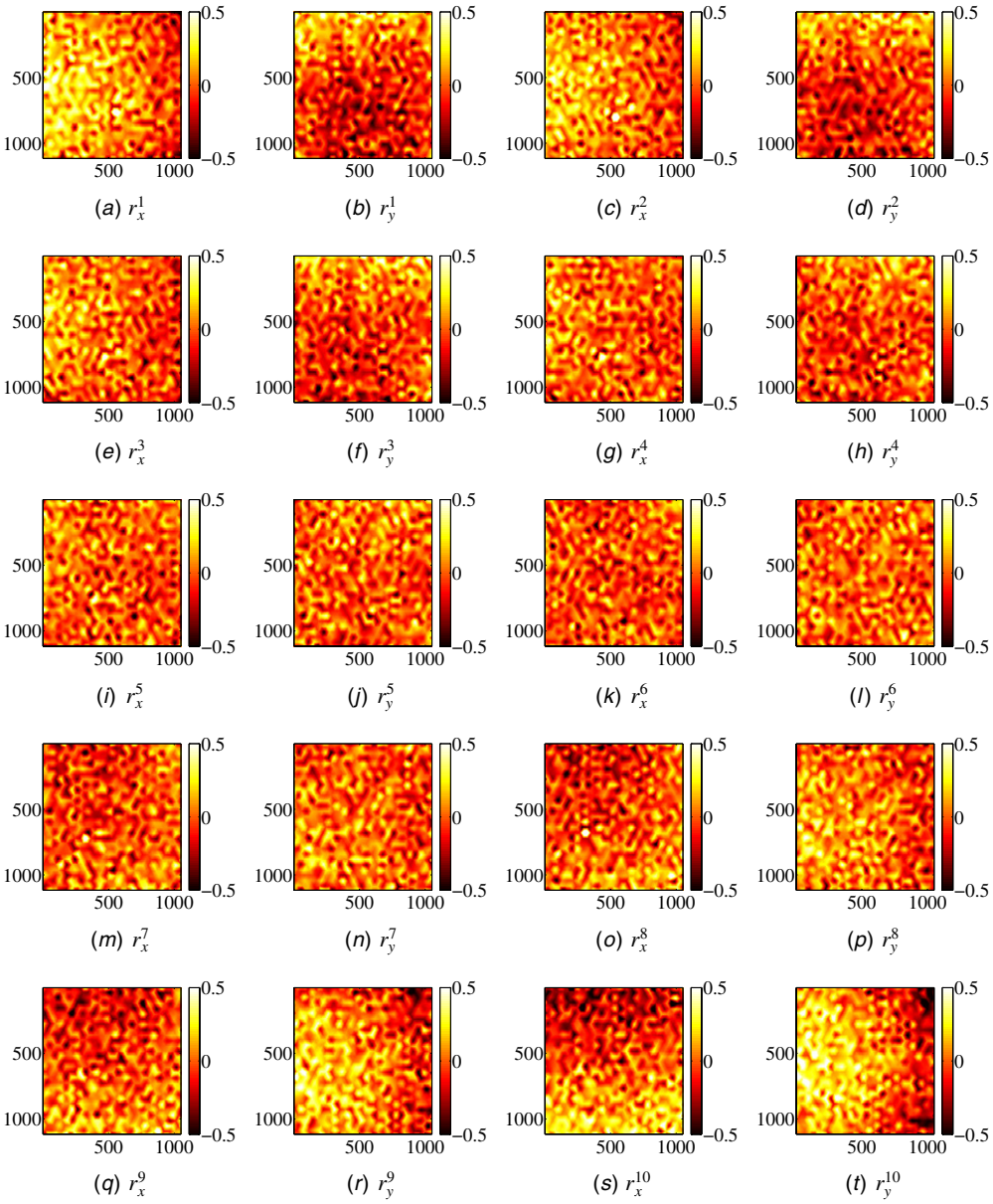


Figure 14. Ten error fields in pixels of the partition at convergence. r_x^k is the component of $\mathbf{r^k}$ along the horizontal direction, and r_y^k along the vertical direction. The physical size of one pixel is 240 nm.

The principle to separate these two contributions consists of expressing the apparent displacement field as a static field (the imaging distortion), and one that rotates together with the sample. Because large rotations are considered, the problem is nonlinear in the entire set of parameters needed to characterize each displacement field. However, considering one of the displacement fields as known, it is rather straightforward to determine the second and vice versa. This procedure converges to a well defined solution in a few iterations (i.e., typically of the order of 10).

The remainder of this section gives details on the formulation and solution of the problem using a similar approach to that of the previous section. The deformed coordinate system in the reference pattern image, denoted z_3^k, is expressed as

$$z_3^k = z_0 + \boldsymbol{u}^k(z_0), \tag{21}$$

where $\boldsymbol{u}^k$ is the kth measured displacement field.

An approximation of z_3^k, denoted $\hat{z}_3^k$, is proposed

$$\hat{z}_3^k = (z_0 + \boldsymbol{v}_d(z_0))\, \mathrm{e}^{\mathrm{i}(\theta^k + \mathrm{d}\theta^k)} + \boldsymbol{v}_g\big(\hat{z}_2^k\big), \tag{22}$$

where $\hat{z}_2^k$ is an estimation of an intermediate coordinate system after imaging distortions and the rotation

$$\hat{z}_2^k = (z_0 + \boldsymbol{v}_d(z_0))\, \mathrm{e}^{\mathrm{i}(\theta^k + \mathrm{d}\theta^k)}, \tag{23}$$

and $\mathrm{d}\theta^k$, a set of unknowns introduced to allow for small fluctuations from the nominal value of the angle θ^k previously measured (see section 3.2.1). The displacement fields $\boldsymbol{v}_d$ and

$\boldsymbol{v}_g$ are both searched in the form of the previously described expressions of distortions (7). A second-order expansion is chosen as previously (see equation (8)), leading to two sets of complex parameters $(a_1^k, \ldots, a_6)$ and $(b_1, \ldots, b_6)$ to describe, respectively, $\boldsymbol{v}_d$ and $\boldsymbol{v}_g$. Because they control the 2D rigid body motions, the parameters a_1^k are specific to each field k.

The rotation offsets $\mathrm{d}\theta^k$ are very small and, consistent with the small correction assumption, second-order cross-products of unknowns are neglected so that equation (22) becomes

$$\hat{z}_3^k = (z_0 + \boldsymbol{v}_d(z_0) + \mathrm{i}\,\mathrm{d}\theta^k z_0)\,\mathrm{e}^{\mathrm{i}\theta^k} + \boldsymbol{v}_g(\hat{z}_2^k). \tag{24}$$

An additional constraint prescribes the imaginary part of a_2 to be zero since the rotation is described by θ^k and $\mathrm{d}\theta^k$.

The quality of the proposed deconvolution is estimated by the error fields

$$\boldsymbol{r}^k = z_3^k - \hat{z}_3^k. \tag{25}$$

The choice was made to estimate $\boldsymbol{v}_d$ and $\boldsymbol{v}_g$ one after the other and not simultaneously. Thus two linear systems are solved instead of one nonlinear system by resorting to least squares fit. However, approximation errors are cumulated and should be reduced. A loop is set up to first update $\boldsymbol{v}_d^{(n+1)}$ from $\boldsymbol{v}_g^{(n)}$, then $\boldsymbol{v}_g^{(n+1)}$ and iteratively continues, until the convergence of the error fields $\boldsymbol{r}^k$ is reached. As initialization, the patterning errors $\boldsymbol{v}_g^{(0)}$ are neglected.

In figure 12, imaging distortions and patterning errors obtained at convergence are shown. The change of the residual fields $\boldsymbol{r}^k$ between the first iteration and the final iteration is presented in figure 13 as a function of the rotation angle of the pattern. Both horizontal and vertical components of the ten error fields are shown in figure 14. A low frequency kinematic signal still appears in some of the error fields. It was checked that richer bases (i.e., higher order terms of the series expansion (7)) for $\boldsymbol{v}_d$ or $\boldsymbol{v}_g$ do not allow for their reduction.

5. Conclusion and perspectives

Surface marking of steel samples by e-beam microlithography with *known* reference (i.e., numerically-generated random pattern) has been characterized by means of digital image correlation (DIC). As picture acquisitions are obtained with SEM instruments, the measured displacement fields from the registration of the reference and imaged patterns are a combination of patterning and imaging biases. Several evaluations of the distortions have been performed, after a series of rotations of the observed pattern and of the SEM scan beam. A second-order polynomial basis is revealed sufficient to capture most of the distortions, which turned out to be very comparable in secondary electron and backscattered electron modes and for the different rotation angles. To separate the global errors into two fields, one for patterning and one for imaging, it is proposed to analyze a series of images acquired after rotation of the specimen by different angles. An iterative scheme based on the linearization of the displacement errors allows for convergence in a few iterations. The patterning is shown to involve much less error (in the 400 nm range) than the imaging distortions (in the 2 μm range).

Since very large rotations are prescribed (i.e., up to 90°), finite transformation kinematics has been implemented in the DIC formulation. The basic structure of the code remains unchanged. The only modification is related to the displacement corrections that are evaluated at each iteration. They require an estimate of the mean component of the deformation gradient tensor.

Once the proposed calibration has been performed, the random part of the measurement error and some additional drifts can be evaluated by acquiring different images of the same sample without any motion of the SEM stage. When these last steps are carried out, the SEM user has a better evaluation of the measurement errors when registering images via DIC. Despite the difficulties and restrictions associated with sample patterning at small scales, and the use of imaging devices not initially tailored for kinematic measurements, the errors obtained on displacement fields are very small. Some additional errors will arise when the sample deforms, for example because the local texture imaged by the SEM can evolve upon straining due to slip band accumulation and topographic variations. This will have to be addressed in future studies since it is desirable to characterize and improve the kinematic measurements conducted at microstructural scales for both low and high strain values.

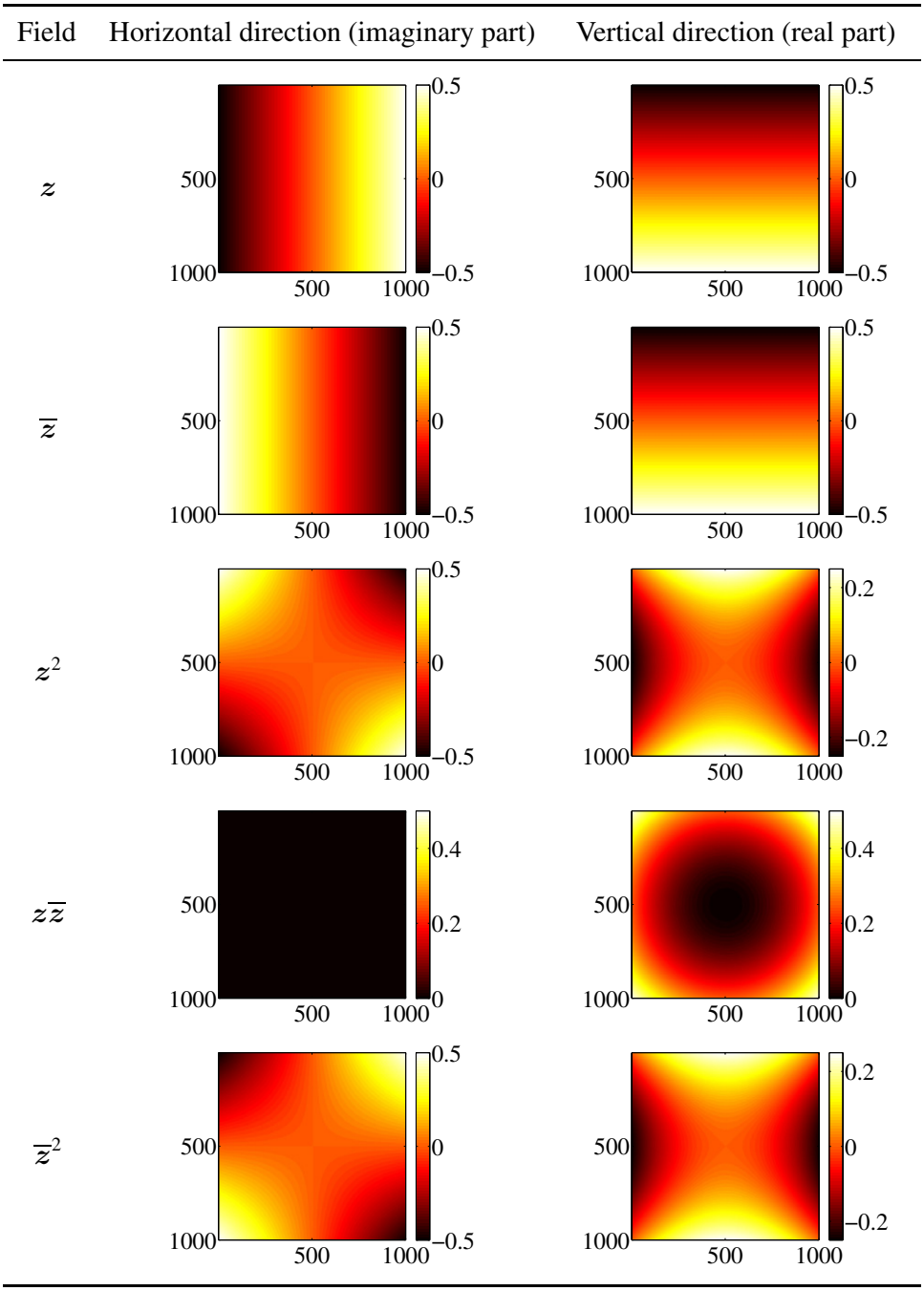
The SEM *in situ* material testing combined with DIC will then be highly beneficial for the study of plasticity and its onset, and for the analysis of damage involving larger strains. With such data, parameters of crystal plasticity laws can be determined by coupling full field measurements and finite element simulations.

Acknowledgments

The authors acknowledge the financial support of EDF within R&D LOCO and PERFORM60 (www.perform60.net) projects. Michel Mahé, Nicolas Brynaert and the Electronic Microscopy Laboratory at Les Renardières are thanked for their help in preparing and conducting the SEM acquisitions. Finally, Nicolas Rupin, François Curtit and Sylvain Leclercq are thanked for fruitful discussions.

Appendix. Displacement fields of the second-order expansion of the basis expressed in equation (7)

The measured displacement fields are approximated as linear combinations of the following fields with complex-valued amplitudes. Thus, a full display of the basis also includes the same five fields but with a swap of the columns and with an opposite sign of one column.



References

[1] Roters F, Eisenlohr P, Hantcherli L, Tjahjanto D D, Bieler T R and Raabe D 2010 Overview of constitutive laws, kinematics, homogenization and multiscale methods in crystal plasticity finite-element modeling: theory, experiments, applications *Acta Mater.* **58** 1152–211

[2] Latourte F, Rupin N, He M, Parrot A and Leclercq S 2012 Full field measurements used for assessing industrial issues—two examples *Proc. IUTAM* **4** 92–105

[3] Sutton M A, Li N, Joy D C, Reynolds A P and Li X 2007 Scanning electron microscopy for quantitative small and large deformation measurements part I: SEM imaging at magnifications from 200 to 10 000 *Exp. Mech.* **47** 775–87

[4] Sutton M A, Li N, Garcia D, Cornille N, Orteu J-J, McNeill S R, Schreier H W, Li X and Reynolds A P 2007 Scanning electron microscopy for quantitative small and large deformation measurements part II: experimental validation for magnifications from 200 to 10 000 *Exp. Mech.* **47** 789–804

[5] Zhu T, Sutton M A, Li N, Orteu J-J, Cornille N, Li X and Reynolds A P 2011 Quantitative stereovision in a scanning electron microscope *Exp. Mech.* **51** 97–109

[6] Li C, Liu Z and Xie H 2013 A measurement method for micro 3D shape based on grids-processing and stereovision technology *Meas. Sci. Technol.* **24** 045401

[7] Héripré E, Dexet M, Crépin J, Gélébart L, Roos A, Bornert M and Caldemaison D 2007 Coupling between experimental measurements and polycrystal finite element calculations for micromechanical study of metallic materials *Int. J. Plast.* **23** 1512–39

[8] Brown D C 1966 Decentering distortion of lenses *Photogramm. Eng.* **32** 444–62
[9] Sutton M A, Li N, Garcia D, Cornill N, Orteu J J, McNeill S R, Schreier H W and Li X 2006 Metrology in a scanning electron microscope: theoretical developments and experimental validation *Meas. Sci. Technol.* **17** 2613–22
[10] Ru C, Zhang Y, Sun Y, Zhong Y, Sun X, Hoyle D and Cotton I 2011 Automated four-point probe measurement of nanowires inside a scanning electron microscope *IEEE Trans. Nanotechnol.* **10** 674–81
[11] Allais A, Bornert M, Bretheau T and Caldemaison D 1994 Experimental characterization of the local strain field in an heterogeneous elastoplastic material *Acta Metall. Mater.* **42** 3865–80
[12] Doumalin P, Bornert M and Crépin J 2003 Caractérisation de la répartition de la déformation dans les matériaux hétérogènes *Mec. Indust.* **4** 607–17
[13] Doumalin P 2000 Microextensométrie locale par corrélation d'images numériques: application aux études micromécaniques par microscopie électronique à balayage *PhD Thesis* Ecole Polytechnique, France
[14] Kammers A D and Daly S 2011 Small-scale patterning methods for digital image correlation under scanning electron microscopy *Meas. Sci. Technol.* **22** 125501
[15] Collette S A *et al* 2004 Development of patterns for nanoscale strain measurements: I. Fabrication of imprinted Au webs for polymeric materials *Nanotechnology* **15** 1812–7
[16] Li N, Sutton M A, Li X and Schreier H W 2008 Full-field thermal deformation measurements in a scanning electron microscope by 2D digital image correlation *Exp. Mech.* **48** 635–46
[17] Scrivens W, Luo Y, Sutton M A, Collette S, Myrick M, Miney P, Colavita P, Reynolds A P and Li X 2007 Development of patterns for digital image correlation measurements at reduced length scales *Exp. Mech.* **47** 63–77
[18] Berfield T A, Patel J K, Shimmin R G, Braun P V, Lambros J and Sottos N R 2007 Micro- and nanoscale deformation measurement of surface and internal planes via digital image correlation *Exp. Mech.* **47** 51–62
[19] Regolini J-L 1991 Technologie de fabrication de la microélectronique. Opérations élémentaires *Tech. de l'ingénieur* E2410
[20] Leclerc H, Périé J-N, Roux S and Hild F 2009 Integrated digital image correlation for the identification of mechanical properties *MIRAGE 2009, LNCS Computer Vision/Computer Graphics Collaboration Techniques: Proc. 4th Int. Conf., MIRAGE 2009 (Rocquencourt, France) (Lecture Notes in Computer Science* vol 5496*)* (Berlin: Springer) pp 161–71
[21] Hild F and Roux S 2012 Comparison of local and global approaches to digital image correlation *Exp. Mech.* **52** 1503–19
[22] Besnard G, Hild F and Roux S 2006 'Finite-element' displacement fields analysis from digital images: application to Portevin–Le Châtelier bands *Exp. Mech.* **46** 789–803
[23] Sutton M A, Orteu J-J and Schreier H 2009 Image correlation for shape, motion and deformation measurements: basic concepts, theory and applications *Handbook of Experimental Solid Mechanics* (Berlin: Springer)
[24] Dufour J E, Hild F and Roux S 2013 Integrated digital image correlation for the evaluation and correction of optical distortions *Opt. Lasers Eng.* (submitted)
[25] Truesdell C and Noll W 1965 *The Non-linear Field Theories of Mechanics (Handbuch der Physik* vol 3*)* ed S Flügge (Berlin: Springer)