THÈSE

Pour l'obtention du grade de
DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE POITIERS
UFR des sciences fondamentales et appliquées
Pôle poitevin de recherche pour l'ingénieur en mécanique, matériaux et énergétique - PPRIMME (Poitiers)
(Diplôme National - Arrêté du 7 août 2006)

École doctorale : Sciences et ingénierie en matériaux, mécanique, énergétique et aéronautique - SIMMEA (Poitiers)
Secteur de recherche : Milieux denses, matériaux et composants

Présentée par :
Jonathan Michel

Caractérisation par UHV AFM/STM des nanostructures de déformation de l'intermétallique Ni3Al

Directeur(s) de Thèse :
Christophe Coupeau, Joël Bonneville

Soutenue le 11 décembre 2014 devant le jury

Jury :

Président	**Florence Pettinari-Stürmel**	Professeur des Universités, Université Paul Sabatier de Toulouse
Rapporteur	**Marc Fivel**	Directeur de recherche CNRS, INP de Grenoble
Rapporteur	**Laurent Proville**	Chercheur, CEA de Saclay
Membre	**Christophe Coupeau**	Professeur des Universités, Université de Poitiers
Membre	**Joël Bonneville**	Professeur des Universités, Université de Poitiers
Membre	**Philippe Spätig**	Maître d'enseignement et de recherche, EPFL, Suisse

Pour citer cette thèse :
Jonathan Michel. *Caractérisation par UHV AFM/STM des nanostructures de déformation de l'intermétallique Ni3Al* [En ligne]. Thèse Milieux denses, matériaux et composants. Poitiers : Université de Poitiers, 2014. Disponible sur Internet <http://theses.univ-poitiers.fr>

THESE

pour l'obtention du Grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE POITIERS

Faculté des Sciences Fondamentales et Appliquées

Diplôme National - Arrêté du 7 août 2006

Ecole Doctorale : Sciences et Ingénierie
en Matériaux, Mécanique, Energétique et Aéronautique

Secteur de Recherche : Milieux Denses, Matériaux et Composants

Présentée par :

Jonathan MICHEL

****

Caractérisation par UHV AFM/STM des nanostructures de déformation de l'intermétallique Ni_3Al

****

Directeurs de Thèse : Joël BONNEVILLE et Christophe COUPEAU

Soutenue publiquement le 11 décembre 2014

****

JURY

M. FIVEL	Directeur de Recherche CNRS, INP Grenoble	Rapporteur
L. PROVILLE	Chercheur, CEA Saclay	Rapporteur
F. PETTINARI-STURMEL	Professeur à l'Université Paul Sabatier, Toulouse	Examinatrice
P. SPATIG	Maître d'enseignement et de recherche à l'EPFL, Lausanne	Examinateur
J. BONNEVILLE	Professeur à l'Université de Poitiers	Examinateur
C. COUPEAU	Professeur à l'Université de Poitiers	Examinateur

*"La difficulté attire l'homme de caractère, car c'est en l'étreignant qu'il se réalise lui-*même.*"*

Charles de Gaulle (1890 – 1970)

Ce manuscrit conclut trois ans de travail. Je tiens ainsi en ces quelques lignes à exprimer ma reconnaissance envers tous ceux qui de près ou de loin y ont contribué.

J'exprime en premier lieu ma gratitude à Joël Bonneville et Christophe Coupeau, mes deux directeurs de thèse, pour leur encadrement et leurs conseils.

Nombreux sont ceux à avoir au fil de ma thèse apporté leur contribution scientifique et technique. Je souhaite remercier plus particulièrement Michel Drouet pour son indéfectible soutien aussi bien sur le plan humain que scientifique. Je tiens également à remercier Yasmine Nahas qui m'a transmis ses connaissances et son expérience de la microscopie en champ et plus particulièrement sous environnement ultra-vide, Jean Grilhé pour les nombreuses discussions fructueuses que nous avons pu avoir, Anne-Marie Archambault et Patrick Tanguy pour leur aide dans la préparation de mes échantillons.

Je remercie également Fabrice Berneau, Joël Bonneville, Christophe Coupeau, Michel Drouet, Bruno Lamongie, Marc Marteau, Patrick Tanguy et Christophe Tromas. Ces derniers ont tous contribué au projet 'Nanoplast' et ont ainsi rendu possible ce travail de thèse.

Ce travail a bien sûr été facilité par la bonne atmosphère qui règne au sein du Département de Physique et de Mécanique des Matériaux (DPMM) de l'Institut Pprime. Je remercie l'ensemble des membres du DPPM, chercheurs, enseignants-chercheurs et IATOS pour leur accueil, leur convivialité et leur aide.

Je n'oublie évidemment pas mes amis et camarades doctorants du DPMM avec lesquels j'ai partagé tous ces moments de doute et de plaisir. Tous ces instants autour d'une partie de babyfoot ou de coinche, en compagnie de Cyril, Daouda, Elliott, J.B, Jean-Rony, Jonathan, Mustapha, William... ont été de moments de détente indispensables pour une complète expression scientifique. J'ai également apprécié les moments partagés en dehors du laboratoire. Dans un autre domaine physique, je tiens à souligner les parties acharnées de badminton avec Mathieu qui m'ont permis de m'aérer l'esprit régulièrement.

Je remercie tout particulièrement Sébastien qui à partager mon bureau pendant ces trois ans. Je souhaite bon vent à Benjamin, mon successeur, pour son aventure de thésard.

Pour avoir accepté de participer à mon jury et de rapporter ce manuscrit, j'assure ma reconnaissance à Marc Fivel et Laurent Proville. Que soient remerciés les autres jurés Philippe Spätig et Florence Pettinari-Stürmel qui a assuré le rôle de présidente de jury.

Je remercie mes parents sans qui l'enfant que j'étais ne serait pas devenu l'homme que je suis, même si parfois aux yeux de mon amie, je suis resté un grand enfant. Aurélie je te remercie pour ton soutien, ta gentillesse, ton humour, ton amour indéfectible... Merci tout simplement.

Merci enfin au lecteur qui par essence justifie la rédaction de ce document

TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION 1

I. BIBLIOGRAPHIE : SURFACE SOUS CONTRAINTE ET MICROSCOPIE ..... EN CHAMP PROCHE 4

I.1. INTRODUCTION 9
I.2. GÉNÉRALITÉS 9
I.2.1. Principe de fonctionnement 9
I.2.2. Observation de surface et plasticité 10
I.3. MICROSCOPIE EN CHAMP PROCHE ET SURFACE SOUS CONTRAINTE 10
I.3.1. Microscopie en champ proche à l'air 11
I.3.1.1. Observations post-mortem 11
I.3.1.2. Dispositifs de déformation in situ 12
I.3.2. Microscopie en champ proche sous environnement ultra-vide 15
I.3.2.1. Observations post-mortem 15
I.3.2.2. Observations in situ 19
I.4. RÉSUMÉ 22

II. BANC ″NANOPLAST″ 27

II.1. ENVIRONNEMENT ULTRA-VIDE 25
II.2. CHAMBRE DE PREPARATION 26
II.3. CHAMBRE D'ESSAIS MECANIQUES IN SITU 27
II.3.1. Microscope en champ proche 27
II.3.2. Dispositif de compression 29
II.3.2.1. Système de déformation externe 29
II.3.2.2. Système de déformation interne 30
II.3.3. Porte-échantillon 32
II.3.4. Essais en température 33
II.4. MODES DE FONCTIONNEMENT 34
II.5. CARACTERISTIQUES DU DISPOSITIF 37

III. ANOMALIE DE CONTRAINTE D'ÉCOULEMENT : NOTES BIBLIOGRAPHIQUES 39

III.1. ÉTAT STRUCTURAL 41
III.2. REVUE DES PRINCIPAUX RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX 42
III.2.1. Essais mécaniques 42
III.2.2. Observations en microscopie électronique en transmission 44
III.2.3. Observations en microscopie à force atomique 47

III.3. REVUE DES PRINCIPAUX MODÈLES THÉORIQUES 48
III.3.1. Modèles de points d'épinglage 49
III.3.2. Modèles des superdécrochements 50
III.3.3. Modèle de Caillard 51
III.4. OBJECTIFS DE LA PRÉSENTE ÉTUDE 52

IV. PROCÉDURES ÉXPÉRIMENTALES 53

IV.1. MATÉRIAU ET ÉCHANTILLONS 55
IV.2. ORIENTATIONS CRISTALLOGRAPHIQUES 55
IV.2.1. Axe de compression suivant la direction cristallographique $[\bar{1}23]$ 56
IV.2.2. Axe de compression suivant la direction cristallographique $[011]$ 58
IV.3. PRÉPARATION DE SURFACE 61
IV.3.1. Préparation à l'air 61
IV.3.2. Préparation sous environnement ultra-vide 62

V. ANOMALIE DE CONTRAINTE D'ÉCOULEMENT : RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX ET DISCUSSION 65

V.1. ÉCHELLE ″MICROMÉTRIQUE″ 67
V.1.1. Généralités 67
V.1.2. Structures de lignes de glissement 68
V.1.2.1. A température ambiante 68
V.1.2.2. 400 K et 600 K 70
V.1.3. Analyse quantitative 74
V.1.3.1. Distance moyenne parcourue par les superdislocations sur les plans (010) 74
V.1.3.2. Libre parcours moyen des superdislocations sur les plans (111) 75
V.1.4. Résumé 77
V.2. ″ÉCHELLE NANOMÉTRIQUE″ 78
V.2.1. Généralités 78
V.2.2. Structures de lignes de glissement 78
V.2.2.1. 293 K et 400 K 78
V.2.2.2. 600 K 80
V.2.2.3. Analyse quantitative 83
V.2.3. Glissement dévié 84
V.2.4. Résumé 86
V.3. DISCUSSION DE SYNTHÈSE 87
V.3.1. Modèles et configurations de traces de glissement 87

V.3.2. Confrontations expériences/modèles 91

VI. ÉVÈNEMENTS INSOLITES DE SURFACE 93

VI.1. GÉNÉRALITÉS 95
VI.2. ÉMERGENCE D'UNE SEULE SUPERPARTIELLE 95
VI.3. ÉMERGENCE D'UNE SEULE PARTIELLE DE SHOCKLEY 98

CONCLUSION ET PERSPECTIVES 101

ANNEXES 104

ANNEXE A : DÉTERMINATION DE LA HAUTEUR ÉLÉMENTAIRE D'UNE MARCHE RÉSULTANT DE L'ÉMERGENCE D'UNE DISLOCATION 106
ANNEXE B : RELATION ENTRE PROBABILITÉ DE GLISSEMENT DÉVIÉ ET LIBRE PARCOURS MOYEN DES DISLOCATIONS. 108

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES 110

TABLE DES ILLUSTRATIONS

Figure 1 : Microstructure d'un superalliage MC2 [Raujol, 2010]..... **3**
Figure 2 : Variation en température de la limite d'élasticité conventionnelle (à 0,2% de déformation plastique) de la phase γ, de la phase γ' et de différents superalliages Ni-Cr-Al [Breadmore et al., 1969]..... **4**
Figure 3 : Image AFM en mode signal d'erreur de traces de glissement observées à la surface d'un échantillon de Ni_3(Al,Ta) déformé à 293 K [Coupeau et al, 1999]..... **11**
Figure 4 : (a) Photographie et (b) vue schématique du dispositif expérimental du système de flexion trois points couplé avec un AFM [Oele et al., 1997]..... **12**
Figure 5 : Photo du dispositif de compression du dispositif de compression in situ interfacé avec un AFM [Coupeau et al., 1998 et 2004]..... **13**
Figure 6 : Images AFM en signal d'erreur de l'évolution de la structure de lignes de glissement à la surface d'un monocristal de Nb déformé à 293 K (a) ε_p = 0,14 % (b) ε_p = 0,22 % (c) ε_p = 0,77 % [Charrier et al., 2012]..... **14**
Figure 7 : (a) Image STM d'une trace de glissement due à l'émergence d'une dislocation vis à la surface d'un monocristal d'Au(111) et (b) profil de hauteur associé [Engbaek et al., 2006]..... **16**
Figure 8 : (a) et (b) Images STM d'empreintes successives de nanoindentation, réalisées à l'aide d'une pointe STM, au même endroit sur un monocristal d'Au (001). (c) et (d) Images STM en haute résolution correspondant aux zones tracées en pointillés respectivement sur (a) et (b) [Carrasco et al., 2003]. **17**
Figure 9 : Vue schématique du dispositif de flexion interfacé avec un STM. [Wei et al., 1995]..... **18**
Figure 10 : Image STM montrant l'intersection d'une trace de glissement (flèche noire) et d'une marche de surface (flèches blanches) suite à la déformation d'un monocristal de Si(111) à 1073 K [Wei et al., 1995]..... **19**
Figure 11 : Images STM de la surface d'un film mince d'Au(111). (a) Surface avant déformation, avec la reconstruction en chevrons visible. (b) Surface après une déformation de l'ordre de 0,5 % [Schaff et al., 2001]..... **20**
Figure 12 : (a) Photo et (b) représentation schématique du dispositif de flexion interfacé à un STM [Fujita et al., 2008, Guo et Fujita, 2011] **21**
Figure 13 : Images STM topographiques de l'évolution de surface d'un film de Si(001). (a) Échantillon libre de contrainte et (b) après application d'une contrainte de traction externe σ = 134 MPa et une déformation ε = 0,074% à 850 K [Fujita et al., 2008] **21**
Figure 14 : Photographie du dispositif expérimental ″Nanoplast″..... **25**
Figure 15 : (a) Echantillon de Ni_3(Al,Ta) subissant un bombardement ionique et (b) Cliché LEED d'un échantillon de Si(111) préparé sous environnement UHV. **26**
Figure 16 : Image d'une pointe STM (en bas) et de son reflet (en haut) lors de l'approche d'une surface d'un échantillon de Ni_3(Al,Ta), observable avec la caméra télescope à grande focale..... **27**
Figure 17 : Image STM en résolution atomique de la reconstruction de surface (7 x 7) du Si(111)..... **28**

Figure 18 : (a) Image STM de la surface d'un monocristal de Au(111) sous une contrainte de σ = 1,70 MPa à 90 K. (b) Profil de hauteur associé au trait noir sur l'image STM. **28**
Figure 19 : Dessin technique de la vue externe du dispositif de compression **29**
Figure 20 : Dessin technique de la vue d'ensemble du dispositif de compression **30**
Figure 21 : Dessin technique du dispositif de compression interne **31**
Figure 22 : (a) Photo et (b) dessin technique du porte-échantillon **32**
Figure 23 : Variation de la température d'un échantillon d'inox sous contrainte (σ = 50 MPa), en fonction de la température au niveau du thermocouple le plus proche de l'échantillon. **34**
Figure 24 : Variation de la température d'un échantillon d'inox sous contrainte (σ = 50 MPa), en fonction de la puissance injectée au dispositif de chauffage résistif. **34**
Figure 25 : (a) Courbe caractéristique contrainte projetée/ déformation projetée pour un échantillon de $Ni_3(Al,Ta)$ déformé à 293 K. (b) Zoom sur la partie de la courbe correspondant au désengagement des moteurs. **36**
Figure 26 : Structure cristalline de l'intermétallique Ni_3Al **41**
Figure 27 : (a) Schéma de la dissociation dans Ni_3Al de la superdislocation glissant sur un plan (111). (b) Image MET de cette dissociation [Baluc, 1991] **42**
Figure 28 : Variation de la contrainte d'écoulement en fonction de la température pour divers taux de déformation plastique [Thornton et al., 1970] **43**
Figure 29 : Variation de la contrainte $\tau_{0,2\,\%}$ en fonction de l'orientation de l'axe de sollicitation et du sens de celle-ci (tension/compression) [Umakoshi et al., 1984]..... **44**
Figure 30 : Mouvement saccadé des superdislocations glissant sur le plan (111) par (a) des sauts d'APB et (b) des sauts sur des distances variables [Caillard et al, 1988]. **45**
Figure 31 : Image MET typique d'une superdislocation dans le domaine d'anomalie de contrainte d'écoulement [Baluc, 1990] **46**
Figure 32 : Représentations schématiques de la configuration de (a) verrou de KW et (b) verrou de IKW. **46**
Figure 33 : Rôle des MKs sur la planéité du glissement, (a) MKs ″d'inversion″ (b) MKs ″simples″ [Veyssière et Saada, 1996] **47**
Figure 34 : Image AFM en mode signal d'erreur de la structure de lignes de glissement à la surface d'un échantillon de $Ni_3(Al,Ta)$ après une déformation de $\gamma_p \sim 1\%$ à 720 K suivant l'axe de compression $[\bar{1}23]$. [Bonneville et al., 2011] **48**
Figure 35 : Formation d'un point d'épinglage par processus de CS qui se produit par la nucléation d'une paire de décrochements [Paidar, et al., 1984]. **48**
Figure 36 : Représentation schématique des positions successives d'une superdislocation glissant sur le plan (111) lorsque les segments entre les points d'épinglage se courbent [Paidar, et al., 1984] **49**
Figure 37 : Représentation schématique des positions successives d'une superdislocation glissant sur le plan (111) par le mouvement latéral des MKs [Mills et Chrzan, 1992] **50**

Figure 38 : Dépendance en température de $\tau_{0,2\,\%}$ des intermétalliques $Ni_{76,6}Al_{24,4}$ et $Ni_{74,3}Al_{24,7}Ta_1$ [Spätig, 1995] **55**
Figure 39 : (a) Projection stéréographique suivant l'orientation $[\bar{1}23]$ avec mention des plans (111) et (010). Représentation de l'intersection de ces plans avec (b) la face d'observation $(54\bar{1})$ et (c) les terrasses (110) constituant la surface vicinale $(54\bar{1})$ ... **57**
Figure 40 : (a) Projection stéréographique suivant l'orientation [011] avec mention des plans (111)/(001) et $(\bar{1}11)$/(010). (b) Représentation schématique de l'intersection de ces plans de glissement avec la face $(1\bar{1}1)$. **59**
Figure 41 : Etat de surface d'un monocristal de Ni_3(Al, Ta) obtenu par la méthode de préparation à l'air. Images AFM en mode (a) signal d'erreur et (b) topographie. **61**
Figure 42 : Profil de rugosité (RMS) extrait de l'image topographique présentée sur la Figure 41 ..... **62**
Figure 43 : Etat de surface d'une face $(1\bar{1}1)$ de Ni_3(Al,Ta) obtenue par bombardement/recuit sous environnement UHV. (a) Images STM en mode topographie et (b) en mode signal d'erreur **63**
Figure 44 : (a) Image STM en résolution atomique d'une face d'observation $(1\bar{1}1)$ de Ni_3(Al,Ta) sous une contrainte de τ = 80 MPa à 293 K et (b) schéma de la structure atomique de la surface {111} de Ni_3Al [Rosenhahn et al., 1999, Jurczyszyn et al., 2003]. **63**
Figure 45 : Courbes contrainte projetée / déformation projetée pour trois échantillons de Ni_3(Al,Ta) déformés suivant l'orientation 1 à une vitesse de déformation $\dot{\gamma} = 1{,}8.10^{-4}\ s^{-1}$ et respectivement à 293 K, 400 K et 600 K **67**
Figure 46 : Zoom sur la courbe contrainte projetée / déformation projetée obtenue à 600 K. **68**
Figure 47 : Images AFM de la structure de lignes de glissement observées sur un échantillon de Ni_3(Al,Ta) déformé à 293 K **69**
Figure 48 : Images AFM de traces de glissement observées sur un échantillon de Ni_3(Al,Ta) déformé à 400 K. **71**
Figure 49 : Images AFM de traces de glissement observées sur un échantillon de Ni_3(Al,Ta) déformé à 600 K. **72**
Figure 50 : Analyse de traces de glissement après une déformation de $\gamma_p \sim 1{,}3$ % à τ = 138 MPa et 600 K. (a) Image AFM topographique et (b) profils associés de hauteur de marches. **74**
Figure 51 : Longueur moyenne des traces de glissement sur le plan (010), $\bar{L}_{\{010\}}$, en fonction de γ_p à différentes températures **75**
Figure 52 : Libre parcours moyen des superdislocations, Λ, sur les plans (111) en fonction de γ_p pour différentes températures. **76**
Figure 53 : Image STM de la structure de lignes de glissement après une déformation de $\gamma_p \sim 1{,}0$ % suivant l'orientation 1 à 293 K et τ = 45 MPa. **79**

Figure 54 : Images STM de la structure de lignes de glissement après une déformation suivant l'orientation 2 (a) $\gamma_p \sim 1$ % à 293 K et $\tau = 40$ MPa et (b) de $\gamma_p \sim 1$% à 400 K et $\tau = 75$ MPa..... **79**
Figure 55 : Image STM d'une trace de glissement $(\bar{1}11)$ arrêtée suite à une déformation de $\gamma_p \sim 1{,}0$ % suivant l'orientation 2 à 293 K et $\tau = 40$ MPa..... **80**
Figure 56 : (a) Image STM en résolution atomique de la trace de glissement $(\bar{1}11)$ arrêtée présentée sur la Figure 55. (b) Profil de hauteur associé..... **80**
Figure 57 : Image STM de la structure de lignes de glissement observée après une déformation de $\gamma_p \sim 1$% suivant l'orientation 2 à 600 K et $\tau = 140$ MPa **81**
Figure 58 : Image STM du point d'arrêt de la déviation observée sur la Figure 57..... **81**
Figure 59 : (a) Zoom du point d'arrêt de la trace de glissement (010) présentée sur la Figure 58. (b) Profil de hauteur associé..... **82**
Figure 60 : Distance entre traces de glissement (111) (ou $(\bar{1}11)$) adjacentes, $D_{\{111\}}$.... **83**
Figure 61 : Image STM en haute résolution d'un évènement de double CS entre deux plans $(\bar{1}11)$ après une déformation de $\gamma_p \sim 2$ % suivant l'orientation 2 à 293 K et $\tau = 55$ MPa..... **84**
Figure 62 : Nombre d'évènement de CS observés respectivement à 293 K, 400 K et 600 K **85**
Figure 63 : Trace de glissement attendue en surface pour le glissement d'une superdislocation vis dans le cadre du modèle PPV. **88**
Figure 64 : Trace de glissement attendue en surface pour le glissement d'une superdislocation dans le cadre des modèles des superdécrochements **89**
Figure 65 : Trace de glissement attendue en surface pour le glissement d'une superdislocation vis dans le cadre du modèle de Caillard..... **90**
Figure 66 : Image STM d'une trace de glissement (111) correspondant à l'émergence d'une superpartielle, suite à une déformation de $\gamma_p \sim 1$ % à 293 K et $\tau = 45$ MPa suivant l'orientation 1 ..... **95**
Figure 67 : (a) Zoom de la trace de glissement observée sur la Figure 66. (b) Profil de hauteur associé..... **96**
Figure 68 : Longueur moyenne des traces de glissement (111) (ou (111)) liée à une seule superpartielle, $\bar{L}_{SP}$, en fonction de la température..... **97**
Figure 69 : Image STM en haute résolution de deux évènements de double CS sur une trace de glissement (111) correspondant à l'émergence d'une seule superpartielle suite à une déformation de $\gamma_p \sim 1$ % à 293 K et $\tau = 45$ MPa suivant l'orientation 1. ..... **97**
Figure 70 : Schéma d'un mécanisme de source de dislocation proche de la surface entraînant l'émergence d'une seule superpartielle **98**
Figure 71 : (a) Image STM d'une trace de glissement $(\bar{1}11)$ correspondant à l'émergence d'une partielle de Shockley, suite une déformation de $\gamma_p \sim 1$ % à 293 K et $\tau = 40$ MPa suivant l'orientation 2. (b) Profil de hauteur associé **99**

Figure 72 : Longueur moyenne des traces de glissement (111) (ou $(\bar{1}11)$) correspondant à l'émergence d'une seule partielle de Shockley, $\bar{L}_{SH}$, en fonction de la température.. ..... **99**

Tableau 1 : Hauteurs élémentaires théoriques (h_e) correspondant à l'émergence d'une superdislocation, d'une superpartielle et des partielles de Shockley pour une face $(54\bar{1})$ et une surface vicinale $(54\bar{1})$ constituée de terrasses (110) **58**
Tableau 2 : Hauteurs élémentaires théoriques (h_e) correspondant à l'émergence d'une superdislocation, d'une superpartielle et des deux partielles de Shockley pour une face $(1\bar{1}1)$ **60**

NOMENCLATURE

TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES

AES	Auger Electron Spectroscopy (Spectroscopie des électrons Auger)
AFM	Atomic Force Microscope (Microscope à force atomique)
LEED	Low Energy Electron Diffraction (Diffraction des électrons lents)
MEB	Microscopie électronique à balayage
MET	Microscopie électronique en transmission
STM	Scanning Tunneling Microscope (Microscope à effet tunnel)
UHV	Ultra-High Vacuum (Ultra-vide)

ABRÉVIATIONS

APB	Antiphase Boundary (Paroi d'antiphase)
CS	Cross-slip (Glissement dévié)
CSF	Complex Stacking Fault (Défaut d'empilement complexe)
δ	Distance entre deux pixels sur une image AFM/STM
$\Delta\tau$	Relaxation de contrainte
$\Delta\tau_d$	Relaxation de contrainte lors du désengagement des moteurs
$d_{APB(010)}$	Largeur d'APB sur le plan (010)
$d^*_{APB(010)}$	Largeur d'APB de surface sur le plan (010)
$d_{APB(111)}$	Largeur d'APB sur le plan (111)
$d^*_{APB(111)}$	Largeur d'APB de surface sur le plan (111)
h^*_{MK}	Hauteur critique pour qu'un MK agisse comme une source
$\bar{h}_{MK}$	Hauteur moyenne des MKs
MK	Macrokink (Superdécrochement)
R_{RMS}	Roughness root mean square (Rugosité moyenne quadratique)
SF	Stacking Fault (Défaut d'empilement)

PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES

$\vec{b}$	Vecteur de Burgers
ε	Déformation
ε_p	Déformation plastique
F	Force appliquée
γ	Déformation projetée
γ_p	Déformation plastique projetée

l_0	Longueur initiale des échantillons
λ	Angle entre l'axe de compression et la direction de glissement
m	Facteur de Schmid
μ	Module de cisaillement
σ	Contrainte appliquée sur l'échantillon
τ	Contrainte projetée
$\tau_{0,2\ \%}$	Contrainte projetée à 0,2 % de déformation plastique
τ_o	Contrainte de cisaillement sur le plan octaédrique primaire
θ	Angle entre la normale au plan de glissement et l'axe de compression
S_0	Section initiale des échantillons

INTRODUCTION

Les superalliages à base nickel sont une classe de matériaux présentant de bonnes caractéristiques mécaniques à haute température et une bonne résistance à la corrosion et à l'oxydation. Par conséquent, ces matériaux constituent de bons candidats pour les applications à haute température. Ils sont ainsi largement utilisés en aéronautique et dans les turbines des centrales électriques [Sims et Hagel, 1987].

Ces matériaux sont constitués d'une matrice, renforcée par la précipitation d'une phase intermétallique cohérente [Durand-Charre, 1997]. Un superalliage à base nickel contient généralement entre dix et quinze éléments d'addition, avec pour composition typique : une base nickel, 10 à 20 % de Cr, 5 à 10 % de Co, 8 % d'éléments γ'-gènes (Al et Ti). La matrice, appelée phase γ, est une solution solide majoritairement composée de Ni et dans laquelle se retrouvent tous les principaux éléments de l'alliage. Cette phase γ est désordonnée et de structure cubique à faces centrées (c.f.c). Les précipités forment une phase ordonnée à longue distance, appelée phase γ', de structure $L1_2$ (exemple : $(Ni, Cr, Co)_3(Al, Ti, Ta)$). A titre d'exemple, la Figure 1 montre la microstructure d'un superalliage MC2. La matrice se présente sous la forme de canaux visibles avec un contraste sombre et la phase durcissante sous la forme de précipités cuboïdaux.

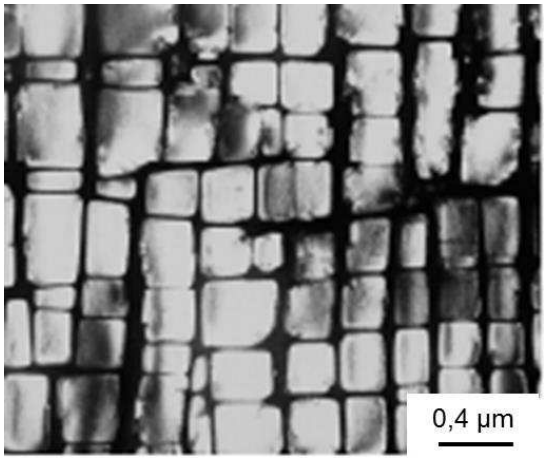

Figure 1 : Microstructure d'un superalliage MC2 [Raujol, 2010].

La précipitation de la phase γ' est à l'origine des bonnes propriétés mécaniques à chaud des superalliages à base nickel. Ils présentent en effet une limite d'élasticité élevée et à peu près constante en fonction de la température de déformation, ceci jusqu'à une température critique, au-delà de laquelle elle décroit. Ce comportement est caractéristique de la superposition du comportement ″anormal″ de la phase γ', usuellement appelé anomalie de contrainte d'écoulement en température, et de celui de la matrice dont la limite d'élasticité présente un palier, puis décroit en fonction de la température de déformation [Breadmore et al., 1969]. La Figure 2 montre l'évolution en fonction de la température de la limite d'élasticité à 0,2 % de déformation plastique de la phase γ, de la phase γ' et de différents superalliages Ni-Cr-Al, pour des fractions volumiques de la phase durcissante γ' variant de 10 % à 80 % [Breadmore et al., 1969].

Il est observé que la température critique augmente en fonction de la fraction volumique de phase γ'.

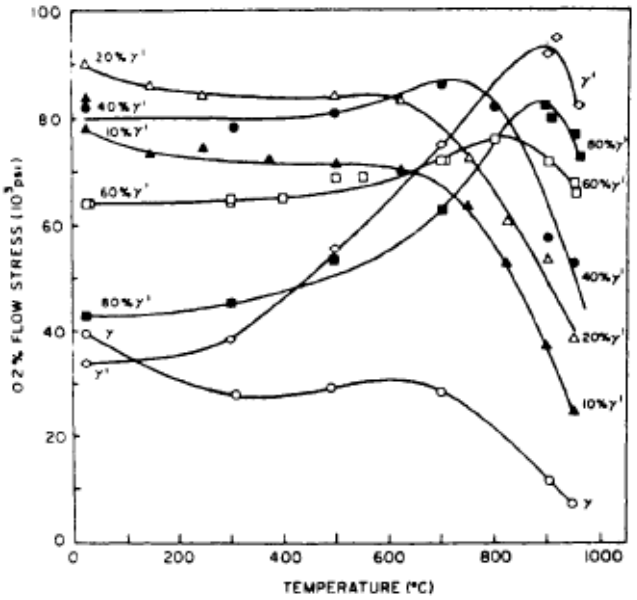

Figure 2 : Variation en température de la limite d'élasticité conventionnelle (à 0,2% de déformation plastique) de la phase γ, de la phase γ' et de différents superalliages Ni-Cr-Al [Breadmore et al., 1969].

Le composé intermétallique Ni_3Al peut servir de phase durcissante. L'anomalie de contrainte d'écoulement en température de l'intermétallique Ni_3Al et de nombreux autres composés intermétalliques de structure $L1_2$ a été étudiée de manière extensive au cours de ces quarante dernières années, ce qui a abouti à de nombreuses modélisations. L'objectif de la présente étude consiste à obtenir une meilleure compréhension des mécanismes élémentaires de déformation à l'origine de l'anomalie de contrainte d'écoulement de l'intermétallique Ni_3Al, et à compléter les données expérimentales relatives à l'épinglage thermiquement activé des dislocations en suivant l'évolution de la longueur, de la hauteur et de la répartition des traces de glissement en fonction de la température et du taux de déformation plastique. Ce travail s'appuie sur le développement récent d'un dispositif expérimental original qui permet de suivre sous environnement ultra-vide (UHV) l'évolution de surface de matériaux sous contrainte et à températures variables. Le chapitre I est dédié au contexte dans lequel ce dispositif expérimental a été développé. La description de ce dispositif est l'objet du chapitre II. Le chapitre III est consacré à la présentation des principaux résultats expérimentaux de la littérature concernant l'anomalie de contrainte d'écoulement. Des modèles théoriques y sont également décrits. Ils sont principalement basés sur un mécanisme d'épinglage thermiquement des dislocations par glissement dévié de leur plan de glissement octaédrique primaire (111), où elles sont 'glissiles', vers le plan cubique de déviation (010), où elles sont 'sessiles'. Le glissement dévié sera noté CS par la suite. Notre démarche expérimentale est exposée dans le chapitre IV. Dans le chapitre V, des

résultats expérimentaux à l'échelle ″micrométrique″ et ″nanométrique″ sont présentés et comparés avec ceux disponibles dans la littérature. Une synthèse de ces résultats y est ensuite présentée et discutée à l'aune des modèles théoriques décrits dans le chapitre III. Enfin, le chapitre VI est consacré à la présentation et à la discussion de résultats expérimentaux concernant des effets ″subtils″ de surface engendrant des traces de glissements inattendues.

I. BIBLIOGRAPHIE : SURFACE SOUS CONTRAINTE ET MICROSCOPIE EN CHAMP PROCHE

I.1. INTRODUCTION

Au cours des trente dernières années, la microscopie en champ proche s'est imposée comme une technique puissante et précieuse pour l'analyse de surface des matériaux. Elle est utilisée dans de nombreuses disciplines scientifiques, telles que la physique des solides, la science des matériaux, la biologie et la chimie. Cette technique permet d'obtenir des images tridimensionnelles d'une surface avec une résolution verticale allant jusqu'au centième de nanomètre et une résolution latérale variant de 0,01 à 10 nm en fonction de la technique et de l'environnement de travail. L'étude dans l'espace réel des structures de surface jusqu'à la résolution atomique est ainsi possible.

I.2. GÉNÉRALITÉS

I.2.1. Principe de fonctionnement

Depuis l'invention du microscope à effet tunnel (STM) en 1981 par Binnig et Rohrer [Binnig et al., 1982(a et b), Binnig et Rohrer, 1982 et 1984], la microscopie en champ proche a rapidement évolué. L'invention du STM a été suivie en 1986 par le développement du microscope à force atomique (AFM) [Binnig et al., 1986, Binnig, 1992]. Plus de vingt techniques apparentées à la microscopie en champ proche ont ensuite été développées [Wickramasinghe, 1992]. Toutes ces techniques reposent sur le même principe : une sonde balaye la surface d'un échantillon, détectant au passage des interactions locales spécifiques. La suite de ce chapitre est restreinte aux deux principales techniques de microscopie en champ proche, que sont le STM et l'AFM.

Le principe du STM est de sonder, à l'aide d'une pointe métallique, la surface d'un matériau conducteur ou semi-conducteur. Lorsqu'une pointe métallique est située à quelques Ångströms d'une surface conductrice, les fonctions d'onde électronique de la pointe et de l'échantillon se recouvrent. Les électrons acquièrent alors une certaine probabilité de transiter de la pointe vers l'échantillon (et réciproquement). L'application d'une différence de potentiel électrique entre la pointe et l'échantillon a pour conséquence de créer un courant, appelé courant tunnel. A partir de la mesure de ce courant tunnel, il est possible de remonter aux caractéristiques topographiques de la surface étudiée.

Le principe de l'AFM est de balayer la surface d'un échantillon à l'aide d'une pointe montée sur un micro-levier réfléchissant. La mesure de la déflection du micro-levier est réalisée via la réflexion d'un faisceau Laser. Lorsque le micro-levier s'infléchit, le faisceau Laser est dévié. La mesure de la position de celui-ci, qui s'effectue au moyen d'un quadrant de photodiodes, détermine la déflection du mico-levier. Il est ainsi possible de remonter aux caractéristiques topographiques de la surface étudiée. Contrairement au STM, l'AFM ne requiert pas une surface conductrice. D'excellents articles de revue sur le principe de fonctionnement du STM et de l'AFM

sont disponibles ; citons parmi ceux-ci : F. Salvan et F. Thibaudau [1999], Courjon [2013].

I.2.2. Observation de surface et plasticité

L'observation de surface des matériaux cristallins, en cours de déformation ou après, a toujours été d'un grand intérêt pour étudier la plasticité. En effet, l'émergence d'une dislocation à la surface d'un échantillon, puis sa propagation, se traduisent en général par la création d'une marche (ou trace de glissement). Le développement du concept de dislocation [Orowan, 1934, Polanyi, 1934, Taylor, 1934] et l'analyse des traces de glissement sur des monocristaux déformés en traction [Schmid et Boas, 1935] sont d'ailleurs historiquement à l'origine des théories de la plasticité basées sur les systèmes de glissement.

Pendant plusieurs décennies, l'observation de surface est restée souvent confinée à la détermination des plans de glissement actifs dans un matériau donné, du fait de la faible résolution spatiale en microscopie optique, voire en microscopie électronique à balayage (MEB). A l'aide de la technique des répliques en microscopie électronique en transmission (MET), il est devenu possible de réaliser des observations topographiques de surface en haute résolution. Cette technique consiste à créer une empreinte topographique de la surface d'un échantillon [Pokorny et Pokorny, 1994]. Elle est cependant très laborieuse à mettre en œuvre.

Le développement de la microscopie en champ proche a donc ouvert une nouvelle voie d'investigation. Il a rendu possible l'étude de la structure fine des lignes de glissement engendrées par le processus d'émergence des dislocations mobiles à la surface d'échantillons déformés plastiquement. L'intérêt est d'extraire, à partir de ces nanostructures, des informations intéressantes concernant les mécanismes élémentaires de plasticité. De plus, la microscopie en champ proche permet d'accéder à l'ensemble de l'historique des évènements de déformation plastique. En effet, même si une dislocation s'est propagée sur une grande distance dans le cristal, la trace de glissement qui résulte de sa propagation demeure présente à la surface de l'échantillon.

I.3. MICROSCOPIE EN CHAMP PROCHE ET SURFACE SOUS CONTRAINTE

Depuis près de 20 ans, la microscopie en champ proche est utilisée pour étudier la déformation des matériaux cristallins. Il existe donc une littérature relativement abondante correspondant à des observations en AFM/STM suite à des essais de déformation. Le but de ce paragraphe est d'effectuer un résumé concis des différentes approches utilisées, illustrées par quelques exemples, afin de définir le contexte qui a conduit au développement du dispositif expérimental ″Nanoplast″ sur lequel ce travail s'appuie.

I.3.1. Microscopie en champ proche *à l'air*

I.3.1.1. Observations post-mortem

La plupart des observations a été réalisée à ce jour par AFM à température ambiante et de manière post-mortem, i.e. après déformation des échantillons. Cette approche a aussi bien été utilisée à la suite d'essais de compression [Schneibel et Martìnez, 1995, Coupeau et al., 1999], de flexion [Göken et al., 1995¸ Thome et al., 1999], de nanoindentation [Tromas et al., 1999, Scholtz et al., 2007], de fatigue [Schwab et al., 1998, Man et al., 2002] et de traction [Cai et al., 2005, Kahloun et al., 2010]. Des observations à la suite d'essais de déformation à haute température ont également été réalisées jusqu'à 900 K [Brinck et al., 1998].

A titre d'exemple, une image AFM d'une structure de lignes de glissement obtenue à la suite d'un essai de compression sur un échantillon de $Ni_3(Al,Ta)$ à 293 K, est présentée sur la Figure 3. Sur cette figure, des traces de glissement correspondant aux plans (111) et quelques traces de CS correspondant aux plans (010) sont observées (flèches blanches sur la Figure 3) [Coupeau et al, 1999]. Ces observations post-mortem n'ont cependant pas permis de distinguer si les traces de glissement (010) résultent d'un mécanisme de double CS ou d'un processus d'annihilation. De plus, les observations à l'air sont limitées par la contamination de surface et/ou la convolution latérale pointe/échantillon lorsqu'elles sont réalisées en AFM. Le STM offre en effet l'avantage de s'affranchir de ces problèmes de convolution latérale. La résolution latérale de l'AFM dépend essentiellement de la dimension de l'extrémité de la pointe (rayon de courbure) et cela, quel que soit l'environnement. Le rayon de courbure des pointes AFM est de 3 à 10 nm. Les observations à l'air peuvent également être limitées par l'oxydation des matériaux métalliques lors d'essais de déformation à haute température, voire dès l'ambiante pour certains matériaux (tel que l'Al).

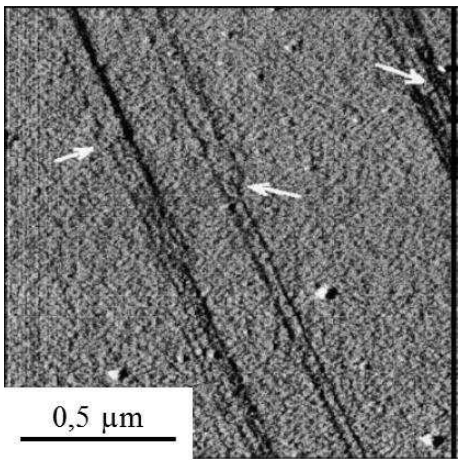

Figure 3 **:** Image AFM en mode signal d'erreur de traces de glissement observées à la surface d'un échantillon de $Ni_3(Al,Ta)$ déformé à 293 K [Coupeau et al, 1999].

I.3.1.2. Dispositifs de déformation in situ

Afin de suivre in situ l'évolution de surface sous contrainte, différents dispositifs de déformation ont été interfacés avec un AFM. Le terme in situ signifie ici que, lors d'un essai de déformation, la pointe du microscope est toujours en contact avec la surface de l'échantillon et que cette dernière est balayée en continu. A notre connaissance, seul trois dispositifs de déformation ont été couplés avec un AFM. Ces dispositifs ne peuvent opérer qu'à température ambiante.

Un système de flexion trois points a ainsi été couplé à un AFM (Figure 4) [Oele et al., 1997]. Un cristal piézo-électrique (PZT) (① Figure 4) est utilisé pour induire la flexion aux échantillons, ainsi qu'un moteur externe pas à pas (⑤ Figure 4) qui est relié au système de flexion par l'intermédiaire d'un arbre flexible (③ et ④ Figure 4). Ce système permet de déformer des échantillons (② Figure 4) de dimensions 10 x 3 x 2 mm^3 par des incréments de force de 2 N. La contrainte appliquée aux échantillons est alors déterminée à partir du nombre d'incréments de force induits à ces derniers. Par contre, la mesure de déformation n'est pas possible avec ce dispositif.

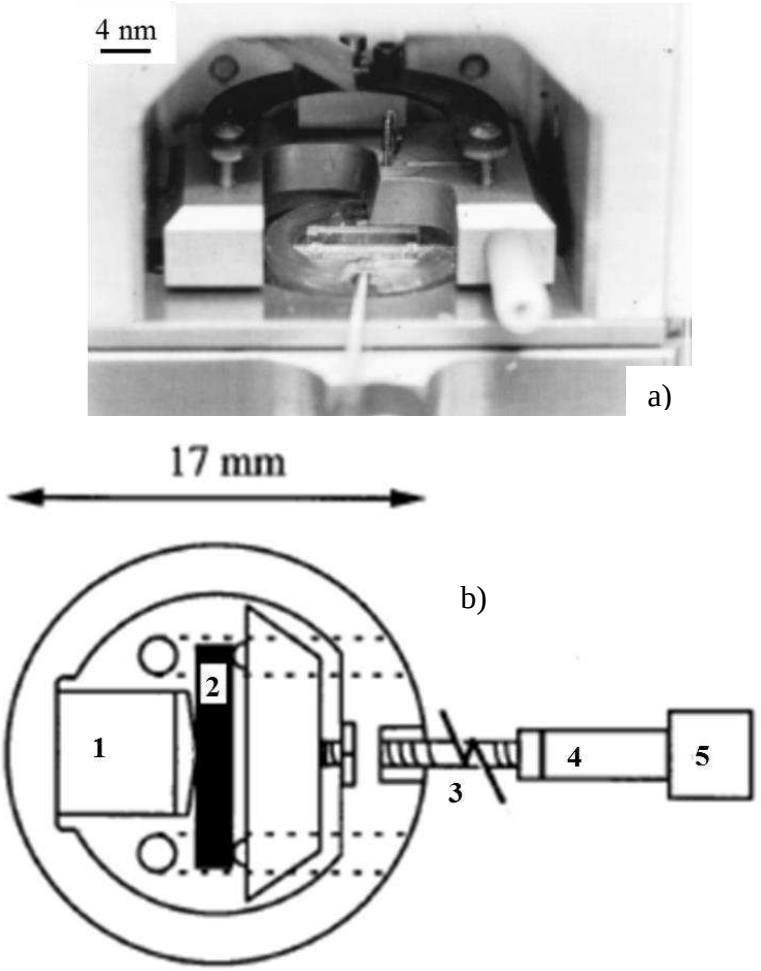

Figure 4 : (a) Photographie et (b) vue schématique du dispositif expérimental du système de flexion trois points couplé avec un AFM [Oele et al., 1997].

Ce dispositif a permis d'étudier la déformation de monocristaux de NaCl dont la surface a été préparée par clivage suivant les plans {100}. Le système de glissement primaire pour des monocristaux de NaCl orientés [001] en contrainte est le système ±a/2{110}<110>. Après un premier incrément de déformation plastique, des traces de glissement dues à l'émergence de dislocations appartenant aux systèmes de glissement $\pm a/2(011)[01\bar{1}]$, $\pm a/2(01\bar{1})[011]$, $\pm a/2(\bar{1}01)[101]$ et $\pm a/2(101)[10\bar{1}]$ ont été observées. Lorsque la déformation plastique est augmentée, de nouvelles traces de glissement correspondant à ces quatre systèmes de glissement apparaissent, ainsi que de quelques traces de glissement correspondant aux plans (100) et (010). Les auteurs expliquent la présence de ces traces de glissement (100) et (010) par des mécanismes d'annihilation de dislocations impliquant un processus de CS ou de montée. Le manque de résolution latérale n'a pas permis aux auteurs de distinguer laquelle/lesquelles de ces hypothèses est/sont à l'origine de ces traces de glissement.

Une machine de compression (Figure 5) a aussi été interfacée avec un AFM (① Figure 5) [Coupeau et al., 1998 et 2004]. Les échantillons (② Figure 5) sont déformés à l'aide de deux actionneurs PZTs en configuration symétrique (③ Figure 5). Chaque actionneur est capable de s'étendre au maximum de 60 µm, ce qui autorise dans le cas d'un échantillon de longueur 6 mm d'induire une déformation jusqu'à 2 % par pas de 6 nm. Une cellule de force (④ Figure 5) permet la mesure de la contrainte. La mesure de déformation est assurée par deux fibres optiques placées au plus près de l'échantillon.

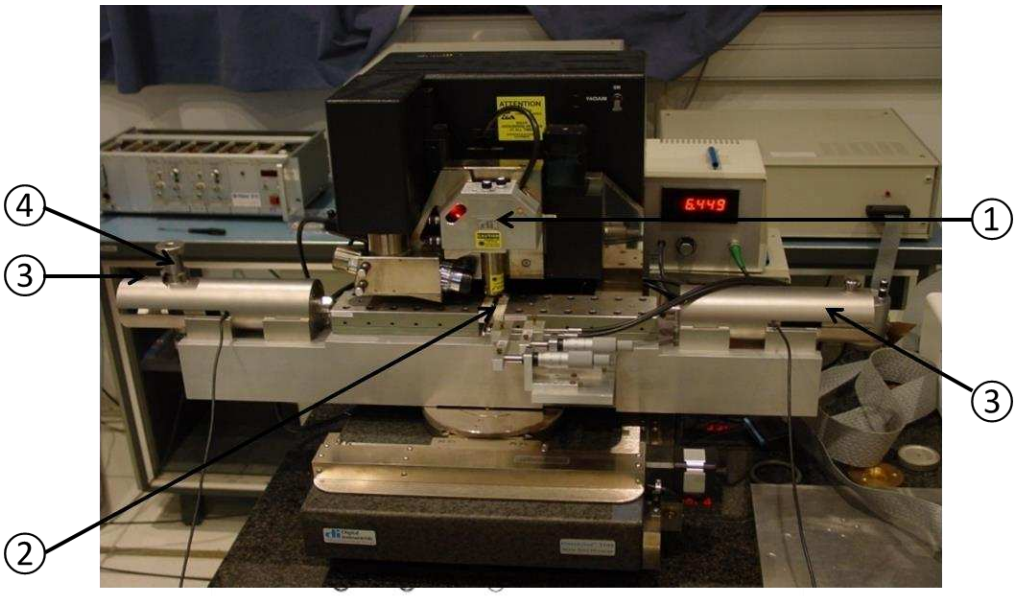

Figure 5 : Photo du dispositif de compression du dispositif de compression in situ interfacé avec un AFM [Coupeau et al., 1998 et 2004].

La Figure 6 illustre l'évolution d'une surface sous contrainte. Elle montre la structure de lignes de glissement à déformation plastique (ε_p) croissante qui est observée à la surface d'un monocristal de Nb déformé à 293 K suivant un axe de compression

[001] à l'aide du dispositif de compression in situ décrit précédemment [Charrier et al., 2012].

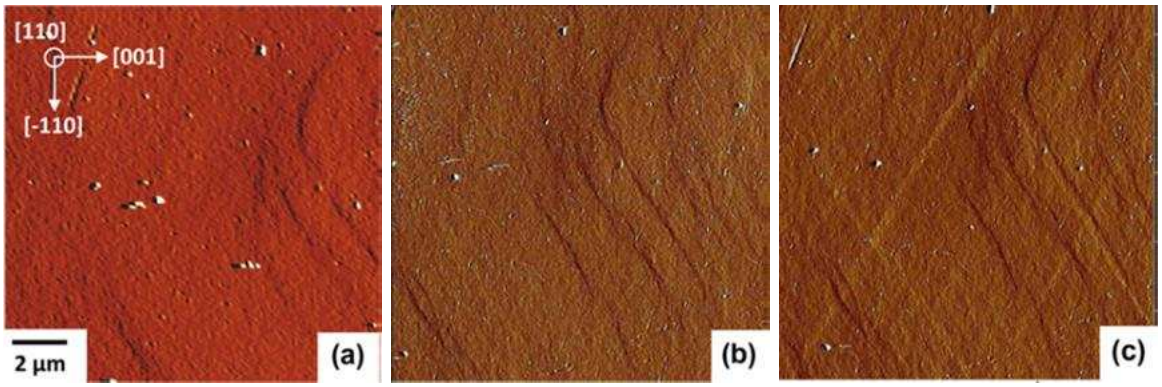

Figure 6 : Images AFM en signal d'erreur de l'évolution de la structure de lignes de glissement à la surface d'un monocristal de Nb déformé à 293 K (a) ε_p = 0,14 % (b) ε_p = 0,22 % (c) ε_p = 0,77 % [Charrier et al., 2012].

La structure de lignes de glissement est composée de trois types de lignes de glissement :

(i) de longues traces de glissement (en blanc sur la Figure 6) qui apparaissent rectilignes et traversent toute la zone d'observation. Elles correspondent aux systèmes de glissement $\pm a/2[11\bar{1}](011)$ et $\pm a/2[11\bar{1}](101)$. Des analyses topographiques ont mis en évidence que la hauteur de ces traces est constante en fonction la position et qu'elle croît avec l'augmentation de ε_p. Ceci peut s'expliquer par l'activation de sources de dislocations qui émettent dans le volume et en continue des dislocations se propageant sur des distances supérieures à la zone d'observation en AFM.

(ii) de courtes traces de glissement rectilignes (en noir sur la Figure 6) qui présentent deux points d'arrêt dans la zone d'observation. Celles-ci correspondent aux systèmes de glissement $\pm a/2[111](0\bar{1}1)$ et $\pm a/2[111](\bar{1}01)$. Leur hauteur croît avec l'augmentation de ε_p, alors que leur longueur n'évolue pas. Ceci indique que des sources émettent en continue des dislocations qui sont bloquées dans le volume à proximité des points d'arrêt.

(iii) de courtes traces de glissement en forme de ″boomerang″ (en noir sur la Figure 6) présentant deux points d'arrêt dans la zone d'observation. Ces traces de glissement en forme de ″boomerang″ apparaissent au tout début de la déformation plastique et sont composées de deux parties rectilignes reliées par une partie courbe. Les parties rectilignes correspondent aux systèmes de glissement $\pm a/2[111](0\bar{1}1)$ et $\pm a/2[111](\bar{1}01)$. La partie courbe peut être décrite comme une succession de CSs entre les plans $(0\bar{1}1)$ et $(\bar{1}01)$. On retrouve la problématique de la résolution latérale qui est ici insuffisante pour accéder à cette structure fine.

Une machine de micro-traction a également été couplée avec un AFM [Kramer et al., 2005]. A notre connaissance aucune photographie ou vue schématique

de ce dispositif n'est disponible dans la littérature. Cette machine est équipée de deux mâchoires mobiles en configuration symétrique pour la mise sous tension des échantillons. Ces derniers sont déformés de l'ordre de 2 % à une vitesse de déformation constante de 10^{-4} s^{-1} à l'aide d'un moteur externe pas à pas. Aucune mesure de contrainte n'est possible avec ce dispositif.

A l'aide de ce dispositif de traction, la structure et l'évolution de bandes de glissement à la surface de monocristaux d'Al, en fonction de l'axe de sollicitation, ont été étudiées [Kramer et al., 2005]. Les échantillons, au sein desquels un seul système de glissement est actif, présentent des bandes de glissement qui évoluent en hauteur sur un court intervalle de déformation plastique (~ 0,2 %) et qui ensuite n'évoluent plus au cours des essais. Les auteurs attribuent cette évolution à l'activation de sources de dislocations dans les murs de cellules de dislocations. Au contraire, les échantillons possédant plusieurs systèmes de glissement actifs montrent des bandes de glissement dont l'épaisseur évolue sur l'intervalle complet de déformation plastique (~ 2 %). Cette évolution de la largeur de bandes de glissement peut s'expliquer, soit par l'activation de nouvelles sources de dislocations en dehors des bandes de glissement, soit par le cisaillement des bandes de glissement en croissance par d'autres plans de glissement, soit par de multiples CSs au sein de bandes de glissement. Du fait d'une trop faible résolution latérale liée à la convolution latérale pointe/échantillon, les auteurs n'ont pu distinguer laquelle/lesquelles de ces hypothèses est/sont à l'origine de l'évolution de la largeur des bandes de glissement.

I.3.2. Microscopie en champ proche sous environnement ultra-vide

L'environnement UHV permet de s'affranchir des problèmes de contamination et d'oxydation de surface des matériaux métalliques. Lorsqu'il est associé au STM, une meilleure résolution latérale peut être également atteinte.

I.3.2.1. Observations post-mortem

- **Dislocations d'élaboration**

Après élaboration, la densité typique de dislocations est de l'ordre de 10^6 m^{-2} et 10^{10} m^{-2} respectivement dans un monocristal et un polycristal [Hull et Bacon, 1984]. Sous l'effet de la température, les microstructures de dislocations évoluent vers un état d'énergie plus stable en relaxant une partie de l'énergie élastique emmagasinée dans le cristal. Ceci requiert des déplacements de dislocations non autorisés à plus basse température, qui peuvent se produire par montée ou dans une moindre mesure par CS. Alors que le CS permet de contourner des obstacles ou débloquer des empilements, la montée facilite l'annihilation des dislocations. Lors d'un recuit à haute température,

l'annihilation des dislocations par un processus de montée peut alors se traduire par la création d'une trace de glissement en surface.

L'analyse de traces de glissement liées à l'annihilation de ces dislocations d'élaboration a permis d'étudier la structure à l'échelle atomique de dislocations présentes dans des monocristaux d'Au(111) [Engbaek et al., 2006]. La Figure 7 montre une image STM (Figure 7(a)) d'une trace de glissement observée à la surface d'un échantillon d'Au(111) recuit à 900 K, ainsi qu'un profil de hauteur le long de cette trace de glissement (Figure 7(b)). Cette trace de glissement correspond au plan {111}. Une reconstruction de surface dite en chevrons, caractéristique de la surface d'Au(111) [Woll et al., 1989], est aussi observée. Sur le profil de hauteur (tracé de la gauche vers la droite sur la Figure 7(b)), il est observé que la hauteur initiale (h ~ 0,25 nm) diminue jusqu'à un palier (h ~ 0,13 nm), puis décroit à nouveau jusqu'à h ~ 0 nm. Ces variations de hauteur mettent donc en évidence la dissociation d'une dislocation parfaite (h = 0,254 nm) en deux partielles de Shockley (h = 0,127 nm), avec une largeur de dissociation (d) de l'ordre de 4,5 nm. Celle-ci est comparable à celle déterminée en MET, qui est de l'ordre de 4,0 nm [Jenkins, 1972]. Les positions des partielles de Shockley sont indiquées sur la Figure 7(a).

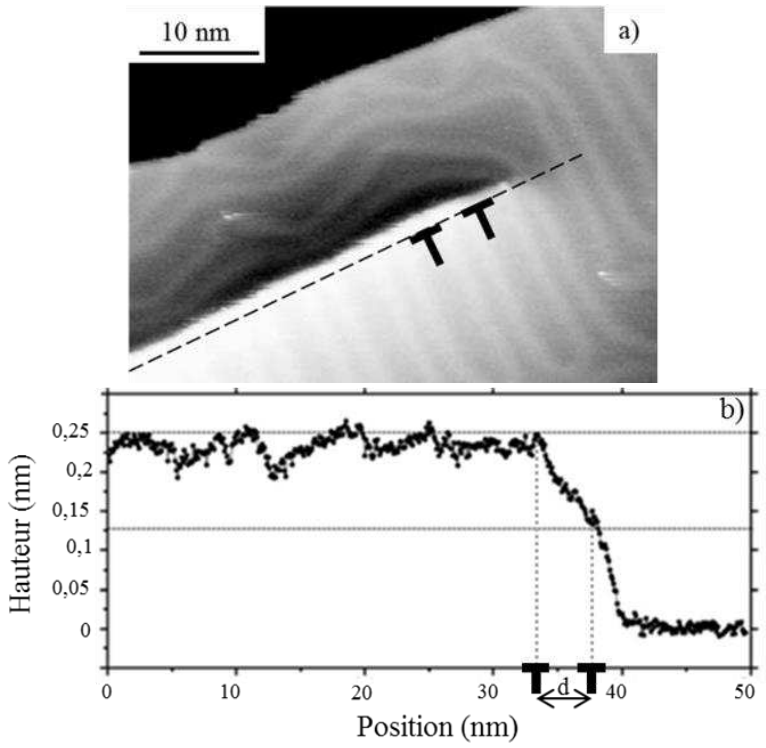

Figure 7 : (a) Image STM d'une trace de glissement due à l'émergence d'une dislocation vis à la surface d'un monocristal d'Au(111) et (b) profil de hauteur associé [Engbaek et al., 2006].

- **Nanoindentation à l'aide d'une pointe STM**

Les essais de nanoindentation consistent à appuyer un indenteur, de géométrie et de propriétés mécaniques connues, sur un matériau pour en déduire ses propriétés mécaniques. La pointe d'un STM peut être employée comme indenteur. Les contraintes appliquées à la surface par la pointe induisent alors la nucléation de dislocations, à proximité de l'empreinte de nanoindentation [Tromas et al., 1999]. Puis, en utilisant le STM de manière classique, i.e. en mode imagerie, les configurations de dislocations observées peuvent être décrites. A partir de la structure cristallographique et des orientations cristallographiques des échantillons étudiés, il est ainsi possible d'identifier leur vecteur de Burgers ($\vec{b}$) et leur plan de glissement [Schmid et Boas, 1936]. Néanmoins, cette approche ne permet aucun réel contrôle de la contrainte appliquée aux matériaux.

La nanoindentation à l'aide d'une pointe STM a été utilisée par exemple pour nucléer des dislocations dans des monocristaux d'Au (001) [Carrasco et al., 2003]. La Figure 8 montre des images STM d'empreintes successives de nanoindentation réalisées, à l'aide d'une pointe STM au même endroit, sur un monocristal d'Au (001) (Figure 8(a) et Figure 8(b)). Les Figure 8(c) et Figure 8(d) sont des zooms respectivement des Figure 8(a) et Figure 8(b).

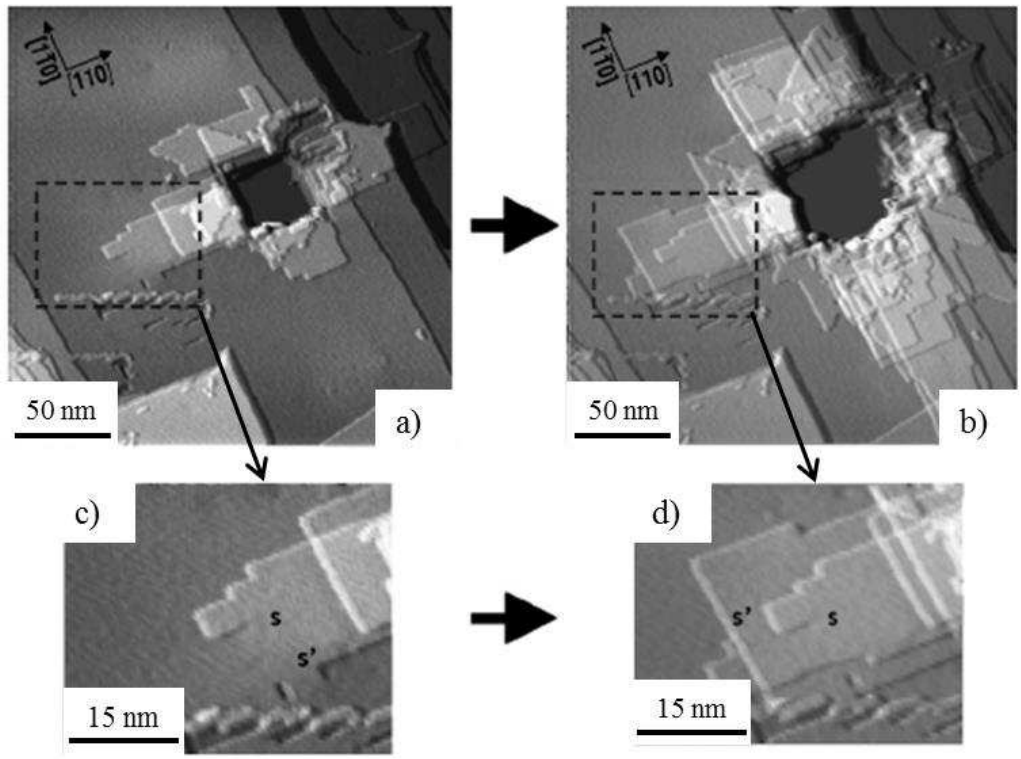

Figure 8 : (a) et (b) Images STM d'empreintes successives de nanoindentation, réalisées à l'aide d'une pointe STM, au même endroit sur un monocristal d'Au (001). (c) et (d) Images STM en haute résolution correspondant aux zones tracées en pointillés respectivement sur (a) et (b) [Carrasco et al., 2003].

Des terrasses sont visibles à proximité des empreintes (Figure 8(a) et Figure 8(b)). Deux traces de glissement (s et s') correspondant à l'émergence de dislocations avec une composante vis perpendiculaire à la surface, sont également observées (Figure 8(c) et Figure 8(d)). La trace ″s″ a une forme de ligne brisée. Le long de celle-ci, six changements de plans de glissement sont clairement visibles. Les auteurs suggèrent que cette forme de trace de glissement résulte de CSs se produisant entre plans {111} adjacents. La Figure 8(d) montre que la trace ″s'″ a formé une terrasse à la suite d'une nouvelle indentation. Les auteurs proposent alors que le CS de dislocations avec une composante vis perpendiculaire à la surface est le mécanisme responsable de la formation des terrasses observées à proximité des empreintes de nanoindentation dans l'Au.

- **Reconstruction de surface du Si(111) sous contrainte**

Un STM (① Figure 9) couplé avec un dispositif de flexion (Figure 9) [Wei et al., 1995] a été conçu pour étudier l'influence d'une contrainte sur une surface à haute température. Les échantillons de dimension 15 mm x 15 mm x 0,1 mm (⑤ Figure 9) sont insérés au sein entre deux films de Mo (② Figure 9) d'un porte-échantillon spécifique (② Figure 9). Lors d'un essai de déformation, les échantillons sont chauffés par chauffage résistif, puis déformés. La flexion est appliquée sur leur face arrière à l'aide d'un piston en Ta (④ Figure 9). Après déformation, les échantillons sont refroidis et les observations sont effectuées en STM.

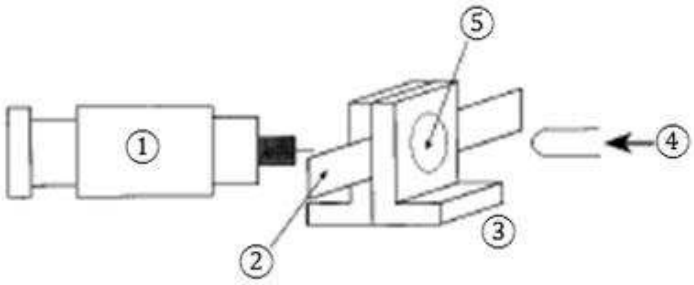

Figure 9 : Vue schématique du dispositif de flexion interfacé avec un STM. [Wei et al., 1995].

A l'aide de ce dispositif, il a été possible d'étudier l'influence d'une contrainte de traction isotrope sur la reconstruction de surface du Si(111) à 1073 K [Wei et al., 1995]. Les échantillons ont été extraits de ″wafer″ de Si(111) et préparés par des recuits rapides à 1500 K, afin d'obtenir la reconstruction de surface (7 x 7). Après une déformation de l'ordre de 1 %, il est observé des traces de glissement correspondant au système ±a/2[110](111) ainsi que la reconstruction de surface (7 x 7) (Figure 10). Les arrangements atomiques apparaissent cependant désordonnés à proximité de l'intersection entre la trace de glissement et la marche de surface, ce qui est probablement dû à une interaction entre la trace de glissement et la marche de

surface. Enfin, les auteurs constatent que, malgré l'application d'une déformation isotrope de l'ordre de 1%, la reconstruction (7 x 7) ne s'est pas transformée en la reconstruction c (2 x 8), comme le prévoit le diagramme de phase donné par Vanderbilt [Vanderbilt, 1987]. Ces derniers ont estimé que le glissement de dislocations sur les plans (111) a probablement diminué la déformation de surface, ce qui a empêché cette transformation de phase.

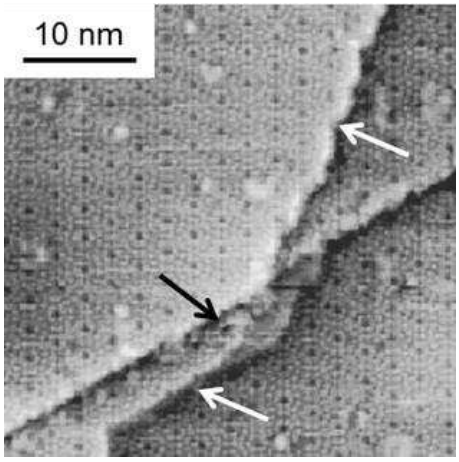

Figure 10 : Image STM montrant l'intersection d'une trace de glissement (flèche noire) et d'une marche de surface (flèches blanches) suite à la déformation d'un monocristal de Si(111) à 1073 K [Wei et al., 1995].

I.3.2.2. Observations in situ

Des dispositifs de déformation ont aussi été interfacés avec des microscopes en champ proche sous environnement UHV. Une première machine de flexion couplée à un STM [Schaff et al., 2001] a ainsi permis d'étudier l'effet de l'application d'une contrainte, jusqu'à 350 K, sur des réseaux de dislocations à la surface de films minces d'Au(111). Le principe de fonctionnement de cette machine de flexion est décrit très succinctement au travers de son utilisation par Schaff et al. [2001] pour étudier la déformation de films minces d'Au(111), car à notre connaissance aucune description détaillée de cette machine n'est disponible dans la littérature. La reconstruction de surface dite en chevrons de l'Au(111) (Figure 11(a)) est un exemple classique d'un réseau de dislocations. A la suite d'un recuit à 900 K, la couche atomique supérieure d'un cristal d'Au(111) se rétracte pour former un réseau anisotrope et périodique de dislocations constitué de partielles de Shockley parallèles. Les partielles de Shockley sont situées au niveau des sommets des chevrons (Figure 11(a)). Les films minces d'Au(111) ont crû sur un substrat de mica. La flexion est appliquée au substrat de mica jusqu'à une déformation de l'ordre de 0,5 % de ce dernier. Grâce à l'élasticité importante du mica, il est possible d'imposer des variations contrôlées de contrainte à la surface de l'Au(111). A la suite d'une déformation de l'ordre 0,5 % du substrat de mica, la reconstruction de surface est fortement modifiée (Figure 11(b)). Les chevrons

présents avant déformation (Figure 11(a)) ne sont plus visibles. A la place, il est observé des stries parallèles (Figure 11(b)). Cette transformation suggère que les partielles de Shockley ont été annihilées.

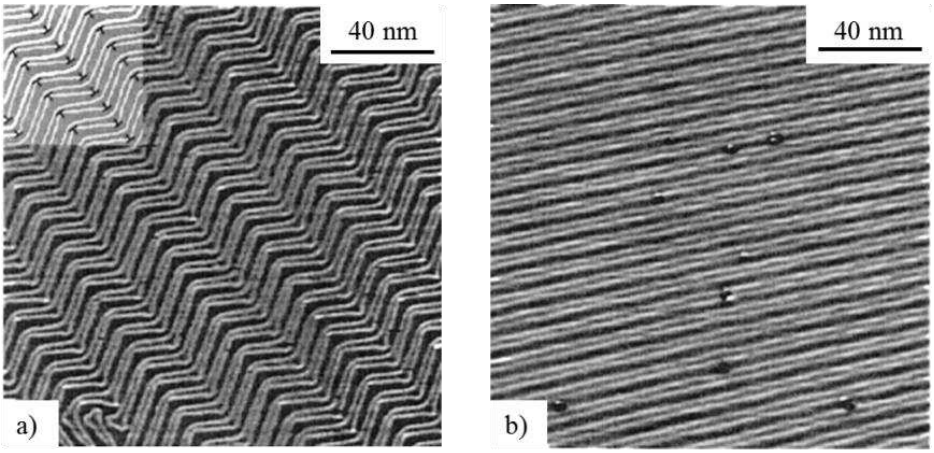

Figure 11 : Images STM de la surface d'un film mince d'Au(111). (a) Surface avant déformation, avec la reconstruction en chevrons visible. (b) Surface après une déformation de l'ordre de 0,5 % [Schaff et al., 2001].

Un dispositif de flexion, couplé à un STM [Fujita et al., 2008, Guo et Fujita, 2011], permettant des essais de déformation in situ en température jusqu'à 1500 K, a été récemment développé. Ce dispositif est décrit sur la Figure 12. La déformation des échantillons, de dimensions 18 mm x 2 mm x 0,25 mm, est réalisée à l'aide d'un système de flexion constitué d'une pointe en quartz, d'un cristal PZT et d'un moteur externe pas à pas. La déflexion de la pointe est appliquée au centre de la face arrière des échantillons. Cette dernière est contrôlée et mesurée à l'aide d'une caméra CCD et d'une caméra télescope à grande focale. La contrainte et la déformation appliquées aux échantillons sont déduites de cette mesure.

A l'aide de ce dispositif, il a été possible d'étudier la stabilité de surfaces reconstruites de Si(111) et de Si(001) (Figure 13) extraites de ″wafer″ de Si [Fujita et al., 2008, Guo et Fujita, 2011]. Les échantillons ont été préparés par des recuits rapides à 1600 K. La surface vicinale Si(001) présente une reconstruction constituée de domaines (1 x 2) et (2 x 1) distribués dans des proportions égales (Figure 13(a)). Les domaines (1 x 2) possèdent une marche inférieure plus ″sinueuse″ que les domaines (2 x 1). Cette différence d'allure de marches provient du fait que les domaines (1 x 2) sont constitués de dimères orientés perpendiculairement aux marches, alors que les domaines (2 x 1) sont constitués de dimères orientés parallèlement aux marches. A 850 K, une redistribution des domaines a été induite par l'application d'une contrainte uniaxiale (Figure 13(b)). Les domaines (2 x 1), pour lesquels la contrainte appliquée est dirigée le long des liaisons des dimères, deviennent moins stables et rétrécissent [Fujita et al., 2008]. Les essais de déformation sont cependant limités ici au stade de l'élasticité des échantillons.

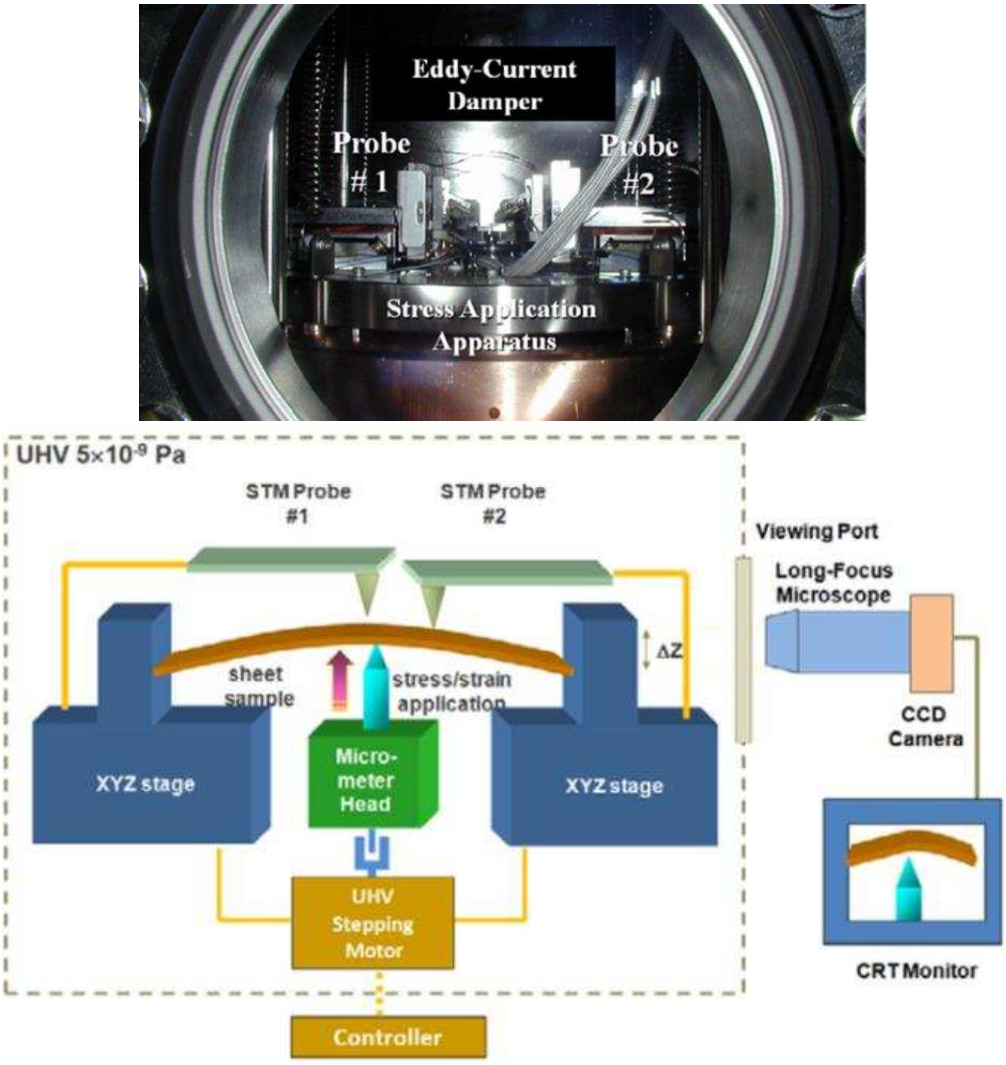

Figure 12 : (a) Photo et (b) représentation schématique du dispositif de flexion interfacé à un STM [Fujita et al., 2008, Guo et Fujita, 2011].

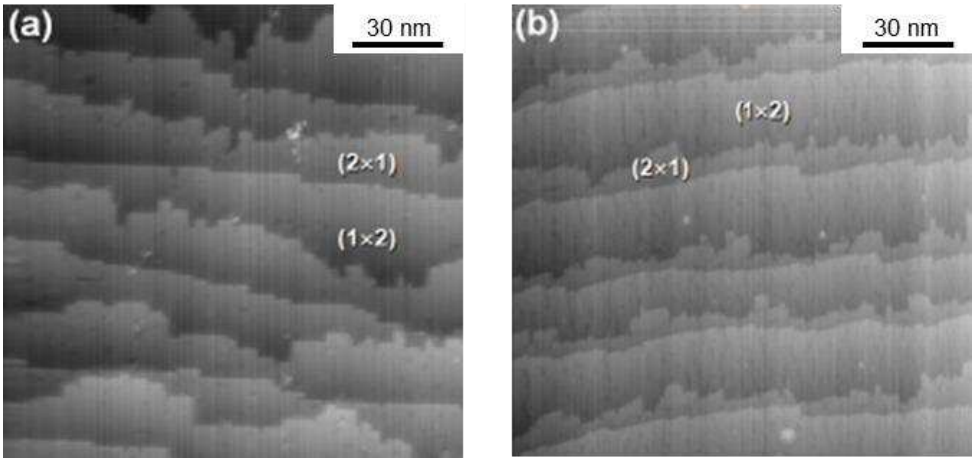

Figure 13 : Images STM topographiques de l'évolution de surface d'un film de Si(001). (a) Échantillon libre de contrainte et (b) après application d'une contrainte de traction externe $\sigma = 134$ MPa et une déformation $\varepsilon = 0{,}074\%$ à 850 K [Fujita et al., 2008].

I.4. RÉSUMÉ

Les différentes approches décrites précédemment pour étudier l'évolution de surface sous contrainte souffrent toutes de limitations. Dans ce contexte, un dispositif expérimental a été développé au sein de notre laboratoire. Le développement de ce dispositif devait répondre aux exigences suivantes : (i) travailler sous environnement UHV, même à haute température, afin de s'affranchir des problèmes liés à la contamination de surface des échantillons et à l'oxydation des matériaux métalliques, (ii) conserver la résolution spatiale offerte par la microscopie en champ proche pour des échantillons sous contrainte, (iii) permettre de déformer plastiquement les échantillons dans une large gamme de déformation et de température, même lorsque la pointe demeure ″en contact″ avec la surface de l'échantillon (expériences in situ) et (iv) déformer les échantillons à vitesse de déformation constante.

II. BANC ″NANOPLAST″

Le dispositif expérimental ″Nanoplast″, développé dans notre laboratoire et présenté en détails dans ce chapitre, a été décrit dans un article publié dans Review of Scientific Instrument [Nahas et al., 2013]. Je n'ai pas pris part personnellement à son développement puisque celui-ci s'est effectué préalablement à mon arrivée au sein du laboratoire. Néanmoins, mon implication dans le projet ″Nanoplast″ fut importante en tant que premier doctorant à employer ce dispositif dans le cadre de son travail de thèse. Cette implication s'est notamment traduite par la mise en place de procédures de travail.

II.1. ENVIRONNEMENT ULTRA-VIDE

Le dispositif ″Nanoplast″ est constitué de deux chambres sous environnement UHV, une chambre de préparation des échantillons (① Figure 14) et une chambre d'essais mécaniques in situ (⑥ Figure 14). Il est également équipé d'un sas d'entrée rapide pour l'introduction des échantillons et des pointes AFM/STM. Les chambres sont isolées l'une de l'autre à l'aide de vannes UHV manuelles.

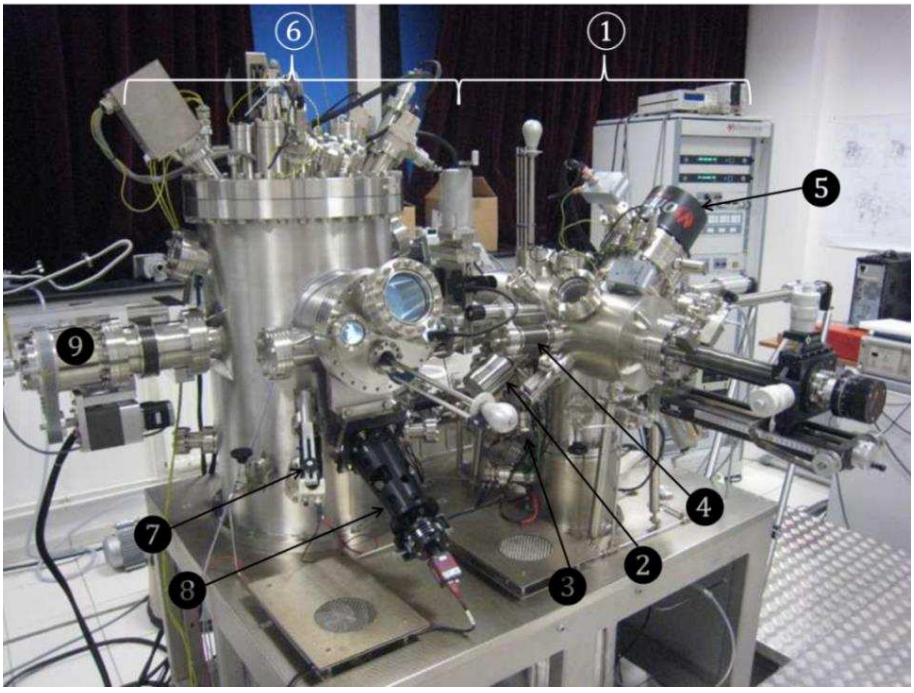

Figure 14 : Photographie du dispositif expérimental ″Nanoplast″. La signification des différents numéros est indiquée par la suite dans le texte.

L'environnement UHV est obtenu à l'aide de différents dispositifs de pompage. Après un étuvage préalable des deux chambres à 120° C, une pression de 10^{-9} mbar est atteinte dans celles-ci, à l'aide d'une pompe primaire connectée à une pompe turbo-moléculaire. Chaque chambre est équipée d'une pompe ionique et d'un sublimateur de

titane, permettant d'obtenir une pression inférieure à 10^{-10} mbar. Une pression de travail de 3.10^{-11} mbar est ainsi atteinte dans la chambre d'essais mécaniques in situ (⑥ Figure 14). Dans chaque chambre, différentes jauges mesurent en continu la pression.

II.2. CHAMBRE DE PREPARATION

La première chambre UHV (① Figure 14) est dédiée à la préparation des pointes STM et de la surface des échantillons pour les observations en STM. La préparation de surface s'effectue généralement par des cycles successifs de bombardement/recuit. Le bombardement est assuré par un canon à ions d'Ar (❷ Figure 14), dont l'énergie de bombardement est ajustable entre 0 et 5 keV. Un échantillon de $Ni_3(Al,Ta)$ subissant un bombardement ionique est visualisé sur la Figure 15(a). Dans l'hypothèse d'une amorphisation de la surface lors du décapage ionique, un recuit thermique jusqu'à 1200 K peut être réalisé à l'aide d'un four (❸ Figure 14). La préparation des pointes STM est effectuée à l'aide d'un dispositif (❹ Figure 14) permettant des recuits à haute température (~ 3000 K à leur extrémité), afin d'en améliorer leur qualité. Les pointes STM sont en règle générale des fils de W, de 300 µm de diamètre.

La chambre de préparation est également équipée d'un dispositif de caractérisation cristallographique par diffraction des électrons lents (Low Energy Electron Diffraction = LEED) et chimique par spectroscopie des électrons Auger (Auger Electron Spectroscopy = AES) (❺ Figure 14). La caractérisation de l'état de surface des échantillons au cours de la préparation est ainsi possible. A titre d'exemple, un cliché LEED de la surface d'un échantillon de Si(111), obtenu avec une énergie des électrons incidents de 150 eV, est présenté sur la Figure 15(b). Ce cliché montre six spots de diffraction formant un hexagone (tracé en noir) et une tâche lumineuse centrale, ce qui correspond à une symétrie p6mm. Cette symétrie est caractéristique de la reconstruction (7x7) de la surface de Si(111) [Schlier et Farnsworth, 1959].

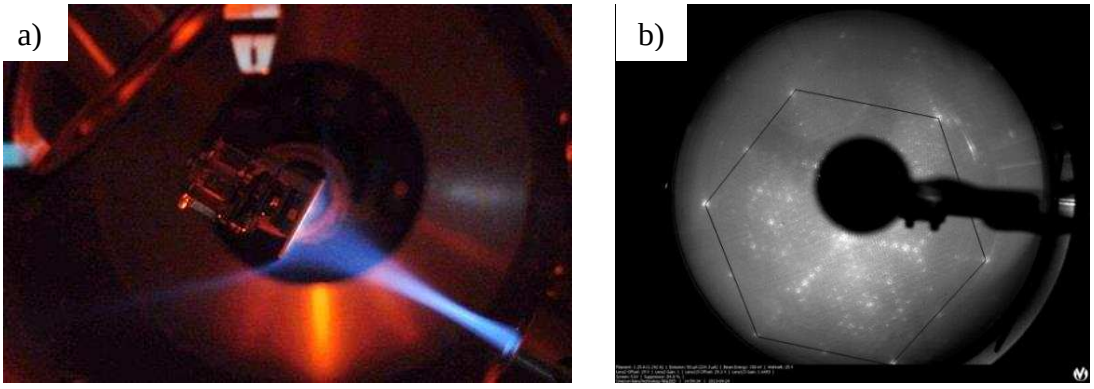

Figure 15 : (a) Echantillon de $Ni_3(Al,Ta)$ subissant un bombardement ionique et (b) Cliché LEED d'un échantillon de Si(111) préparé sous environnement UHV.

II.3. *CHAMBRE D'ESSAIS MECANIQUES IN SITU*

II.3.1. Microscope en champ proche

La seconde chambre est dédiée aux essais mécaniques in situ (⑥ Figure 14). Un microscope en champ proche y est couplé à un dispositif de compression conçu dans notre laboratoire. Le microscope en champ proche a été fourni par la société Omicron NanoTechnology GmbH™ et a été modifié afin de s'adapter aux spécificités techniques de notre dispositif de compression.

La surface des échantillons peut être imagée en mode AFM et STM. Le changement entre le mode AFM et STM doit s'effectuer préalablement à un essai mécanique. Une caméra (❼ Figure 14) aide à réaliser l'approche ″grossière″ manuelle de la pointe proche de la surface de l'échantillon. Une caméra télescope à grande focale (❽ Figure 14) aide à finaliser cette approche. Elle permet de positionner latéralement, au micromètre près, la pointe sur une zone spécifique de la surface de l'échantillon, ainsi que l'ajustement de la position du faisceau laser qui détermine la mesure de la déflection du micro-levier en mode AFM (cf. §I.2.1). La Figure 16 montre une image d'une pointe STM lors de l'approche d'une surface d'un échantillon de $Ni_3(Al,Ta)$, observable par la caméra télescope à grande focale. Sur cette image, la pointe (en bas) et son reflet sur la surface de l'échantillon (en haut) sont visibles. Des cratères sont visibles à la surface de l'échantillon à la suite de sa préparation par bombardement/recuit sous environnement UHV.

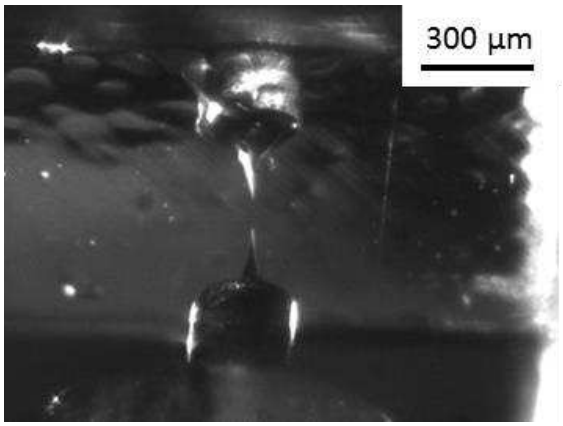

Figure 16 **:** Image d'une pointe STM (en bas) et de son reflet (en haut) lors de l'approche d'une surface d'un échantillon de $Ni_3(Al,Ta)$, observable avec la caméra télescope à grande focale.

Lorsque la pointe AFM/STM est ″en contact″ avec la surface de l'échantillon, une zone d'observation de 8 µm x 8 µm est accessible. En mode STM, la résolution atomique peut être atteinte pour un échantillon libre de contrainte. La Figure 17 montre une image STM en résolution atomique de la reconstruction de surface (7 x 7) du Si(111).

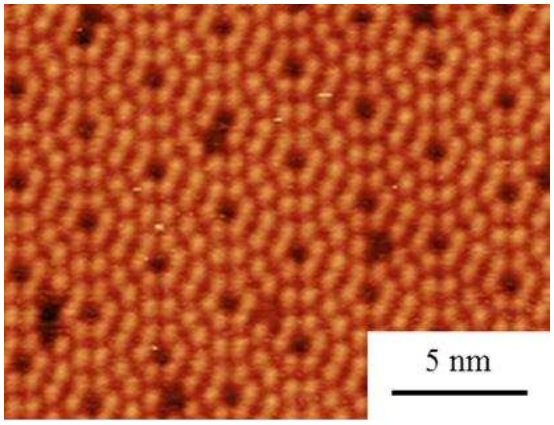

Figure 17 : Image STM en résolution atomique de la reconstruction de surface (7 x 7) du Si(111).

Cette importante résolution spatiale est aussi atteinte sous contrainte et en température. A titre d'exemple, la Figure 18 montre une image STM (Figure 18(a)) de la reconstruction à l'échelle atomique de la surface d'Au(111) observée sous une contrainte de σ = 1,70 MPa à 90 K, ainsi qu'un profil de hauteur (Figure 18(b)).

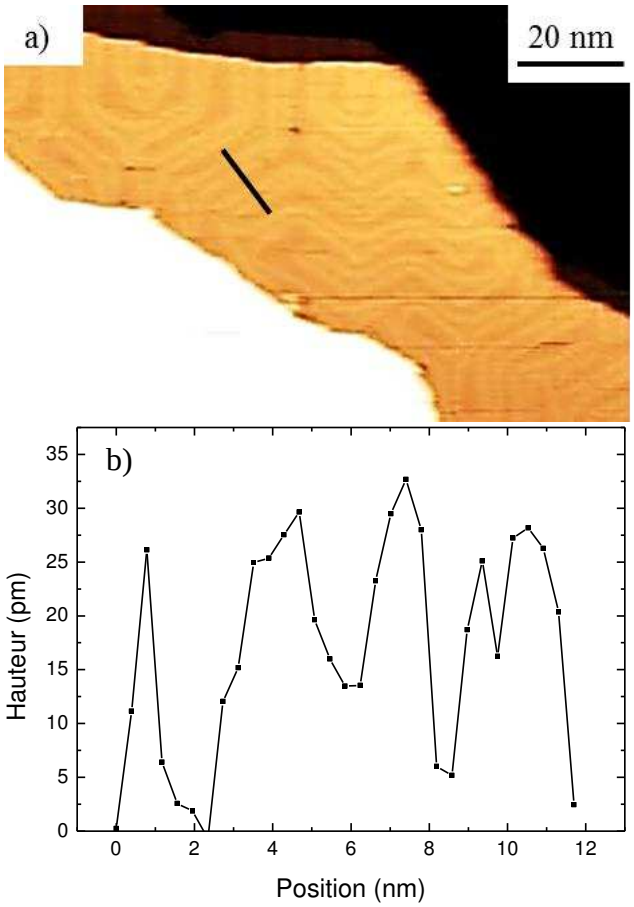

Figure 18 : (a) Image STM de la surface d'un monocristal de Au(111) sous une contrainte de σ = 1,70 MPa à 90 K.. (b) Profil de hauteur associé au trait noir sur l'image STM.

Cette reconstruction (déjà succinctement décrite au §.I.3.2.2) résulte de la relaxation de la contrainte en tension de la couche de surface de l'Au qui est constituée de différentes zones, respectivement en empilement c.f.c et hexagonal compact (h.c). Ces zones sont séparées par des lignes de discommensuration formant un motif en chevrons qui constitue un réseau de dislocations partielles de Shockley [Woll et al., 1989]. Le profil de hauteur (Figure 18(b)) montre, pour ces chevrons, une valeur proche de la valeur habituelle de 30 pm [Woll et al., 1989]. Il a été mis en évidence grâce au dispositif ″Nanoplast″ que ce motif de faible hauteur (échelle picométrique) est toujours clairement identifiable sous contrainte [Nahas et al., 2013].

II.3.2. Dispositif de compression

Le dispositif de compression est constitué d'une partie externe et d'une partie interne. Les échantillons, de dimensions nominales 6 mm de longueur et 2 mm x 2 mm de section, sont localisés dans la partie centrale du dispositif de compression (❺ Figure 20 et ❺ Figure 21).

II.3.2.1. Système de déformation externe

La partie externe du dispositif de compression est représentée sur la Figure 19. Elle est constituée de deux vérins mécaniques en configuration symétrique. Chaque vérin est actionné par un moteur externe (❾ Figure 14, ❷ Figure 19 et ❷ Figure 20). Des réducteurs de vitesse (❸ Figure 19 et ❸ Figure 20) permettent de déformer l'échantillon à vitesse constante, dans une gamme allant de 10^{-6} s^{-1} à 10^{-2} s^{-1}.

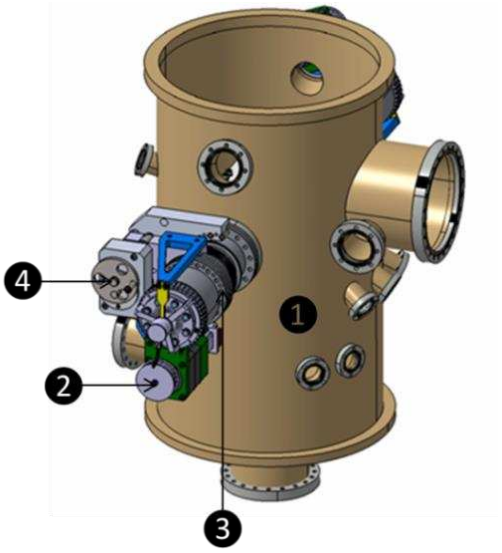

Figure 19 **:** Dessin technique de la vue externe du dispositif de compression.

L'engagement et le désengagement des moteurs sont effectués à l'aide de translateurs UHV (❹ Figure 19 et ❹ Figure 20). Avec le dispositif de compression externe, le stade d'élasticité ou de plasticité d'intérêt est accessible sur toute la courbe contrainte/déformation.

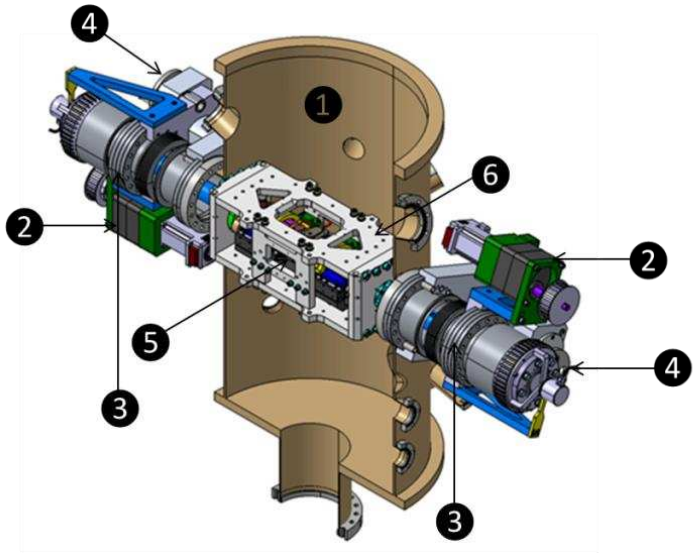

Figure 20 **:** Dessin technique de la vue d'ensemble du dispositif de compression.

Lors de déformation réalisée avec les moteurs externes, la platine du microscope est mécaniquement reliée au bâti de la machine, ce qui transmet les vibrations mécaniques au microscope. La résolution spatiale offerte par la microscopie en champ proche n'est donc pas conservée. De plus, nous n'utilisons pas le microscope en champ proche pour imager in situ la surface des échantillons lors de déformation réalisée avec les moteurs, car il existe un risque d'endommagement de la pointe.

II.3.2.2. Système de déformation interne

La partie interne du dispositif de compression est installée sur la platine du microscope (❻ Figure 20 et Figure 21). L'amortissement des vibrations qui confère l'importante résolution spatiale au microscope reste donc efficace durant les essais mécaniques in situ. Le système d'amortissement a été adapté par Omicron Nanotechnoly GmbH™ pour recevoir la charge additionnelle liée au dispositif de compression interne. Ce dernier est composé de deux actionneurs PZTs (❶ Figure 21), avec lesquels de faibles incréments de déformation par pas de 60 nm peuvent être induits aux échantillons, tout en imageant in situ leur surface. Des développements au niveau du logiciel utilisé pour contrôler le dispositif de compression sont en cours afin de pouvoir induire aux échantillons des incréments de déformation par pas allant jusqu'à 6 nm. L'extension complète des deux actionneurs PZTs est de 120 µm, ce qui correspond approximativement à une déformation de 2%.

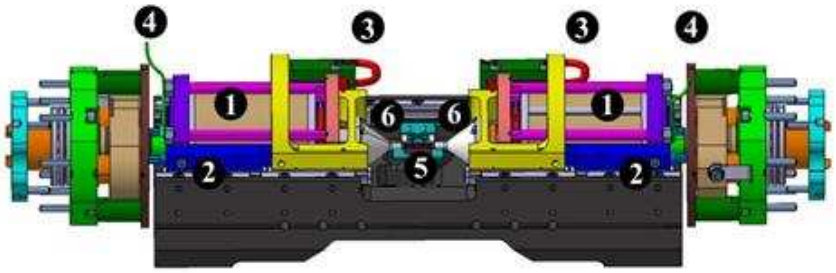

Figure 21 **:** Dessin technique du dispositif de compression interne.

Avec le système de déformation interne, les essais mécaniques peuvent également être réalisés à vitesse de déformation constante, dans une gamme allant de 10^{-6} s^{-1} à 10^{-2} s^{-1}. Un guide mécanique (❷ Figure 21) est fixé le long du dispositif de compression, afin de garantir l'axialité de la déformation des échantillons.

La mesure de variation de longueur des échantillons est obtenue à l'aide de deux règles optiques (❸ Figure 21) qui se trouvent de part et d'autre du porte-échantillon. Chaque règle optique mesure, avec une précision de l'ordre de ± 5 nm, le déplacement des deux pistons coniques du dispositif de compression (❻ Figure 21). Lors des essais de déformation, les échantillons étant reliés mécaniquement à ces deux pistons par l'intermédiaire des pistons du porte-échantillon, la variation de longueur de l'échantillon (Δl) est donc :

$$\Delta l = |depl_1 - depl_2|, \qquad \text{(II.1)}$$

où $depl_1$ et $depl_2$ correspondent respectivement aux déplacements mesurés par chaque règle optique. Le principe de fonctionnement de ces deux règles optiques est le suivant. Une tête de lecture constituée d'une source lumineuse à LED et d'un photodétecteur, prend des clichés d'une règle constituée de graduation réfléchissante. Les données sont ensuite transmises à un processeur de signal numérique qui analyse les clichés et les convertit en mesure de déplacement.

La mesure de contrainte est assurée par deux cellules de compression, de 2000 N chacune, se trouvant de part et d'autre du dispositif de compression interne (❹ Figure 21). Chaque cellule peut ainsi, pour une surface nominale de 2 x 2 mm^2, mesurer une contrainte maximale de 500 MPa, avec une précision de ± 0,05 MPa.

Un logiciel dédié, écrit sous Labview (National Instruments®), est utilisé pour contrôler le dispositif de compression et collecter les données des essais mécaniques. En outre, il est possible de visualiser en temps réel la courbe contrainte/déformation en ayant au préalable paramétré en ″input″ dans le logiciel les dimensions nominales de l'échantillon. Les essais de déformation peuvent ainsi être arrêtés au niveau de contrainte/déformation souhaité. Enfin, chaque image AFM/STM peut être reliée à la courbe contrainte/déformation.

II.3.3. Porte-échantillon

Le porte-échantillon (Figure 22) est basé sur le modèle standard fourni par la société Omicron Nanotechnoly GmbH™. Sa partie supérieure est constituée d'une palette en Mo (❶ Figure 22(b)), de quatre colonnes en Mo, de quatre entretoises en Mo (❸ Figure 22(b)), d'une rondelle en Mo (❹ Figure 22(b)), de trois rondelles en céramique (❺ Figure 22(b)), de deux barres de contact en Mo (❻ Figure 22(b)) et d'un dispositif de chauffage résistif (❼ Figure 22(b)). La palette (❶ Figure 22(b)) est munie d'une poignée (❷ Figure 22(b)) pour le transfert des échantillons. La rondelle en Mo assure le contact entre le porte-échantillon et la masse. Les barres de contact (❻ Figure 22(b)) permettent l'application d'une différence de potentiel électrique pour alimenter le dispositif de chauffage résistif (❼ Figure 22(b)). Ce dernier est constitué d'une piste en graphite pyrolytique gravée dans une plaquette en nitrure de bore pyrolytique.

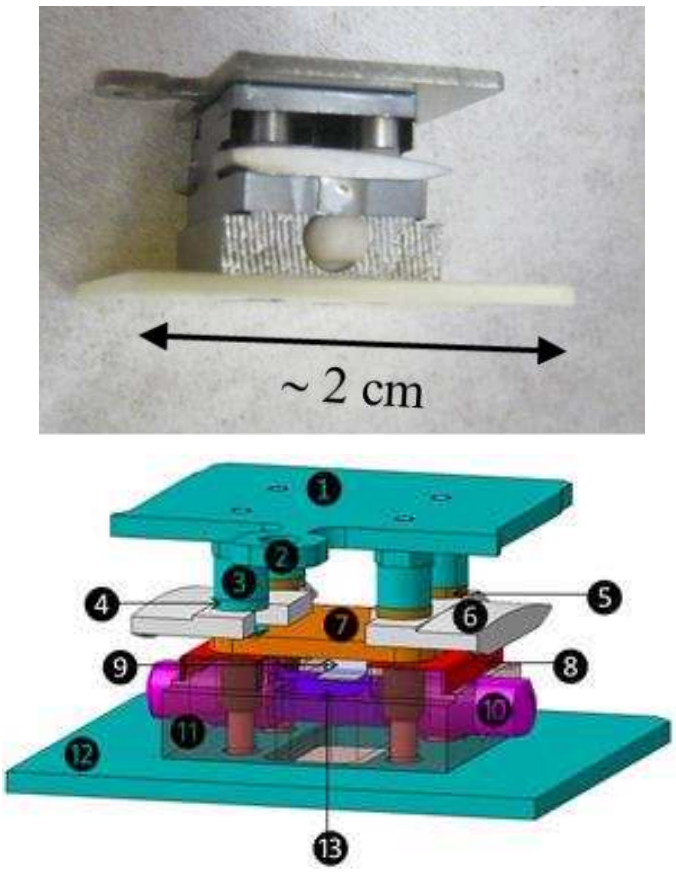

Figure 22 **:** (a) Photo et (b) dessin technique du porte-échantillon.

La partie inférieure du porte-échantillon inclut deux butées en Mo (❽ Figure 22(b)), deux ressorts en Mo (❾ Figure 22(b)), deux pistons chanfreinés en alumine avec des embouts sphériques (❿ Figure 22(b)), un bloc support (⓫ Figure 22(b)) et une plaque céramique (⓬ Figure 22(b)). Des vis et des rondelles

en Mo sont utilisées pour l'assemblage de l'ensemble. Les butées (❽ Figure 22(b)) servent à maintenir les deux pistons (❿ Figure 22(b)) au sein du porte-échantillon. Les pistons possèdent des embouts sphériques afin de garantir leur maintien dans l'axe des pistons du dispositif de compression interne (❻ Figure 21) lors des essais mécaniques. Ils sont chanfreinés afin de minimiser les frottements sur le bloc support (⓫ Figure 22(b)). Les ressorts (❾ Figure 22(b)) réalisent le contact électrique entre le porte-échantillon et l'échantillon (⓭ Figure 22(b)). Ils sont suffisamment souples pour que l'échantillon (⓭ Figure 22(b)) soit libre de toute contrainte. La plaque céramique (⓬ Figure 22(b)) est munie d'une fente permettant l'approche de la pointe du microscope. Elle est revêtue d'une couche métallique (en W), afin d'éviter les problèmes de charge électrique lors des analyses en LEED. Les échantillons (⓭ Figure 22(b)) sont insérés dans la partie centrale du bloc support (⓫ Figure 22(b)). Ils sont balayés par la pointe du microscope sur leur face inférieure. Afin de garantir une température homogène des échantillons lors des essais de déformation à basse et à haute température, le porte-échantillon inclut un écran thermique en Ta qui n'est pas représenté sur la Figure 22. Ce dernier englobe les éléments situés entre la palette (❶ Figure 22(b)) et le bloc support (⓫ Figure 22(b)).

II.3.4. Essais en température

Des essais de compression peuvent être réalisés à basse température à l'aide d'un cryostat. Ce dernier est constitué d'un système d'introduction, pour le fluide réfrigérant (N_2 ou He), d'une tresse constituée de fils de Cu et d'un bloc en Cu qui effectue la liaison avec la partie supérieure du porte-échantillon (❶ Figure 22(b)). Deux thermocouples garantissent un contrôle continu de la température. Ils sont disposés aux deux extrémités de la tresse, i.e. à proximité du bloc en Cu et du système d'introduction pour le fluide réfrigérant, offrant ainsi un meilleur contrôle de la température lors d'une descente/remontée en température. La température des échantillons a été étalonnée à l'aide d'un échantillon en inox dans lequel est inséré un thermocouple. Nous avons choisi arbitrairement un échantillon en inox pour l'étalonnage en température. En toute rigueur, il serait nécessaire de réaliser préalablement à un essai en température un étalonnage avec le matériau à étudier. Ceci est cependant difficilement réalisable, car le thermocouple est inséré de manière définitive dans l'échantillon d'inox.

A l'aide du cryostat, il est possible d'obtenir une température minimale des échantillons de l'ordre de 90 K, en utilisant de l'He liquide. La Figure 23 montre la variation de la température de l'échantillon en inox sous contrainte (σ = 50 MPa), en fonction de la température au niveau du thermocouple le plus proche de l'échantillon. Cette valeur de contrainte a été choisie afin d'obtenir un bon contact thermique et de se placer dans une situation comparable aux essais mécaniques que nous souhaitions mener.

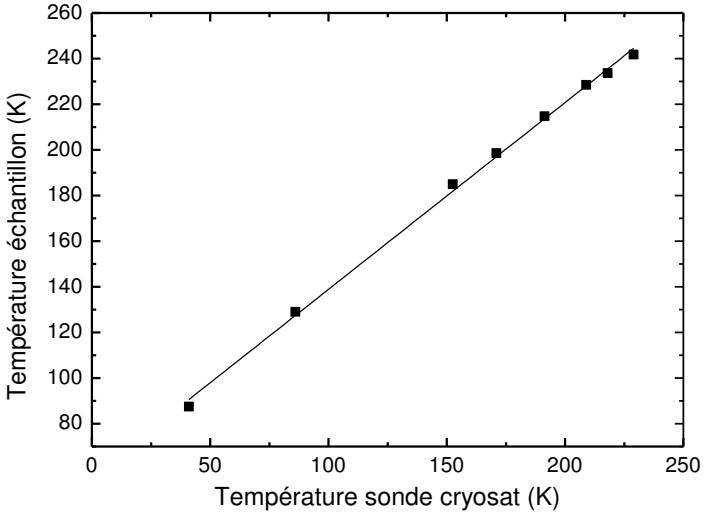

Figure 23 : Variation de la température d'un échantillon d'inox sous contrainte (σ = 50 MPa), en fonction de la température au niveau du thermocouple le plus proche de l'échantillon.

Des essais de déformation peuvent également être menés à haute température grâce au dispositif de chauffage résistif embarqué au sein du porte-échantillon. Lors de ces essais à haute température, le contrôle de la température s'effectue par le biais de la puissance injectée au dispositif de chauffage. La Figure 24 montre la variation de la température de l'échantillon en inox, toujours sous contrainte (σ = 50 MPa), en fonction de la puissance injectée au dispositif de chauffage (❼ Figure 22(b)). La température des échantillons peut ainsi être augmentée jusqu'à environ 600 K.

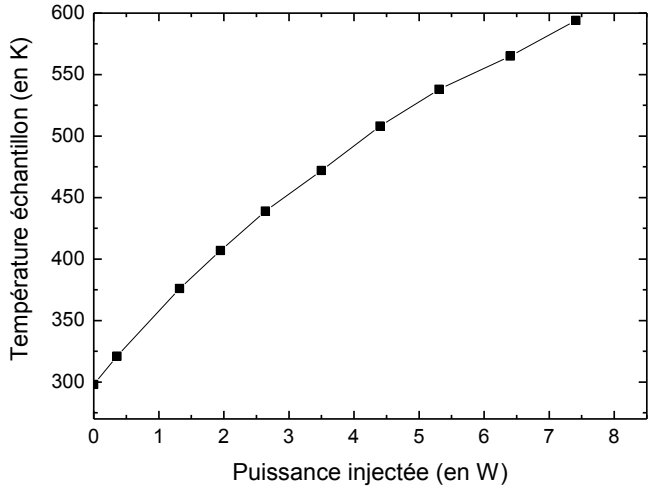

Figure 24 : Variation de la température d'un échantillon d'inox sous contrainte (σ = 50 MPa), en fonction de la puissance injectée au dispositif de chauffage résistif.

Les échantillons sont chauffés essentiellement de manière radiative. Nous estimons donc que l'incertitude sur la température des échantillons étudiés est de ± 5 K

par rapport à la température ″de référence″ obtenue avec l'échantillon en inox. Il est important de noter que la limite de 600 K est liée au courant maximal que peut supporter les câbles d'alimentation pour le dispositif de chauffage. Il est possible d'exprimer la puissance injectée au dispositif de chauffage (P) en fonction de la température (T) à l'aide de la relation suivante :

$$P = + 0{,}01159.T + 3{,}424.10^{-11}.T^4 - 3{,}71908, \qquad (II.2)$$

où le premier terme de l'équation est un terme de conduction et le deuxième un terme radiatif. Il est constaté qu'environ 80 % des pertes thermiques sont radiatives.

II.4. MODES DE FONCTIONNEMENT

Lors des essais mécaniques, les échantillons peuvent d'abord être déformés dans leur domaine d'élasticité ou de plasticité avec les moteurs externe de compression, jusqu'au niveau de contrainte/déformation souhaité. Dès que le niveau de contrainte/déformation souhaité est atteint, les moteurs sont arrêtés et désengagés de la platine du microscope. Il est alors possible d'imager la surface des échantillons sous contrainte, tout en conservant l'importante résolution spatiale offerte par le microscope en champ proche.

A ce stade, les échantillons peuvent également subir une déformation additionnelle à l'aide du dispositif de compression interne, tout en imageant in situ leur surface. De manière analogue à un essai de déformation in situ, un essai de décharge in situ peut être réalisé, par exemple afin de vérifier si une trace de glissement qui est arrêtée dans la zone d'observation n'évolue pas lorsque la contrainte est relâchée. La décharge (ou le changement de direction de sollicitation) peut entraîner l'annihilation de dislocations de $\vec{b}$ opposés, ce qui diminue alors la limite d'élasticité (effet Bauschinger) [Bauschinger, 1881]. Les deux dispositifs de déformation (interne/externe) offerts par le montage de compression permettent donc d'explorer toute la courbe contrainte/déformation.

A titre indicatif, la Figure 25 montre la courbe contrainte projetée/déformation projetée pour un échantillon de $Ni_3(Al,Ta)$ déformé à 293 K suivant l'axe de compression $[\bar{1}23]$. Un tel axe de sollicitation favorise le glissement, dans le domaine de l'anomalie de contrainte d'écoulement de l'intermétallique Ni_3Al, suivant le système de glissement octaédrique primaire $\pm a[\bar{1}01](111)$ [Staton-Bevan et Rawlings, 1975]. Les contraintes et déformations projetées sont donc définies par rapport au facteur de Schmid de ce système ($m \cong 0{,}464$). Les déformations induites aux échantillons sont faibles ($\varepsilon \sim 1\%$). La déformation projetée (γ) est donc reliée à la déformation vraie (ε) par la relation [Jaoul, 1965] :

$$\gamma = \varepsilon/(\cos\theta \,.\cos\lambda), \tag{II.3}$$

avec
$$\varepsilon = \ln(1 + \Delta l/l_0) \approx \Delta l/l_0, \tag{II.4}$$

qui correspond à la déformation associée à une variation de longueur (Δl) des échantillons. Le produit $\cos\theta \,.\cos\lambda$ est le facteur de Schmid (m). L'angle θ est défini entre la normale au plan de glissement et l'axe de compression, et λ est l'angle entre l'axe de compression et la direction de glissement. En tenant compte des variations de section et du volume total de l'échantillon qui reste constant, la contrainte projetée est :

$$\tau = \sigma.\cos\theta \,.\cos\lambda, \tag{II.5}$$

avec
$$\sigma = F.(l_0 - \Delta l)/(S_0.l_0), \tag{II.6}$$

qui correspond à une contrainte associée à une force appliquée (F) aux échantillons de longueur initiale (l_0) et de section initiale (S_0).

Sur la Figure 25, les stades de déformation élastique et plastique, ainsi que la décharge, sont observés. Les domaines correspondant à une déformation réalisée avec les moteurs externe (en gris) et avec le dispositif de compression interne (en noir) y sont aussi représentés, ainsi que la relaxation de contrainte ($\Delta\tau_d$) lors du désengagement des moteurs qui est d'environ 5 MPa. Nous avons constaté que $\Delta\tau_d$ n'excède jamais plus de 10 % de la valeur atteinte en contrainte. Enfin, des développements au niveau du logiciel de contrôle sont encore nécessaires afin de pouvoir réaliser des essais de fluage.

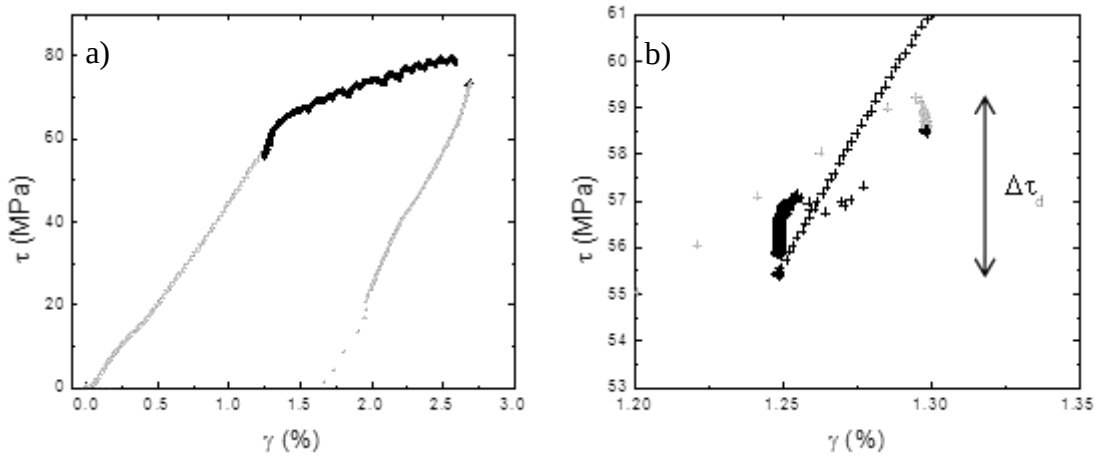

Figure 25 : (a) Courbe caractéristique contrainte projetée/ déformation projetée pour un échantillon de $Ni_3(Al,Ta)$ déformé à 293 K.. (b) Zoom sur la partie de la courbe correspondant au désengagement des moteurs.

II.5. CARACTERISTIQUES DU DISPOSITIF

En résumé, le dispositif expérimental ″Nanoplast″ présente les caractéristiques suivantes. La première est de travailler sous environnement UHV ; une pression de l'ordre de 3.10^{-11} mbar est atteinte dans la chambre d'essais mécaniques. Il est ainsi possible de s'affranchir des problèmes de contamination et d'oxydation de surface des matériaux métalliques. La deuxième est de conserver l'importante résolution spatiale offerte par la microscopie en champ proche pour des échantillons sous contrainte et en température. La troisième est de pouvoir déformer les échantillons à des taux de déformation importants (= stade de déformation plastique), sur une large gamme de température (90 à 600 K), tout en conservant le ″contact″ pointe/échantillon (= essais mécaniques in situ). Enfin, les échantillons peuvent être déformés à de faibles vitesses de déformation, variant de 10^{-6} s^{-1} à 10^{-2} s^{-1}.

Les champs d'études potentielles sont nombreux. Au cours de cette étude, nos recherches se sont focalisées sur une meilleure compréhension des mécanismes élémentaires de déformation plastique de l'intermétallique Ni_3Al, à partir des signatures laissées à l'échelle micrométrique/nanométrique par le processus d'émergence des dislocations mobiles.

III. ANOMALIE DE CONTRAINTE D'ÉCOULEMENT : NOTES BIBLIOGRAPHIQUES

III.1. ÉTAT STRUCTURAL

La phase intermétallique Ni_3Al cristallise selon la structure ordonnée à longue distance $L1_2$ (Strukturbericht notation) ou cP4 (symbolique de Pearson). Dans cette structure, les atomes d'Al sont situés aux sommets du cube et les atomes de Ni aux centres des faces (Figure 26). Dans le diagramme de phase Ni-Al, ce composé existe dans un domaine étroit de composition [Hansen et Anderko, 1986], ce qui autorise un faible écart à la stœchiométrie. De plus, il peut admettre d'autres éléments en substitution, tels que B, Hf, Ta, Ti [Nembach et Neite, 1985]. L'intermétallique Ni_3Al reste ordonné jusqu'à une température proche de sa température de fusion, qui est de 1365°C [Stoeckinger et Neumann, 1970]. Son paramètre de maille est de 0,356 nm [Willemin et al., 1986, Stoloff et Liu, 1997].

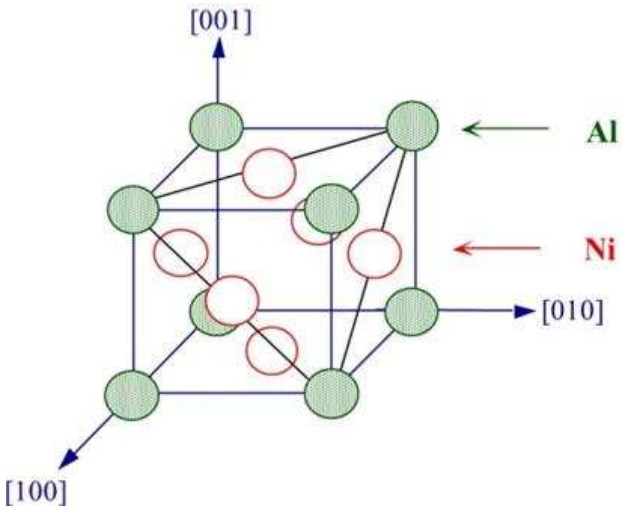

Figure 26 : Structure cristalline de l'intermétallique Ni_3Al.

La propagation dans la structure $L1_2$ d'une dislocation parfaite ($\vec{b}$ = ±a/2[$\bar{1}$01]) du réseau c.f.c a pour conséquence de créer un défaut d'ordre chimique, dénommé paroi d'antiphase (Antiphase Boundary = APB) [Koehler et Seitz, 1947, Cottrell, 1954]. Le mouvement d'une seconde dislocation ($\vec{b}$ = ±a/2[$\bar{1}$01]) est requis pour rétablir l'ordre chimique. Par conséquent, une dislocation parfaite (ou superdislocation) ($\vec{b}$ = ±a[$\bar{1}$01]) dans la structure $L1_2$, se présente en général comme une paire de dislocations dites superpartielles ($\vec{b}$ = ±a/2[$\bar{1}$01]) reliées par un ruban d'APB. Dans les c.f.c, les dislocations parfaites peuvent, pour des raisons énergétiques, se dissocier en deux dislocations dites partielles de Shockley ($\vec{b}$ = ± a/6[$\bar{2}$11] et $\vec{b}$ = ± a/6[$\bar{1}\bar{1}$2]), séparées par un défaut d'ordre géométrique, dénommé défaut d'empilement (Stacking Fault = SF). De manière analogue dans la structure $L1_2$, chacune des superpartielles peut se dissocier en deux partielles de Shockley séparées par un défaut d'empilement dit complexe (Complex Stacking Fault = CSF) qui associe défauts

géométrique et chimique. La largeur de dissociation de la superdislocation en deux superpartielles est environ cinq fois plus importante que la largeur de dissociation des superpartielles en deux partielles de Shockley [Baluc et al., 1991]. Cette configuration de dissociation de dislocation est décrite sur la Figure 27(a) et a été directement observée en MET [Baluc et al., 1991] (Figure 27(b)).

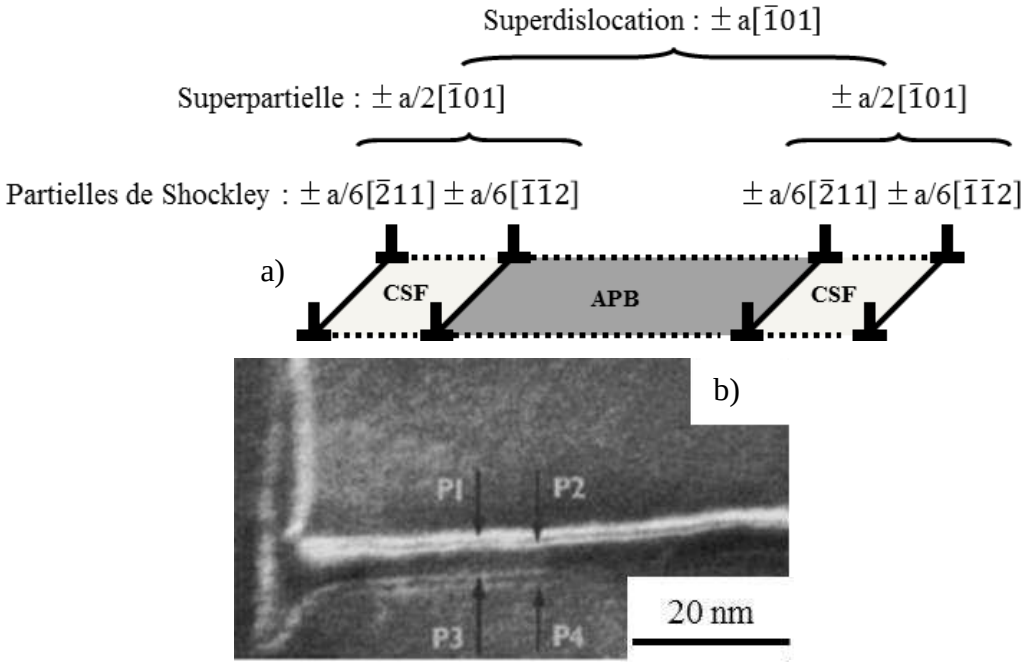

Figure 27 : (a) Schéma de la dissociation dans Ni_3Al de la superdislocation glissant sur un plan (111). (b) Image MET de cette dissociation. P_i sont les positions respectives des différentes partielles de Shockley [Baluc et al., 1991].

III.2. REVUE DES PRINCIPAUX RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX

Il existe une littérature abondante relative à la déformation de l'intermétallique Ni_3Al. D'excellents articles de revues sur le sujet sont disponibles, dont une édition dans ″Dislocations in Solids″ [1996] entièrement consacrée à la structure $L1_2$. Le but de ce paragraphe est donc de présenter un résumé concis des principales observations expérimentales.

III.2.1. Essais mécaniques

Les propriétés mécaniques de l'intermétallique Ni_3Al peuvent être résumées comme suit :

(i) la variation de la contrainte d'écoulement avec la température dépend du niveau de déformation plastique (γ_p) pour lequel celle-ci est mesurée (Figure 28). Il

n'est observé aucune anomalie lorsque la contrainte est mesurée à de très faibles taux de déformation plastique ($\gamma_p < 10^{-5}$). Pour des niveaux de déformation plastique $\gamma_p > 10^{-4}$, celle-ci devient très rapidement marquée [Thornton et al., 1970, Mulford et Pope, 1973].

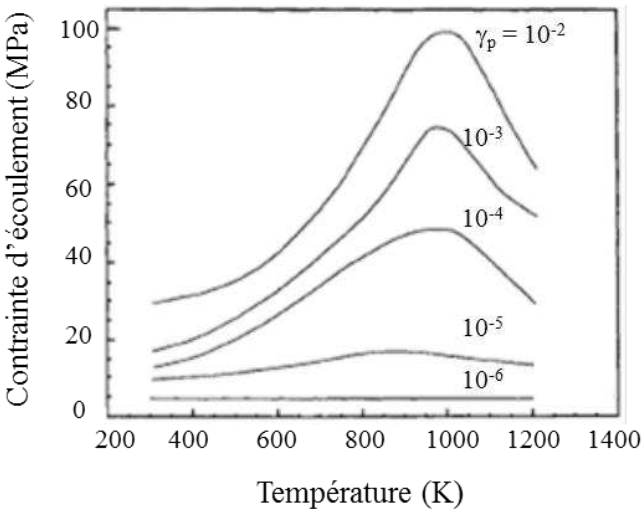

Figure 28 : Variation de la contrainte d'écoulement en fonction de la température pour divers taux de déformation plastique [Thornton et al., 1970].

(ii) la variation de la contrainte critique conventionnelle ($\tau_{0,2\,\%}$) avec la température peut être divisée en trois régimes de température. $\tau_{0,2\,\%}$ est successivement décroissante puis croissante (= domaine de l'anomalie) jusqu'à une température dite de ″pic″ ($T_{p,\tau}$) au-delà de laquelle elle redevient décroissante [Breadmore et al., 1969].

(iii) la contrainte $\tau_{0,2\,\%}$ dépend fortement de l'orientation de l'axe de sollicitation et du sens de celle-ci (tension/compression) (Figure 29). Cette dépendance est appelée asymétrie tension/compression [Lall et al., 1979, Ezz et al., 1982, Umakoshi et al., 1984].

(iv) la contrainte $\tau_{0,2\,\%}$ dépend également fortement de la composition de l'alliage considéré [Thornton et al., 1970, Mulford et Pope, 1973, Miura et al., 1989]. Des changements très faibles de composition, de l'ordre du pourcent atomique, peuvent modifier considérablement les propriétés mécaniques de Ni_3Al. Ces changements de composition modifient les énergies des CSFs et d'APB, et par conséquent les énergies d'activation du processus de CS [Kruml et al., 1997, Conforto et al., 2005].

(v) le taux de durcissement, $\theta = d\tau/d\gamma$, présente également, avec la température et suivant l'axe de déformation, un comportement anormal, avec un voire deux pics [Staton-Bevan, 1983, Spätig, 1995].

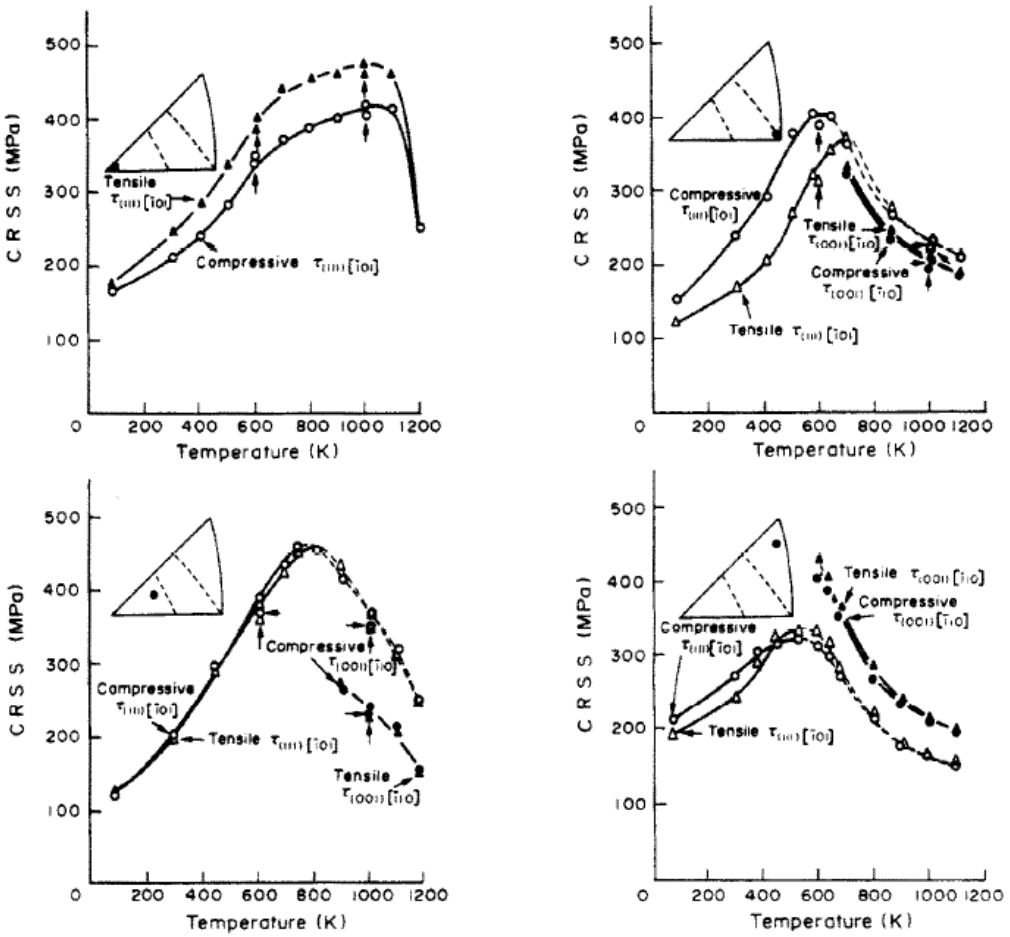

Figure 29 : Variation de la contrainte $\tau_{0,2\,\%}$ en fonction de l'orientation de l'axe de sollicitation et du sens de celle-ci (tension/compression) [Umakoshi et al., 1984].

(vi) des mesures par une méthode de double figures d'attaques de la dépendance en contrainte et en température de la vitesse des dislocations ont montré que, à une contrainte donnée, la vitesse des superdislocations vis diminue fortement lorsque la température augmente [Nadgorny et al., 1995, Jiang et al., 1998]. Ces résultats supportent l'idée que l'anomalie de contrainte d'écoulement résulte d'une dépendance négative en température de la vitesse des superdislocations vis.

(vii) des essais de relaxation ont mis en évidence, dans le domaine de l'anomalie de contrainte d'écoulement, un important épuisement de la densité de dislocations mobiles en fonction de la température [Spätig, 1995, Bonneville et Martin, 2000].

III.2.2. Observations en microscopie électronique en transmission

Les principales caractéristiques de la microstructure de dislocations observées en MET dans les composés Ni_3Al en fonction de la température lors d'essais de déformation à vitesse imposée sont résumées comme suit :

(i) les observations in situ, pour lesquelles les mouvements des dislocations sont directement enregistrés sous conditions de déformation, ont montré que la déformation plastique se produit par des avalanches de dislocations [Clément, 1986, Molénat et Caillard, 1991 et 1994]. Il a également été observé que les superdislocations vis glissent sur les plans {111} par des séries de sauts rapides sur des distances très souvent de l'ordre de la largeur d'APB (Figure 30). Ce processus est appelé ″saut d'APB″ [Caillard et al, 1988, Molénat et Caillard, 1991 et 1994].

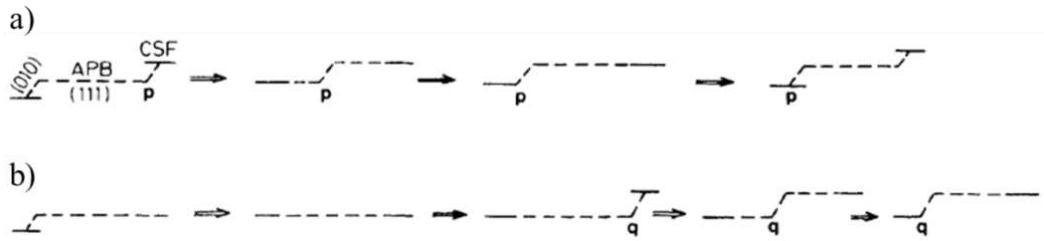

Figure 30 : Mouvement saccadé des superdislocations glissant sur le plan (111) par (a) des sauts d'APB et (b) des sauts sur des distances variables (p et q sont des positions fixes) [Caillard et al, 1988].

(ii) A basse température (T < 293 K), la sous-structure de déformation est composée de superdislocations appartenant aux systèmes de glissement ±a<110>{111}. Ces superdislocations sont majoritairement à caractère coin ou mixte. Elles sont dissociées sur {111} en deux superpartielles séparées par une APB [Veyssière, 1991, Molénat et Caillard, 1991]. Des dislocations coins sont aussi regroupées en dipôles et ensemble de dipôles. De plus, une forte densité de tubes d'APB, alignés selon la direction vis, est également observée [Baluc, 1990, Veyssière, 1991].

(iii) Dans le domaine de l'anomalie, la sous-structure de dislocations est dominée par une forte densité de superdislocations présentant une configuration ″en escalier″ (Figure 31) [Sun et Hazzledine, 1988, Baluc, 1990, Molénat et Caillard, 1991 et 1994]. Elles sont composées de segments vis (notés v sur la Figure 31) reliés par des segments mixtes (notés m sur la Figure 31).

Les segments vis sont dissociés en deux superpartielles avec une APB entièrement sur les plans {010}. Cette configuration est appelée verrou de Kear-Wilsdorf (KW) (Figure 32(a)) [Kear et Wilsdorf, 1962], Des configurations de dissociation, avec une APB à la fois sur le plan {111} et sur le plan {010}, ont également été observées dans Ni_3(Al,Hf) par Bontemps et Veyssière [1990]. Une telle configuration est appelée configuration de verrou de Kear-Wilsdorf incomplet (IKW) (Figure 32(b)). Des preuves indirectes de la formation d'une telle configuration ont aussi été fournies par l'observation des ″sauts d'APB″ lors d'expériences de traction in situ en MET [Caillard et al, 1988, Molénat et Caillard, 1991 et 1994].

Les segments mixtes, appelés superdécrochements (MKs), sont quant à eux dissociés sur les plans {111} selon le schéma de la Figure 27 [Sun et Hazzledine, 1988,

Veyssière, 1991]. Dans les alliages de structure $L1_2$, deux catégories de MKs sont à distinguer, les MKs ″simples″ et les MKs ″d'inversion″. Bontemps et Veyssière [1990] ont mis en évidence que, dans $Ni_3(Al,Hf)$, les MKs ″d'inversion″ (Figure 33(a)) dominent la microstructure, ce qui implique qu'une superdislocation glisse sur le même plan {111}. Les MKs ″simples″ (Figure 33(b)) résultent d'un double CS [Bontemps et Veyssière, 1990, Couret et al., 1993], ce qui conduit au glissement d'une superdislocation sur des plans {111} parallèles.

En début du domaine de l'anomalie, les segments vis sont parfaitement rectilignes et se courbent graduellement sur les plans {010} au fur et à mesure que la température augmente [Molénat et Caillard, 1991 et 1994, Korner, 1994]. Ceci indique une extension du glissement sur ces plans, dépendante de la température. Une diminution de la taille des MKs est observée, simultanément à une hausse de la densité de superdislocations sur les plans {010} avec l'augmentation de la température [Baluc, 1990].

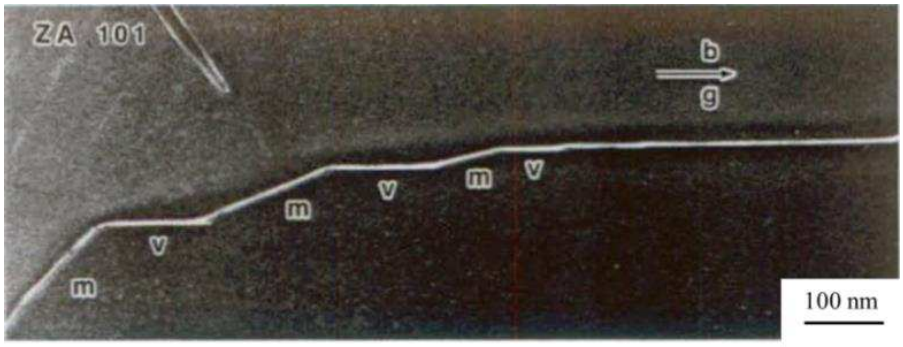

Figure 31 **:** Image MET typique d'une superdislocation dans le domaine d'anomalie de contrainte d'écoulement [Baluc, 1990].

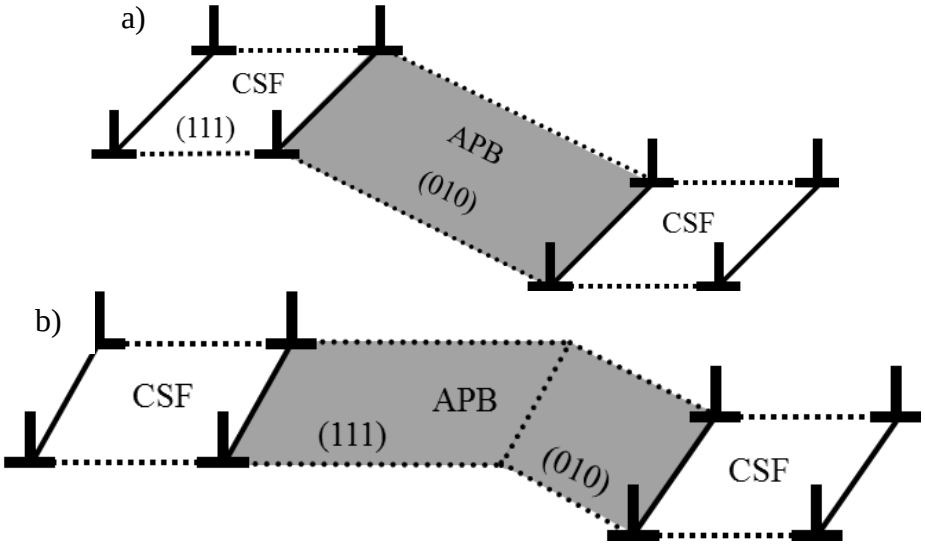

Figure 32 : Représentations schématiques de la configuration de (a) verrou de KW et (b) verrou de IKW.

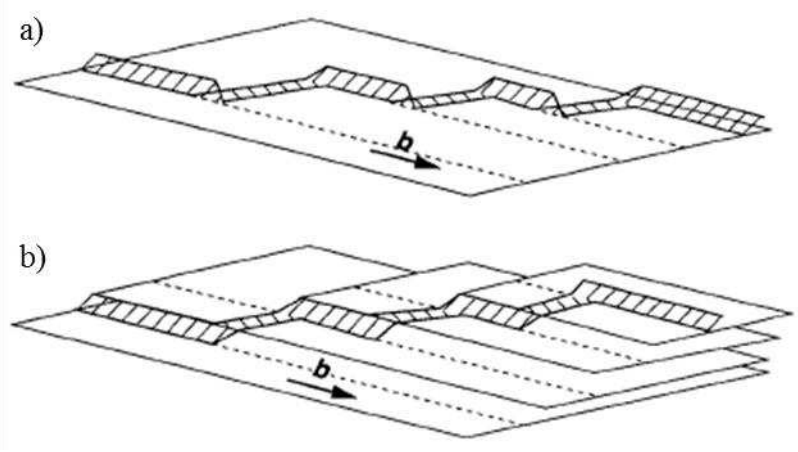

Figure 33 : Rôle des MKs sur la planéité du glissement, (a) MKs ″d'inversion″ (b) MKs ″simples″ [Veyssière et Saada, 1996].

(iv) à haute température ($T > T_{p,\tau}$), la sous-structure de dislocations est constituée de superdislocations appartenant aux systèmes de glissement cubiques primaires ±a<110>{001} [Veyssière, 1984, Korner, 1989]. Les dislocations sont composées de segments purement coins reliés par de courtes parties mixtes. Ces segments coins sont bloqués sur les plans {001} et dissociés en configuration de ″superverrou de Lomer″ soit par montée, soit par glissement [Veyssière, 1984, Sun et al., 1989, Baluc, 1990]. Les parties mixtes sont mobiles et dissociées sur les plans {001} en deux superpartielles bordant une APB [Baluc, 1990].

III.2.3. Observations en microscopie à force atomique

Des études des mécanismes de déformation de l'intermétallique Ni_3Al ont également été réalisées par AFM. Les observations de la structure de lignes de glissement révèlent que, dans le domaine de l'anomalie, quelle que soit la température, les traces de glissement sont rectilignes et correspondent aux plans (111) (Figure 3 et Figure 34) [Coupeau et al., 1999, Fikar et al., 2004]. Les évènements de CS sont assez rares et leur longueur est très supérieure à la largeur de l'APB (Figure 3). L'observation post-mortem de ces évènements n'a cependant pas permis de distinguer si ces traces de CS résultent d'un mécanisme de doubles CSs ou d'un processus d'annihilation [Coupeau et al., 1999]. Il est aussi observé de nombreuses traces de glissement qui s'arrêtent dans la zone d'observation suivant les plans (111) [Coupeau et al., 1999, Coupeau et Bonneville, 2007] (Figure 34). Ceci suggère un important épuisement de la densité de dislocations mobiles. Cette observation est en bon accord avec les mesures de taux de durcissement [Spätig, 1995] et d'épuisement de la densité de dislocations mobiles (cf. §III.2.1) [Bonneville et al., 1995]. Enfin, il est constaté que la longueur des traces de glissement diminue avec la température, alors que le nombre de superdislocations à leur origine évolue peu [Bonneville et al., 2011].

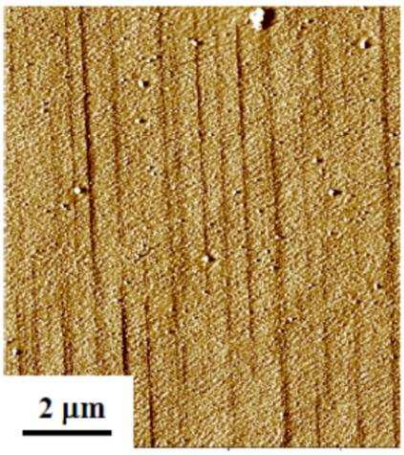

Figure 34 : Image AFM en mode signal d'erreur de la structure de lignes de glissement à la surface d'un échantillon de $Ni_3(Al,Ta)$ après une déformation de $\gamma_p \sim 1\%$ à 720 K suivant l'axe de compression $[\bar{1}23]$. [Bonneville et al., 2011].

III.3. REVUE DES PRINCIPAUX MODÈLES THÉORIQUES

De nombreux modèles ont été développés pour expliquer l'anomalie de contrainte d'écoulement avec la température des alliages de structure $L1_2$. La plupart de ces modèles repose sur un mécanisme d'épinglage thermiquement activé des superdislocations vis par CS de celles-ci de leurs plans {111}, où elles sont ″glissiles″, sur le plan {100}, où elles sont ″sessiles″. La force motrice principale de ce processus de CS est attribuée à l'anisotropie des énergies d'APB et à l'interaction élastique anisotrope entre les deux superpartielles [Yoo, 1986].

Nous avons choisi de ne présenter dans la suite que les trois principales catégories de modèles de CS. Dans ces modèles, il est proposé que le processus de CS se produit par la nucléation sur le plan (010) d'une paire de décrochements sur un segment de superdislocation d'une distance égale à b ou b/2 (Figure 35). Sur la Figure 35, la dissociation des superpartielles en partielles de Shockley n'est pas représentée. Ces modèles diffèrent cependant dans le résultat de la compétition entre les cinétiques de formation et de migration de ces évènements de CS. Il en résulte en effet que le processus de CS aboutit alors à un effet de vitesse des superdislocations vis et/ou de densité de dislocations mobiles.

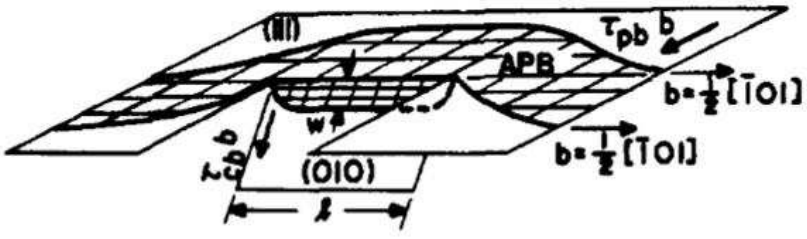

Figure 35 : Formation d'un point d'épinglage par processus de CS qui se produit par la nucléation d'une paire de décrochements [Paidar, et al., 1984].

III.3.1. Modèles *de points d'épinglage*

Parmi les modèles de points d'épinglage, le modèle de Paidar, Pope et Vitek (PPV) [1984] constitue le modèle le plus abouti. Il s'appuie initialement sur le modèle proposé par Takeuchi et Kuramoto (TK) [1973]. TK ont proposé un processus de CS entraînant la formation de points d'épinglage, afin d'expliquer la dépendance de la contrainte d'écoulement avec la température et avec l'orientation observée dans l'intermétallique Ni_3Ga. En tenant compte des calculs de simulations de configurations de dissociation des superdislocations de Yamaguchi et al. [1982], PPV incorporent également à leur modèle des considérations similaires à celles du modèle de CS de Escaig [1968], développé dans le cadre des structures c.f.c.

Dans le modèle PPV, il est considéré que le segment dévié d'une distance égale à b ou b/2 est temporairement immobilisé alors que le reste de la superdislocation se propage sur le plan (111). La fréquence de CS croît avec l'augmentation de la température et il en est donc de même du nombre de points d'épinglage et de la contrainte critique. La contrainte critique est calculée comme la contrainte appliquée à laquelle les segments courbés (de longueur l) de la superdislocation entre les points d'épinglage sur le plan (111) atteignent un angle critique (θ_c) (Figure 36). A cet angle critique, les points d'épinglage sont détruits (en A sur la Figure 36), ce qui permet à la superdislocation de glisser rapidement avant d'être de nouveau épinglée (en A' sur la Figure 36). Dans ce modèle, l'effet principal de l'épinglage par CS est donc la diminution de la vitesse des superdislocations vis.

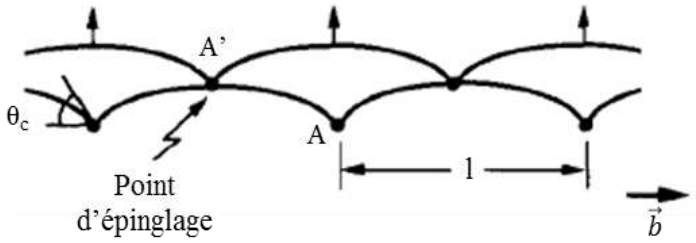

Figure 36 : Représentation schématique des positions successives d'une superdislocation glissant sur le plan (111) lorsque les segments entre les points d'épinglage se courbent [Paidar, et al., 1984].

Le modèle PPV reproduit bien la dépendance de la contrainte d'écoulement avec la température et avec l'orientation, et l'asymétrie tension/compression (cf. §.III.2.1). Par contre, ce modèle ne rend pas compte des observations en MET post-mortem et in situ. Dans ce modèle, la majorité de la ligne de la superdislocation est en effet attendue rester sur le plan (111), alors que les observations post-mortem montrent que la majorité de la longueur de ligne de la superdislocation a dévié sur le plan (010) pour y former des verrous de KW [Baluc, 1990] (cf. §III.2.2). Les observations in situ [Caillard et al., 1988] suggèrent également que le mouvement des dislocations vis ne peut pas se produire par un mécanisme local d'épinglage et de désépinglage. Ce modèle montre une

importante sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation qui n'est pas observée expérimentalement. Enfin, il ne donne aucune explication des forts taux de durcissement et de leurs variations avec la température et l'orientation de la contrainte appliquée (cf. §III.2.1).

De nombreuses améliorations ont été apportées au modèle PPV. L'expression de l'enthalpie d'activation du processus de CS a ainsi été corrigée par Yoo [1986]. A partir d'une analyse dans le cadre de la théorie de l'élasticité linéaire anisotrope, Yoo a proposé qu'elle était plus importante que celle liée à l'anisotropie des énergies d'APB considérée jusqu'alors. Enfin, Khanta et al. [1992 a et b] ont introduit un mécanisme de désépinglage thermiquement activé des superdislocations vis, afin de reproduire la faible sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation observée dans le domaine de l'anomalie.

III.3.2. Modèles des superdécrochements

Ces modèles reposent sur les observations en MET des nombreux MKs présents sur les superdislocations dans le domaine de l'anomalie (Figure 31). L'importance de ces MKs a été soulignée pour la première fois par Sun et Hazzledine [1988], ce qui a conduit au développement de modèles basés sur le mouvement latéral de ces derniers (Figure 37) [Mills et al., 1989, Veyssière, 1989(a), Hirsch, 1992 et 1993, Mills et Chrzan 1992 et 1996].

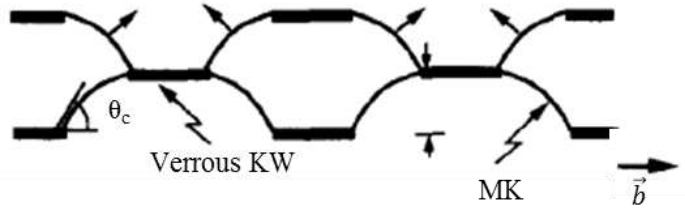

Figure 37 : Représentation schématique des positions successives d'une superdislocation glissant sur le plan (111) par le mouvement latéral des MKs [Mills et Chrzan, 1992].

Durant le mouvement latéral des MKs, les verrous de KW adjacents sont effacés, permettant ainsi à ces segments vis de glisser à nouveau sur le plan (111) d'une distance d (dépendante de la probabilité de CS) avant de dévier sur un nouveau plan (010) et d'y former de nouveaux verrous de KW. Les auteurs considèrent un processus de CS identique à celui de PPV préservant ainsi les prévisions de ce modèle quant à la dépendance de la contrainte d'écoulement avec la température et avec l'orientation, et à l'asymétrie tension/compression (cf. §III.2.1). Cependant, ils postulent que la paire de décrochement créée sur le plan (010) est très mobile, afin de rendre compte de l'observation des verrous de KW et IKW. Ces modèles reposent cependant sur trois hypothèses, (i) la hauteur des MKs (h_{MK}) diminue lorsque la température croît, i.e.

l'augmentation de $\tau_{0,2\,\%}$ avec l'augmentation de la température dépend de la diminution de h_{MK}, (ii) les MKs se déplacent difficilement le long d'une superdislocation vis, i.e. des points d'épinglage sont présents à la jonction entre les MKs et les segments vis, (iii) chaque MK peut être considéré comme une source[1] à condition que sa hauteur soit supérieure à une hauteur critique donnée par [Veyssière et Saada, 1995] :

$$h^{*}_{MK} \approx \mu b / \tau_o. \qquad \text{(III.4)}$$

où μ est le module de cisaillement et τ_o est la contrainte de cisaillement sur le plan (111). h^{*}_{MK} est de l'ordre de 300 nm à température ambiante et de 30 nm à $T_{p,\tau}$.

Ces modèles sont en bon accord avec la plupart des propriétés mécaniques (cf. §III.2.1). Cependant, les expériences in situ en MET ne confirment pas que les MKs se comportent comme des sources de dislocation. Dans les modèles des superdécrochements, l'effet principal de l'épinglage par CS est la diminution de la vitesse des superdislocations vis et/ou la diminution de la densité de dislocations mobiles.

III.3.3. Modèle de Caillard

A partir des observations in situ en MET (cf. §III.2.2), Caillard [1996] suggère que le mouvement des superdislocations vis est contrôlé par une succession de doubles CSs entre plans (111) et (010) conduisant à la formation et à la destruction de verrous de IKW. Ce modèle est basé sur une compétition entre deux différents processus de CS thermiquement activé qui peuvent donner lieu à la formation de verrous de KW ou IKW. Les déviations sur des distances interatomiques sont supposées se produire par un mécanisme de formation de paires de décrochements, alors que les déviations sur des distances plus grandes sont supposées se produire par un mécanisme de CS impliquant la courbure du segment dévié. Ce modèle repose sur deux hypothèses, (i) que tous les MKs résultent de doubles CSs (= ″MKs simples″) et (ii) que le CS par formation de paires de décrochements est énergétiquement plus favorable que le CS impliquant la courbure du segment dévié.

Des expressions analytiques de la contrainte d'écoulement et du taux de durcissement en fonction de la déformation et de la température, qui sont relativement en bon accord avec les résultats expérimentaux (cf. §III.2.1), sont ainsi obtenues. Les effets d'orientation et l'asymétrie tension/compression peuvent s'expliquer comme dans le cadre du modèle de PPV (cf. §III.2.1). L'hypothèse (i) apparait cependant en désaccord avec les observations post-mortem de Bontemps et Veyssière [1990] qui

[1] Les MKs opérant comme des sources de dislocations doivent être considérés comme des sources permettant l'extension des boucles de dislocation, plutôt que comme des sources de nouvelles dislocations.

montrent que les MKs sont principalement des MKs ″d'inversion″. Caillard [1996] propose que les MKs ″d'inversion″ peuvent résulter d'un CS sur le plan (010) durant la décharge. Enfin, ce modèle ne donne aucune explication sur les processus de multiplication qui implique le glissement des MKs. Il est seulement supposé que les MKs sont trop mobiles pour se comporter comme des sources de dislocation.

III.4. OBJECTIFS DE LA PRÉSENTE ÉTUDE

Ces modèles doivent donner lieu en surface à des configurations de traces de glissement différentes. L'analyse jusqu'à la résolution atomique des nanostructures de glissement laissées par l'émergence des dislocations à la surface d'échantillons déformés plastiquement, devrait nous permettre de visualiser directement les événements de déviation et de caractériser en détails les mécanismes élémentaires de déformation plastique dans le domaine de l'anomalie de contrainte d'écoulement de l'intermétallique Ni_3Al. Grâce à l'étude des traces de glissement par microscopie en champ proche, il est en effet possible d'identifier des paramètres essentiels dans la compréhension des mécanismes élémentaires de plasticité de Ni_3Al, tels que : la hauteur, le nombre et la longueur des traces de glissement correspondant aux plans {111} et {010}. Ces paramètres reflètent l'activité des sources de dislocations et le libre parcours moyen des dislocations (voir article de revue de Coupeau et al. [2004]).

IV. PROCÉDURES ÉXPÉRIMENTALES

IV.1. MATÉRIAU ET ÉCHANTILLONS

Dans le cadre de ce travail, la phase monocristalline $Ni_{74,3}Al_{24,7}Ta_1$ a été étudiée. L'élément d'addition Ta dans la phase Ni_3Al se positionne en substitution de l'Al [Nembach et Neite, 1985]. Il a pour effet d'augmenter les valeurs de la contrainte d'écoulement aux basses températures et de décaler la température du pic de l'anomalie vers des valeurs plus faibles de température (Figure 38) [Spätig, 1995]. Dans la suite, la phase $Ni_{74,3}Al_{24,7}Ta_1$ est appelée $Ni_3(Al,Ta)$.

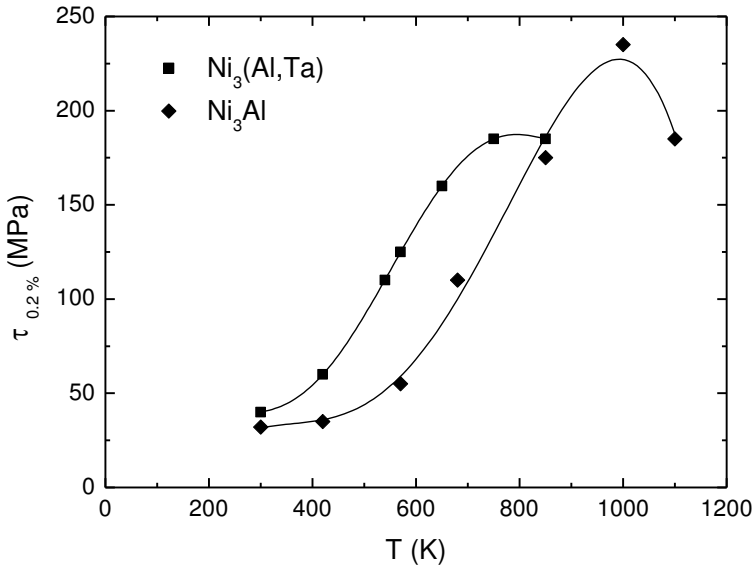

Figure 38 : Dépendance en température de $\tau_{0,2\ \%}$ des intermétalliques $Ni_{76,6}Al_{24,4}$ et $Ni_{74,3}Al_{24,7}Ta_1$ [Spätig, 1995].

Les échantillons de compression ont été extraits d'un barreau cylindrique de 11 mm de diamètre et d'une longueur d'environ 100 mm, fourni par les Professeurs V. Vitek et D. P. Pope de l'Université de Pennsylvanie (USA). La direction de croissance était de type <001>.

IV.2. ORIENTATIONS CRISTALLOGRAPHIQUES

Après orientation du barreau par diffraction X selon la méthode de Laue en réflexion, le barreau a été découpé par électro-érosion en échantillons de compression de longueur 6 mm et de section 2 mm x 2 mm. Deux orientations cristallographiques ont été étudiées au cours de ce travail.

IV.2.1. Axe de compression suivant la direction cristallographique $[\bar{1}23]$

L'axe de compression $[\bar{1}23]$ est souvent utilisé dans les études de monocristaux de structure $L1_2$. Il fut introduit par Staton-Bevan et Rawlings [1975] et implique du glissement simple dans le domaine de l'anomalie de contrainte d'écoulement de l'intermétallique Ni_3Al suivant le système $\pm a[\bar{1}01](111)$ ($m \cong 0{,}467$). Cet axe de compression inhibe les déviations sur les plans $(1\bar{1}1)$ ($m \cong 0$) et les autorise sur les plans (010) ($m \cong 0{,}404$). L'axe cristallographique $[\bar{1}23]$ favorise aussi le système de glissement $\pm a[1\bar{1}0](001)$ qui, dans cette configuration, est aussi associé à un facteur de Schmid élevé ($m \cong 0{,}455$) (Figure 39(a)).

La face d'observation choisie est perpendiculaire à la direction $[54\bar{1}]$. Cette orientation cristallographique est appelée dans la suite "Orientation 1". Lorsque cette face est seulement préparée par polissage mécano-chimique à l'air (cf. §IV.3.1), une surface caractérisée par une rugosité (R_{RMS}) (Roughness root mean square = rugosité moyenne quadratique) de l'ordre du nanomètre est obtenue. Avec une telle orientation, il est attendu des traces de glissement correspondant aux plans (111) et (010) qui doivent respectivement former un angle de -62° et +43° avec l'axe de compression $[\bar{1}23]$ (Figure 39(b)). En utilisant le paramètre de maille de Ni_3Al, la hauteur élémentaire théorique (h_e) qui correspond à l'émergence d'une superdislocation $\vec{b} = \pm a[\bar{1}01]$ est donnée par :

$$h_e = \vec{b}.\vec{n} = \pm a[\bar{1}01].\frac{1}{\sqrt{2}}[54\bar{1}] = 0{,}333 \text{ nm.} \qquad \text{(IV.1)}$$

Pour les observations en STM, la face d'observation $(54\bar{1})$ subit une étape supplémentaire de préparation. Après le polissage mécano-chimique, elle est préparée sous environnement UHV par des cycles successifs de bombardement/recuit (cf. §IV.3.2). La surface vicinale obtenue est alors composée d'une succession de marches atomiques (110) séparées par des terrasses de largeur moyenne théorique[2] de l'ordre de 1 nm. La normale à la surface est donc dorénavant $\vec{n} = \frac{1}{\sqrt{2}}[110]$ (cf. ANNEXE A). Les traces de glissement correspondant aux plans (111) et aux plans (010) seront respectivement inclinées à -55° et +35° de l'axe de compression $[\bar{1}23]$ (Figure 39 c)). h_e qui correspond à l'émergence d'une superdislocation ($\vec{b} = \pm a[\bar{1}01]$) est dorénavant de :

$$h_e = \vec{b}.\vec{n} = \pm a[\bar{1}01].\frac{1}{\sqrt{2}}[110] = 0{,}254 \text{ nm.} \qquad \text{(IV.2)}$$

[2] Cette largeur moyenne théorique est liée à la désorientation entre les directions [110] et $[54\bar{1}]$ qui est d'environ 11°.

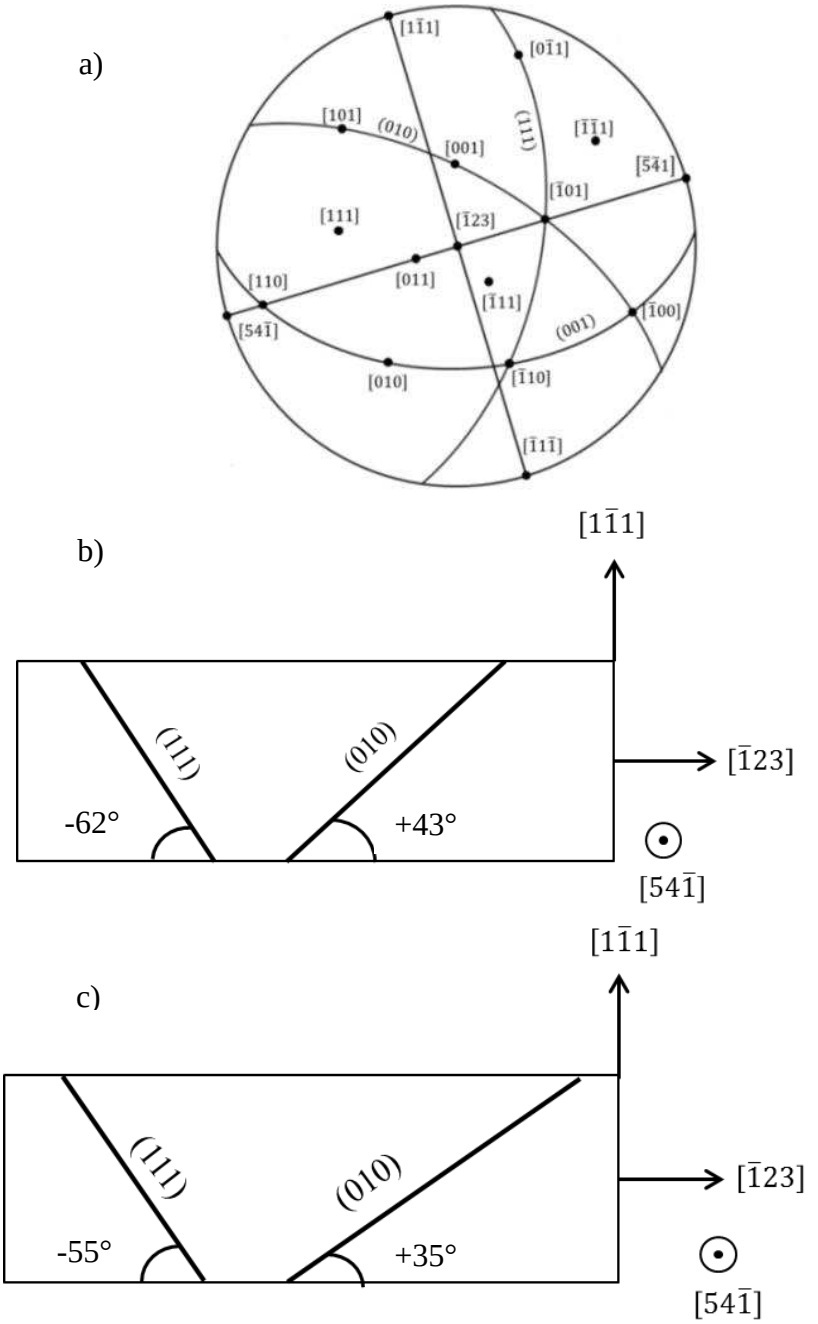

Figure 39 : (a) Projection stéréographique suivant l'orientation $[\bar{1}23]$ avec mention des plans (111) et (010). Représentation de l'intersection de ces plans avec (b) la face d'observation $(54\bar{1})$ et (c) les terrasses (110) constituant la surface vicinale $(54\bar{1})$.

En considérant les dissociations d'une superdislocation (cf. Figure 27), il est possible de déterminer h_e correspondant à l'émergence d'une superpartielle ($\vec{b} = \pm a/2[\bar{1}01]$), voire des deux partielles de Shockley ($\vec{b} = \pm a/6[\bar{2}11]$ et $\vec{b} = \pm a/6[\bar{1}\bar{1}2]$) pour la face d'observation $(54\bar{1})$ de normale $\vec{n} = \frac{1}{\sqrt{42}}[54\bar{1}]$ et des terrasses (110) de normale $\vec{n} = \frac{1}{\sqrt{2}}[110]$ (Tableau 1). Une partielle de Shockley

$\vec{b}$ = ± a/6[$\bar{2}$11] est la partielle de Shockley de tête d'une superpartielle $\vec{b}$ = ± a/2[$\bar{1}$01]. Une précision de l'ordre du centième de nanomètre doit être atteinte expérimentalement pour les mesures de hauteur des traces de glissement.

	$\vec{b}$	Hauteur élémentaire théorique (h_e) avec $\vec{n} = \frac{1}{\sqrt{42}}[54\bar{1}]$	Hauteur élémentaire théorique (h_e) avec $\vec{n} = \frac{1}{\sqrt{2}}[110]$
Superdislocation	± a[$\bar{1}$01]	0,334 nm	0,254 nm
Superpartielle	± a/2[$\bar{1}$01]	0,167 nm	0,127 nm
Partielles de Shockley	**± a/6[$\bar{2}$11]**	**0,056 nm**	**0,042 nm**
	± a/6[$\bar{1}\bar{1}$2]	0,111 nm	0,085 nm

Tableau 1 **:** Hauteurs élémentaires théoriques (h_e) correspondant à l'émergence d'une superdislocation, d'une superpartielle et des partielles de Shockley pour une face (54$\bar{1}$) et une surface vicinale (54$\bar{1}$) constituée de terrasses (110). La partielle de Shockley de tête est indiquée en caractères gras.

Pour étudier les traces de CS, il est également important de définir la distance entre deux plans (111) adjacents projetée en surface, notée d_1 et d_2 respectivement pour une face (54$\bar{1}$) et une surface vicinale (54$\bar{1}$) constituée de terrasses (110), qui est donnée par :

$$d_1 = d_{\{111\}}/\sin\alpha = 0{,}208 / \sin 44{,}55 = 0{,}30 \text{ nm}, \qquad \text{(IV.3)}$$

$$d_2 = d_{\{111\}}/\sin\beta = 0{,}208 / \sin 35{,}26 = 0{,}36 \text{ nm}, \qquad \text{(IV.4)}$$

où $d_{\{111\}}$ est la distance entre deux plans (111) adjacents dans le volume, α l'angle entre la normale à la surface (54$\bar{1}$) et un plan (111), et β l'angle entre la normale aux terrasses (110) et un plan (111).

IV.2.2. Axe de compression suivant la direction cristallographique [011]

L'axe de compression [011] favorise les systèmes de glissement ± a[101](1$\bar{1}$1), ± a[$\bar{1}$10](111), ± a[110]($\bar{1}$11) et ± a[$\bar{1}$01](111) (m ≅ 0,408). Il inhibe les déviations sur les plans (11$\bar{1}$) et (1$\bar{1}$1) (m = 0) et les autorise sur les plans (010) et (001) (m ≅ 0,354). L'axe cristallographique [011] favorise aussi les systèmes de glissement

± a[101](010), ± a[$\bar{1}$10](001), ± a[110](001) et ± a[$\bar{1}$01](010) (m ≅ 0,354) (Figure 40(a)).

Une face d'observation (1$\bar{1}$1) a été choisie pour cette orientation cristallographique (Figure 40(b)). Dans la suite, cette dernière est appelée ″Orientation 2″. Des traces de glissement correspondant aux systèmes de glissement ± a[$\bar{1}$10](111) et ± a[101]($\bar{1}$11) et aux plans cubiques de déviation associés (001) et (010) doivent ainsi former respectivement un angle de ± 60° avec l'axe de compression [011].

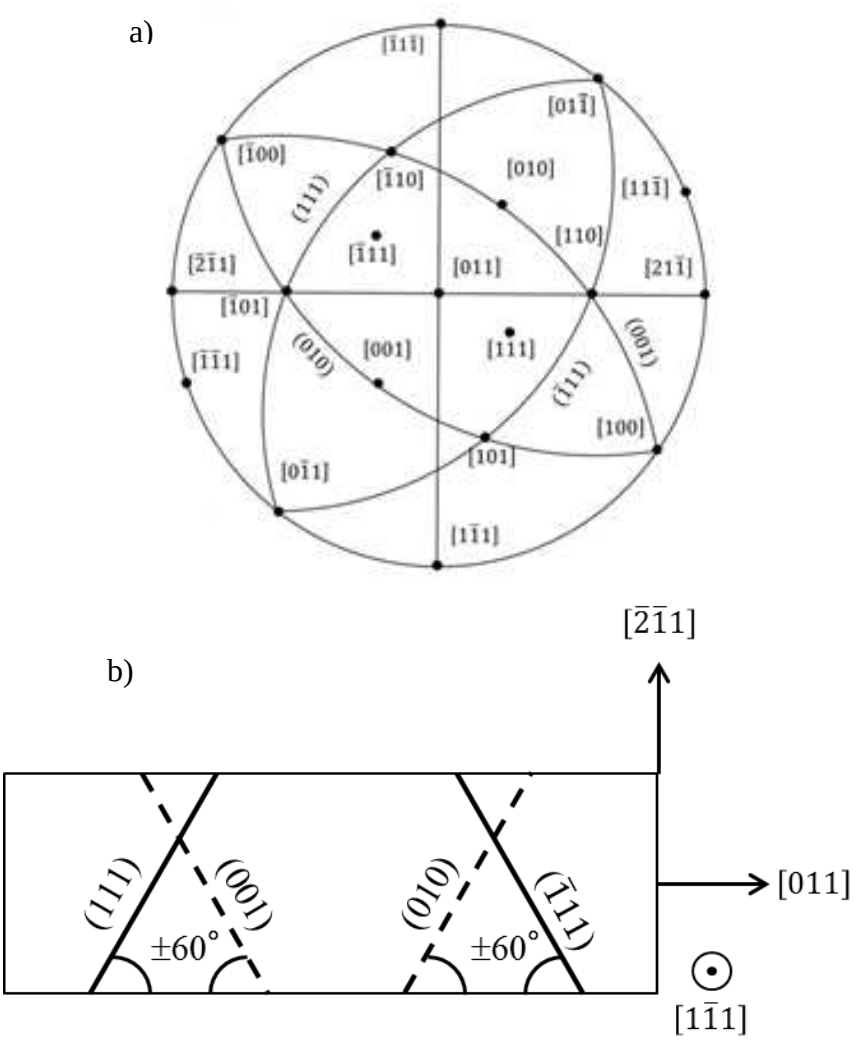

Figure 40 : (a) Projection stéréographique suivant l'orientation [011] avec mention des plans (111)/(001) et ($\bar{1}$11)/(010). (b) Représentation schématique de l'intersection de ces plans de glissement avec la face (1$\bar{1}$1).

La hauteur élémentaire théorique (h_e) qui correspond à l'émergence d'une superdislocation ($\vec{b}$ = ± a[101] ou $\vec{b}$ = ±a[$\bar{1}$10]) est alors donnée par :

$$h_e = \vec{b}.\vec{n} = \pm a[101].\frac{1}{\sqrt{3}}[1\bar{1}1] = 0{,}416 \text{ nm}. \qquad \text{(IV.5)}$$

h_e correspondant à l'émergence d'une superpartielle ($\vec{b}$ = ± a/2[101] ou $\vec{b}$ = ± a/2[$\bar{1}$10]) et des deux partielles de Shockley ($\vec{b}$ = ± a/6[211] et $\vec{b}$ = ± a/6[1$\bar{1}$2] ou $\vec{b}$ = ± a/6[$\bar{2}$11] et $\vec{b}$ = ± a/6[$\bar{1}$2$\bar{1}$]) pour la face d'observation (1$\bar{1}$1) de normale $\vec{n} = \frac{1}{\sqrt{3}}$ [1$\bar{1}$1] est donnée dans le Tableau 2. Une partielle de Shockley $\vec{b}$ = ± a/6[$\bar{2}$11] (ou $\vec{b}$ = ± a/6[211]) correspond à la partielle de Shockley de tête d'une superpartielle $\vec{b}$ = ± a/2[$\bar{1}$10] (ou $\vec{b}$ = ± a/2[101]).

La distance entre deux plans (111) (ou ($\bar{1}$11)) adjacents projetée sur une surface (1$\bar{1}$1), notée d_3, est donnée par :

$$d_3 = d_{\{111\}}/\sin\varepsilon = 0{,}208 / \sin 70{,}53 = 0{,}22 \text{ nm}, \qquad \text{(IV.6)}$$

où $d_{\{111\}}$ est la distance entre deux plans (111) (ou ($\bar{1}$11)) adjacents dans le volume et ε l'angle entre la normale à la surface (1$\bar{1}$1) et un plan (111) (ou ($\bar{1}$11)).

	$\vec{b}$	Hauteur élémentaire théorique (h_e)
Superdislocations	± a[$\bar{1}$10] ou ± a[101]	0,416 nm
Superpartielles	± a/2[$\bar{1}$10] ou ± a/2[101]	0,208 nm
Partielles de Shockley	**± a/6[$\bar{2}$11]** et ± a/6[$\bar{1}$2$\bar{1}$]	**0,069 nm** 0,139 nm
	± a/6[211] et ± a/6[1$\bar{1}$2]	**0,069 nm** 0,139 nm

Tableau 2 : Hauteurs élémentaires théoriques (h_e) correspondant à l'émergence d'une superdislocation, d'une superpartielle et des deux partielles de Shockley pour une face (1$\bar{1}$1). Les partielles de Shockley de tête sont indiquées en caractères gras.

La face (1$\bar{1}$1) correspond à une face d'orientation cristallographique simple. Elle est cependant très légèrement désorientée, de l'ordre de 1°, par rapport au plan (1$\bar{1}$1), suite à la découpe par électro-érosion et au polissage mécano-chimique. Par conséquent, lorsque cette face est préparée sous environnement UHV (cf. §IV.3.2), une surface vicinale est formée. Cette dernière est composée d'une succession de marches atomiques (1$\bar{1}$1) séparées par des terrasses de largeur moyenne théorique de l'ordre de 12 nm. Cette face est donc à priori plus propice pour les observations en STM.

IV.3. PRÉPARATION DE SURFACE

IV.3.1. *Préparation à l'air*

La préparation des échantillons de compression, avant introduction dans le dispositif ″Nanoplast″, consiste en une succession de rodage et de polissage. Cette préparation commence par un rodage des faces de compression, afin d'assurer leur parallélisme. Les faces latérales sont ensuite polies mécaniquement à l'aide de disques de carbure de silicium (SiC). Puis, la face d'observation est polie mécaniquement à l'aide de solutions contenant des grains d'alumine (de diamètres successifs 9 µm et 3 µm) et d'une solution de silice colloïdale (40 nm de taille de grains). Enfin, celle-ci est polie mécaniquement à l'aide d'une solution d'alumine colloïdale, afin d'enlever les grains de silice colloïdale éventuellement agglomérés entre eux à la surface.

A l'issue de cette préparation, un état de surface présentant une rugosité (R_{RMS}) de l'ordre de 1 nm est obtenu. Un tel état de surface est satisfaisant pour les observations par AFM. Deux images AFM (Figure 41(a) image en mode signal d'erreur et Figure 41(b) image en mode topographie) caractéristiques de l'état de surface obtenu à l'issue de cette préparation sont présentées sur la Figure 41. Sur une plage d'observation de 10 µm x 10 µm, la surface apparait homogène et très peu de traces de contamination sont observées. Aucune micro/nano rayure n'y est décelable.

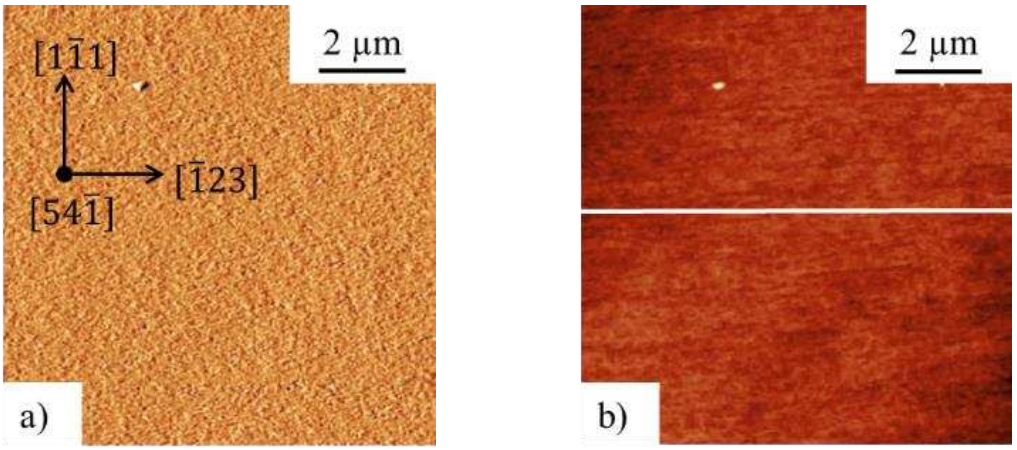

Figure 41 : Etat de surface d'un monocristal de Ni_3(Al, Ta) obtenu par la méthode de préparation à l'air. Images AFM en mode (a) signal d'erreur et (b) topographie.

La Figure 42 montre un profil de hauteur, extrait de l'image topographique présentée sur la Figure 41. Sur ce profil, les variations de hauteur, en fonction de la position, restent inférieures à 1,5 nm.

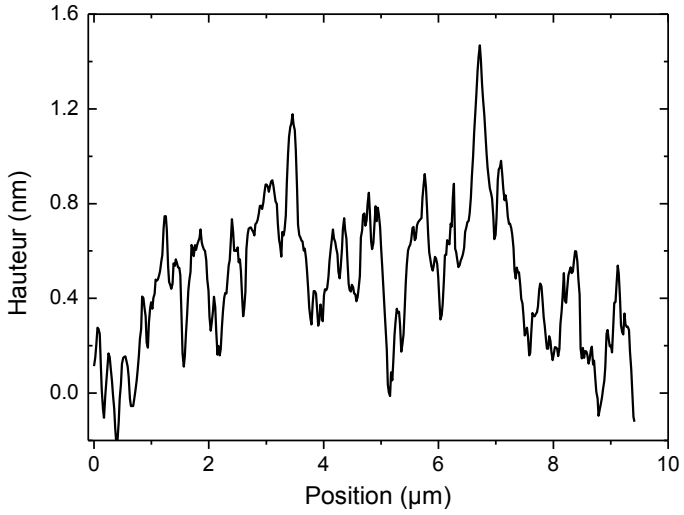

Figure 42 : Profil de rugosité (RMS) extrait de l'image topographique présentée sur la Figure 41.

IV.3.2. Préparation sous environnement ultra-vide

Les échantillons destinés aux observations en STM subissent une étape supplémentaire de préparation dans l'enceinte UHV. Cette étape est constituée de cycles de bombardement/recuit, méthode classique de préparation des surfaces métalliques pour l'observation par STM. Le bombardement d'une surface métallique par un faisceau d'ions a pour conséquence de pulvériser la surface et d'éventuellement l'amorphiser. Le recuit thermique ultérieur entraîne la diffusion des atomes, autorisant la recristallisation de la surface. La surface ainsi obtenue est formée d'une succession de marches atomiques, séparées par des terrasses plus ou moins larges.

Les bombardements de surface ont été réalisés sous faible pression d'argon ($P \sim 10^{-6}$ mbar), à une énergie de 2,5 keV et un courant de l'ordre de 2,5 µA. Les recuits ont été effectués à la température de 1150 K, pendant 5 minutes. Deux images STM (Figure 43(a) image en mode signal d'erreur et Figure 43(b) image en mode topographie) caractéristiques de l'état de surface final de la face d'observation $(1\bar{1}1)$ d'un échantillon de $Ni_3(Al,Ta)$ sont montrées sur la Figure 43. Il est observé une succession de marches qui ont expérimentalement une hauteur de 0,21 nm, ce qui correspond à des marches atomiques entre plans $(1\bar{1}1)$ (de hauteur théorique : $a/\sqrt{3}$ = 0,208 nm). Ces marches sont séparées par des terrasses de largeur variant de 1 à 50 nm.

Sur les images STM présentées dans la suite, il est observé des surfaces vicinales (110) et $(1\bar{1}1)$ pour des échantillons respectivement déformés suivant l'orientation 1 (cf. §IV.2.1) et l'orientation 2 (cf. §IV.2.2). Expérimentalement, il est constaté des largeurs de terrasses comparables entre les faces d'observation $(1\bar{1}1)$ et $(54\bar{1})$, alors que la largeur moyenne théorique des terrasses de la surface vicinale $(1\bar{1}1)$ (~ 12 nm) est très supérieure à celle des terrasses de la surface vicinale $(54\bar{1})$ (~ 1 nm).

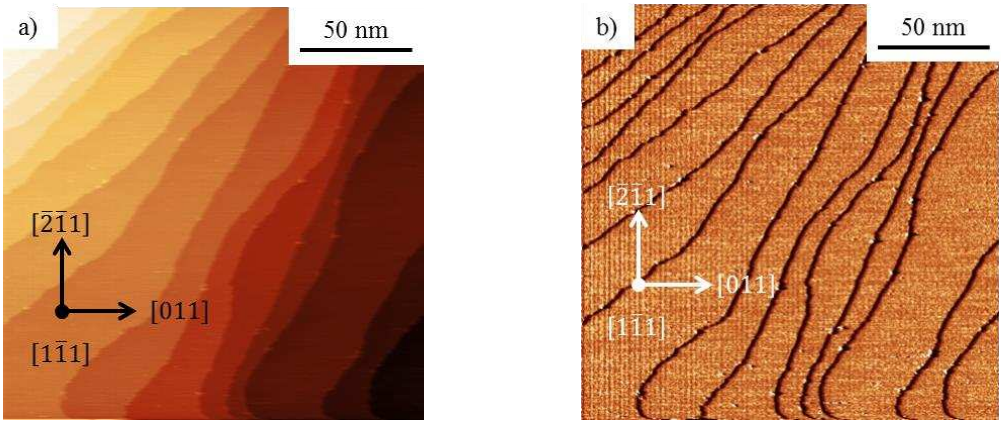

Figure 43 : Etat de surface d'une face $(1\bar{1}1)$ de $Ni_3(Al,Ta)$ obtenue par bombardement/recuit sous environnement UHV. (a) Images STM en mode topographie et (b) en mode signal d'erreur.

Dans cette étude, le but est d'analyser, jusqu'à la résolution atomique, les traces de glissement qui résultent de l'émergence de dislocations à la surface d'échantillons déformés plastiquement. La résolution atomique sous contrainte sur des terrasses (110) ou $(1\bar{1}1)$ n'a pas été obtenue à l'exception de quelques images sans trace de glissement. A titre d'exemple, la Figure 44 montre une image STM en résolution atomique d'une terrasse $(1\bar{1}1)$ observée sous une contrainte de τ = 80 MPa à 293 K. Cette image STM montre une structure avec une périodicité valant 0,49 nm. Il a été reporté que cette structure représente la distribution de surface des atomes d'Al (espacés théoriquement de $a\sqrt{2}$ = 0,509 nm), car les atomes de Ni ne sont pas ″détectables″ [Rosenhahn et al., 1999, Jurczyszyn et al., 2003]. La hauteur des traces de glissement étudiées pourrait être à l'origine de la non-visualisation des atomes. Il est important de souligner que des images STM de traces de glissement présentées dans la suite ont une résolution latérale inférieure à la distance interatomique, mais sans visualisation des atomes.

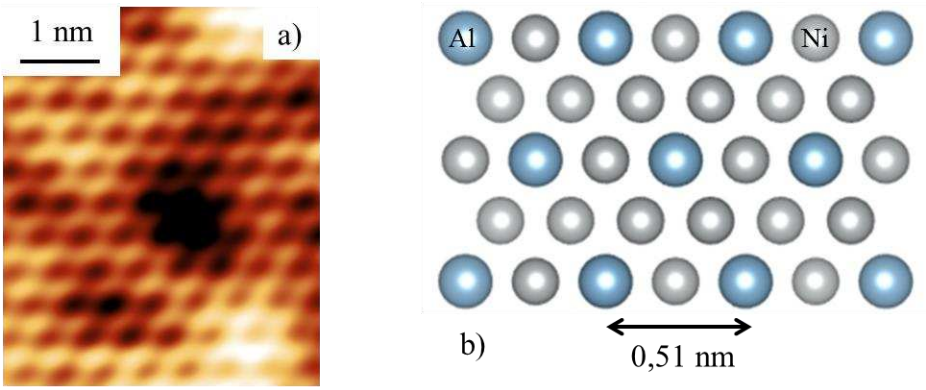

Figure 44 : (a) Image STM en résolution atomique d'une face d'observation $(1\bar{1}1)$ de $Ni_3(Al,Ta)$ sous une contrainte de τ = 80 MPa à 293 K et (b) schéma de la structure atomique de la surface {111} de Ni_3Al [Rosenhahn et al., 1999, Jurczyszyn et al., 2003].

V. ANOMALIE DE CONTRAINTE D'ÉCOULEMENT : RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX ET DISCUSSION

Dans ce chapitre, des résultats expérimentaux à l'échelle ″micrométrique″ obtenus à la suite d'essais de déformation in situ sous AFM et des résultats à l'échelle ″nanométrique″ obtenus consécutivement à des essais de déformation in situ sous STM, sont présentés et comparés avec ceux disponibles dans la littérature. Une synthèse de ces résultats expérimentaux est ensuite présentée et discutée à l'aune des modèles théoriques décrits dans le chapitre III (cf. §III.3). Il est à souligner que les résultats à l'échelle ″micrométrique″ ont fait l'objet d'un article publié dans Intermetallics [Michel et al., 2014].

V.1. ÉCHELLE ″MICROMÉTRIQUE″

V.1.1. Généralités

Trois échantillons de la phase monocristalline $Ni_3(Al,Ta)$ ont été déformés in situ sous AFM à l'aide du dispositif ″Nanoplast″. Ces essais ont été réalisés suivant l'orientation 1 (cf. §IV.2.1) et à une vitesse de déformation constante $\dot{\gamma} = 1{,}8.10^{-4}\ s^{-1}$. Les courbes contrainte projetée / déformation projetée relatives à ces essais de compression sont présentées sur la Figure 45. Ces courbes se rapportent à des échantillons déformés respectivement à 293 K, 400 K et 600 K. $\tau_{0,2\%}$ croît d'environ 60 MPa à 120 MPa lorsque la température augmente de 293 K à 600 K. Cette augmentation de $\tau_{0,2\%}$ est en assez bon accord avec les mesures reportées dans la littérature [Baluc et al., 1988]. Cependant, il est constaté que, à 293 K, $\tau_{0,2\%}$ est supérieur d'environ 50 % à la valeur présente dans la littérature [Baluc et al., 1988]. Cette différence de valeur de $\tau_{0,2\%}$ pourrait provenir de forces de friction au sein du porte-échantillon.

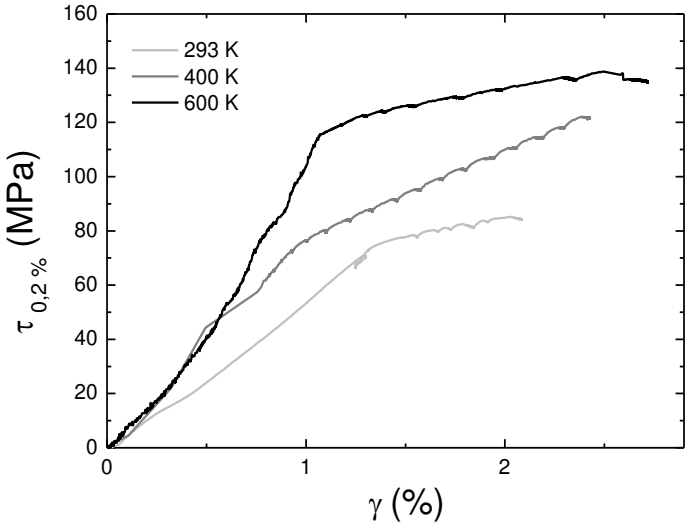

Figure 45 : Courbes contrainte projetée / déformation projetée pour trois échantillons de $Ni_3(Al,Ta)$ déformés suivant l'orientation 1 à une vitesse de déformation $\dot{\gamma} = 1{,}8.10^{-4}\ s^{-1}$ et respectivement à 293 K, 400 K et 600 K.

Les images AFM ont été enregistrées alors que les échantillons sont sous des conditions de relaxation de contrainte, ce qui mène à une diminution de la contrainte appliquée ($\Delta\tau$) inférieure à 1 MPa (Figure 46). Chaque image peut ainsi être associée à une valeur unique de contrainte (ou de déformation). Dans la suite, la direction de compression est indiquée par des flèches noires sur les images AFM. La plupart des images présentées par la suite a été acquise en mode signal d'erreur. Ce mode d'image qui montre la déflection du micro-levier en fonction de sa position (cf. §I.2.1), présente l'avantage de mettre en évidence les détails fins de la structure de surface des échantillons.

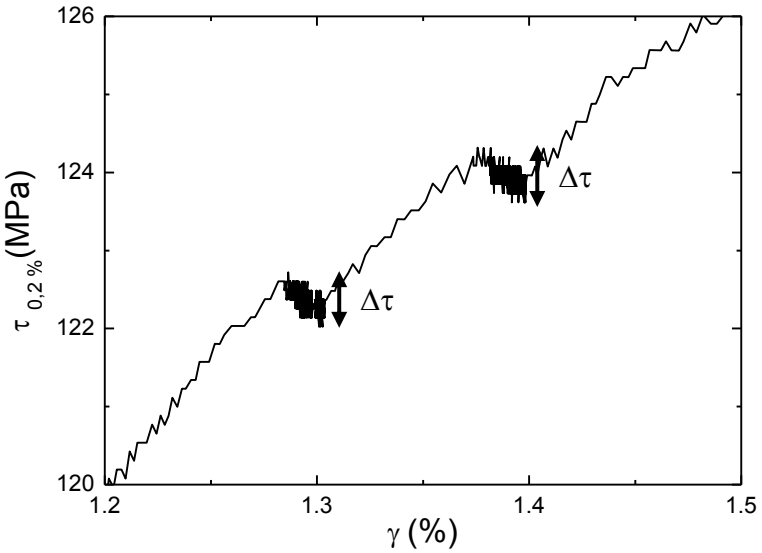

Figure 46 : Zoom sur la courbe contrainte projetée / déformation projetée obtenue à 600 K.

V.1.2. Structure de lignes de glissement

V.1.2.1. A température ambiante

La Figure 47 montre l'évolution de la structure de lignes de glissement à déformation plastique croissante, obtenue à la suite d'un essai de déformation réalisé à 293 K. Un repère caractéristique (cercle noir) est utilisé pour positionner les images les unes par rapport aux autres. Les traces de glissement sont inclinées à environ -60° de l'axe de compression. Elles correspondent aux plans (111), comme cela a déjà été reporté au cours d'études à l'air [Coupeau et al., 1999 et 2001, Bonneville et al., 2008 et 2011].

A la résolution des images (la distance entre deux pixels (δ) est d'environ ~ 8 nm), les traces de glissement apparaissent rectilignes et ne semblent pas être connectées par des évènements de CS, ce qui est en accord avec les précédentes études à l'air [Coupeau et al., 1999 et 2001, Bonneville et al., 2008 et 2011]. Ces résultats confirment donc, qu'au début du domaine de l'anomalie de contrainte

d'écoulement, la distance de CS est très faible, voire nulle, ou que les évènements de CS sont assez rares, ou les deux. La plupart des traces de glissement traversent entièrement la zone de d'observation. Quelques lignes de glissement (111) présentent des points d'arrêt (voir les lettres α_i sur la Figure 47). Ceci suggère que des superdislocations sont bloquées, dans le volume à proximité de la surface, en configuration de verrou, soit de KW (cf. Figure 32(a)) [Kear et Wilsdorf, 1962], soit de IKW (cf. Figure 32(b)) [Caillard et Couret, 1996b].

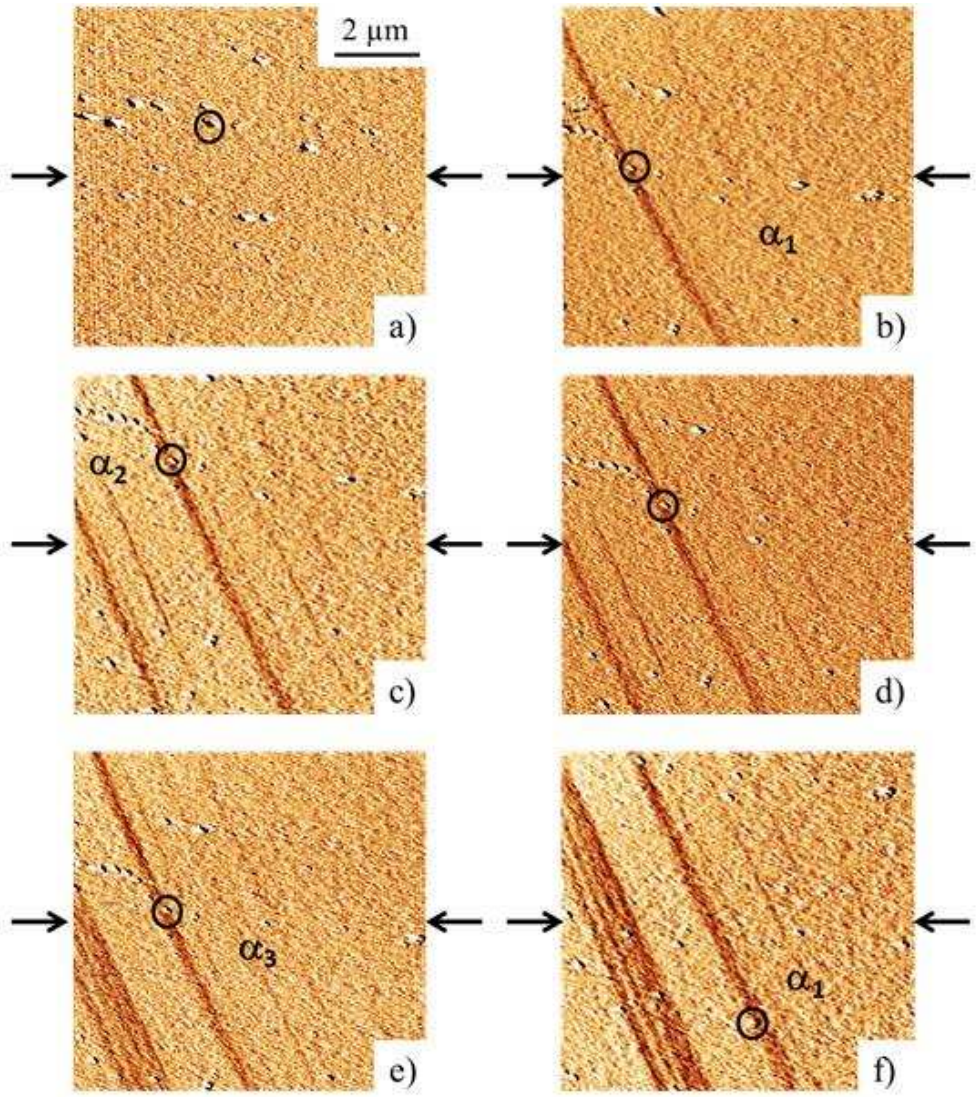

Figure 47 : Images AFM de la structure de lignes de glissement observées sur un échantillon de $Ni_3(Al,Ta)$ déformé à 293 K. (a) $\gamma_p \sim 0{,}3$ % et τ = 70 MPa (b) $\gamma_p \sim 0{,}6$ % et τ = 72 MPa (c) $\gamma_p \sim 0{,}8$ % et τ = 74 MPa (d) $\gamma_p \sim 0{,}9$ % et τ = 75 MPa (e) $\gamma_p \sim 1{,}0$ % et τ = 76 MPa (f) $\gamma_p \sim 1{,}1$ % et τ = 77 MPa. α_i correspondent à des points d'arrêt dans les plans (111).

De plus, il est constaté que les traces de glissement (111) sont dues seulement à l'émergence de quelques superdislocations, voire d'une seule. Cette caractéristique a déjà été observée lors d'analyses topographiques en AFM à l'air [Coupeau et

Bonneville, 2007, Bonneville et Coupeau, 2008]. Dans ces études, le nombre moyen de superdislocations a été estimé de l'ordre de 3-4 par trace de glissement. La hauteur des traces de glissement (111), i.e. le nombre de superdislocations à leur origine, évolue peu en hauteur avec l'augmentation de γ_p et τ. Ceci semble indiquer que les sources de dislocations sont bloquées après avoir émis seulement quelques superdislocations. Une augmentation de γ_p se traduit donc par l'activation de nouvelles sources de dislocations. De plus, il est observé que, pour de très faibles incréments de γ_p, des ″paquets″ de traces de glissement apparaissent soudainement à la surface des échantillons. Ceci suggère donc que la déformation plastique se produit par avalanches de dislocations, en bon accord avec les observations en MET in situ [Clément, 1986, Molénat et Caillard, 1991].

V.1.2.2. 400 K et 600 K

Les évolutions de surface à déformation plastique croissante obtenues à la suite d'essais de déformation in situ sous AFM à 400 K et 600 K sont présentées respectivement sur les Figure 48 et Figure 49. Comme sur la Figure 47, un cercle noir est utilisé pour positionner les images AFM les unes par rapport aux autres. Aux deux températures, les structures de lignes de glissement sont relativement similaires à celles déjà observées à température ambiante. Les traces de glissement correspondent majoritairement aux plans (111). Ces observations sont en accord avec celles reportées dans la littérature à 505 K et 720 K [Coupeau et al., 2001, Fikar et al., 2004 et Bonneville et al., 2011]. Une fois formée, les structures de lignes de glissement évoluent peu avec l'augmentation de γ_p et τ. Cependant, quelques différences sont à souligner par rapport à l'ambiante.

Alors qu'à 293 K, les points d'arrêt étaient rares, une déformation à 400 K produit de nombreuses lignes de glissement présentant des points d'arrêt suivant les plans (111) (voir les lettres β_i sur la Figure 48). La présence de nombreux points d'arrêt suivant les plans (111) a déjà été reportée à la suite de déformation à l'air à 505 K et 720 K [Coupeau et al., 2001, Fikar et al., 2004 et Bonneville et al., 2011]. En outre, il est clairement observé quelques longues traces de glissement inclinées à environ +40° de l'axe de compression, ce qui correspond aux plans (010) (voir les lettres δ_i sur la Figure 48). La présence de longues traces de glissement (010) n'a jamais été reportée lors d'essais de déformation à l'air et en température sous AFM [Coupeau et al., 2001, Fikar et al., 2004, Bonneville et al., 2011], ceci probablement à cause de l'oxydation de surface de l'intermétallique Ni_3Al.

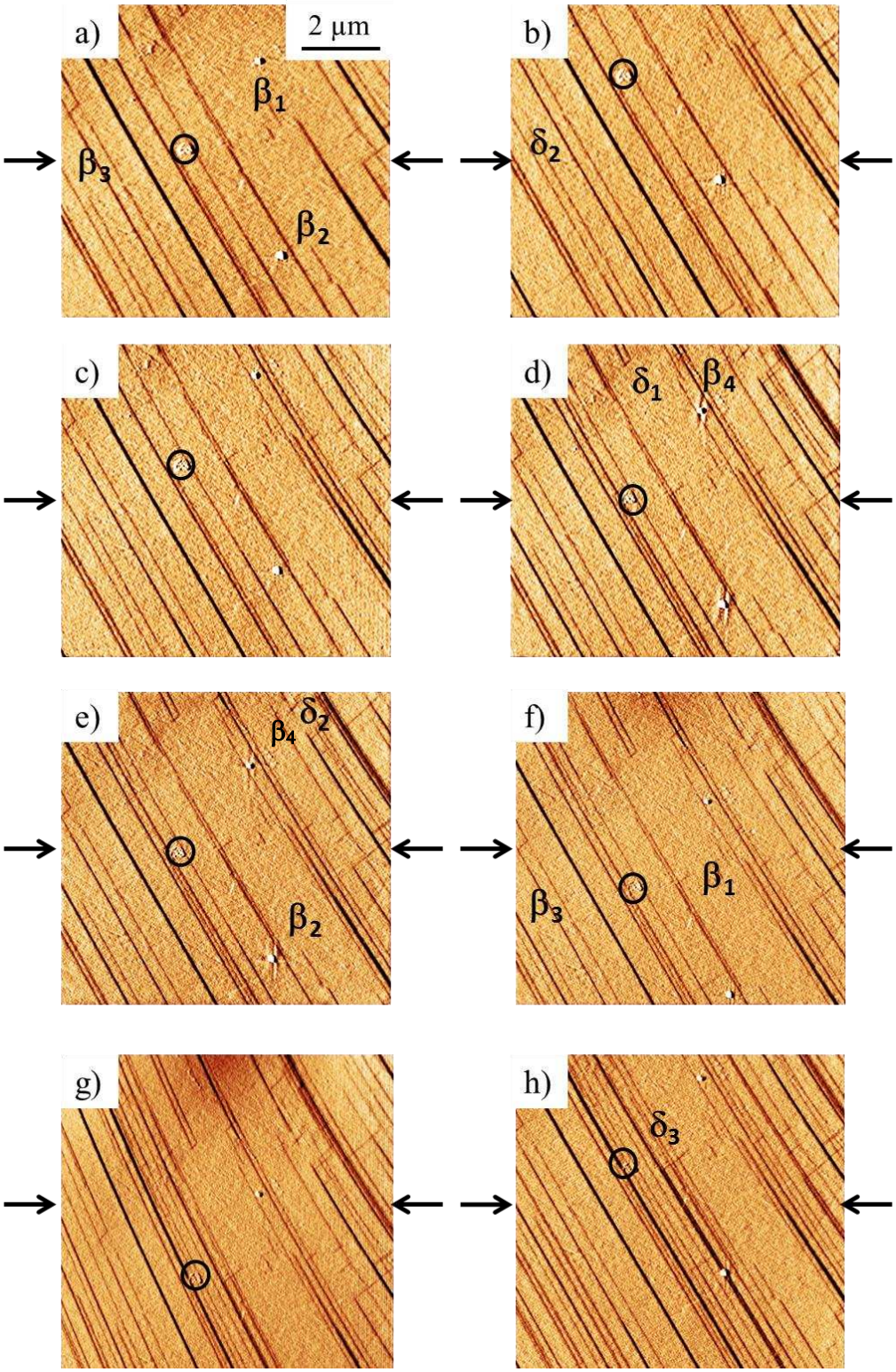

Figure 48 : Images AFM de traces de glissement observées sur un échantillon de $Ni_3(Al,Ta)$ déformé à 400 K. (a) $\gamma_p \sim 0{,}4$ % et $\tau = 84$ MPa (b) $\gamma_p \sim 0{,}6$ % et $\tau = 95$ MPa (c) $\gamma_p \sim 0{,}7$% et $\tau =$ MPa (d) $\gamma_p \sim 0{,}8$% et $\tau = 98$ MPa (e) $\gamma_p \sim 0{,}9$% et $\tau = 103$ MPa (f) $\gamma_p \sim 1{,}0$ % et $\tau = 106$ MPa (g) $\gamma_p \sim 1{,}1$ % et $\tau = 109$ MPa (h) $\gamma_p \sim 1{,}2$ % et $\tau = 113$ MPa. β_i et δ_i correspondent respectivement à des points d'arrêt suivant les plans (111) et (010).

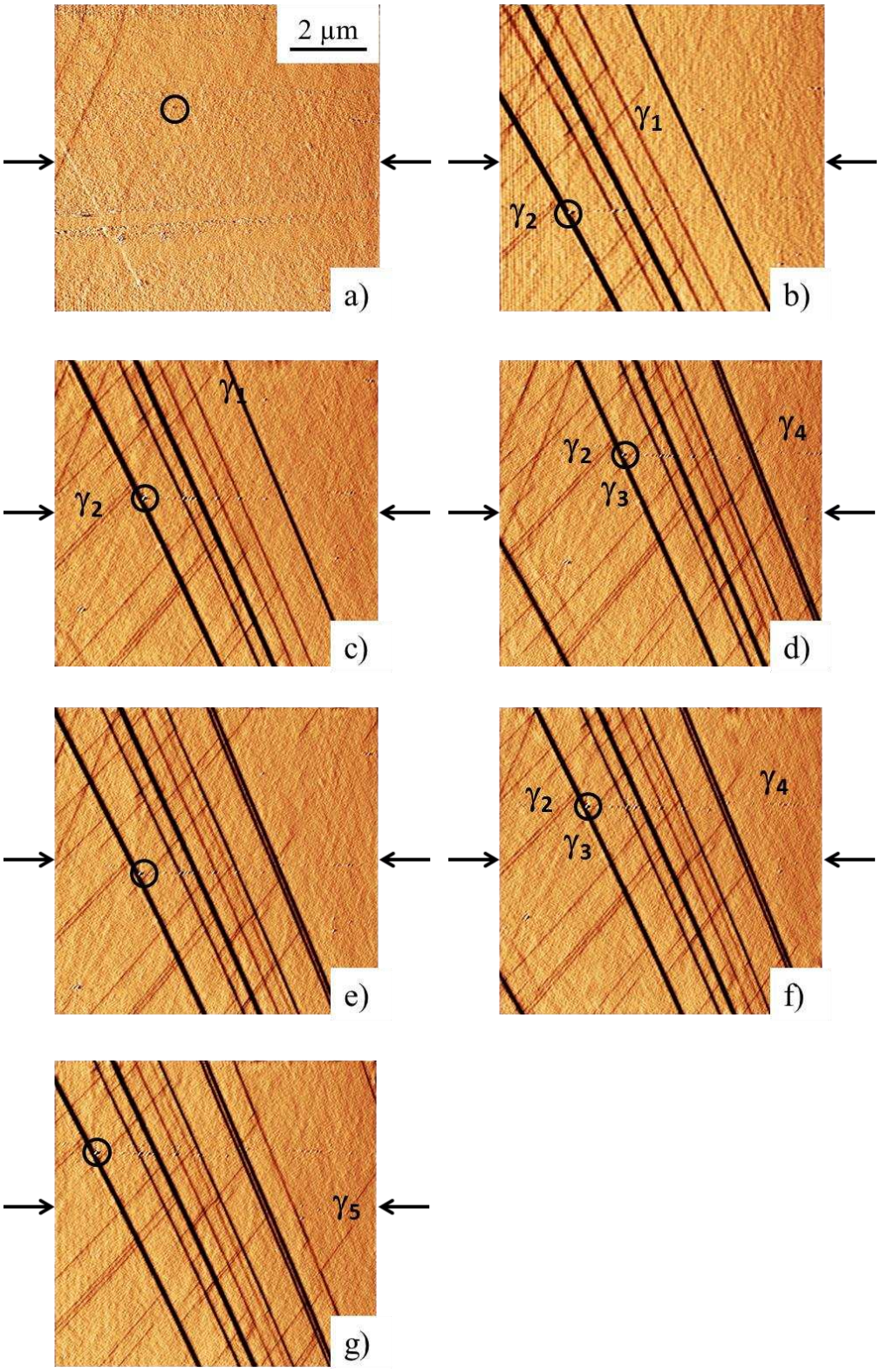

Figure 49 : Images AFM de traces de glissement observées sur un échantillon de $Ni_3(Al,Ta)$ déformé à 600 K. (a) $\gamma_p \sim 0{,}3$ % et $\tau = 122$ MPa (b) $\gamma_p \sim 0{,}4$ % et $\tau = 123$ MPa (c) $\gamma_p \sim 0{,}5$ % et $\tau = 124$ MPa (d) $\gamma_p \sim 0{,}6$ % et $\tau = 126$ MPa (e) $\gamma_p \sim 0{,}9$ % et $\tau = 132$ MPa (f) $\gamma_p \sim 1{,}1$ % et $\tau = 135$ MPa et (g) $\gamma_p \sim 1{,}3$ % et $\tau = 138$ MPa. γ_i correspondent à des points d'arrêt suivant les plans (010).

De longues extensions sur les plans (010) ont déjà été mise en évidence en MET par Conforto et al. [2005] dans $Ni_{74}Al_{26}$, mais à 293 K, et par Hemker et al. [1991] dans Ni_3Al(Hf,B) mais à la suite d'essai de fluage entre 530 K et 973 K. Hemker et al. [1991] ont montré que de telles extensions sur les plans (010) proviennent de verrous de KW qui se sont formés pendant le fluage primaire et qui sont capables de se libérer en se courbant, puis de glisser sur le plan (010). Pour expliquer ces observations, les auteurs proposent que chaque verrou de KW qui compose une superdislocation vis peut se comporter comme une source de dislocation pour le plan (010).

A 600 K, de nombreuses longues traces de glissement (010) sont clairement observées. Tout comme à 400 K, ces traces (010) semblent provenir de déviations à partir de lignes de glissement (111). La longueur des traces de glissement (010) est clairement plus importante à 600 K qu'à 400 K. De plus, de nombreux points d'arrêt sont également présents. Cependant, ils sont maintenant majoritairement observés suivant les plans (010) (voir les lettres γ_i sur la Figure 49), ce qui indique que des superdislocations sont bloquées en configuration de verrou de KW[3] (cf. Figure 32(a)) [Kear et Wilsdorf, 1962].

Il est observé, à 400 K et 600 K, que la plupart des traces de glissement qui s'arrêtent dans la zone d'observation n'évolue pas avec l'augmentation de γ_p et τ, que ce soit en longueur et en hauteur. Ceci suggère un important épuisement de la densité de dislocations mobiles, en accord avec les mesures de taux de durcissement [Spätig, 1995] et d'épuisement de la densité de dislocations mobiles [Bonneville et al., 1995] (cf. §III.2.1). Il semble donc primordial de prendre en compte un mécanisme d'épuisement de la densité de dislocations mobiles pour modéliser l'anomalie de contrainte d'écoulement, comme cela a déjà été proposé par Louchet [2001].

Des analyses fines des hauteurs de lignes de glissement au niveau des points triples entre les traces de glissement (010) et (111) mettent en évidence le caractère complémentaire des hauteurs associées. Ceci indique clairement que les traces de glissement (010) proviennent de superdislocations ayant subi des évènements de CS depuis les plans (111) vers les plans (010). A titre d'exemple, la Figure 50 montre que, sur six superdislocations se propageant initialement sur les plans (111), une seule superdislocation a dévié sur le plan (010). Cette figure présente une image topographique AFM en haute résolution ($\delta \sim 1$ nm) et les profils des marches autour d'un point triple.

Des analyses topographiques sur les traces de glissement (010) ont mis en évidence que ces traces de glissement sont toujours dues à l'émergence d'une seule superdislocation. Ce résultat montre donc que jamais plus d'une superdislocation ne dévie sur le même plan (010). Cependant, ces analyses topographiques ne révèlent jamais la dissociation de la superdislocation en deux superpartielles à proximité des

[3] Nous gardons ici l'appellation de verrou alors que comme nous le verrons dans la suite ceux-ci sont relativement glissiles.

points d'arrêt. La largeur de dissociation d'une superdislocation sur le plan (010) ($d_{APB(010)}$) déterminée en MET varie d'environ 3,5 nm à 7 nm en fonction du caractère de la dislocation [Baluc, 1990] correspondant respectivement au caractère vis et coin. La projection de telles valeurs de largeur de dissociation sur la surface $(\bar{5}41)$ doit donner une largeur de dissociation de surface sur le plan (010) ($d^*_{APB(010)}$) qui doit varier entre 4,4 nm à 8,9 nm, ce qui est de l'ordre du rayon de courbure des pointes AFM (cf. §I.3.1).

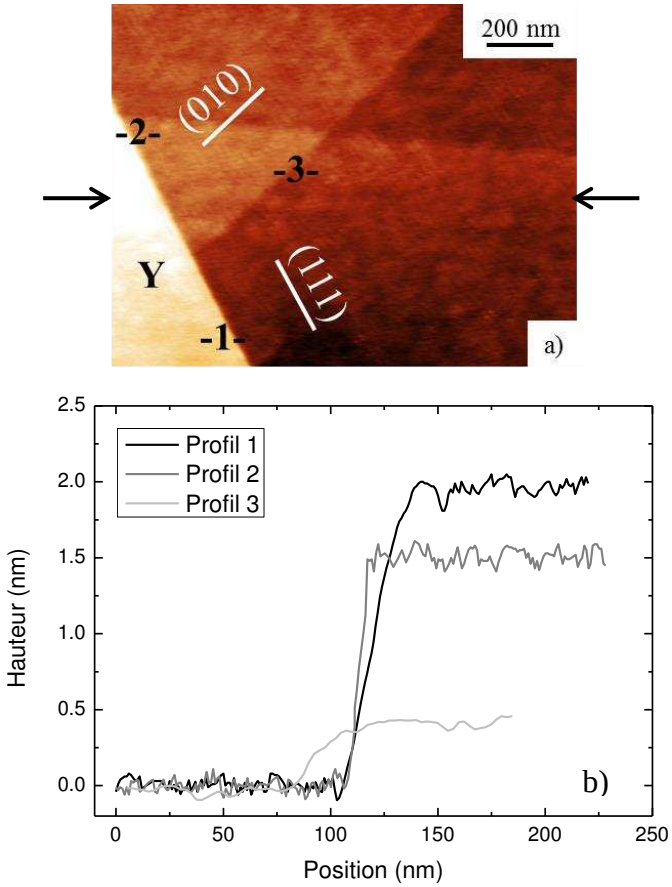

Figure 50 : Analyse de traces de glissement après une déformation de $\gamma_p \sim 1{,}3$ % à $\tau = 138$ MPa et 600 K. (a) Image AFM topographique et (b) profils associés de hauteur de marches. Les traces de glissement (111) et (010) sont indiquées.

V.1.3. Analyse quantitative

V.1.3.1. Distance moyenne parcourue par les superdislocations sur les plans (010)

Afin de quantifier le phénomène de CS, des données statistiques ont été extraites à partir des structures de lignes de glissement présentées précédemment. Une distance moyenne parcourue par les superdislocations se propageant sur les plans (010), $\bar{L}_{\{010\}}$, est ainsi obtenue. Cette distance moyenne est déterminée à partir des longueurs de traces

de glissement observées sur les images AFM des Figure 47, Figure 48 et Figure 49. $\bar{L}_{\{010\}}$ correspond donc à une valeur moyenne maximale, puisque les possibles petites extensions à l'échelle atomique n'ont pu être prises en compte du fait de la faible résolution latérale des images.

La Figure 51 montre que $\bar{L}_{\{010\}}$ croît avec l'augmentation de la température. A 293 K, $\bar{L}_{\{010\}}$ n'est pas mesurable et est donc considérée comme nulle. A 400 K, $\bar{L}_{\{010\}}$ est de l'ordre de 400 nm. Une augmentation de la température de 400 K à 600 K a pour effet de doubler la valeur de $\bar{L}_{\{010\}}$. A 293 K, les barres d'erreur reportées correspondent à δ, alors qu'à 400 K et 600 K elles correspondent à l'écart type moyen. A part à 293 K, $\bar{L}_{\{010\}}$ semble légèrement diminuer avec l'augmentation de γ_p, ce qui suggère que $\bar{L}_{\{010\}}$ est peu dépendante de γ_p. $\bar{L}_{\{010\}}$ est beaucoup plus grande que $d^*_{APB(010)}$. Par conséquent, des valeurs de $\bar{L}_{\{010\}}$ aussi élevées suggèrent que la configuration de verrou KW est relativement mobile à de telles températures.

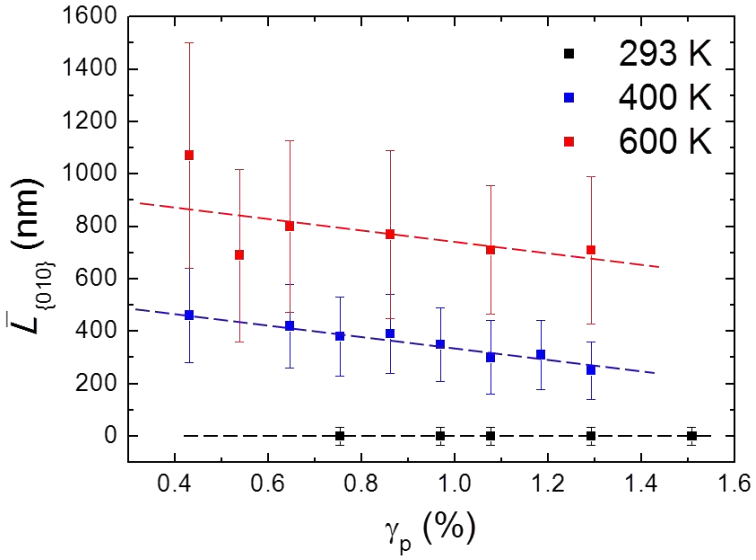

Figure 51 : Longueur moyenne des traces de glissement sur le plan (010), $\bar{L}_{\{010\}}$, en fonction de γ_p à différentes températures.

V.1.3.2. Libre parcours moyen des superdislocations sur les plans (111)

Il est également possible de déterminer le pourcentage moyen p de superdislocations qui ont dévié sur les plans (010) après une distance de propagation (L_0) sur les plans (111). Ce paramètre peut être directement extrait à partir des hauteurs de lignes de glissement par :

$$p = \frac{100}{k}\sum_{i=1}^{k}\left(\frac{h^i_{max} - h^i_{min}}{h^i_{max}}\right), \qquad (V.1)$$

où, pour une image AFM donnée, h^i_{max} et h^i_{min} sont respectivement les hauteurs maximale et minimale d'une marche (i) et (k) est le nombre total de lignes de glissement analysées. L_0 est reliée à la taille de la zone d'observation en AFM par:

$$L_0 = L / \cos \theta, \qquad (V.2)$$

où L est la largeur de l'image AFM analysée et θ l'angle entre la ligne de glissement et la direction horizontale de l'image (généralement l'axe de compression). Comme la zone d'observation en AFM est grande, i.e. de l'ordre de quelques µm², p est indépendant de celle-ci. On peut alors extraire un libre parcours moyen des superdislocations se propageant sur les plans (111), par (cf. ANNEXE B) :

$$\Lambda = L_0 / p. \qquad (V.3)$$

Les valeurs de Λ (pour L_0 = 9 µm), en fonction de γ_p et à différentes températures, sont reportées sur la Figure 52. Les barres d'erreur reportées correspondent à l'écart type moyen. Entre 293 K et 600 K, Λ est environ divisé par trois. Ceci confirme clairement que les évènements de CS sont plus nombreux à haute température. Il est constaté que Λ croit avec l'augmentation de γ_p, ce qui suggère que Λ est dépendant de γ_p. Cette augmentation est plus marquée à 400 K qu'à 293 K et 600 K. Ceci pourrait s'expliquer par le taux de durcissement (pour un même taux de déformation plastique donné) qui plus important à 400 K qu'à 293 K et 600 K [Spätig, 1995].

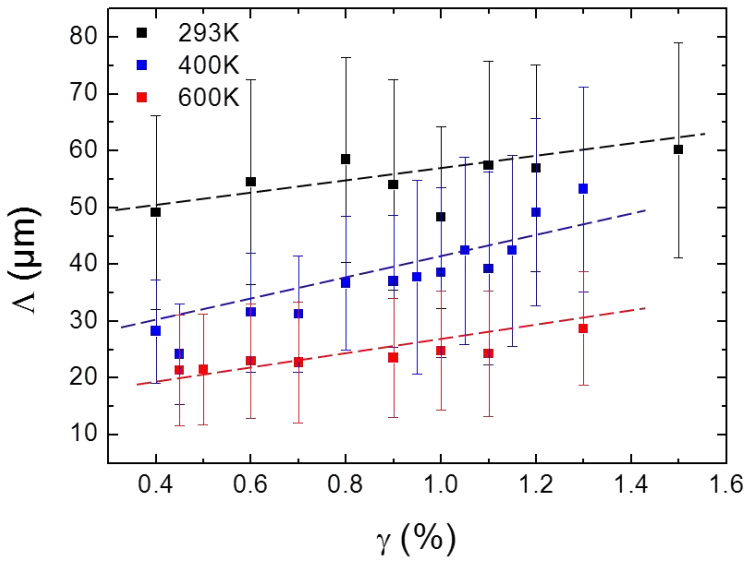

Figure 52 : Libre parcours moyen des superdislocations, Λ, sur les plans (111) en fonction de γ_p pour différentes températures.

L'ordre de grandeur de Λ est en accord avec les longueurs et le nombre de traces de glissement correspondant aux plans (111) mesurés par des observations AFM post-mortem sur des monocristaux de $Ni_3(Al,Ta)$ déformés plastiquement à 1% à 505 K en utilisant une machine Instron® [Coupeau 2001 et Bonneville 2008]. Il avait été obtenu que la longueur moyenne des lignes de glissement était de l'ordre de 100 ± 50 µm avec un nombre de dislocations par ligne de glissement valant 6 ± 2, ce qui donne pour Λ une valeur de 22 ± 16 µm.

V.1.4. Résumé

A température ambiante, la structure de lignes de glissement est constituée de traces de glissement (111) rectilignes. Par conséquent, soit la distance de CS est très faible, voire nulle, soit les évènements de CS sont assez rares, soit les deux. Les traces de glissement (111) sont dues à l'émergence de quelques superdislocations. De plus, elles évoluent peu en hauteur avec l'augmentation de γ_p et τ, ce qui suggère que les sources sont peu actives. Il est également observé l'apparition soudaine de ″paquets″ de traces de glissement pour de très faibles incréments de γ_p, ce qui indique que la déformation plastique se produit par avalanche de dislocations.

A 400 K, la structure de lignes de glissement montre des caractéristiques similaires à celle observée à 293 K. Quelques différences sont néanmoins à mentionner. De nombreuses traces (111) arrêtées sont visibles. Il est constaté que ces traces de glissement arrêtées évoluent peu en longueur et en hauteur avec l'augmentation de γ_p et τ. Ceci suggère un épuisement de la densité de dislocations mobiles. Quelques extensions sur les plans (010) sont également présentes. La présence de points d'arrêt suivant les plans (010) montrent que des superdislocations sont bloquées en configuration de verrou KW.

A 600 K, la structure de lignes de lignes de glissement présente, tout comme à 400 K, des similitudes avec celle observée à 293 K et quelques différences sont à souligner. De nombreuses extensions sur les plans (010) sont visibles. Les traces de glissement (010) correspondent à l'émergence d'une seule superdislocation. A 400 K et 600 K, la longueur des traces de glissement (010) est beaucoup plus grande que la largeur de l'APB sur le plan (010) reportée dans la littérature. Ceci indique que la configuration de KW est glissile à de telles températures et contraintes.

Enfin, le libre parcours moyen des superdislocations sur les plans (111) diminue avec l'augmentation de la température, ce qui confirme clairement que les évènements de CS sont plus nombreux à haute température. Ceci indique aussi que la densité de dislocations mobiles diminue avec l'augmentation de la température.

V.2. "ÉCHELLE NANOMÉTRIQUE"

V.2.1. Généralités

Des échantillons de la phase monocristalline $Ni_3(Al,Ta)$ ont également été déformés in situ sous STM à vitesse de déformation constante $\dot{\gamma} = 1{,}8.10^{-4}$ s^{-1}. Les essais de déformation ont été réalisés aux mêmes températures que les essais in situ sous AFM, i.e. 293 K, 400 K et 600 K : à température ambiante suivant l'orientation 1 (cf. §IV.2.1) et l'orientation 2 (cf. §IV.2.2), et suivant l'orientation 2 (cf. §IV.2.2) à 400 K et 600 K. Dans la suite, la direction de compression est indiquée sur la plupart des images STM par des flèches noires. Les images STM présentées ont principalement été acquises en mode signal d'erreur. Comme en AFM, ce mode d'image présente l'avantage de mettre en évidence les détails fins de la structure de surface des échantillons. Quelques images STM présentées dans la suite montrent des marches vicinales qui apparaissent discontinues. Ces dernières sont orientées suivant la direction de balayage de la pointe, ce qui suggère fortement que cette caractéristique est un artefact d'imagerie.

V.2.2. Structures de lignes de glissement

V.2.2.1. 293 K et 400 K

Une image STM de la structure de lignes de glissement, obtenue à la suite d'un essai de déformation à $\gamma_p \sim 1{,}0$ % suivant l'orientation 1 à 293 K et $\tau = 45$ MPa, est présentée sur la Figure 53. Les traces de glissement inclinées à environ -55° de l'axe de compression correspondent aux plans (111). Les Figure 54(a) et Figure 54(b) montrent des structures de lignes de glissement consécutives à des essais de déformation à $\gamma_p \sim 1{,}0$ % respectivement à 293 K et 400 K, suivant l'orientation 2. Les traces de glissement sont inclinées à environ 60° de l'axe de compression. Celles-ci correspondent aux plans $(\bar{1}11)$. A la résolution des images ($\delta = 0{,}2$ nm), les traces de glissement (111) et $(\bar{1}11)$ apparaissent rectilignes et ne semblent pas être connectées par des évènements de CSs. Des analyses topographiques, réalisées à chaque température sur environ cent traces de glissement (111) (ou $(\bar{1}11)$), ont mis en évidence que les traces de glissement (111) (ou $(\bar{1}11)$) correspondent à l'émergence d'une seule superdislocation. Ce résultat indique que jamais plus d'une superdislocation ne glisse sur le même plan (111) (ou $(\bar{1}11)$), ce qui suggère un mécanisme de blocage des sources de dislocations après que celle-ci aient émise une seule superdislocation. Lors des essais de déformation in situ sous AFM (cf. §V.1.2.1), il avait été reporté que les traces de glissement correspondent à l'émergence de 3-4 superdislocations. Par conséquent, ceci confirme qu'une trace de glissement observée à l'échelle

″micrométrique″ correspond en fait à quelques traces de glissement liées à l'émergence d'une seule superdislocation et espacées de quelques nanomètres.

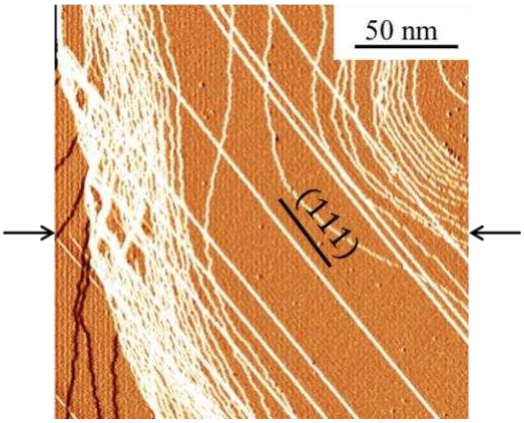

Figure 53 : Image STM de la structure de lignes de glissement après une déformation de $\gamma_p \sim 1{,}0$ % suivant l'orientation 1 à 293 K et τ = 45 MPa. Les traces de glissement (111) sont indiquées.

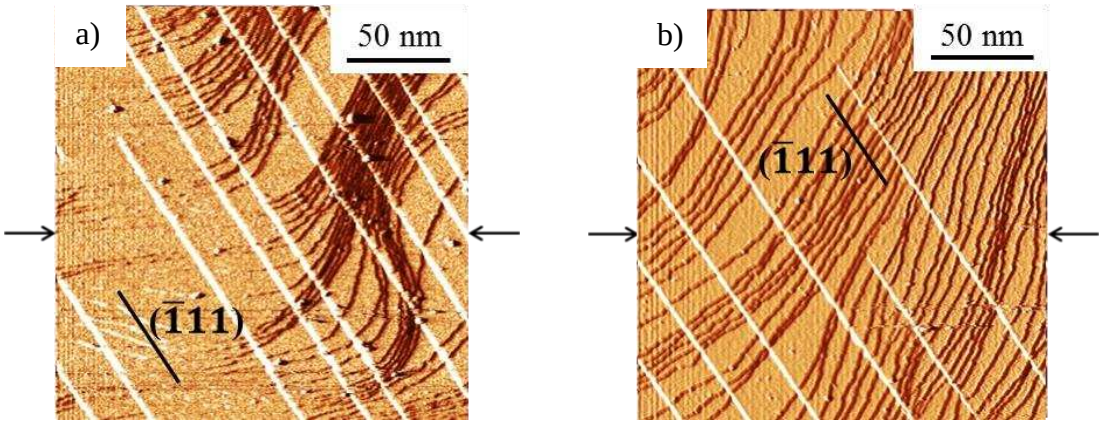

Figure 54 : Images STM de la structure de lignes de glissement après une déformation suivant l'orientation 2 de (a) $\gamma_p \sim 1$ % à 293 K et τ = 40 MPa et (b) $\gamma_p \sim 1\%$ à 400 K et τ = 75 MPa. Les traces de glissement $(\bar{1}11)$ sont indiquées.

A 293 K et 400 K, quelques traces de glissement (111) (ou $(\bar{1}11)$) présentent des points d'arrêt suivant les plans (111) (ou $(\bar{1}11)$) (Figure 54). La Figure 55 montre une image STM en haute résolution d'une de ces traces de glissement $(\bar{1}11)$ avec un point d'arrêt suivant le plan $(\bar{1}11)$. La Figure 56 présente un zoom (Figure 56(a)) du point d'arrêt de la trace de glissement $(\bar{1}11)$ observée sur la Figure 55, ainsi qu'un profil de hauteur (Figure 56(b)). La hauteur de cette trace de glissement diminue de h ~ 0,41 nm jusqu'à un palier où h ~ 0,20 nm, puis jusqu'à h ~ 0 nm. Ces variations de hauteur mettent en évidence la dissociation de la superdislocation (h_e = 0,416 nm) en deux superpartielles (h_e = 0,208 nm). Une largeur d'APB en surface ($d^*_{APB(111)}$) d'environ 2,5 nm est ainsi mesurée. En MET, la largeur d'APB sur le plan (111) ($d_{APB(111)}$) varie d'environ 2,5 nm à 6,5 nm en fonction du caractère vis et coin de la

dislocation concernée. En projetant ces largeurs d'APB sur une surface $(1\bar{1}1)$, cela correspond à une gamme de $d^*_{APB(111)}$ de 2,7 à 6,9 nm. Ceci suggère donc que les traces de glissement (111) (ou $(\bar{1}11)$) arrêtées correspondent à l'émergence d'une superdislocation vis. La re-dissociation des deux superpartielles en partielles de Shockley sur les plans {111} n'a par contre pas été mise en évidence, ce qui peut s'expliquer par un effet de constriction de surface des superpartielles [George et Champier, 1980].

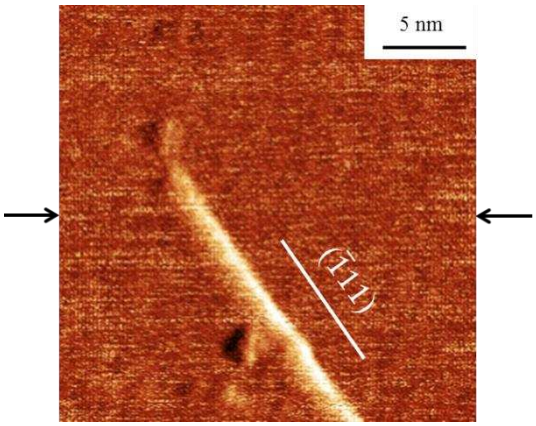

Figure 55 : Image STM d'une trace de glissement $(\bar{1}11)$ arrêtée suite à une déformation de $\gamma_p \sim 1{,}0$ % suivant l'orientation 2 à 293 K et τ = 40 MPa. La trace de glissement $(\bar{1}11)$ est indiquée.

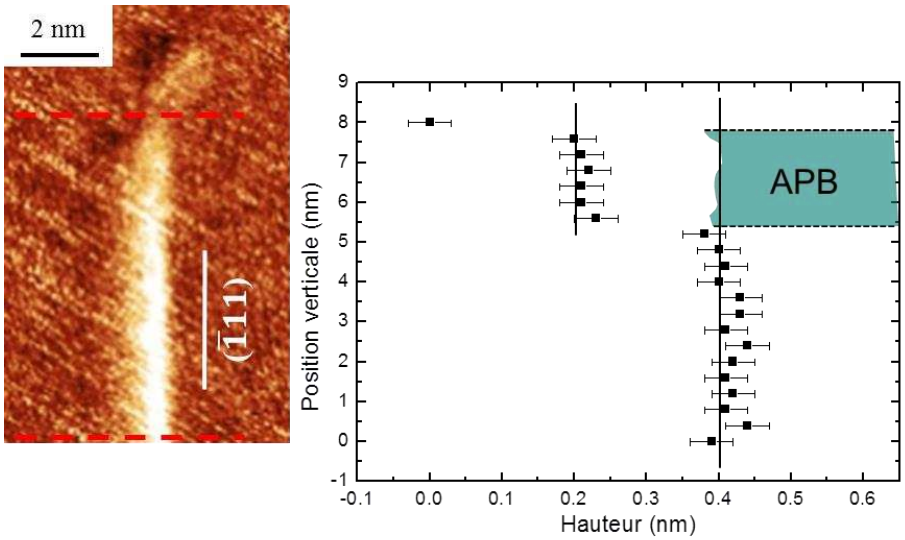

Figure 56 : (a) Image STM en résolution atomique de la trace de glissement $(\bar{1}11)$ arrêtée présentée sur la Figure 55. (b) Profil de hauteur associé.

V.2.2.2. 600 K

A 600 K, la structure de lignes de glissement (essai de déformation suivant l'orientation 2 à $\gamma_p \sim 1{,}0$ %) présente des caractéristiques similaires à celles observées à

293 K et 400 K. En effet, elle est également constituée de longues traces de glissement (111) (ou $(\bar{1}11)$) rectilignes qui sont dues à l'émergence d'une seule superdislocation. Quelques différences sont cependant à souligner.

De nombreuses longues déviations à partir de lignes de glissement (111) (ou $(\bar{1}11)$) sont observées. Ces déviations correspondent aux plans (010) (ou (001)) et présentent des points d'arrêt comme cela a déjà été reporté à la suite d'essai de déformation in situ sous AFM à 600 K (cf. §V.1.2.2). Une image STM caractéristique de la structure de lignes de glissement obtenue à 600 K est présentée sur la Figure 57. Deux traces de glissement rectilignes qui traversent toute la zone d'observation et une trace de glissement qui dévie sont visibles. Les lignes de glissement droites correspondent aux plans $(\bar{1}11)$ et la déviation au plan (010). Le point d'arrêt de cette déviation n'est pas visible sur cette figure, mais il est montré sur la Figure 58. Il est constaté que les points d'arrêt suivant les plans (010) (ou (001)) sont toujours au voisinage d'une marche vicinale, ce qui peut suggérer une interaction entre dislocation et marche vicinale, même si nous n'en connaissons pas les mécanismes.

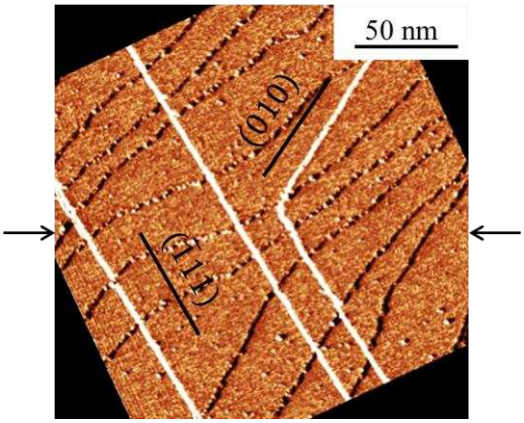

Figure 57 : Image STM de la structure de lignes de glissement observée après une déformation de $\gamma_p \sim 1\%$ suivant l'orientation 2 à 600 K et τ = 140 MPa. Les traces de glissement $(\bar{1}11)$ et (010) sont indiquées.

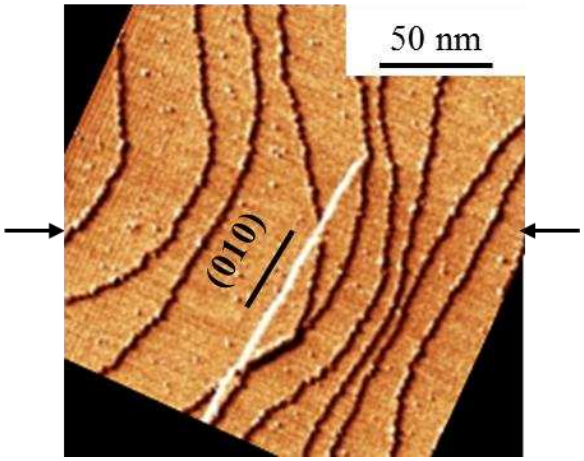

Figure 58 : Image STM du point d'arrêt de la déviation observée sur la Figure 57.

La Figure 59 montre un zoom (Figure 59(a)) du point d'arrêt de la trace de glissement (010) observé sur la Figure 58, ainsi qu'un profil de hauteur (tracé entre les deux lignes en traits pointillés rouge) (Figure 59(b)). Ce profil indique que la hauteur de la trace de glissement diminue par des paliers successifs. La diminution de hauteur entre 0,4 nm et 0,2 nm et entre 0,2 nm et 0 nm indique que cette superdislocation vis (h_e = 0,416 nm) est dissociée en deux superpartielles (h_e = 0,208 nm) sur le plan (010), avec $d^*_{APB(010)}$ qui vaut environ 1,0 nm dans ce cas. Lorsque les valeurs de largeur d'APB sur le plan (010) déterminée en MET sont projetées sur une surface $(1\bar{1}1)$, il est obtenu que $d^*_{APB(010)}$ doit varier de 4,3 à 8,6 nm. Il apparait par conséquent surprenant de trouver expérimentalement une valeur de $d^*_{APB(010)}$ aussi faible. De plus, ce résultat apparait d'autant plus surprenant qu'en MET la largeur de dissociation d'une superdislocation est toujours observée être plus large sur le plan (010) que sur le plan (111). Un effet de surface par élargissement des largeurs de dissociation des deux superpartielles pourrait expliquer une diminution de d^*_{APB}. Dans ce cas la re-dissociation des deux superpartielles en partielles de Shockley doit être mise en évidence. Les variations de hauteur entre 0,4 nm et 0,28 nm et entre 0,28 nm et 0,2 nm, pourraient suggérer que la superpartielle de queue est dissociée en deux partielles de Shockley sur le plan $(\bar{1}11)$. Par contre, la dissociation de la superpartielle de tête n'est pas observée, ce qui pourrait être due à une interaction avec la marche vicinale.

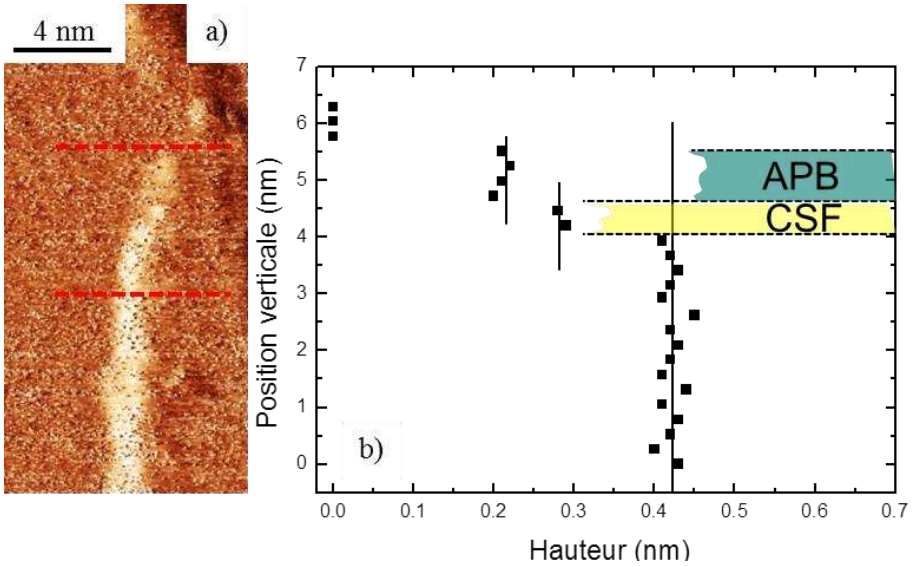

Figure 59 : (a) Zoom du point d'arrêt de la trace de glissement (010) présentée sur la Figure 58. (b) Profil de hauteur associé.

Enfin, la trace de glissement (010) apparait légèrement courbée à son extrémité (Figure 59(a)). Cette caractéristique ne semble pas être un effet d'imagerie, car elle est observée quelles que soient les conditions d'imagerie. Une explication possible pour expliquer cette courbure pourrait éventuellement provenir de la relaxation de surface due à l'émergence de la dislocation (= effet Eshelby). Cependant, cet effet conduit à une

faible déformation élastique locale [Baluc, 1990] pouvant difficilement rendre compte de la courbure observée expérimentalement. Une explication plus plausible pourrait alors être un effet dû à la re-dissociation des deux superpartielles en partielles de Shockley sur les plans {111}. Par conséquent, il serait intéressant de simuler en dynamique moléculaire la topologie d'une trace de glissement correspondant à l'émergence d'une superdislocation sur le plan (010).

V.2.2.3. Analyse quantitative

A partir des images STM de structures de lignes glissement observées à 293 K, 400 K et 600 K, les distances entre traces de glissement (111) (ou $(\bar{1}11)$) adjacentes, $D_{\{111\}}$, ont été déterminées puis exprimées en unité $d^*_{APB(111)}$ d'une superdislocation vis. La Figure 60 montre la distribution de ces distances aux trois températures étudiées.

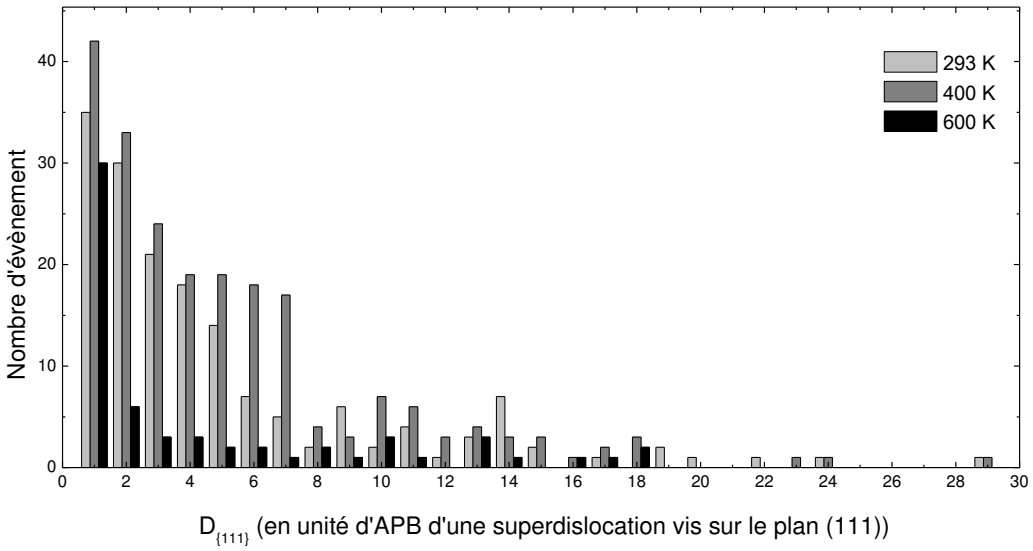

Figure 60 : Distance entre traces de glissement (111) (ou $(\bar{1}11)$) adjacentes, $D_{\{111\}}$. Les distances mesurées sont données en unité d'APB d'une superdislocation vis sur le plan (111) ($d_{APB(111)}$ ~ 2,5 nm).

Il est observé que, quelle que soit la température, cette distribution présente un maximum pour $D_{\{111\}}$ inférieure à $d^*_{APB(111)}$. Ceci suggère qu'une source de dislocation est activée préférentiellement dans un plan (111) (ou $(\bar{1}11)$) qui est situé à une distance inférieure à $d^*_{APB(111)}$ d'un plan (111) (ou $(\bar{1}11)$) voisin. Néanmoins, l'analyse des traces de glissement par microscopie en champ proche ne permet pas de déterminer la position des sources de dislocation ; il nous semble donc difficile de relier ce constat expérimental à un mécanisme corrélé d'activation des sources de dislocation. Enfin, il est constaté que ces distributions montrent une allure décroissante en fonction de $D_{\{111\}}$. A 293 K et 400 K, cette décroissance est progressive alors qu'à 600 K, elle est plus prononcée.

V.2.3. Glissement dévié

Des analyses en STM en haute résolution des longues déviations, observées à 600 K, jusqu'à leur point d'arrêt nous ont permis de vérifier qu'une fois qu'une superdislocation a dévié sur un plan (010) (ou (001)) sur une distance supérieure à $d^*_{APB(010)}$, celle-ci y reste. Ceci indique à nouveau une mobilité élevée des "verrous" de KW à ces valeurs de température et de contrainte.

De manière analogue, nous avons également suivi des traces de glissement (111) (ou $(\bar{1}11)$). Ces analyses nous ont permis de mettre en évidence, et ce, quelles que soient la température et l'orientation, des évènements de double CS. De tels évènements qui correspondent à un transfert complet de la configuration de verrous de KW ou IKW sur les plans (111) (ou $(\bar{1}11)$) n'avaient jusqu'à présent jamais été observés dans Ni_3Al. Cependant, de tels évènements ont été reportés dans des monocristaux de Ni_3Ga déformés à 673 K [Couret et al., 1993]. A titre d'exemple, la Figure 61 montre un de ces évènements de double CS le long d'une trace de glissement $(\bar{1}11)$ suite à une déformation de $\gamma_p \sim 2\%$ suivant l'orientation 2 à 293 K et τ = 50 MPa. Ce double CS a une longueur de l'ordre de 0,4 nm, soit environ deux fois la distance entre deux plans $(\bar{1}11)$ adjacents projetée en surface (cf. §IV.2.2).

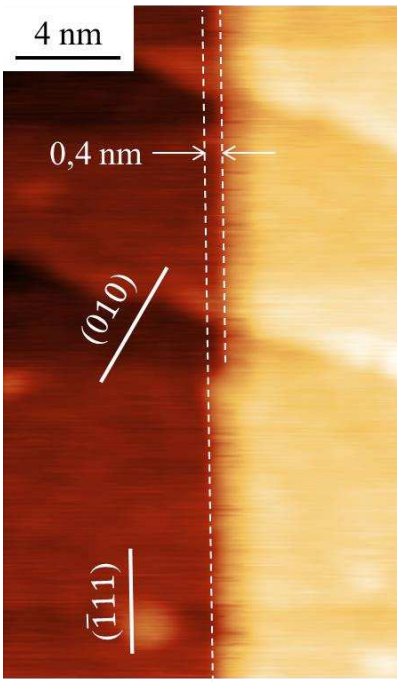

Figure 61 : Image STM en haute résolution d'un évènement de double CS entre deux plans $(\bar{1}11)$ après une déformation de $\gamma_p \sim 2$ % suivant l'orientation 2 à 293 K et τ = 55 MPa. Les traces de glissement $(\bar{1}11)$ et (010) sont indiquées.

La Figure 62 présente sous forme d'histogramme le nombre d'évènements de CS en fonction de leur longueur (d_{cs}), pour différentes températures. d_{cs} est donnée en unité de distance entre deux plans (111) (ou $(\bar{1}11)$) adjacents. Au total, environ 45 µm,

35 µm et 35 µm de traces de glissement (111) (ou $(\bar{1}11)$) ont été analysées respectivement à 293 K, 400 K et 600 K. L'analyse de telles longueurs de traces de glissement en STM en haute résolution fut une tâche fastidieuse à mener.

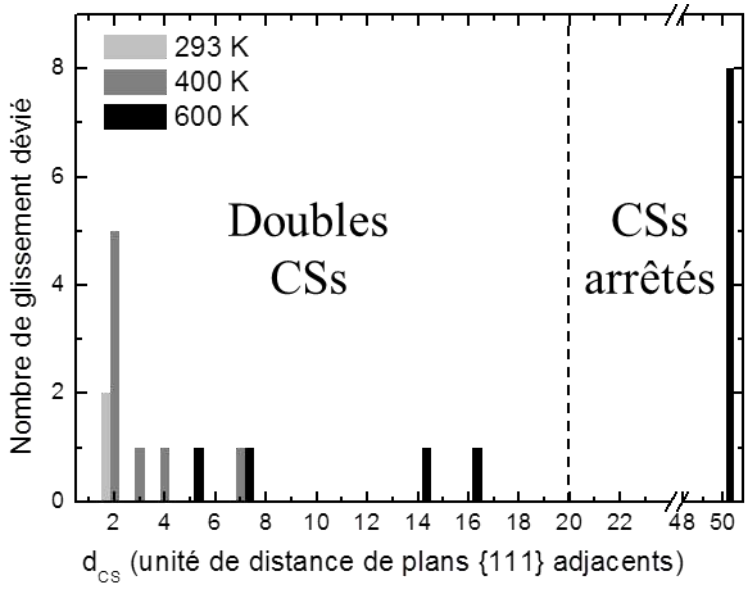

Figure 62 : Nombre d'évènement de CS observés respectivement à 293 K, 400 K et 600 K. La longueur de CS (d_{cs}) est donnée en unité de distance entre deux plans (111) (ou $(\bar{1}11)$) adjacents.

A 293 K, peu d'évènements de CS sont observés et ces derniers ont une longueur de l'ordre de la distance interatomique. Ceci confirme donc que, au début du domaine de l'anomalie de contrainte d'écoulement, d_{cs} est très faible et que les évènements de CS sont assez rares. A 400 K et 600 K, il est mis en évidence respectivement huit et douze évènements de CS. En comparant le nombre d'évènements de CS pour des longueurs de traces de glissement (111) (ou $(\bar{1}11)$) analysées identiques, il est constaté que lorsque la température croît de 293 K à 400 K, le nombre d'évènement de CS est environ multiplié par trois. Une augmentation de 400 K à 600 K conduit à une augmentation supplémentaire du nombre de CS d'environ 50 %. Ceci confirme que le CS est un mécanisme thermiquement activé. Il est également constaté que d_{cs} augmente avec la température. Cette augmentation est plus marquée entre 400 K et 600 K.

A 293 K et 400 K, les évènements de CS correspondent uniquement à des doubles CSs. Deux types d'évènements de CS sont observés à 600 K, i.e. des doubles CSs et des CSs arrêtés. Il est constaté que, pour les évènements de double CS, d_{cs} est toujours inférieure à $d^*_{APB(010)}$ d'une superdislocation vis (représenté en traits pointillés sur la Figure 62), alors que d_{cs} est toujours supérieure à $d^*_{APB(010)}$ d'une superdislocation vis pour les CSs arrêtés. Par conséquent, ceci suggère qu'il existe une distance critique de CS (égale à $d^*_{APB(010)}$ d'une superdislocation vis), pour laquelle,

lorsqu'une superdislocation vis a dévié sur le plan (001) (ou (010)), celle-ci ne peut pas redévier sur le plan (111) (ou $(\bar{1}11)$).

De nombreuses observations en MET (cf. §III.2.2) ont mis en évidence que les superdislocations vis sont composées de verrous de KW ou IKW reliés par des MKs. Par conséquent, la distance entre deux évènements de CS est théoriquement égale à la hauteur d'un MK. Lors du suivi en STM en résolution atomique de traces de glissement (111) (ou $(\bar{1}11)$), il a été rarement possible de mettre en évidence deux évènements de CSs sur la même trace de glissement (111) (ou $(\bar{1}11)$). Une distance moyenne parcourue par une superdislocation vis sur le plan (111) (ou $(\bar{1}11)$) avant de dévier sur le plan (010) (ou (001)) ne peut donc pas être directement déterminée. Cependant, il est constaté que, quelle que soit la température, les longueurs de traces de glissement (111) (ou $(\bar{1}11)$) analysées avant ou après un CS sont très supérieures à la taille des MKs déterminées par Couret et al. [1993] dans Ni_3Ga et par Shi [1995] dans $Ni_3(Al,Hf)$. Les longueurs analysées sont en effet de l'ordre de plusieurs micromètres alors que la hauteur des MKs est de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres. Par conséquent, ceci suggère que les MKs sont principalement, dans $Ni_3(Al,Ta)$, des MKs ″d'inversion″, et ce, quelle que soit la température.

V.2.4. Résumé

Les structures de lignes de glissement sont relativement semblables, et ce, quelle que soit la température. Elles sont principalement constituées de longues traces de glissement (111) (ou $(\bar{1}11)$) rectilignes qui correspondent à l'émergence d'une seule superdislocation. Cette caractéristique suggère un blocage des sources de dislocations après qu'elles n'aient émise qu'une seule superdislocation. Par conséquent, les traces de glissement (111) observées à l'échelle ″micrométrique″ correspondent en fait à des traces de glissement individuelles espacées de quelques nanomètres.

Il est également observé des traces de glissement présentant des points d'arrêt. L'observation de points d'arrêt, sur des traces de glissement liées à l'émergence d'une seule superdislocation, confirme qu'il se produit un important épuisement de la densité de dislocations mobiles dans le domaine de l'anomalie de contrainte d'écoulement .A 293 K et 400 K, les points d'arrêt sont suivant les plans (111) (ou $(\bar{1}11)$), alors qu'ils sont suivant les plans (010) (ou (001)) à 600 K. Au niveau de ces points d'arrêt, la dissociation de la superdislocation en deux superpartielles est généralement mise en évidence. La largeur de dissociation en surface d'une superdislocation en deux superpartielles sur les plans (111) (ou $(\bar{1}11)$) est supérieure à celle sur les plans (010) (ou (001)). Ce résultat apparaît surprenant, car en MET la largeur de dissociation d'une superdislocation est toujours plus large sur les plans (010) (ou (001)) que sur les plans (111) (ou $(\bar{1}11)$). Un effet de surface par élargissement des largeurs de dissociation des superpartielles en partielles de Shockley pourrait expliquer ce constat expérimental.

Des évènements de CS ont été observés aux trois températures. Il est constaté que le nombre d'évènements de CS, ainsi que leur taille, augmente avec la température. A 293 K et 400 K, ils correspondent uniquement à des doubles CSs, alors qu'à 600 K il est majoritairement observé des évènements de CS arrêté. Ceci indique qu'il existe une distance critique de CS qui est égale à $d^*_{APB(010)}$ d'une superdislocation vis et pour laquelle, lorsqu'une superdislocation a dévié sur un plan (010), celle-ci ne peut pas redévier sur le plan (111). Cette distance critique est de l'ordre de la largeur de dissociation d'une superdislocation vis sur les plans (010) (ou (001)),

Enfin, quelle que soit la température, les longueurs de traces de glissement (111) (ou $(\bar{1}11)$) analysées avant ou après un CS sont très supérieures à la taille des MKs déterminées en MET. Par conséquent, les MKs sont, dans $Ni_3(Al,Ta)$, majoritairement des MKs ″d'inversion″.

V.3. DISCUSSION DE SYNTHÈSE

Dans ce paragraphe, les configurations de traces de glissement résultantes de la propagation d'une superdislocation dans le cadre des principaux modèles présentés dans le chapitre III sont décrites successivement, puis examinées à la vue de nos résultats expérimentaux. Rappelons que les trois principales catégories de modèles sont les modèles de points d'épinglage (cf. §III.3.1), les modèles des superdécrochements (cf. §III.3.2) et le modèle de Caillard (cf. §III.3.3).

V.3.1. Modèles et configurations de traces de glissement

Afin de représenter schématiquement dans la suite, le glissement d'une superdislocation comme proposé dans le cadre de chaque catégorie de modèles, nous considérons initialement une superdislocation rectiligne, glissile sur le plan (111) et dissociée en deux superpartielles séparées par une APB. La dissociation des superpartielles en partielles de Shockley n'est pas représentée.

- **Modèles de points d'épinglage**

Le mécanisme de glissement d'une superdislocation vis dans le cadre des modèles de points d'épinglage, tel que le modèle PPV, est décrit sur la Figure 63. Dans ce modèle, le mouvement d'une superdislocation vis sur le plan (111) est ralenti par la formation de petits segments de dislocation ayant déviés sur le plan (010) (= points d'épinglage). Sous l'effet de la contrainte, les segments de dislocation entre deux points d'épinglage se courbent jusqu'à que ces derniers soient détruits. La superdislocation vis peut alors glisser rapidement sur le plan (111) avant d'être à nouveau épinglée. Les points d'épinglage se reforment par activation thermique. Ce mécanisme peut se répéter

jusqu'à ce que la superdislocation soit immobilisée sur le plan (111). En surface, il est alors attendu une trace de glissement rectiligne correspondant uniquement au plan (111).

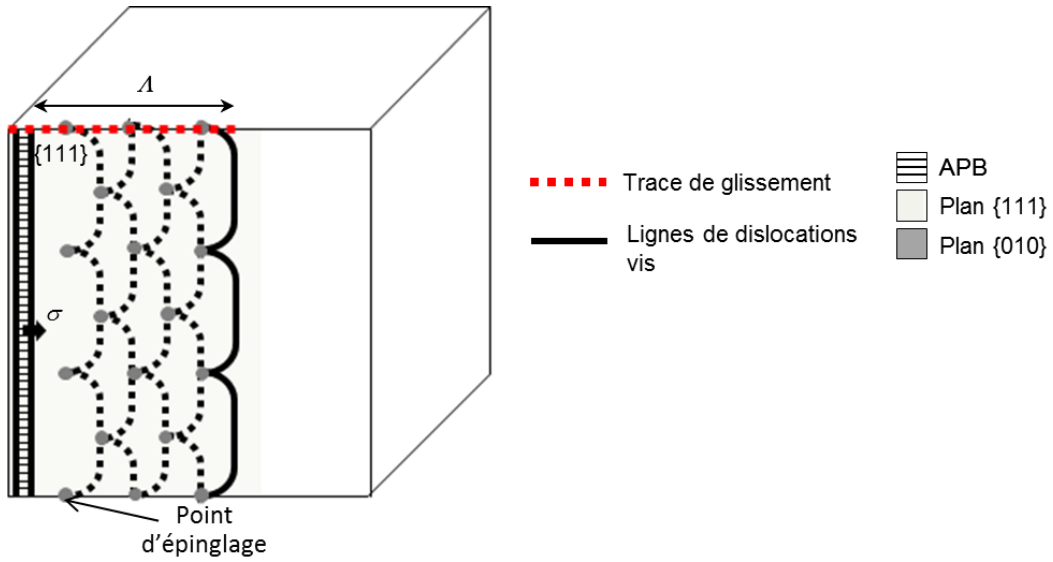

Figure 63 : Trace de glissement attendue en surface pour le glissement d'une superdislocation vis dans le cadre du modèle PPV.

- **Modèles des superdécrochements**

La Figure 64 montre le mécanisme de glissement d'une superdislocation comme décrit dans les modèles des superdécrochements Dans ces modèles, il est proposé que le processus de CS mène à la formation de verrous de KW ou IKW. Simultanément, les deux MKs de chaque côté du verrou de KW continuent de s'étendre. Sous l'effet de la contrainte appliquée, chaque MK peut ainsi être considéré comme une source de segment mobile à condition que sa hauteur soit supérieure à une hauteur critique (h^*_{MK}). Le mouvement de ces deux MKs ramène le verrou de KW sur le plan (111), permettant ainsi au segment vis d'y glisser à nouveau avant qu'il ne redévie sur le plan (010) et y glisse pour former un verrou de KW. Ce mécanisme peut se répéter jusqu'à ce que la superdislocation devienne sessile. Ceci donne lieu en surface à une trace de glissement rectiligne et correspondant uniquement au plan (111). Il est à souligner que le verrou de KW situé à l'extrémité de la superdislocation n'émerge pas en surface.

Dans nos observations, la probabilité de CS (p) est définie comme étant le nombre d'évènements de CS par unité de longueur de trace de glissement d'une superdislocation (cf. §V.1.3.2 et cf. ANNEXE B). Cette probabilité croit avec l'augmentation de la température. Les modèles des superdécrochements [Hirsch, 1992 et 1993, Mills et Chrzan, 1992] utilisent également une probabilité de CS pour modéliser l'anomalie de contrainte d'écoulement. Cette probabilité est définie comme étant le nombre d'évènements de CS par unité de longueur le long d'une ligne de dislocation. Elle croît aussi avec l'augmentation de la température et est directement

reliée à la distribution de taille des MKs, dont les hauteurs diminuent avec l'augmentation de la température [Veyssière et Saada, 1996]. Par conséquent, ces deux probabilités de CS présentent un comportement analogue avec l'augmentation de la température et sont en accord avec un mécanisme de CS thermiquement activé pour expliquer l'anomalie de contrainte d'écoulement.

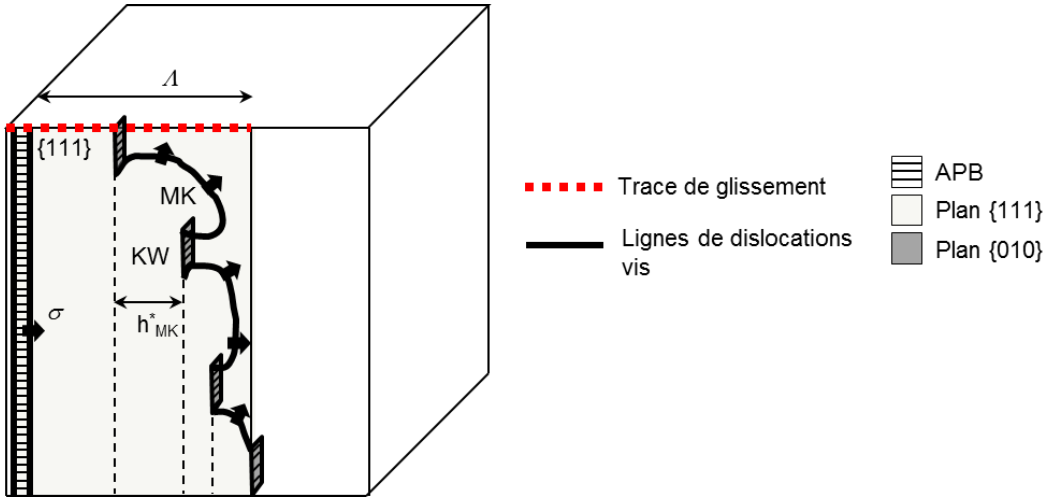

Figure 64 : Trace de glissement attendue en surface pour le glissement d'une superdislocation dans le cadre des modèles des superdécrochements.

Le libre parcours moyen (Λ) des superdislocations sur les plans (111), et ce quelle que soit la température, est bien plus important que celui obtenu à partir des hauteurs de MKs [Veyssière et Saada, 1996], i.e. quelques dizaines de microns contre quelques dizaines de nanomètres, ce qui suggère que les superdislocations sont immobilisées après un nombre significatif de petites extensions de CS. On peut estimer approximativement que le rapport Λ / h^*_{MK} à 293 K, 400 K et 600 K vaut respectivement 190 ± 60, 150 ± 60 et 250 ± 50 MKs, i.e. que 190 ± 60, 150 ± 60 et 250 ± 50 verrous de KW sont formés, respectivement à 293 K, 400 K et 600 K, lors du mouvement d'une superdislocation avant que celle-ci ne devienne définitivement sessile sur le plan (111). Il faut souligner que (i) cette estimation ne tient pas compte du phénomène de coalescence des MKs et (ii) la dispersion des données provenant des observations en MET et en AFM permet difficilement de distinguer les différences significatives entre 293 K, 400 K et 600 K.

- **Modèle de Caillard**

Dans ce modèle, il est proposé que le mécanisme de glissement d'une superdislocation vis résulte de la formation et destruction de verrous de IKW. Ce mécanisme est représenté sur la Figure 65 et peut être décrit comme suit. Une superdislocation vis, glissile sur un plan (111), dévie sur un plan (010) pour y former un verrou de IKW. Sous l'effet de la contrainte, ce verrou de IKW est détruit, ce qui

permet à la superdislocation vis de glisser sur un second plan (111) avant de dévier sur un second plan (010) pour y former un nouveau verrou de IKW. Ce mécanisme peut se répéter jusqu'à ce que la superdislocation devienne sessile. Ceci conduit alors en surface à une trace de glissement avec une configuration en "escalier" qui est composée de segments (111) reliés par des segments (010). La longueur des segments (111) doit être égale à la hauteur des MKs et la longueur des segments (010) doit varier de b à la largeur de l'APB.

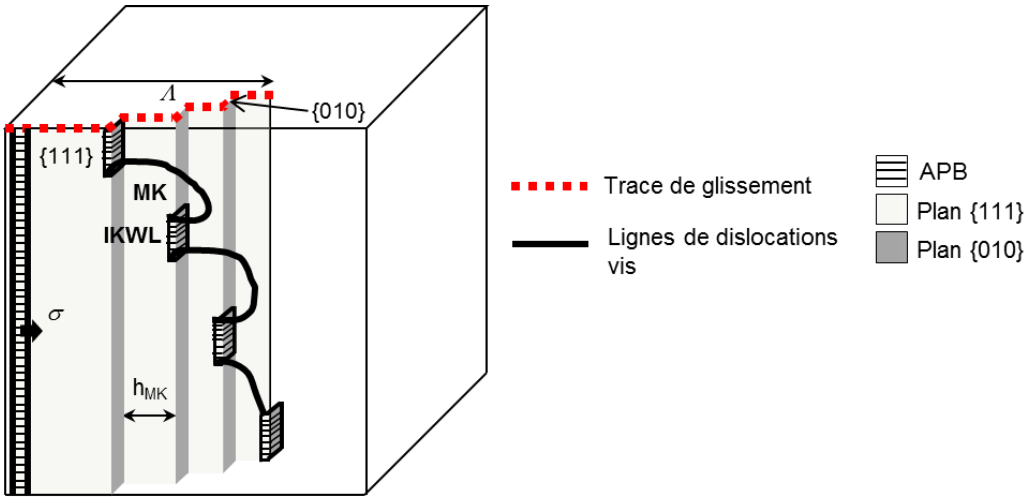

Figure 65 : Trace de glissement attendue en surface pour le glissement d'une superdislocation dans le cadre du modèle de Caillard

Pour modéliser l'anomalie de contrainte d'écoulement, le modèle de Caillard [Caillard, 1996] utilise une probabilité de CS analogue à celle défini dans les modèles des superdécrochements. Par conséquent, cette probabilité de CS et la probabilité de CS défini à partir de nos observations présentent un comportement analogue avec l'augmentation de la température et sont en accord avec un mécanisme de CS thermiquement activé pour expliquer l'anomalie de contrainte d'écoulement.

Les libres parcours moyen (Λ), déterminés à 293 K, 400 K et 600 K, sont bien plus importants que ceux obtenus à partir des hauteurs de MKs [Veyssière et Saada, 1996], ce qui suggère que les superdislocations deviennent sessiles après un nombre significatif d'évènements de doubles CS. On peut estimer approximativement que le rapport $\Lambda / \bar{h}_{MK}$ à 293 K, 400 K et 600 K, où $\bar{h}_{MK}$ est la hauteur moyenne des MKs déterminée en MET, vaut environ 2500 MKs, i.e. que les superdislocations sont immobilisées après environ 2500 évènements de doubles CS. Il faut souligner que (i) cette estimation ne tient pas compte du phénomène de coalescence des MKs et (ii) la dispersion des données provenant des observations en MET et en AFM permet difficilement de distinguer les différences significatives entre 293 K, 400 K et 600 K.

V.3.2. Confrontations expériences/modèles

Nous avons observé, à 400 K et 600 K, des traces de glissement (111) qui montrent des extensions avec des points d'arrêt suivant les plans (010). Ceci indique une APB sur le plan (010) non décrite par le modèle PPV mais pris en compte par les modèles des superdécrochements et le modèle de Caillard. Néanmoins, les extensions observées sur les plans (010) ont une longueur très supérieure à la largeur de l'APB, ce qui suggère que la configuration de verrous de KW est glissile à ces températures et contrainte. Une telle mobilité de la configuration de verrous de KW n'est pas décrite par ces deux types de modèles. Il est à souligner que dans nos observations le glissement sur les plans (010) n'excède jamais 5% de la déformation plastique totale. Le libre parcours moyen (Λ) des superdislocations sur les plans (111) diminue avec l'augmentation de la température, ce qui indique que la densité de dislocations mobiles diminue lorsque la température croit. Le modèle PPV, qui repose exclusivement sur un effet de vitesse des superdislocations vis, ne peut donc pas rendre compte de cette observation. Dans les modèles des superdécrochements et le modèle de Caillard, l'anomalie de contrainte d'écoulement résulte/s'accompagne d'une diminution de la vitesse des superdislocations vis et/ou de la densité de dislocations mobiles. Par conséquent, ces modèles sont compatibles avec une telle observation. Les essais de déformation à 293 K et 400 K ont mis en évidence des traces de glissement (111) qui présentent des points d'arrêt sur les plans (111), ce qui est décrit par les trois types de modèles. Nos observations d'évènements de doubles CSs ne sont prises en compte que par le modèle de Caillard. Néanmoins, le nombre de doubles CSs observés est très inférieur, et ce quelle que soit la température, à celui attendu dans le cadre de ce modèle, i.e. quelques dizaines contre quelques milliers. En conclusion, aucune de ces trois catégories de modèles n'est donc capable de rendre compte de l'ensemble de nos observations.

VI. ÉVÈNEMENTS INSOLITES DE SURFACE

VI.1. GÉNÉRALITÉS

Suite aux essais de déformation in situ sous STM, les structures de lignes de glissement montrent de nombreuses courtes traces de glissement qui correspondent aux plans (111) (ou $(\bar{1}11)$), et ce, quelles que soient la température et l'orientation. Des analyses topographiques ont mis en évidence que ces courtes traces sont dues à l'émergence soit d'une seule superpartielle, soit d'une seule partielle de Shockley. Leur géométrie de hauteur de trace caractérisée par la présence de deux points d'arrêt suggère l'activation de source de dislocation à proximité de la surface, approximativement en leur centre. Ces traces de glissement n'évoluent pas sous l'effet de la contrainte appliquée. Cette caractéristique peut s'expliquer par un mécanisme de blocage de ces sources. Enfin, il a été estimé que les dislocations à l'origine de ces courtes traces de glissement contribuent très peu ($\sim 10^{-8}$ %) à la déformation plastique globale des échantillons.

VI.2. É*MERGENCE D'UNE* SEULE SUPERPARTIELLE

Les courtes traces de glissement liées à l'émergence d'une seule superpartielle ont été observées à 293 K, 400 K et 600 K. A titre d'exemple, la Figure 66 montre une image STM d'une de ces traces de glissement. Elle a été observée suite à une déformation de $\gamma_p \sim 1$ % à 293 K et $\tau = 40$ MPa suivant l'orientation 1. Cette trace de glissement correspond au système de glissement $\pm a/2[\bar{1}01](111)$. Elle a une longueur d'environ 35 nm.

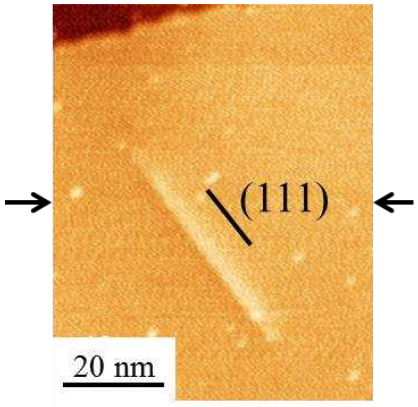

Figure 66 : Image STM d'une trace de glissement (111) correspondant à l'émergence d'une superpartielle, suite à une déformation de $\gamma_p \sim 1$ % à 293 K et $\tau = 45$ MPa suivant l'orientation 1.

La Figure 67 présente un zoom (Figure 67(a)) de la trace de glissement liée à une seule superpartielle montrée sur la Figure 66, ainsi qu'un profil de hauteur le long

de cette trace de glissement (Figure 67(b)). Ce profil montre qu'à proximité des deux points d'arrêt, la hauteur diminue de h ~ 0,13 nm jusqu'à un palier où h ~ 0,05 nm, puis à h ~ 0 nm. Ces variations de hauteur mettent en évidence la dissociation de la superpartielle $\vec{b} = \pm a/2[\bar{1}01]$ ($h_e = 0{,}127$ nm) en deux partielles de Shockley $\vec{b} = \pm a/6[\bar{2}11]$ et $\vec{b} = \pm a/6[\bar{1}\bar{1}2]$ ($h_e = 0{,}042$ nm et $h_e = 0{,}085$ nm) (cf. Tableau 1). $d^*_{APB(111)}$ est de l'ordre de 30 nm et des largeurs de dissociation en surface de cette superpartielle en deux partielles de Shockley d'environ 2 et 3 nm sont respectivement mesurées. Cette différence entre ces deux valeurs de largeur de dissociation peut s'expliquer par un effet de constriction/élargissement de surface de cette dislocation superpartielle [George et Champier, 1980].

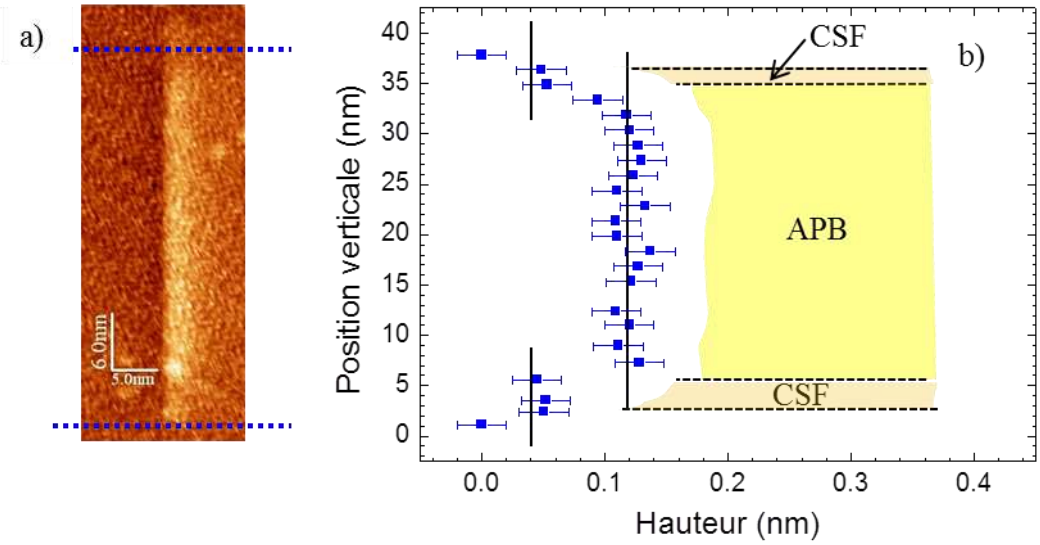

Figure 67 : (a) Zoom de la trace de glissement observée sur la Figure 66. (b) Profil de hauteur associé.

Afin de quantifier ce phénomène, des données statistiques ont été extraites à partir des images STM. Aux trois températures, environ cent traces de glissement ont été analysées. Une distance moyenne parcourue par les superpartielles se propageant sur les plans (111) (ou $(\bar{1}11)$), $\bar{L}_{SP}$, a ainsi été obtenue. Les barres d'erreur reportées correspondent à l'écart type moyen. La Figure 68 montre que, quelle que soit la température, $\bar{L}_{SP}$ est très supérieure à $d_{APB(111)}$ déterminée en MET [Baluc, 1990]. $\bar{L}_{SP}$ croît avec l'augmentation de la température. Cette augmentation est peu prononcée entre 293 K et 400 K, puis s'amplifie entre 400 K et 600 K (+ 50 %). Quelques doubles CSs ont parfois été observés sur ces traces de glissement liées à une seule superpartielle. Sur la Figure 69, il est observé, consécutivement à une déformation de $\gamma_p \sim 1$ % à 293 K et $\tau = 45$ MPa suivant l'orientation 1, une trace de glissement (111) montrant deux évènements de doubles CSs de l'ordre de 0,3 nm en longueur, soit environ la distance entre deux plans (111) adjacents ($d_2 = 0{,}36$ nm (cf Eq. IV.4)). Une mesure de hauteur le long de cette trace de glissement montre qu'à proximité de son extrémité, h diminue

de 0,12 nm jusqu'à un palier où h ~ 0,05 nm, puis jusqu'à h ~ 0 nm. La dissociation de la superpartielle (h_e = 0,127 nm) en deux partielles de Shockley (h_e = 0,042 nm et h_e = 0,085 nm) (cf. Tableau IV.1) est une nouvelle fois mise en évidence avec une largeur de dissociation d'environ 2 nm.

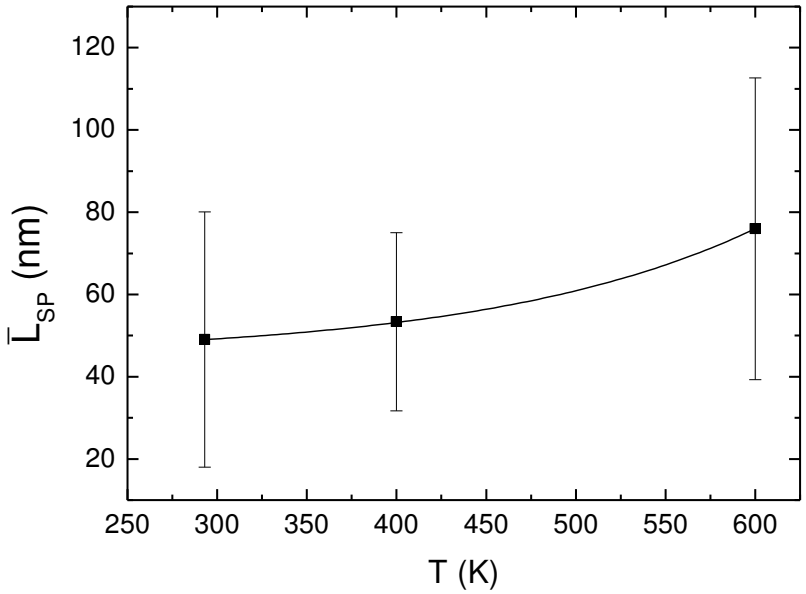

Figure 68 : Longueur moyenne des traces de glissement (111) (ou (111)) liée à une seule superpartielle, $\bar{L}_{SP}$, en fonction de la température.

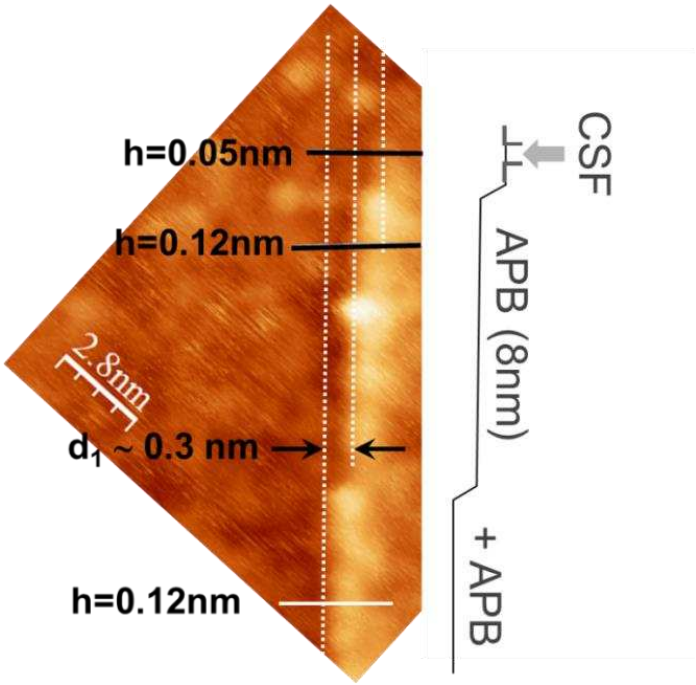

Figure 69 : Image STM en haute résolution de deux évènements de double CS sur une trace de glissement (111) correspondant à l'émergence d'une seule superpartielle suite à une déformation de γ_p ~ 1 % à 293 K et τ = 45 MPa suivant l'orientation 1.

Dans Ni_3Al, les dislocations superpartielles ($\vec{b} = \pm a/2[\bar{1}01]$) sont toujours observées en MET sous la forme d'une paire qui sont reliées par un ruban d'APB. L'émergence d'une seule dislocation superpartielle est donc énergétiquement défavorable (= grande surface d'APB). La proximité de la surface libre peut cependant jouer un rôle prépondérant dans le blocage de la seconde superpartielle. Un mécanisme de source de dislocation située à proximité de la surface est proposé sur la Figure 70 pour expliquer la formation de traces de glissement correspondant à une seule superpartielle. Une superdislocation est supposée être épinglée entre deux points A et B (❶ Figure 70). Sous l'effet de la contrainte appliquée, la superpartielle de tête s'étend (❷ Figure 70) jusqu'à ce qu'elle émerge à la surface, ce qui crée alors une trace de glissement (❸ Figure 70). Lorsque la superpartielle de tête émerge à la surface, elle diminue par conséquent son énergie de ligne. Cette diminution d'énergie de ligne pourrait alors permettre l'extension de l'APB sur une grande zone, la superpartielle de queue qui devrait être émise restant bloquée dans le volume pour des raisons inconnues.

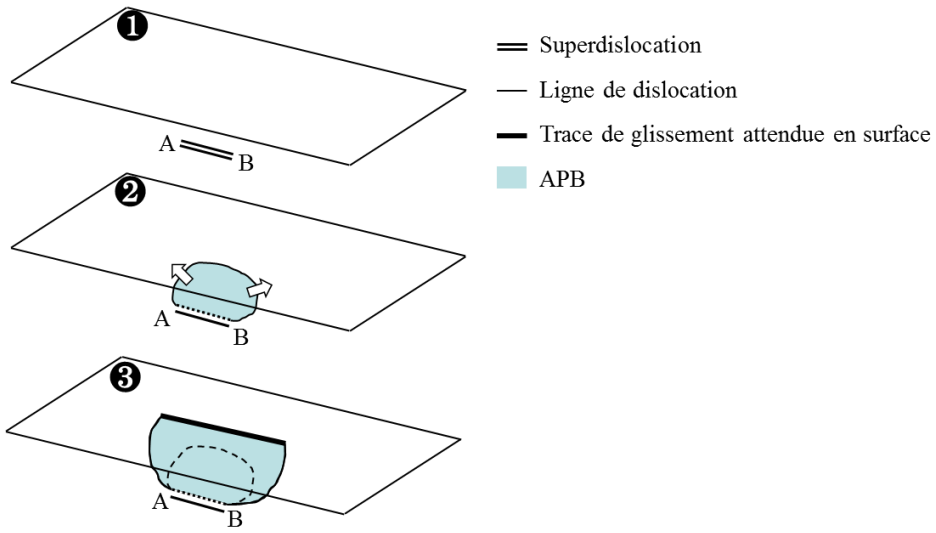

Figure 70 : Schéma d'un mécanisme de source de dislocation proche de la surface entraînant l'émergence d'une seule superpartielle. Les traits en pointillés correspondent aux anciennes positions de la boucle de dislocation.

VI.3. ÉMERGENCE *D'UNE* SEULE PARTIELLE DE SHOCKLEY

Aux trois températures de déformation, des courtes traces de glissement liées à une seule partielle de Shockley sont également présentes. La Figure 71(a) montre une de ces courtes traces de glissement à la suite d'une déformation de $\gamma_p \sim 1$ % à 293 K et $\tau = 40$ MPa suivant l'orientation 2. Elle correspond au plan $(\bar{1}11)$ et a une longueur de l'ordre de 37 nm. Un profil de hauteur le long de cette trace de glissement (Figure 71(b)) indique que cette dernière a une hauteur d'environ 0,07 nm, ce qui

correspond à l'émergence de la partielle de Shockley de tête $\vec{b} = \pm a/6[\bar{2}11]$ de la superpartielle $\vec{b} = \pm a/2[\bar{1}10](\bar{1}11)$ (Tableau 2).

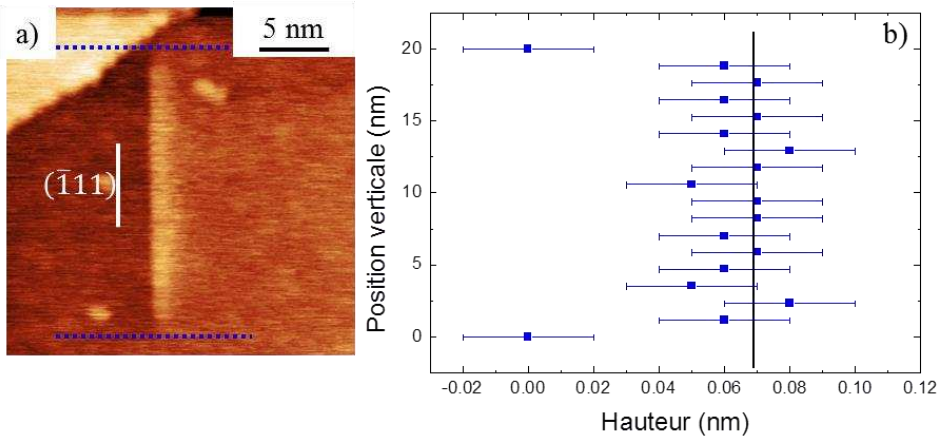

Figure 71 : (a) Image STM d'une trace de glissement $(\bar{1}11)$ correspondant à l'émergence d'une partielle de Shockley, suite une déformation de $\gamma_p \sim 1$ % à 293 K et $\tau = 40$ MPa suivant l'orientation 2. (b) Profil de hauteur associé.

De manière analogue à $\bar{L}_{SP}$, une distance moyenne parcourue par les partielles de Shockley glissant sur les plans (111) (ou $(\bar{1}11)$), $\bar{L}_{SH}$, a été déterminée. La Figure 72 montre que, quelle que soit le température, $\bar{L}_{SH}$ est de l'ordre de 45 nm. $\bar{L}_{SH}$ est donc très supérieure à la largeur de dissociation des superpartielles en partielles de Shockley déterminée en MET. Les barres d'erreur reportées correspondent à l'écart type moyen. Enfin, il est constaté que $\bar{L}_{SH}$ est toujours inférieure à $\bar{L}_{SP}$ précédemment décrit.

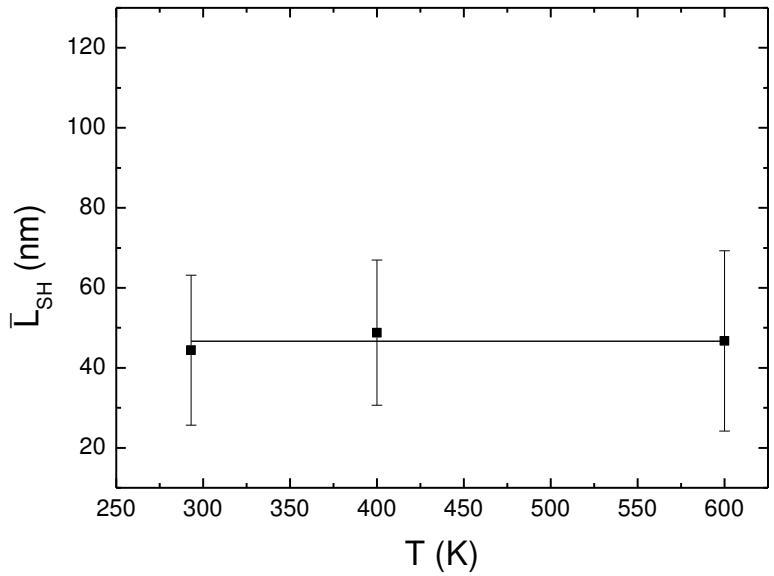

Figure 72 : Longueur moyenne des traces de glissement (111) (ou $(\bar{1}11)$) correspondant à l'émergence d'une partielle de Shockley, $\bar{L}_{SH}$, en fonction de la température.

La formation de ces traces de glissement correspondant à une partielle de Shockley peut également s'expliquer par le mécanisme de blocage de source de dislocation décrit sur la Figure 70. Cependant, nos observations expérimentales montre que ce mécanisme peut également bloquer/inhiber le mouvement de la deuxième partielle de Shockley. Ceci suggère que ce mécanisme doit être dépendant de conditions spécifiques liées à la source de dislocation, telle que sa proximité avec la surface.

Il est à noter que des traces de glissement liées à une seule partielle de Shockley dans Ni_3Al ont déjà été visualisées en simulations par dynamique moléculaire par Amodeo et al. [2014]. Lors de la déformation à $\tau \sim 3\text{-}5$ GPa et à température ambiante de nanocubes de Ni_3Al orientés [001] en contrainte et de longueur 11 et 25 nm, il est mis en évidence que la déformation plastique se produit par la nucléation et la propagation de partielles de Shockley correspondant au système de glissement $\pm\, a/6[1\bar{1}2](\bar{1}11)$. Dans ces simulations, les dislocations sont nucléées au niveau des arrêtes des nanocubes. Malgré des contraintes et tailles d'échantillon très différentes entre ces simulations et nos expériences, ces résultats suggèrent fortement que des effets subtils de surface sont à l'origine de la formation de ces courtes traces de glissement expérimentalement observées et liées à l'émergence d'une seule superpartielle (ou partielle de Shockley).

CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Ce travail repose sur le développement d'un dispositif expérimental, qui rend possible l'analyse jusqu'à la résolution atomique des nanostructures de glissement laissées par l'émergence des dislocations à la surface d'échantillons déformés plastiquement. Les mécanismes de plasticité de l'intermétallique Ni_3Al ont été étudiés par AFM et STM. Ces deux techniques sont en effet très complémentaires pour obtenir une description complète du mouvement des dislocations. La hauteur, le nombre et la longueur des traces de glissement correspondant aux plans {111} et {010} ont été ainsi examinés. Ces paramètres qui reflètent l'activité des sources de dislocations et le libre parcours moyen des dislocations, sont essentiels pour la compréhension de la plasticité de ce composé intermétallique.

L'analyse des structures de lignes de glissement, à la suite d'essais de déformation in situ à 293 K, 400 K et 600 K, a permis de mettre en évidence que :

(i) de nombreuses longues extensions arrêtées sur les plans (001) (ou (010)) sont observées à 400 K et 600 K. Cette caractéristique indique que la configuration de verrous de KW est mobile à de telles températures et contraintes.

(ii) toutes les traces de glissement correspondant aux plans (111) (ou $(\bar{1}11)$) sont dues à l'émergence d'une seule superdislocation, ce qui suggère un mécanisme de blocage des sources de dislocations mobiles après que celles-ci aient émises une seule superdislocation.

(iii) le libre parcours moyen (Λ) des superdislocations sur les plans (111) diminue avec l'augmentation de la température.

(iv) à 293 K, la dissociation de la superdislocation en deux superpartielles est toujours mise en évidence sur les plans (111) (ou $(\bar{1}11)$). A 400 K, elle est principalement observée sur les plans (111) (ou $(\bar{1}11)$), alors qu'à 600 K cette dissociation est suivant les plans (001) (ou (010)).

(v) les traces de glissement correspondant aux plans (111) (ou $(\bar{1}11)$) montrent quelques évènements de double CS sur des distances interatomiques.

Les longues extensions arrêtées suivant les plans (001) (ou (010)) ne peuvent être décrites par aucune des trois catégories de modèles, i.e. les modèles de points d'épinglage (modèle PPV), les modèles des superdécrochements et le modèle de Caillard. Néanmoins, il est à souligner que dans nos observations le glissement sur les plans (001) (ou (010)) n'excède jamais quelques pourcents de la déformation plastique totale. Le libre parcours moyen (Λ) des superdislocations sur les plans (111) diminue avec l'augmentation de la température, ce qui confirme que l'épuisement des dislocations mobiles est un phénomène important dans ce composé intermétallique. Une

telle caractéristique est prise en compte par les modèles des superdécrochements et le modèle de Caillard, mais pas par le modèle PPV. Les trois types de modèles peuvent rendre compte de traces de glissement présentant des points d'arrêt sur les plans (111) (ou $(\bar{1}11)$). Enfin, nos observations d'évènements de double CS ne sont prises en compte que par le modèle de Caillard. Néanmoins, le nombre de doubles CSs observés est très inférieur, et ce quelle que soit la température, à celui attendu dans le cadre de ce modèle. Ceci indique que les MKs sont majoritairement des MKs ″d'inversion″. Par conséquent, aucun des principaux modèles de CS ne peut rendre compte de l'ensemble de nos observations expérimentales.

Dans le but de compléter ce travail, des essais de déformation in situ de l'intermétallique $Ni_3(Al,Hf)$ pourraient être réalisés à l'aide du dispositif ″Nanoplast″. Cet intermétallique possède une température de pic ($T_{p,\tau}$) inférieure à celle de l'intermétallique $Ni_3(Al,Ta)$, ce qui permettrait ainsi d'étudier une plage de température plus importante du domaine d'anomalie de contrainte d'écoulement. Des essais de déformation sous environnement UHV à plus hautes températures de l'intermétallique $Ni_3(Al,Ta)$ (dans le domaine de l'anomalie et au-delà de $T_{p,\tau}$) pourraient également être menés. Le développement d'une chambre de déformation à haute température qui sera intégrée au dispositif existant, est en cours. Celle-ci permettra de réaliser des essais de déformation post-mortem sous environnement UHV jusqu'à 1200 K.

Enfin, nous avons mis en évidence, au cours de ce travail, des courtes traces de glissement liées à l'émergence d'une seule superpartielle (ou partielle de Shockley). L'observation très surprenante de ces traces de glissement implique de ″dépenser″ beaucoup d'énergie pour étendre les APBs (ou les CSFs). Il serait judicieux de réaliser des simulations en dynamique moléculaire de configurations de sources de dislocations afin d'étudier en détails les positions d'équilibres potentielles et les mécanismes de blocage de celles-ci.

ANNEXES

ANNEXE A : DÉTERMINATION *DE LA HAUTEUR ÉLÉMENTAIRE D'UNE MARCHE RÉSULTANT DE L'ÉMERGENCE D'UNE DISLOCATION*

Dans le cadre de l'étude des mécanismes élémentaires de déformation plastique par microscopie en champ proche, la détermination de la hauteur élémentaire d'une marche, laissée par l'émergence d'une dislocation à la surface d'un échantillon déformé plastiquement, est primordiale. La hauteur élémentaire (h_e) est égale à la composante de $\vec{b}$ perpendiculaire à la surface :

$$h_e = \vec{n}.\vec{b}\,, \tag{A.1}$$

où $\vec{n}$ est la normale à la surface et $\vec{b}$ est le vecteur de Burgers de la dislocation considérée.

La définition de $\vec{n}$ apparaît cependant ambiguë, lorsque la résolution atomique est atteinte. Elle dépend fortement du type de plan cristallographique {hkl} considéré, de la procédure expérimentale de préparation de surface des échantillons, de la taille de la zone d'observation et du post-traitement associés aux images de microscopie en champ proche.

- Dans le cas d'orientations cristallographiques simples, i.e. d'orientations cristallographiques qui correspondent à des plans atomiques denses, la normale à la surface $\vec{n}$ est définie par de faibles indices de Miller {hkl}, i.e. pour la structure cubique par {100}, {110} ou {111}.

- Dans le cas d'orientations cristallographiques avec des indices de Miller {hkl} élevés, la définition de la normale à la surface $\vec{n}$ dépend de différents paramètres.

La procédure expérimentale de préparation des échantillons doit d'abord être examinée. Un polissage mécano-chimique classique, réalisé généralement à l'air, conduit à une surface ″plane″ caractérisée par une rugosité qui peut être inférieure à 1 nm. Cette rugosité suit alors la surface définie par la normale géométrique. La normale à la surface $\vec{n}$ à prendre en considération est alors la normale géométrique. La surface peut aussi être préparée sous environnement UHV par des cycles de bombardement/recuit (cf. §IV.3.2). La surface formée est alors constituée d'une succession de marches atomiques, séparées par des terrasses plus ou moins larges, qui sont liées aux plans atomiques denses, i.e. pour la structure cubique par {100}, {110} ou {111}. La largeur de ces terrasses dépend de la désorientation entre l'orientation

géométrique et l'orientation de haute symétrie la plus proche, et de la préparation de surface.

La taille de la zone d'observation est également à considérer. Une faible taille de celle-ci implique une résolution latérale élevée ; par exemple pour une image de 1 µm x 1 µm, avec une résolution de 512 points x 512 lignes, la distance entre deux pixels est d'environ 2 nm. Les images de microscopie en champ proche nécessitent un post-traitement, avant d'en extraire les paramètres d'intérêt. Il consiste à redresser l'image, en sélectionnant des zones utilisées comme références pour le plan horizontal. Si la zone ″référence″ peut être définie précisément sur une terrasse unique, i.e. pour une petite taille de zone d'observation et une préparation de surface appropriée, $\vec{n}$ est définie par les faibles indices cristallographiques liés à la surface considérée, i.e. pour la structure cubique {100}, {110} ou {111}. Par contre, si la zone « référence » recouvre plusieurs terrasses ou si les terrasses ne sont pas clairement mises en évidence sur les images, à cause d'une faible résolution latérale, $\vec{n}$ est définie par l'orientation géométrique de la surface, i.e. par les indices de Miller {hkl} élevés.

ANNEXE B : RELATION ENTRE PROBABILITÉ DE GLISSEMENT DÉVIÉ ET LIBRE PARCOURS MOYEN DES DISLOCATIONS.

Si N superdislocations se propagent initialement sur un plan (111), alors p.N superdislocations ont dévié sur le plan (010) après avoir parcouru la distance L_0 et (1-p).N continue de se propager sur le plan (111). Sur une distance $2L_0$, alors p.(1-p).N superdislocations ont dévié sur le plan (010) et $(1-p)^2$.N superdislocations continuent de glisser sur le plan (111). Donc, sur une distance $n.L_0$, $p.(1-p)^{n-1}.N$ dislocations ont subi un CS. Une formule de récurrence peut être établie pour déterminer le libre parcours moyen, Λ, d'une superdislocation sur les plans (111) :

$$\Lambda = \sum_{1}^{\infty} (n.L_0).p.(1-p)^{n-1} = \frac{p}{1-p} L_0 \sum_{1}^{\infty} n.(1-p)^n \quad , \qquad \text{(B.1)}$$

en posant

$$\alpha = 1-p \qquad \text{et} \qquad S = \sum_{1}^{\infty} \alpha^n = \frac{1}{1-\alpha} - 1 ,$$

on obtient

$$\sum_{1}^{\infty} n.\alpha^n = \alpha.\left(\frac{\partial S}{\partial \alpha}\right) = \frac{\alpha}{(1-\alpha)^2} , \qquad \text{(B.2)}$$

A partir des équations (B.1) et (B.2), le libre parcours moyen s'écrit donc :

$$\Lambda = \frac{L_0}{p} . \qquad \text{(B.3).}$$

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Amodeo J., Begau. C et Bitzek E., Mater. Res. Lett. 2(3), p. 140, (2014).

Baluc N., Stoiber J., Bonneville J. et Martin J.L, Isr. Journal of Tech. 24(1-2), p. 269, (1988).

Baluc N., Thèse de Doctorat, N°886, EPFL Lausanne Suisse, (1990).

Baluc N, Karnthaler H.P. et Mills M.J., Phil. Mag. A 64, p. 137, (1991).

Bauschinger J., Civilingenieur 27, p. 289, (1881).

Binnig G., Rohrer H., Gerber Ch. et Wiebel E., Appl. Phys. Lett. 40, p. 178, (1982a).

Binnig G., Rohrer H., Gerber Ch. et Wiebel E., Phys. Rev. Lett. 49**,** p. 57, (1982b).

Binnig G. et Rohrer H., Helv. Phys. Acta 55, p. 726, (1982).

Binnig G. et Rohrer H., Physica B 127, p. 37, (1984).

Binnig G., Quate C.F. et Gerber Ch., Phys. Rev. Lett. 56, p. 930, (1986).

Binnig G., Ultramicroscopy 42, p. 7, (1992).

Bonneville J., Spätig P. et Martin J.L., MRS. Symp. Proc. - High Temperature Ordered Intermetallic Alloys VI, vol. 364, Part I, p. 369, (1995).

Bonneville J. et Martin J.L., "Multiplication, Mobility and Exhaustion of Dislocations" dans Multiscale Phenomena in Plasticity: From Experiments to Phenomenology, Modelling and Materials Engineering, édité par Lépinoux J., Mazière D., Pontikis V. et Saada G. , NATO Science Series 367, p. 57, (2000).

Bonneville J. et Coupeau C., Mat. Sci. Eng. A 483, p. 90, (2008).

Bonneville J., Coupeau C. et Charrier D., Key Eng. Mat. 465, p. 403(2011).

Bontemps C. et Veyssière P., Philos. Mag. Lett. 61 (1990) 259.

Brinck A., Engelke C. et Neuhäuser H., Mat. Sci. Eng. A 258, p. 37, (1998).

Breadmore P., Davies R.G. et Johnston T.L., Trans of the Metall. Soc. of AIME 245, p. 1537, (1969).

Cai M., Levine L.E., Langford S.C. et Dickinson J.T., Mat. Sci. and Eng. A 400–401, p. 476, (2005).

Caillard D., Clément N., Couret A., Lours E. et Coujou A., Phil. Mag. Lett. 58, p. 263, (1988).

Caillard D., Acta Mater. 44(7), p. 2773, (1996).

Caillard D. et Couret A., "Dislocation Cores and Yield Stress Anomalies" dans Dislocations in Solids, édité par Nabarro F.R.N. and Duesbery M.S., Elsevier, 10(50), p. 69 , (1996).

Carrasco E., Rodriguez de la Fuente O., González M.A. et Royo J.M., Phys. Rev. B 68, 180102, (2003).

Charrier D., Bonneville J., Coupeau C. et Nahas Y., Scripta Mat. 66, p. 475, (2012).

Choi Y.S., Dimiduk D.M., Uchic M.D. et Parthasarathy T.A., Mat. Sci. Eng. A 400-401, p. 256, (2005).

Chou C.T., Hirsch P.B., McLean M. et Hondros E., Nature 300, p. 621, (1982).

Chou C.T., Hazzledine, Hirsch P.B. et Anstis G.R., Phil. Mag. A 56, p. 799, (1987).

Clément N., J. Microsc. Spectrosc. Electron. 11, p. 195, (1986).

Conforto E., Molénat G. et Caillard D., Phil. Mag 85**,** p. 117, (2005).

Cottrell A.H., ″Relations of Properties to Microstructure″, ASM Monograph (1954).

Coupeau C., Girard J.-C. et Grilhé J., Journal of Vac. Sci. Tech. B 16(4), (1998), p. 1964.

Coupeau C., Bonneville J., Matterstock B., Grilhé J. et Martin J.L., Scripta Mat. 41, p. 945 (1999).

Coupeau C., Girard J.-C. et Rabier J., "Scanning Probe Microscopy and Dislocations" dans Dislocations in Solids, édité par F.R.N. Nabarro and J.P. Hirth, Elsevier, 12(67), p. 275, (2004).

Coupeau C.et Bonneville J., App. Phys. Lett. 90, 171914, (2007).

Courjon D., "Near-Field Microscopy and Near-Field Optics", (2013), Imperial College Press.

Couret A. et Caillard D., Phil. Mag. A 59(4), p. 801, (1989a).

Couret A. et Caillard D., Phil. Mag. A 59(4), p. 7831, (1989b).

Couret A. et Caillard D., J. Phys. III France 1, p. 85, (1991).

Couret A., Sun Y.et Hirsch P.B., Phil. Mag. A, 67, p. 29, (1993).

Dislocations in Solids, Vol. 10, édité par Nabarro F.R.N. et Duesbery M.S., (1996).

Durand-Charre M., ″The microstructure of superalloys″, Gordon and Breach Science Publishers, chap. 1, p 2, (1997).

Engbaek J., Sciotz J., Dahl-Madsen B. et Horch S., Phys. Rev. B 74, 195434, (2006).

Escaig B., J. Phys. 29, p. 225, (1968).

Ezz S.S., Pope D.P. and Paidar V., Acta Metall. 30, p. 921, (1982).

Fikar J., Coupeau C., Kruml T. et Bonneville J., Mat. Sci. Eng. A 387-389, p. 926, (2004).

Fujita D., Kitahara M., Onishi K. et Sagisaka K., Nanotechnology 19, 025705, (2008).

George A. et Champier G., Scripta Met. 14, p. 399, (1980).

Göken M., Vehoff H. et Neumann P., Scripta Metall. et Mat. 33(7), p. 1187, (1995).

Guo H.X. et Fujita D., Rev. Sci. Instrum. 82, 123706, (2011).

Hansen M. et Anderko K., "Constitution of Binary Alloys", Second Edition, Genium, New York, p. 119, (1985).

Hazzledine M., Yoo M.H. et Sun Y.Q., Acta Metall. 37(12), p. 3235, (1989).

Hemker K.J., Mills M.J. et Nix W.D., Acta Metall. Mat. 39(8), p. 1901, (1991).

Hirsch P.B., Philo. Mag. A 65, p. 569, (1992).

Hirsch P.B., MRS Symp. Proc. 288, p. 33, (1993).

Hull D.et Bacon D.J., ″Introduction to Dislocations″, Vol. 37 of International Series on Material Science and Technology (Butterworth-Heinemann, Oxford, UK, , 3rd ed), (1984).

Jaoul B., ″Etude de la plasticité et application aux métaux″ , Dunod Paris, (1965), p. 304.

Jenkins M. L., Phil. Mag. A 26(3), p. 747, (1972).

Jiang C.B., Patu S., Lei Q.Z. et Shi C.X., Phil. Mag. Lett. 78, (1998).

Jurczyszyn L., Rosenhahn A., Schneider J., Becker C. et Wandelt K., Phys. Rev. B 68**,** 115425, (2003).

Kahloun C., Badjia R., Bacroix B. et Bouabdallah M., Mat. Charac. 61, p. 835, (2010).

Kear B.H. et Wilsdorf H.G.F., Trans. Metall. Soc. AIME 224, p. 382, (1962).
Khanta M., Cserti J. et Vitek V., Scr. Metall. Mater. 27, p. 481, (1992a).
Khanta M., Cserti J. et Vitek V., Scr. Metall. Mater. 27, p. 487, (1992b).
Koehler J.S. et Seitz F., J. of Appl. Mech. Trans. of the ASME 14(3), p. 217, (1947).
Korner A., Phil. Mag. Lett. 60**,** p.103, (1989).
Korner A.**,** Acta Metall. Mat. 42(5), p. 1695, (1994).
Kramer D.E., Savage M.F. et Levine L.E., Acta Mat. 53, p. 4655 (2005).
Kruml T., Martin J.L., Viguier B., Bonneville J. et P. Spätig, Mat. Sci. and Eng. A 239–240, p. 174, (1997a).
Lall C., Chin S. et Pope D.P., Metall. Trans. A 10, p. 1323 (1979).
Louchet F., Encyclopedia of Materials : Science and Technology (Elsevier Science, Amsterdam), p. 4158, (2001).
Man J., Obrtlik K. et Polak J., Mat. Sci. and Eng. A 351, p. 123, (2003).
Mills M.J., N.Baluc, et H.E Kamthaler, MRS Symp. Proc. 133, p. 203, (1989).
Mills M.J. et Chrzan D.C., Acta Metall. Mat. 40(11), p. 3051, (1992).
Mills. M.J. et Chrzan D.C., "Dynamics of Dislocations Motions in $L1_2$ Compounds" dans Dislocations in Solids, édité par Nabarro F.R.N. and Duesbery M.S., Elsevier, 10(52), p. 187 , (1996).
Miura S, Mishima Y. et Suzuki T., Z. Metall. 80, p. 48, (1989).
Molénat G. et Caillard D., Phil. Mag. A 64(6), p. 1291, (1991).
Molénat G. et Caillard D., Phil. Mag. A, 69(5), p. 939, (1994).
Mulford R.A. et D.P. Pope, Acta Metall. 21, p. 1375, (1973).
Nadgorny E.M. et Iunin Y.L., ″High Temperature Ordered Intermetallic Alloys vol. VI″ édité par Baker I., Hanada S. , Joe Horton J., Noebe R.D et Schwartz D.S.,Mat. Res. Soc., Pittsburgh, p. 707, (1995).
Nahas Y., Berneau F., Bonneville J., Coupeau C., Drouet M., Lamongie B., Marteau M. , Michel J., Tanguy P. et Tromas C., Rev. of Sci. Inst. 84 (2013) 105117.
Oele W.F., Kerssemakers J.W.J. et De Hosson J.Th.M., Rev. Sci. Inst. 68**,** p. 4492, (1997).
Orowan E., Zeitschrift für Physik , 89(9-10), p. 605, (1934).
Paidar V., Pope D.P. et Vitek V., Acta Metall. 32, p. 435, (1984).
Polanyi M., ″Über eine Art Gitterstörung, die einen Kristall plastisch machen könnte″, Z. Phys. 89, p. 660, (1934).
Pokorny J. et Pokorny A., "Métallographie" dans Dossier Techniques de l'Ingénieur, p. 31, (1990).
Raujol S., Thèse de Doctorat INSA, Toulouse, (2004).
Rosenhahn A., Schneider J., Becker C. et Wandelt K., Appl. Surf. Sci. 142, p. 169, (1999).
Salvan F. et Thibaudau F., "Microscopie à sonde locale" dans Dossier Techniques de l'Ingénieur, p. 895, (1999).
Schaff O., Schmid A.K., Bartelt N.C., De la Figuera J. et Hwang R.Q., Mat. Sci. Eng. A 319-321, p. 914, (2001).

Schlier R.E. et Farnsworth H.E., J. Chem. Phys. 30, p. 917, (1959).

Schmid E. et Boas W., ″Kristallplastizitaet mit besonderer Berucksichtigung der Metalle.″, Springer, Berlin, (1935).

Schneibel J. H. et Martinez L., J. of Mat. Res., 10(09), p. 2159, (1995).

Schwab A., Meißner O. et Holste C., Phil. Mag. Lett., 77(1), p. 23, (1998).

Sims C.T. et Hagel W.C., ″Superalloys II: high-temperature materials for aerospace and industrial power″, édité par Wiley J. Stoloff N.S. and Hagel W.C., (1987).

Spätig P., Thèse de Doctorat N°1407 EPFL, Lausanne Suisse, (1995).

Staton-Bevan A.E et Rawlings R.D., Phil. Mag. 32**,** p. 787, (1975).

Staton-Bevan A.E., Phil. Mag. A 47, p. 939, (1983).

Stoloff N.S. et Liu C.T., ″The physical and mechanical metallurgy of Ni_3Al and its alloys. Physical metallurgy and processing of intermetallic compounds″ édité par Stoloff N.S. et Sikka V.K. (New Delhi), p. 159, (1997).

Stoltz R.E. et Pelloux R.M., Metall. Trans. A 7, p.43, (1976).

Sun Y.Q. et Hazzledine P.M., Phil. Mag. A 58, p. 603, (1988).

Takeuchi S. et Kuramoto E., Acta Metall. 21, p. 415, (1973).

Taylor G.I.., ″The Mechanism of Plastic Deformation of Crystals″ Part I.-Theoretical. Proc. R. Soc. London, 145(855), p. 362, (1934).

Thome F., Göken M. et Vehoff H., Intermetallics 7(3–4), p. 491, (1999).

Thornton P.H., Davies R.G. et Johnston T.L., Metall. Trans. 1, p.207, (1970).

Tromas C., Girard J.C., Audurier V. et Woirgard J., J Mater Sci, 34, p. 5337, (1999).

Umakoshi Y., Pope D.P. et Vitek V., Acta Metall. 32, p. 449, (1984).

Vanderbilt D., Phys. Rev. Lett. 59, p. 1456, (1987).

Veyssière P., Phil. Mag. A 50, p. 189, (1984).

Veyssière P., Mater. Res. Soc. Symp. Proc. 133, p. 203, (1989a).

Veyssière P., Mater. Res. Soc. Symp. Proc. 213, p. 175, (1989b).

Veyssière P., ISIJ Int., 31(10), p. 1028, (1991).

Veyssière P. et Saada G., “Microscopy and Plasticity of the $L1_2$ γ’ Phase” dans Dislocations in Solids, édité par Nabarro F.R.N. and Duesbery M.S., Elsevier, 10(53), p. 253, (1996).

Vitek V. et Sodani Y., Scr. Metall. Mater. 25, p. 939, (1991).

Wei Y., Li L. et. Tsong I.S.T, J. Vac. Sci. Technol. A 13(3), p. 1609, (1995).

Wickramasinghe H.K., Scanned Probe Microscopy, AIP Conf. Proc., p. 241, (1992).

Willemin P., Dugué O., Durand-Charre M. et Davidson J.H., Mat. Sci. and Tech. 2, p. 344, (1986).

Woll Ch., S. Chiang, R. J. Wilson R.J et Lippel P.H., Phys. Rev. B 39, 7988 (1989).

Yamaguchi M., Paidar V., Pope D.P et Vitek V., Phil. Mag. 45, p. 867, (1982).

Yoo M.H., Scripta Metall. 20, p. 915, (1986).

Le composé intermétallique ordonné Ni_3Al, de structure $L1_2$, présente une augmentation de contrainte d'écoulement avec la température, jusqu'à une température dite de 'pic' au-delà de laquelle celle-ci décroit. Ce comportement, usuellement appelé anomalie de contrainte d'écoulement, est mis à profit dans les superalliages base nickel pour les applications hautes températures. Il a été étudiée de façon extensive ces trente dernières années et a donné lieu à de nombreuses modélisations. La plupart des modèles proposés considère qu'un processus thermiquement activé de glissement dévié des dislocations, à partir de leur plan de glissement primaire {111} sur le plan cubique de déviation {010}, joue un rôle clé dans la compréhension de l'anomalie. La distance de glissement dévié peut cependant fortement différer. Les traces de glissement laissées par l'émergence des dislocations mobiles à la surface d'échantillons déformés plastiquement permettent de visualiser les événements de déviations et de caractériser les mécanismes élémentaires de déformation plastique. Nous avons mesuré des paramètres essentiels pour modéliser la plasticité globale de l'intermétallique Ni_3Al, comme : le nombre, la hauteur, la longueur des traces de glissement correspondant aux plans {111} et {010}. Ces paramètres qui caractérisent à la fois l'activité des sources et le libre parcours moyen des dislocations, suggèrent que l'anomalie s'accompagne d'un fort taux d'épuisement de la densité de dislocations mobiles. De nombreuses longues déviations dans les plans {010} ainsi que des doubles glissement dévié entre plans {111} adjacents, ont été mis en évidence. Ceci suggère deux processus de glissement dévié.

Mots-clés : dislocation, Ni_3Al, plasticité, microscopie en champ proche (AFM/STM), trace de glissement

Ni_3Al intermetallic compounds, that correspond to the strengthening phase of nickel-based superalloys, are well known to exhibit within a given range of temperature, an anomalous behaviour of flow strength. This positive temperature dependence of flow strength, called yield stress anomaly (YSA), has been the subject of extensive experimental studies concerning mechanical properties and dislocation microstructures, which have yielded several plausible models. Most of these models considers that a thermally activated cross-slip process, from the primary {111} onto the cube cross-slip {010} planes, plays a key role in the understanding of the YSA. However, the height of the cross-slipped segment in the {010} plane can be drastically different. The slip traces resulting from the emergence of moving dislocations at the surface in plastically deformed samples, allow us to visualize cross-slip events and to characterize the elementary mechanisms controlling plastic deformation. The number, height and length of slip traces corresponding to {111} and {010} planes, that are key parameters for modelling the plastic behaviour of Ni_3Al intermetallic, are examined. These parameters reflect both the source activity and dislocation mean free path of dislocations; their values suggest that the YSA takes place with a strong exhaustion of mobile dislocations. Several larger deviations on the {010} planes, as well as double cross-slip between {111} neighbouring planes, are highlighted. These results suggest two different cross-slip process.

Keywords: dislocation, Ni_3Al, plasticity, scanning probe microscopy (AFM/STM), slip trace.