



**HAL**  
open science

# Microextensométrie locale par corrélation d'images numériques. Application aux études micromécaniques par microscopie électronique à balayage.

Pascal Doumalin

## ► To cite this version:

Pascal Doumalin. Microextensométrie locale par corrélation d'images numériques. Application aux études micromécaniques par microscopie électronique à balayage.. Sciences de l'ingénieur [physics]. Ecole Polytechnique X, 2000. Français. NNT : 2000EPXX0027 . pastel-00001162

**HAL Id: pastel-00001162**

**<https://pastel.hal.science/pastel-00001162v1>**

Submitted on 12 Dec 2011

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



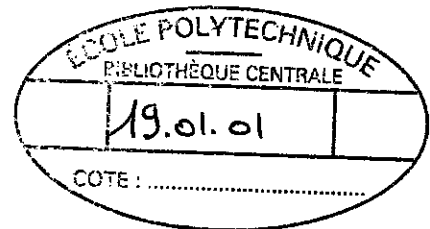
Thèse présentée pour l'obtention du titre de

DOCTEUR DE L'ÉCOLE POLYTECHNIQUE

Spécialité : MÉCANIQUE  
(*Mécanique des Matériaux*)

par

Pascal DOUMALIN



SUJET DE THÈSE :

**Microextensométrie Locale  
par Corrélation d'Images Numériques**

**Application aux Etudes Micromécaniques  
par Microscopie Electronique à Balayage**

53(0437)

Soutenue le 29 juin 2000 devant le jury composé de :

Rapporteurs : Mme Colette REY  
M. Yves BERTHAUD

2000  
DOU

Examineurs : M. Patrick VIARIS DE LESEGNO  
M. Siegfried SCHMAUDER  
M. Roger FOUGERES  
M. Michel BORNERT

Directeur de thèse : M. André ZAOUÏ



150123



# Remerciements

Ce mémoire est l'aboutissement d'un travail collectif mené dans l'équipe Micromécanique des Matériaux Hétérogènes du Laboratoire de Mécanique des Solides. Merci tout d'abord à Pierre Bérest, son directeur, pour avoir mis à ma disposition l'ensemble des ressources du laboratoire.

Je tiens en premier lieu à exprimer toute ma profonde reconnaissance à André Zaoui pour m'avoir accueilli dans son équipe de recherche. Je le remercie pour avoir pris en considération l'intérêt scientifique que je manifestais envers la Micromécanique des Matériaux Hétérogènes, lors de mes investigations pour trouver une thèse et pour m'avoir accordé une confiance totale, n'étant pas destiné *a priori* à la Mécanique des Matériaux. Sans lui, mon entrée dans le milieu de la recherche n'aurait pas eu lieu. Sa grande disponibilité et ses précieux conseils m'ont toujours été utiles dans les moments décisifs.

La deuxième personne que je souhaite vivement remercier est Michel Bornert. C'est grâce à son encadrement rapproché que ce travail de recherche a été aussi fructueux. Sa vivacité d'esprit pour expliquer les phénomènes et son recul face aux problèmes m'ont beaucoup aidé à aborder en profondeur les différents aspects de ces travaux tout en me laissant une très grande part d'autonomie. Nos échanges ont toujours été pour moi une source de motivation et n'ont fait que renforcer mon envie pour la recherche en Micromécanique. Ses connaissances informatiques remarquables ont été également un guide précieux pour mener à bien les différents développements numériques de ce mémoire. Pour toutes ces raisons, encore un fois merci.

La réussite de ce travail, je la dois également à Daniel Caldemaison, qui m'a fait découvrir le Microscope Electronique à Balayage et m'a formé à son utilisation. C'est grâce à lui aujourd'hui que le MEB peut être considéré comme un véritable appareil de mesure. J'associe également à ces remerciements Jérôme Crépin pour son aide sans limite à la réalisation des essais mécaniques *in situ* mais également pour l'étude sur le zirconium. Son accueil amical a toujours été un précieux réconfort dans les moments plus difficiles.

Je remercie encore vivement André Zaoui pour m'avoir fait l'honneur de présider mon jury, mais également Colette Rey et Yves Berthaud, pour avoir accepté d'être rapporteurs de ma thèse. J'adresse également mes remerciements à Roger Fougères et à Patrick Viaris de Leséno pour avoir lu attentivement ces pages.

J'exprime toute ma gratitude à Siegfried Schmauder pour avoir courageusement parcouru ce mémoire malgré la barrière de la langue. Je lui suis reconnaissant pour avoir mis à ma disposition les biphasés Ni/Ag de ce travail, ainsi que les moyens expérimentaux et numériques du MPA à Stuttgart pour une étude plus approfondie. Je remercie les directions des affaires étrangères allemande et française pour avoir soutenu cette collaboration. Je remercie également Ewa Soppa son aide active lors de cette collaboration et son bon accueil lors des séjours en Allemagne.

Je n'oublie pas non plus les personnes du laboratoire qui m'ont permis de mieux digérer mon travail de thèse. Tout d'abord je remercie René Cailleux, pour ses usinages dans des délais rapides, et Barbara Klosowicz pour son soutien informatique. Plus généralement, je remercie tous ceux et

celles qui ont rendu mon séjour au laboratoire agréable. Hormis ceux déjà cités et sans vouloir être exhaustif, je pense à Teddy, Christophe, Jean-Christophe, Véronique, Eveline, Stéphane, Thomas, Andréi, Franck, Farid, Sandrine, Nirina, Marta, Tamin, Frédéric, Lionel, Michaël, Thierry... et tous les autres membres du laboratoire.

Enfin j'aurais une pensée pour mes parents qui m'ont soutenu tout au long de mes études. Je dédie ce mémoire fruit de nombreux sacrifices communs, à Evelyne, qui m'a accompagné dans les moments difficiles.

# Introduction générale

Les avancées récentes de la recherche sur l'élaboration des matériaux ont permis l'arrivée dans le domaine industriel de nouveaux matériaux comme les alliages à mémoire de forme ou les super-alliages, présentant des propriétés remarquables. Leurs particularités sont liées à leur microstructure qui est mieux maîtrisée lors de leur élaboration. Dans certains cas, on peut même imposer cette microstructure pour privilégier certaines propriétés. Par ailleurs, les spécifications industrielles décrites dans les cahiers des charges des nouveaux produits sont plus exigeantes et pointues. Ces nouveaux produits doivent être plus performants, par exemple conserver leurs propriétés mécaniques et physico-chimiques même à hautes températures, résister à des sollicitations mécaniques importantes tout en étant plus légers ou encore présenter des formes complexes exemptes de défauts. Ces exigences sont le résultat de contraintes économiques : produire moins cher en privilégiant les gains de productivité et les innovations techniques. Cela se traduit par la mise en place de procédures d'optimisation à tous les niveaux de la création d'un produit, de sa conception à sa fabrication.

Dans le cadre plus restreint de la mécanique des matériaux, cette optimisation consiste à trouver des outils plus fins de modélisation et de simulation du comportement mécanique de tels matériaux. Grâce à ces outils qui sont utilisés dans les codes de calcul par éléments finis, les champs de contrainte et de déformation dans les pièces constituant les nouveaux produits à construire sont plus finement estimés et permettent un calcul de résistance plus juste, entraînant par exemple des dimensions plus faibles. Les modélisations utilisées sont basées sur la prise en compte de la microstructure de ces matériaux et de leurs mécanismes locaux associés. Une meilleure intégration de ces deux aspects améliore les performances de prévision du comportement mécanique. Elle est malgré tout très difficile à cause du caractère géométrique aléatoire de la microstructure et de la connaissance partielle des mécanismes locaux. Différents modèles existent, tous basés sur l'étude d'un volume élémentaire représentatif de la microstructure, limitant géométriquement le problème à résoudre. Les modélisations théoriques fournissent des résultats simples pour des comportements non linéaires complexes mais en représentant la microstructure par des formes simples. Les simulations numériques par éléments finis sont capables de modéliser précisément la microstructure par une fine discrétisation, mais elles engendrent de longs temps de calcul et nécessitent des moyens informatiques considérables dépassant les limites actuelles. La construction de tels modèles et de leurs développements futurs est impossible sans la mise en place de techniques de caractérisation de la microstructure et des différents mécanismes locaux mis en jeu.

L'arrivée de la micromécanique a permis de mettre en place un certain nombre d'outils théoriques et expérimentaux de caractérisation de la microstructure et des mécanismes locaux, et de prévision du comportement mécanique global à partir de ces informations. Des avancées importantes ont été menées sur ces deux aspects, mais restent insuffisantes face aux ambitions affichées. Les méthodes d'observation deviennent de plus en plus fines, les modèles de changement d'échelle prennent mieux en compte la microstructure avec des comportements plus compliqués (non linéaires). Cependant ces avancées restent partielles par manque d'informations expérimentales quantitatives à l'échelle locale pour éprouver les modèles de prévision. En effet, les comparaisons sur le comportement global ne sont plus suffisantes pour évaluer la pertinence d'un modèle micromécanique. Elles doivent

être accompagnées de confrontations à l'échelle locale. Ainsi le développement de méthodes d'investigation expérimentales quantitatives à l'échelle locale telles que la détermination des champs locaux de déformation ou de contrainte est nécessaire pour progresser dans cette voie.

Ce travail porte sur la microextensométrie à l'échelle locale. La connaissance du champ local de déformation dans les matériaux hétérogènes est une information utile pour l'étude des mécanismes de déformation microscopiques et d'endommagement gouvernant le comportement mécanique macroscopique. La microextensométrie donne une évaluation quantitative de ces mécanismes locaux et permet une confrontation modèle/expérience plus pertinente, nécessaire pour améliorer les modèles de prévision du comportement mécanique. Cependant, pour que ces comparaisons soient précises, les mesures de champs locaux de déformation doivent être réalisées sur des domaines suffisamment larges pour couvrir un volume élémentaire représentatif (VER) de la microstructure, de telle manière que les quantités mesurées soient statistiquement représentatives. Un nombre important de mesures locales de déformation doit être effectué. Une telle mesure est nécessairement le résultat d'une procédure rapide et automatique.

Pour un tel contexte, très peu de techniques de mesure sont développées dans la littérature. L'ancienne technique développée au Laboratoire de Mécanique des Solides décrite dans [3] est basée sur l'analyse de la déformation de microgrilles de points déposées à la surface d'un échantillon et observées avec un microscope électronique à balayage. Elle s'effectue par un traitement conventionnel semi-automatique d'analyse d'images binaires obtenues par seuillage et certaines manipulations d'images fastidieuses pour la reconstruction d'un domaine élémentaire représentatif par juxtaposition d'images. Cette technique a rapidement montré ses limites. Le temps de dépouillement d'une surface élémentaire représentative (environ une semaine) est trop important et la procédure ne peut pas être automatisée. La précision de la mesure des déplacements (un pixel) n'est pas suffisante pour étudier les champs locaux à faible déformation macroscopique (en dessous de 5 %); la procédure n'est pas non plus capable de mesurer efficacement les grandes déformations locales (au dessus de 20 %).

Les travaux de recherche de cette étude sur le thème de la microextensométrie locale appliquée à la micromécanique des matériaux hétérogènes ont consisté à améliorer cette ancienne technique. Après une revue bibliographique des nouvelles techniques, cette étude s'est finalement concrétisée par le développement d'une nouvelle procédure automatique et plus performante de mesure des champs locaux de déformation. Cette procédure de mesure a été améliorée de trois manières :

- l'utilisation d'images numériques à haute résolution (4000 × 4000 pixels),
- le recours à une technique de corrélation d'images numériques,
- la définition de plusieurs procédures de contrôle du MEB et du système de numérisation pour évaluer et maîtriser les défauts des images, et d'optimisation des paramètres d'acquisition pour améliorer la précision de mesure.

Sans ces différents développements, la précision subpixel de la technique de corrélation (qui est actuellement de l'ordre de 0,01 pixel avec des images de mouchetis obtenues avec des cameras CCD) est hors d'atteinte avec les images du MEB et le contraste local fourni par les microgrilles. L'étude a consisté dans un premier temps à la définition de la nouvelle technique de mesure à utiliser, puis à son adaptation au problème particulier de la mesure du champ local de déformation dans les matériaux hétérogènes et aux images numériques de microgrilles issues du microscope électronique à balayage. Dans un deuxième temps, on a cherché à évaluer, dans ce même contexte, la précision de cette nouvelle technique, ce qui a conduit à définir les procédures de contrôle et d'optimisation. Enfin cette procédure a été mise à l'épreuve dans plusieurs cas pratiques d'étude du comportement mécanique local de matériaux hétérogènes.

L'utilisation de cette nouvelle technique dans de nombreuses études [49, 59, 28, 58, 77, 84] a montré sa pertinence et son efficacité, engendrant des avancées dans l'étude et la compréhension

du comportement local des matériaux hétérogènes. Seules les études sur deux types de matériaux seront présentées dans ce manuscrit : les matériaux biphasés Nickel/Argent et un polycristal de zirconium.

Ce mémoire s'articule autour de deux grandes parties.

La première partie est consacrée au choix de la technique de microextensométrie locale développée, à ses particularités et à l'évaluation de ces performances.

- Dans un premier chapitre, le contexte de cette étude est détaillé, rappelant les motivations et les enjeux de cette recherche. Les spécifications que la technique de mesure recherchée doit remplir sont ensuite définies sous la forme d'un cahier des charges. Au regard de ces exigences, une revue bibliographique des différentes techniques de mesure de champ local de déformation est présentée, mettant en exergue les avantages et les inconvénients de chacune. Dans ce contexte, les techniques de corrélation apparaissent comme les plus performantes et sont retenues pour être adaptées à la mesure des déformations de microgrilles observées au MEB. On présente alors le détail de la procédure de mesure établie, de la fabrication des microgrilles à la procédure de calcul des déformations locales en passant par l'origine du contraste et par l'acquisition des images numériques. A l'issue de la description de ces différentes particularités, les options choisies pour le développement de cette procédure (imagerie haute résolution, grilles de lignes, et calcul des déformations par dérivation discrète) sont justifiées.

La suite du chapitre se focalise sur la présentation de la technique de corrélation d'images numériques retenue pour effectuer l'appariement des points homologues. Cette technique est le cœur de la procédure de mesure et sa précision en fixe les performances. Les particularités et les notions théoriques associées à cette technique sont expliquées. Les adaptations aux images numériques des microgrilles et les développements effectués pour rendre cette technique plus performante sont présentés. Ce chapitre se termine par les développements informatiques que son implantation a nécessités.

- Le second chapitre se focalise sur la vérification des performances de la technique de mesure en accord avec les spécifications du cahier des charges. Elle passe par l'évaluation de sa précision de mesure. Celle-ci est déterminée d'une part par comparaison des champs de déplacements mesurés et imposés pour une translation de corps rigide en étudiant à la fois des images simulées et réelles. D'autre part, la pertinence de l'approximation de la transformation matérielle responsable de la déformation est discutée en comparant les résultats pour une translation et une rotation de corps rigide. La comparaison entre les situations réelles et simulées a mis en évidence l'existence de distorsions d'images et un choix non optimal des paramètres d'acquisition.

Une procédure de contrôle des défauts géométriques est établie permettant de les mettre en évidence et de les quantifier. Ces défauts géométriques ont pour origine les aberrations du pilotage du système de numérisation, les variations de grandissement et les dérives du faisceau du microscope électronique à balayage en fonction du temps. La modélisation des défauts du premier ordre, c'est-à-dire les défauts de la carte de numérisation entraînant une déformation apparente homogène sur l'image et ceux relatifs aux variations de grandissement est présentée. Elle est suivie de leur identification et de l'implantation de leur correction dans la procédure de mesure. On présente pour évaluer la pertinence d'une telle correction les gains en précision sur un cas réel. Ceux-ci permettent une évaluation plus précise de la déformation moyenne sur la zone analysée. L'influence des paramètres d'acquisition des images sur la précision de mesure est étudiée à la suite en se focalisant sur les deux principaux paramètres qui sont le niveau de bruit de fond et la taille de la sonde. Ces phénomènes sont mis en évidence sur des images simulées et leur répercussion sur la précision de mesure locale est quantifiée.

La recherche d'une meilleure précision se termine par l'étude de l'influence de la forme du motif de la grille. On montre que la modification de la forme du motif permet d'améliorer



la précision de la mesure locale. Plusieurs motifs simples sont étudiés, qui permettent de conclure que la forme en cercle donne la meilleure précision. Cette conclusion est expliquée en s'appuyant sur la notion d'information subpixel. La définition d'un motif optimal est proposée.

- Enfin, cette première partie se termine par les grandes lignes d'une démarche de choix de l'ensemble des paramètres entrant dans la procédure de mesure du champ local de déformation. Elle a pour objectif de guider le choix de ces paramètres en vue de le rendre optimal pour une situation donnée. Cette démarche est guidée par un souci de simplification de la procédure de mesure qui devient très lourde si l'on recherche la précision maximale. Un classement de l'influence de chaque paramètre sur la valeur de la précision est donné pour justifier les quelques règles énoncées.

La deuxième partie de ce mémoire présente deux applications de la technique de mesure pour l'étude micromécanique de matériaux hétérogènes. On montre, à travers ce développement, comment les potentialités de cette nouvelle procédure permettent de mieux étudier le phénomène de bandes de localisation dans les matériaux hétérogènes. Une procédure de caractérisation quantitative de ces bandes est proposée. L'explication de l'origine de ces bandes et de leur apparition est discutée à partir de la mesure des hétérogénéités de déformation et de la connaissance des caractéristiques de la microstructure. Cette même démarche est menée sur deux matériaux présentant des hétérogénéités de comportement microstructurales de nature différente.

- Le premier chapitre est consacré à l'étude de biphasés Nickel/Argent. La caractérisation de leur microstructure est suivie de la mise en évidence du phénomène de bandes pour des essais mécaniques *in situ* de compression. En plus de la problématique générale de cette partie, l'influence du relief sur la mesure des composantes planes de déformation est discutée grâce à la mesure expérimentale du relief par microscopie confocale laser et microscopie à force atomique. L'hypothèse de non prise en compte du relief est vérifiée pour les faibles déformations (inférieures à 10 %). On montre que l'origine des bandes est liée à la microstructure à l'aide des cartes de déformation expérimentales. Elle est confirmée par l'analyse des cartes obtenues par simulations par éléments finis.
- Le second chapitre s'intéresse à un polycristal de zirconium. Sa caractérisation morphologique s'est basée sur la mesure de la texture locale par un dispositif d'EBSF automatique sur une surface d'environ  $0,1\text{mm}^2$ . La mise en évidence des bandes de localisation s'est effectuée pour un essai mécanique *in situ* de traction. De la même façon, la caractérisation des bandes a été entreprise. Une corrélation avec la microstructure, plus particulièrement la forme des grains et l'orientation cristalline, est moins nettement mise en évidence. Un critère de prévision de ces bandes est proposé et guide la réflexion sur l'origine de ces bandes dans ce type de matériau.

## **Première partie**

# **Microextensométrie par technique de corrélation**



## Chapitre 1

# La technique de mesure

### 1.1 Contexte et positionnement du problème

#### 1.1.1 Contexte de l'étude

Le contexte de cette étude est celui de la micromécanique des matériaux hétérogènes. La connaissance du champ local de déformation dans ce type de matériaux est une information utile pour l'investigation des mécanismes microscopiques de déformation (voir figures 1.1 à 1.3) et d'endommagement (voir figures 1.4 et 1.5) gouvernant le comportement mécanique macroscopique. La microscopie électronique à balayage couplée à des essais mécaniques *in situ*, pour des échantillons marqués de microgrilles adaptées, s'est révélée être un outil puissant pour l'investigation qualitative de ces mécanismes [22].

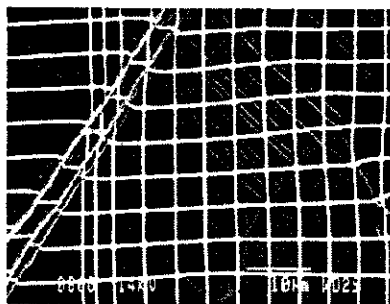


FIG. 1.1 - *Plan de glissement*

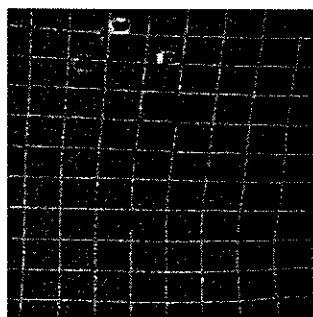


FIG. 1.2 - *Hétérogénéités de déformation*

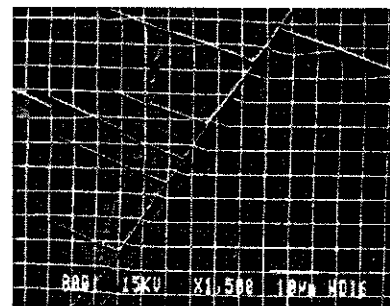


FIG. 1.3 - *Maclé*

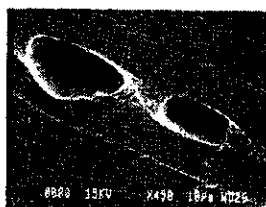


FIG. 1.4 - *Microcavité d'endommagement*

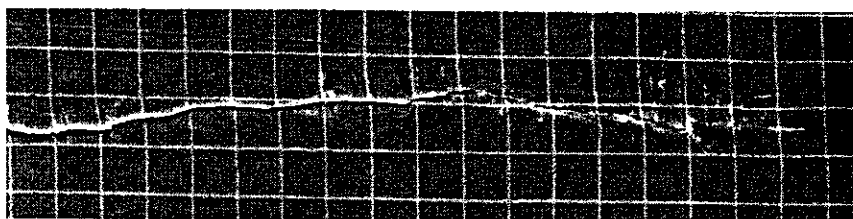


FIG. 1.5 - *Fissure*

Depuis le début des années 1990, l'analyse des déformations de microgrilles entre deux états de déformation par traitement d'images donne accès à une évaluation quantitative de ces mécanismes

locaux [2, 3, 14, 79, 107, 70]. Elle rend possible la détermination de critères physiques locaux pour l'activation de ces mécanismes [57], comme la nucléation d'endommagement, l'apparition de bandes de cisaillement ou de décohesion. Elle permet également la confrontation quantitative entre grandeurs locales mesurées telles que les moyennes de déformation par phase ou les fonctions de distribution de déformations locales [20] et leurs contreparties calculées à partir des modèles micromécaniques basés sur des calculs par éléments finis [52, 114] ou des théories d'homogénéisation par champ moyen [21]. Ces comparaisons locales sont plus discriminantes que celles restreintes au comportement global contrainte/déformation : un modèle micromécanique doit être pertinent à la fois aux échelles locale et globale, spécialement pour les matériaux dont le comportement global est influencé par les événements locaux comme l'endommagement et la plasticité ou par l'évolution de la microstructure contrôlée par l'état local. Pour que ces comparaisons soient pertinentes, il faut que les mesures de champs locaux soient réalisées sur des domaines suffisamment larges pour couvrir un volume élémentaire représentatif (VER) de la microstructure, de telle manière que les quantités soient statistiquement représentatives. La représentation du champ local de déformation sous forme de cartes permet une analyse spatiale des phénomènes. En particulier, la corrélation avec la microstructure du matériau étudié est possible et son influence sur le comportement mécanique moyen peut être mis en évidence. Une telle analyse pour différentes microstructures fournit une démarche d'aide à l'optimisation d'une microstructure d'un matériau associé à un problème de résistance mécanique.

La méthode de mesure existante développée au LMS [21, 3] se fonde sur des techniques d'analyse d'images. Elle consiste à mesurer les déplacements de repères, ici des points d'or déposés à la surface du matériau par microélectrolithographie, entre deux états de déformation. Pour cela, à chaque état, une image numérique en niveaux de gris (codage sur 6 bits) est enregistrée par un système de numérisation associé au microscope électronique à balayage (MEB). Par seuillage et par d'autres opérations de traitement d'images (érosion et dilatation), les coordonnées de chaque point sont déterminées au pixel près dans le repère de l'image. A partir de ces données, les déformations locales sont calculées en utilisant une procédure numérique de dérivation discrète.

L'utilisation de cette première méthode aux applications micromécaniques a mis en évidence ses limites. Tout d'abord, la procédure n'est pas automatique : elle requiert une intervention humaine pour le contrôle et la correction, car, après seuillage, il peut subsister des points aberrants qu'il faut détecter et corriger manuellement. Ensuite, les valeurs de déformation sont calculées à partir des positions des repères déterminées au pixel près. La précision que l'on peut atteindre est tributaire de cette hypothèse et, avec une telle mesure, on ne peut pas objectivement mesurer les mécanismes locaux pour des déformations macroscopiques inférieures à 5 %. Enfin, la faible résolution des images numériques employées ( $512 \times 512$  pixels) ne permet pas d'acquérir en une seule fois avec une résolution suffisante une zone représentative du phénomène étudié. Il est nécessaire d'effectuer plusieurs manipulations d'images fastidieuses de reconstruction du domaine représentatif par juxtaposition d'images qui rendent le temps de dépouillement très important, plus d'une semaine pour un essai classique.

C'est pourquoi nous avons recherché une nouvelle technique de mesure du champ local de déformation qui s'adapte à ce contexte et permette d'améliorer ce que nous appellerons *l'ancienne technique* de mesure.

Encore aujourd'hui, à cause des limites technologiques des appareils d'investigation sur un volume de matière comme les moyens de la tomographie à rayons X [25], la caractérisation de la microstructure d'un matériau hétérogène ne peut s'effectuer qu'à partir de l'étude d'une coupe. La technique de mesure s'est adaptée à cette situation. Notons d'emblée que ces mesures sont effectuées à la surface d'un échantillon et que leur représentativité vis-à-vis des phénomènes à cœur est pour l'essentiel une hypothèse. Cette hypothèse est couramment admise en expérimentation micromécanique et sa validité ne sera pas discutée.

Remarquons également que l'ancienne technique de mesure donne une détermination plane dans le plan de projection de l'image numérique. Elle n'intègre pas dans ses mesures les variations éventuelles de relief. On suppose dans tous les développements de cette étude que l'influence du relief est négligeable et que la mesure plane est suffisante pour une détermination correcte. La validité de cette hypothèse est discutée dans la deuxième partie au chapitre 2 sur un exemple d'application. Cette hypothèse est raisonnable puisqu'on s'intéresse plus particulièrement à la mesure des faibles niveaux de déformation (inférieures à 1 %), pour lesquelles le relief est faible.

Nos applications portent principalement sur les matériaux métalliques multiphasés ou les polycristaux. A l'échelle des mécanismes locaux de déformation agissant dans ces matériaux, le moyen d'observation le plus approprié est le microscope électronique à balayage. Les essais mécaniques ont lieu *in situ* dans la chambre du microscope. Plusieurs micromachines d'essais sont disponibles pour solliciter le matériau sous divers chargements comme la traction, la compression, la torsion ou des modes combinés, et en température jusqu'à 800 degrés Celsius. Une observation sous charge du matériau et des phénomènes est alors possible. C'est dans ce contexte particulier que la nouvelle technique de mesure doit être opérationnelle.

### 1.1.2 Spécifications de la mesure

Pour ces investigations micromécaniques, on définit classiquement deux échelles.

- La première est l'échelle **microscopique ou locale**. Elle correspond à la longueur d'onde des fluctuations des mécanismes locaux.
- La seconde est l'échelle **macroscopique ou globale**. Elle est définie par la taille caractéristique de la surface élémentaire représentative de l'ensemble des mécanismes locaux. Généralement cette dimension est évaluée à partir des caractéristiques de la microstructure (morphologie, comportement mécanique des phases, orientation cristalline...) que l'on suppose responsables de l'apparition des mécanismes locaux. Pour les matériaux à microstructure aléatoire, la détermination de cette taille n'est pas facile. Par exemple, l'étude de la représentativité statistique de la morphologie microstructurale à l'ordre 2 par l'utilisation du covariogramme [21] donne une estimation minimale de cette taille. Une investigation complète sur une telle zone fournit en moyenne le comportement macroscopique.

Pour les applications de cette étude, la taille caractéristique des mécanismes locaux est de l'ordre de **quelques micromètres**, alors que la taille de la zone élémentaire représentative à analyser est de l'ordre du **millimètre**. Par exemple, dans un polycristal dont la taille des grains est de l'ordre de  $50\mu m$  [27], l'échelle locale doit être de  $5\mu m$  si on veut obtenir l'hétérogénéité de déformation dans les grains et la taille du domaine représentatif de la texture cristallographique doit être millimétrique.

Ainsi, pour effectuer la détermination du champ local de déformation, nous devons disposer d'une technique capable de mesurer précisément à l'échelle locale tout en garantissant la représentation statistique de la mesure par une investigation sur une zone de taille suffisante. Remarquons qu'il existe un rapport de 100, voire plus entre les deux échelles du problème. Ceci suppose de disposer d'une technique automatique et rapide capable de réaliser un grand nombre de mesure (environ 40 000 évaluations pour  $1mm^2$ ). De plus, étant donné le nombre important de mesures, cette technique doit être fiable, c'est-à-dire être capable de détecter les mesures fausses, de s'en affranchir et de poursuivre l'investigation sans erreur.

L'objectif visé est la mesure des faibles déformations, inférieures au pour cent localement, pour être capable d'observer les mécanismes locaux de déformation au tout début de leur entrée en activité. Dans ces conditions, la plus petite valeur de déformation locale mesurée doit être égale à 0,1 %. Ceci implique, par exemple pour les biphasés étudiés ici, dont la taille caractéristique de l'échelle locale s'élève à  $10\mu m$ , d'être capable de mesurer au mieux les déplacements de grilles au centième de micromètre.

### 1.1.3 Revue des techniques existantes

Pour améliorer les performances de la mesure du champ local de déformation de la méthode ancienne, il faut trouver une nouvelle technique capable de mesurer plus précisément sur une surface plus importante de manière automatique et rapide. De plus elle doit être compatible avec les applications micromécaniques que l'on a définies dans le contexte, et qui utilisent le MEB comme moyen d'observation. On rappelle que ce dispositif est le mieux adapté aux échelles d'investigation considérées.

Depuis une vingtaine d'années, les techniques de mesure de champ de déformation se sont développées avec les besoins naissants de mesure d'hétérogénéités de déformation dans les structures. Les techniques anciennes d'extensométrie, essentiellement les jauges de déformation, fournissent uniquement une mesure en un point et ne permettent pas la détermination d'un champ à l'échelle de la structure sans la disposition d'une multitude de capteurs de mesure. Les nouvelles méthodes ont permis d'étudier la répartition des déformations en fonction de la géométrie des pièces et de guider la conception de leur forme, la rendant par exemple plus optimale en terme d'épaisseur. Les champs locaux expérimentaux déterminés par ces méthodes ont servi de base pour valider les simulations numériques de prévision, telles que les calculs par éléments finis. Le fait que ces techniques reposent sur le principe d'une mesure sans contact avec l'échantillon observé a également motivé leurs développements. L'absence de contact permet d'éviter les interactions mécaniques de l'appareil de mesure sur la pièce, pouvant modifier sa réponse, en particulier pour les matériaux souples. Plus tardivement, ces techniques ont été développées d'une part à une échelle plus fine que celle de la structure (quelques dizaines de centimètres) pour l'étude du comportement mécanique de matériaux hétérogènes comme les bétons et les composites à fibres, d'autre part pour l'étude de la répartition de la déformation lors de la mise en forme par emboutissage. Plus récemment, avec l'amélioration des performances des simulations numériques et le raffinement des lois de comportement, de nouvelles techniques sont apparues destinées à l'étude microscopique du comportement des matériaux métalliques. On peut citer en particulier les études sur les mécanismes de fissuration.

C'est pourquoi on rencontre dans la littérature beaucoup de techniques différentes qui ont été conçues pour des applications bien spécifiques. Elles utilisent des moyens d'investigation différents (laser, lumière blanche, caméra, microscope optique...) et leur mesure s'appuie sur des principes physiques variés (interférométrie, imagerie optique...). On dispose de techniques présentant des performances diverses, particulièrement sur le plan de la précision de la mesure locale et la taille de la zone analysée.

On peut classer l'ensemble de ces techniques en quatre grandes classes :

- la photoélasticité
- les techniques de moiré
- les méthodes d'interférométrie holographique
- les méthodes d'analyse d'image.

#### La photoélasticité

La photoélasticité, appelée encore photoélasticimétrie, se base sur les propriétés optiques de biréfringence de certains matériaux transparents comme les résines époxy ou le polyméthylméthacrylate (PMMA). Lorsqu'une pièce constituée de ces matériaux est soumise à une charge, il apparaît des franges qui témoignent de la répartition de la déformation dans cette structure. L'analyse de ces franges grâce à un polariscope fournit pour le domaine élastique le champ local de contrainte et de déformation et renseigne donc des hétérogénéités de déformation. Plusieurs traitements sont utilisés, comme l'analyse spectrale, la méthode de changement de phase, ou le recours aux transformées

de Fourier [99, 136, 98]. Les mesures sont précises et autorisent une reconnaissance des franges avec une précision de l'ordre de  $\pm 0,005$  frange. Les procédures sont maintenant automatisées, utilisant des polariscopes motorisés, une acquisition des clichés par caméra CCD et un dépouillement numérique de 1000 à 5000 points. Les faibles résolutions des caméras utilisées,  $512 \times 512$  pixels [60] et plus récemment  $640 \times 400$  pixels [13] permettent une définition limitée des franges, 0,1 frange par pixel. Habituellement les mesures sont réalisées pour des éprouvettes planes sollicitées en contraintes planes. Des développements particuliers ont été imaginés pour une mesure tridimensionnelle sur des géométries plus complexes [136, 97]. Comme la mesure est liée aux matériaux photoélastiques, elle n'est possible qu'en leur présence. A cause de cette restriction, cette technique de mesure est uniquement utilisée sur des modèles réalisés en résine ou des pièces recouvertes d'un film photoélastique, pour étudier la répartition de la déformation dans les structures, engendrée par les variations de géométrie. Les échelles balayées s'échelonnent du centimètre à plusieurs dizaines de centimètres. Les applications concernent l'étude de pièces industrielles d'automobiles ou d'aviation (dent d'un disque de turbine, train d'atterrissage) [95, 98] ou l'analyse de l'état de déformation pour une plaque trouée ou entaillée [13, 60].

### Les méthodes de moiré

Les méthodes de moiré [41, 106, 102, 62, 44] analysent les interférences entre un réseau régulier de lignes parallèles et un autre réseau de pas comparable mais déformé. Le premier réseau sert de référence et le second est une grille de lignes déposée à la surface d'un échantillon. Les franges obtenues sont les lignes d'isovaleurs de la composante perpendiculaire aux lignes du réseau de référence du déplacement du réseau déformé. Le réseau de référence peut être une grille semblable à celle sur l'échantillon. Un dispositif optique particulier, l'interféromètre moiré [75, 85] commercialisé par quelques sociétés, est alors nécessaire pour l'observation simultanée des deux réseaux et la visualisation des franges. Le réseau de référence peut également être le réseau d'échantillonnage d'une image numérique obtenue avec une caméra CCD [67] ou par un pilotage particulier avec le MEB [74]. Il n'a pas alors de représentation physique. Dans ces deux cas, la technique est appelée moiré géométrique. En optique, pour éviter les phénomènes parasites de diffraction résultant d'un pas trop fin, le réseau de référence est remplacé par deux faisceaux de lumière cohérente [92] et un motif de franges similaire est obtenu. Cette variante s'appelle alors moiré interférométrique. Les performances de ces techniques sont étroitement liées au pas du réseau déposé sur l'échantillon. Avec les moyens classiques de lithographie, on obtient 1000 à 1200 lignes par millimètre. La précision des déplacements est alors limitée à  $1\mu m$ . Deux études récentes ont montré que ces limites pouvaient encore être repoussées. La première [61] utilise les derniers développements de la lithographie optique. Une grille de 4800 lignes pour un millimètre est réalisée permettant de mesurer le déplacement avec une précision de  $0,2\mu m$ . L'analyse micromécanique des déformations locales dans les grains (taille moyenne  $150\mu m$ ) d'un polycristal d'alliage  $\beta$  de titane sur une zone de  $600\mu m \times 700\mu m$  est rendue possible pour des déformations de l'ordre de 5 %. La seconde [74] a montré qu'avec les moyens actuels de la microélectrolithographie une résolution de 10000 lignes par millimètre est réalisable sur un échantillon de verre. Ces valeurs extrêmes sont au prix d'une faible surface d'observation, inférieure au millimètre carré. Plus classiquement, les zones observées sont variables, de quelques millimètres à plusieurs centimètres carrés. Des systèmes d'analyse automatique des franges d'interférence ont été mis au point pour mesurer les déplacements sur de grands domaines. Comme les échelles d'investigation sont fines, les applications concernent l'étude du comportement des matériaux comme l'étude du délaminage dans les composites à fibres de carbone [75] ou de la propagation d'une fissure dans un bimatériau aluminium/époxy [92].



### Les méthodes d'interférométrie holographique

Les méthodes d'interférométrie holographique [29, 117, 11] et les méthodes de moiré sont des techniques voisines. Elles reposent sur le même principe optique, la formation de franges d'interférence. Elles se distinguent par la manière dont ces franges sont créées. Pour les méthodes d'interférométrie holographique, elles apparaissent à la surface d'un échantillon légèrement rugueux éclairée par deux faisceaux de lumière cohérente d'orientations différentes par rapport à la normale à la surface. Habituellement les faisceaux sont issus d'un même laser par séparation avec une lentille semi-réfléchissante et les angles d'incidence de ces deux faisceaux sont opposés. L'évolution de l'interférogramme donne accès aux déplacements dans le plan d'observation. L'ajout d'un troisième faisceau permet d'accéder à la composante hors-plan. Ces méthodes se divisent en deux variantes en distinguant le moyen d'acquisition. Lorsque les franges d'interférométrie sont visualisées sur une plaque holographique, la technique est appelée interférométrie holographique [126]. Plus récemment, on utilise une caméra CCD, et son nom est devenu TV holographie ou ESPI (Electronic Speckle Pattern Interferometry). Dans ce cas, les résolutions employées sont  $728 \times 574$  ou  $1024 \times 1024$  pixels. Aujourd'hui, l'analyse des franges est automatique habituellement en traitant la phase ou en utilisant les transformées de Fourier rapides (FFT). La précision de mesure des déplacements est de l'ordre de  $0,25 \mu m$ . La taille de la zone observée varie de quelques centimètres carrés à  $1$  ou  $2 m^2$ . Dans ces cas extrêmes, l'utilisation d'un laser plus puissant est nécessaire. Le faisceau n'est plus distribué de manière continue mais par impulsions. Ces méthodes se destinent principalement à l'étude de structures, qui peuvent être de taille importante pour les besoins du secteur industriel de l'automobile ou de l'aéronautique [31], ou à l'étude de quelques matériaux hétérogènes comme les bétons, où l'échelle d'investigation locale est millimétrique [72].

### Les méthodes d'analyse d'image

Les méthodes d'analyse d'image, comme leur nom l'indique, sont basées sur l'analyse d'une paire d'images représentant les états initial et déformé. Le champ de déplacement entre ces deux séquences est déterminé discrètement en évaluant le mouvement d'un certain nombre de repères répartis sur la surface observée. Ils sont représentés par un contraste important dans chaque image. On obtient uniquement les composantes planes du champ de déplacement. L'utilisation de la stéréoscopie permet en plus la détermination de la composante hors-plan. Il est alors nécessaire d'acquérir pour chaque séquence deux images prises selon deux incidences différentes. La déformation est évaluée à partir des variations spatiales du déplacement. Différentes géométries de repères sont utilisées : des motifs ordonnés comme des grilles de lignes, ou des motifs aléatoires. L'observation des repères s'effectue avec divers moyens, de la caméra CCD jusqu'au microscope électronique à balayage en passant par le microscope optique. Les moyens et la réalisation du marquage sont adaptés à la taille de l'échelle locale. Ainsi ces techniques sont applicables à n'importe quelle échelle à partir de l'instant où l'on dispose du système d'observation et du marquage adaptés. De nos jours, les développements de ces techniques reposent sur les potentialités de l'imagerie numérique. La détermination du déplacement des repères consiste à trouver la position d'un même repère dans chaque image en utilisant ses niveaux de gris représentatifs. Le traitement peut être simple en raisonnant sur chaque image de manière séparée comme le seuillage, ou plus compliqué en liant les niveaux de gris des deux images comme les techniques de corrélation. Plusieurs méthodes existent dans la littérature. Etant donné leur principe, plus la variante est sophistiquée et plus le temps de mesure est important. Il reste malgré tout compatible avec les puissances actuelles des moyens informatiques. La précision sur la mesure des déplacements varie selon la technique employée d'un pixel à quelques fractions de pixels. Cependant pour ces techniques, la précision sur la valeur de la déformation n'a pas vraiment de limite. Tout dépend de la résolution choisie pour représenter le repère dans l'image numérique.

## Conclusion

Parmi ces techniques, la photoélasticité et les méthodes d'interférométrie holographique ne sont pas applicables dans notre contexte. Leur échelle d'investigation locale de l'ordre du millimètre est trop grossière. De plus, la photoélasticité nécessite de déposer à la surface des échantillons un film photoélastique et les méthodes d'interférométrie holographique utilisent des matériels optiques et un laser. De tels dispositifs sont incompatibles avec une observation de la microstructure au cours de l'essai mécanique. Les deux autres techniques peuvent être utilisées avec le MEB. Pour les méthodes de moiré, le réseau régulier est décrit par le système numérique d'acquisition des images et celui déformé est engendré par une grille de lignes déposée à la surface de l'échantillon et visible par le MEB, comme celle que l'on utilise déjà pour l'analyse qualitative. Cependant, la technique de microélectrolithographie ne permet pas pour les matériaux étudiés d'obtenir une épaisseur de ligne inférieure à  $0,2\mu\text{m}$ . Le nombre de lignes par millimètre n'est pas suffisant pour atteindre la précision nécessaire pour nos applications. L'utilisation de systèmes particuliers développés pour l'électronique permettrait d'outrepasser cette limite, mais leur coût est hors d'atteinte actuellement. Par conséquent, on rejette également cette technique. Elle demeure malgré tout une technique d'investigation qualitative en temps réel des hétérogénéités de déformation [39] pour les applications au MEB à faible grandissement.

Les méthodes d'analyse d'image sont les techniques les plus appropriées à la mesure des déformations locales couplée à une observation au microscope électronique à balayage. Remarquons que l'ancienne technique de mesure développée au LMS fait partie de ces méthodes. La problématique consiste alors à trouver la variante qui permettra d'améliorer la précision de mesure. Pour cela, on se propose d'étudier plus en détail les différentes techniques d'analyse d'images.

### 1.1.4 Inventaire des méthodes d'analyse d'image

On en distingue trois types que l'on classe par ordre croissant de complexité :

- les méthodes de grilles
- les méthodes de corrélation
- les méthodes de flux optique.

#### Méthodes de grilles

Ces techniques utilisent un certain nombre de repères disposés régulièrement que l'on appelle grille. Leur principe consiste à suivre le déplacement de ces repères entre les configurations avant et après déformation par un traitement d'image simple comme le seuillage.

Ces repères artificiels sont déposés à la surface de l'échantillon. Cet ensemble de repères est constitué de motifs identiques répartis régulièrement sur toute la surface à analyser. Ils forment une grille régulière. Le suivi de ces repères est plus facile pour des motifs simples. On rencontre des grilles de lignes, de points ou de lignes cerclées (voir figure 1.6). Ces différents motifs de grilles sont liés aux différentes techniques de marquage [93, 64, 3, 65, 16] qui ont été développées pour créer à la surface de l'éprouvette ce contraste nécessaire. On distingue en particulier :

- les techniques de peinture
- les techniques de dépôts métalliques
- les méthodes de gravage mécanique
- les méthodes de gravage chimique

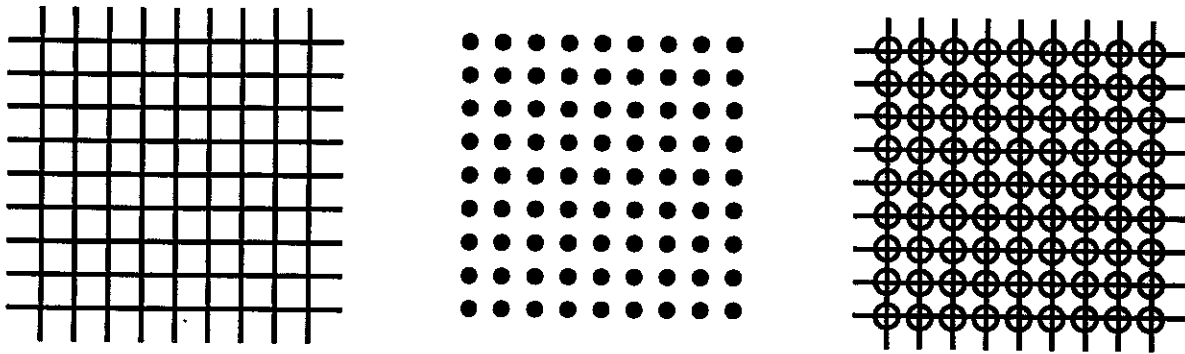
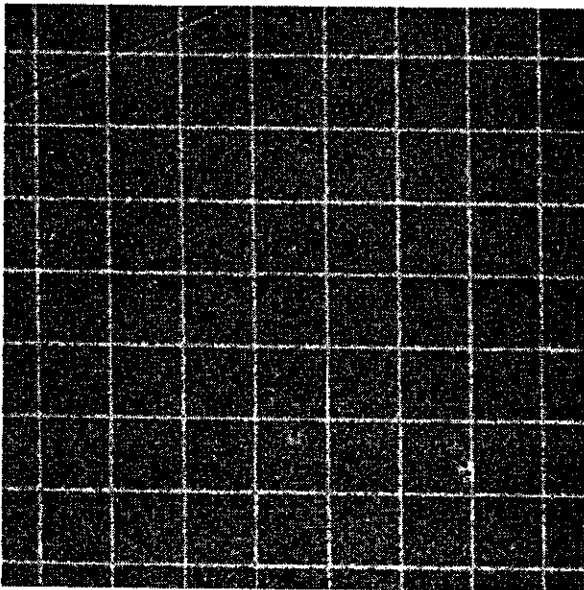
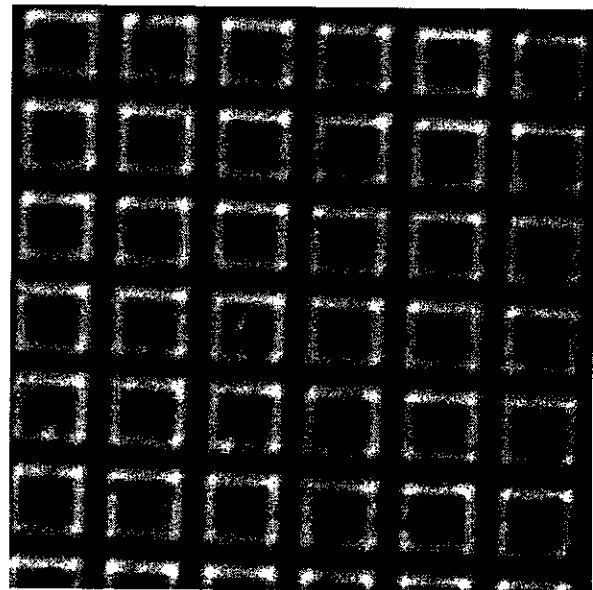


FIG. 1.6 – Différents motifs de grilles

FIG. 1.7 – Grille par microélectrolithographie, pas  $5\mu\text{m}$ FIG. 1.8 – Grille par attaque chimique, pas  $5\mu\text{m}$ 

Les figures 1.7 et 1.8 montrent respectivement une grille réalisée par microélectrolithographie et une autre obtenue par gravage chimique. Le choix du moyen de marquage est bien sûr à mettre en relation avec le système d'observation utilisé. Il doit fournir un contraste suffisant détectable par le système d'observation. Ainsi, un moyen de marquage visible à l'oeil nu ne l'est pas forcément avec le microscope électronique à balayage. Par exemple, les techniques de dépôt par peinture ne sont pas compatibles avec le MEB, car elles ne sont pas conductrices. De plus il faut adapter ce marquage aux types de sollicitations que doit subir l'échantillon. En particulier pour des essais thermomécaniques, comme il s'en développe de plus en plus actuellement [65, 51], il faut choisir un marquage qui ne disparaît pas sous l'action de la chaleur. Un gravage mécanique ou chimique est alors plus résistant. Les techniques de microélectrolithographie et de marquage par attaque chimique sont les plus faciles à mettre en œuvre pour les petites échelles et les mieux adaptées pour une observation au MEB.

Le suivi des repères entre les deux configurations avant et après déformation consiste à mesurer leurs positions dans ces deux situations. Il a été initialement réalisé manuellement avec une règle graduée puis sur des tables micrométriques à partir de photographies. Maintenant avec les moyens de l'imagerie numérique, les deux séquences sont numérisées en niveaux de gris et leur analyse s'effectue grâce à un traitement d'images. La première solution consiste en une analyse d'images

binaires par seuillage et opérations morphologiques [55]. En effet chaque repère se distingue par un niveau de gris différent de celui du matériau. Il est alors facile, en fixant un seuil sur les niveaux de gris d'isoler, les pixels des repères et de trouver leur position au pixel près. Au préalable, quelques opérations d'érosion et de dilatation [34] sont nécessaires pour éliminer les pixels parasites isolés. A partir des pixels du motif détecté, son centre est déterminé et sa position en pixels donne les coordonnées du motif dans l'image numérique. Cette méthode s'utilise préférentiellement avec des motifs de grilles simples comme les points dont le centre est facilement identifiable. La procédure est semi-automatique car elle nécessite une supervision humaine pour éliminer les détections erronées à cause de pixels parasites non éliminés. Les déformations locales sont déterminées ensuite par calcul à partir des coordonnées des repères dans les deux images (voir figure 1.9). Cette opération

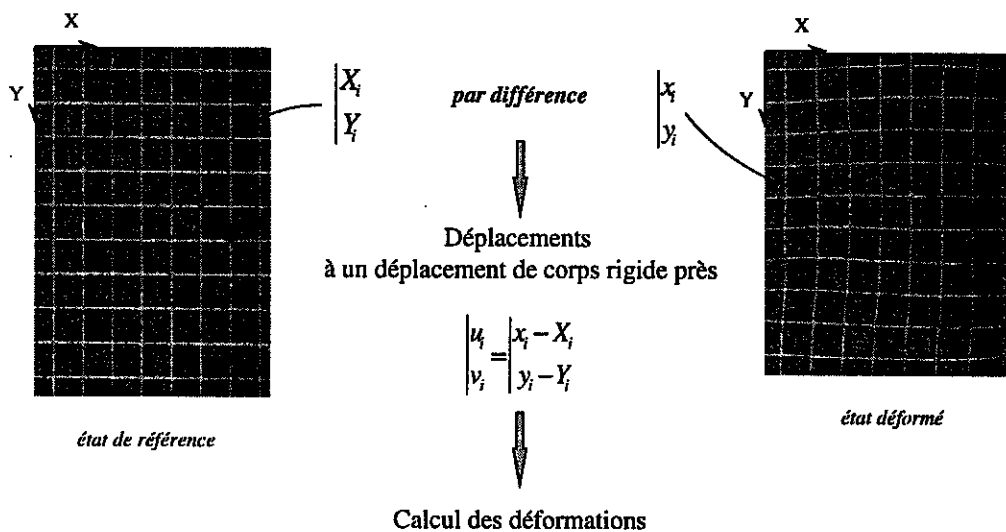


FIG. 1.9 – Principe du calcul des déformations

revient à effectuer une dérivation discrète connaissant le champ de déplacement par différence des coordonnées entre les deux situations. On peut noter les premières applications en micromécanique [7, 23, 56]. D'autres variantes plus sophistiquées [50, 110, 112, 111, 6] sont ensuite apparues associant au traitement de base une interpolation pour améliorer la précision de mesure (algorithme du centroïde). Elles nécessitent des traitements numériques plus lourds mais largement compatibles avec les moyens informatiques actuels. La taille des surfaces analysées est limitée et pas plus de 100 repères sont enregistrés simultanément. Pour réaliser une mesure sur une zone plus importante, 1000 repères pour la référence [6], plusieurs vues sont nécessaires et des opérations de juxtaposition des images doivent être effectuées.

Par la simplicité de leur développement et de leur utilisation, ces techniques ont été beaucoup utilisées à toutes les échelles et avec de nombreux moyens d'observation, de l'évaluation macroscopique manuelle pour l'emboutissage de tôles minces à la mesure microscopique semi-automatique au MEB. On trouve encore aujourd'hui bon nombre d'études utilisant ces techniques comme la mesure

du champ local de déformations en pointe d'une fissure [124, 135, 133] dans divers matériaux.

Malgré leurs développements, ces techniques les plus anciennes tombent peu à peu en désuétude à cause de leur manque de fiabilité pour une utilisation automatique et de leur imprécision trop importante face aux exigences actuelles. De plus la mesure locale est limitée par le pas des grilles qui ne permet pas une évaluation des déformations sur une dimension plus faible.

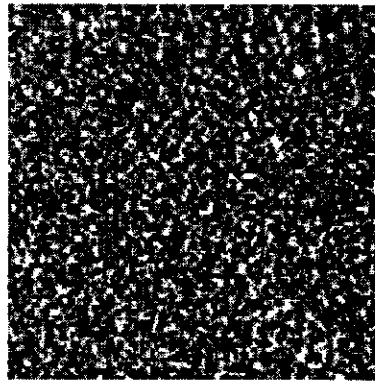
Remarquons enfin que cette technique se complique lorsque le matériau est un biphasé présentant des contrastes différents. Le niveau de gris des repères dans chaque phase n'est plus identique, ce qui nécessite l'utilisation d'un double seuillage.

### Méthodes de corrélation

Les méthodes de corrélation sont plus récentes que les techniques de grilles. Pourtant leur application à la mécanique des matériaux sont plus nombreuses et leur utilisation est en pleine expansion. Notons en particulier les études du champ local de déformation en pointe de fissure [54, 30, 78, 63, 43, 121, 86] pour divers matériaux, les mesures de déformation à haute température [91, 82] et les investigations sur l'apparition des mécanismes d'endommagement dans les matériaux composites comme les alliages d'aluminium cellulaires [10] ou les mousses polyuréthane [137], les composites à fibres [71, 37] ou les bétons [35]. Ces méthodes ont atteint un niveau de développement important et actuellement les améliorations sont rares excepté les développements concernant le passage d'une mesure plane à une évaluation tridimensionnelle incluant la prise en compte du relief [73, 81, 96].

La plupart des applications se résument à des études macroscopiques sur des éprouvettes d'essais mécaniques. L'échelle microscopique est de l'ordre du millimètre alors que la zone analysée a une taille centimétrique. Le système d'observation utilisé est une caméra CCD. On trouve également quelques applications utilisant les microscopes optique et électronique à balayage pour des observations plus fines [125, 70, 91]. Ceci prouve que cette technique est adaptable à différentes échelles d'observation. Soulignons une étude originale à l'échelle nanométrique utilisant le microscope à effet tunnel [127, 128, 129, 80].

Le principe de cette technique consiste à comparer deux images. Cette comparaison nécessite l'existence d'un grand nombre de détails locaux à la surface de l'éprouvette à analyser. Pour cela, on utilise un motif aléatoire que l'on appelle mouchetis (ou speckle en anglais). Il fournit un contraste qui est utilisé ensuite pour la corrélation. Ce type de repères peut exister naturellement à la surface d'un échantillon. Remarquons d'emblée que de telles situations sont rares, particulièrement pour les applications très locales comme celles qui concernent cette étude. A ces échelles, la majorité des matériaux ne présentent pas de contraste suffisant. On utilise plus usuellement un moyen artificiel pour créer ce contraste tel qu'un dépôt de peinture noire ou blanche par vaporisation [24] ou un dépôt de toner d'imprimante [119]. On obtient alors un motif constitué de petites taches disposées aléatoirement (voir figure 2.51). Le contraste est réparti sur toute la surface et son intensité apparaît moins marquée que dans le cas de grilles utilisées par la technique précédente. Pour effectuer la corrélation, on peut également utiliser des grilles [17, 108] qui ont alors l'avantage de ne pas occulter la microstructure du matériau observé. Ce détail pour les applications macroscopiques s'avère très utile pour les études micromécaniques sur les matériaux hétérogènes où le lien entre la microstructure et le champ de déformation peut être discuté. Ce mouchetis peut également être obtenu de manière optique par interférence d'une source lumineuse cohérente (laser ou lumière blanche) sur la surface rugueuse de l'échantillon. Les techniques utilisant ce type de mouchetis sont appelées granularité laser ou photographie speckle [83, 8, 18, 76, 32, 33]. Ce type de contraste est réservé uniquement aux applications optiques et nécessite une source lumineuse. Il a été développé avant les techniques de marquage par peinture, puisque les techniques de corrélation sont issues des recherches en optique. Pour les applications mécaniques, il tend à disparaître par souci de simplicité.

FIG. 1.10 – *mouchetis par dépôt de peinture*

La comparaison des deux images s'effectue en appariant des points homologues par maximisation d'une corrélation calculée sur un voisinage autour de ces points. Le motif aléatoire rend possible la reconnaissance des points homologues les uns par rapport aux autres. Notons que dans le cas des grilles cette reconnaissance n'est pas assurée, puisque les motifs sont identiques pour tous les points homologues. La stéréophotogrammétrie [15, 45, 54, 42, 46] est le premier développement manuel de cette technique : la corrélation est évaluée à partir de deux photographies de chaque état de déformation (initial et déformé) à l'aide de stéréocomparateurs qui analysent en terme de déplacements le faux relief engendré par la déformation. Les développements suivants [100, 122, 36, 134] associent l'imagerie numérique basée sur une caméra vidéo CCD. La recherche du maximum de la corrélation est passée d'une démarche incrémentale sur une zone de recherche dans l'image numérique à une procédure d'optimisation numérique [24, 118] augmentant la rapidité de convergence. Cette transformation s'est accompagnée de l'utilisation d'interpolations des niveaux de gris des images, de nature bilinéaire puis bicubique, permettant d'améliorer la précision de mesure. Son évaluation pour des images de caméras CCD a fait l'objet de plusieurs articles [24, 120, 113, 36, 130]. Enfin les techniques de granularité laser [18, 32, 33] utilisent les transformées de Fourier rapides (FFT) avec lesquelles la corrélation est calculée plus simplement. Notons qu'une fois les coordonnées des points homologues trouvées, la démarche est identique à celle de la technique de grille. On évalue les déplacements par différence et les déformations locales par dérivation discrète.

Ces techniques présentent des avantages intéressants.

- Par l'utilisation d'interpolations, la précision de mesure est subpixel, c'est-à-dire inférieure au pixel : on obtient pour des conditions normales un positionnement des points homologues avec une précision proche de 0,01 pixel, qui peut atteindre 0,005 pixel pour des images moyennées 20 fois [24, 113].
- La détermination des déformations est plus locale, car elle n'est pas limitée par le pas entre les points. Avec l'utilisation d'une grille à pas constant, la corrélation s'effectue sur un domaine dont la taille est inférieure au pas. Soulignons que la déformation est supposée homogène sur ce domaine, dont la taille est plus grande que la dimension caractéristique des motifs aléatoires imprimés, 0,1 mm avec les méthodes optiques. Cette restriction peu importante pour les applications macroscopiques est pénalisante pour les études micromécaniques où les mécanismes de déformation peuvent être très locaux.
- Cette démarche de mesure se décline en une procédure automatique dont le temps de dépouillement est court : quelques minutes pour une centaine de points analysés avec des images optiques.
- Enfin cette technique est présentée pour une mesure plane. Elle peut également être adaptée pour une mesure tridimensionnelle [73, 81, 96] dans le cas où un relief existe initialement ou

apparaît avec la déformation.

Enfin, les résolutions des caméras CCD utilisées par les techniques de corrélation, au maximum  $1024 \times 1024$  pixels et plus classiquement  $512 \times 512$ , ne permettent pas de traiter beaucoup de points simultanément. La taille des surfaces analysées reste faible par rapport à la taille de l'échelle locale.

### Méthodes de flux optique

Ces méthodes sont issues de la recherche en imagerie informatique qui se focalise sur les problèmes de détection de mouvements dans des séquences d'images. Les applications sont ciblées autour de l'imagerie satellite pour les études météorologiques (mouvement des nuages, des océans...) et les adaptations à la mécanique des matériaux sont rares. On peut citer deux références [134, 89]. La première présente quelques résultats pour un essai mécanique sur un caoutchouc. La seconde, plus complète, développe la technique pour des images de grilles obtenues par microscopie électronique à balayage. Ces méthodes trouvent leur origine dans les théories sophistiquées d'analyse d'image : le flux optique. Celui-ci représente le champ de vitesse produit par le mouvement des objets présentant un contraste, observé à partir d'une séquence d'images. La détection du mouvement est réalisé en postulant que l'intensité lumineuse des objets observés se conserve au cours du mouvement [68, 9]. Le mouvement n'est autre que la propagation de l'intensité lumineuse. L'écriture de la conservation de cette intensité au cours du temps n'est pas suffisante pour déterminer les composantes de la vitesse. Des équations supplémentaires sont nécessaires et on impose par exemple des conditions de régularité du champ de vitesse sur la zone analysée. Le problème revient alors à minimiser une certaine fonctionnelle réunissant les deux conditions. L'écriture de la stationarité permet d'exprimer le champ de vitesse comme une suite convergente fonction des dérivées spatiales et temporelle (dans le cas de la détermination du champ de déplacement, le temps est arbitraire et est incrémenté de l'unité d'une séquence à une autre). Différentes variantes existent et permettent d'améliorer les performances ou d'atténuer les défauts pour des répartitions de niveaux de gris bien identifiés. On obtient plus rapidement qu'avec les techniques de corrélation une évaluation du déplacement en chaque pixel de l'image. Cependant ces développements sont uniquement valides pour des faibles déplacements car les équations différentielles résolues n'ont qu'une pertinence locale qui est évaluée à quelques pixels pour une grille déformée de 2 % (épaisseur du barreau 3 pixels, pas 24 pixels). S'affranchir de ce problème consiste alors à résoudre les équations au voisinage de la solution recherchée. L'estimation du champ de déplacement approché est obtenue en utilisant une technique de corrélation au pixel près couplée à une procédure de propagation du champ discret à chaque pixel. Cette nouvelle démarche est appelée le flux optique translaté [89].

Le principal avantage de ces techniques consiste en une meilleure évaluation de la déformation locale puisque le champ de déplacement est déterminé en chaque pixel à partir des variations locales de niveaux de gris d'une séquence à une autre. La précision de mesure (0,056 pixel avec une image de grille) n'est pas meilleure que les techniques de corrélation subpixel.

Ces techniques sont prometteuses mais l'évaluation des performances dans les cas réels, comme celui de l'étude de la déformation locale d'un matériau n'a pas encore été menée. Cette absence ne permet pas de conclure sur les performances réelles de ces techniques.

#### 1.1.5 Choix de la technique retenue

Améliorer la mesure de la déformation consiste à trouver la technique la plus performante parmi toutes celles basées sur un traitement d'image et présentées dans la revue bibliographique précédente. On peut remarquer que toutes ces techniques s'effectuent en trois étapes :

- l'acquisition des images qui est numérique maintenant,

- la détermination des déplacements des repères,
- le calcul numérique des déformations.

Bien que ces trois points soient présentés associés à une technique particulière, leur choix peut être indépendant. Le problème général se décompose alors en trois sous problèmes qui consistent à choisir indépendamment :

- le système de numérisation le plus performant,
- le traitement d'images le plus précis,
- la procédure de calcul des déformations la plus réaliste et la plus fine.

Remarquons que la détermination du champ de déplacement et le calcul des déformations sont liés intrinsèquement. Pour une évaluation réaliste du champ de déplacement, sa mesure doit prendre en compte la déformation locale et le caractère local des valeurs de déformation dépend du nombre de points de mesure.

Le choix du système d'acquisition est un problème matériel et technique. Dans notre cas, pour pouvoir acquérir des images de plus grande taille, un système de haute résolution est nécessaire. Ses caractéristiques seront décrites dans la section 1.1.6 consacrée aux images numériques.

Plusieurs calculs numériques des déformations sont possibles. Ils sont décrits plus précisément dans la section 1.1.7. Dans notre cas, la procédure utilisée dans *l'ancienne technique* est optimale pour les applications micromécaniques. On peut calculer toutes les grandeurs micromécaniques utiles, d'une manière rigoureuse. Elle ne nécessite pas d'amélioration et a été reprise en l'état dans cette étude.

Les techniques de flux optique sont les plus prometteuses en terme de gains sur la pertinence de la mesure : la déformation locale est mieux prise en compte, ce qui implique théoriquement une évaluation plus précise, mais ce qui reste à prouver pour des études mécaniques réelles. On peut s'interroger par exemple sur la réussite de ces techniques avec des images réelles de microscopie électronique à balayage présentant un niveau de bruit important : les développements de Monteil [89] font apparaître une grande sensibilité de ces méthodes à ces phénomènes et la nécessité de traiter les images au préalable pour éliminer le bruit de fond. Or, avec les techniques d'atténuation du niveau de bruit, il est toujours difficile de savoir si elles n'entraînent pas de biais influençant la précision de mesure, particulièrement lorsque l'on recherche une précision subpixel. Par ailleurs, ces techniques sont complexes et les différentes variantes peuvent être utilisées. Aujourd'hui, bien que les développements récents [134, 89] ont permis d'introduire ces méthodes dans la communauté des mécaniciens, elles restent encore trop méconnues pour des développements conséquents dans le domaine des matériaux, sans un lien interactif avec les informaticiens du traitement d'image.

C'est pourquoi notre choix s'est tourné vers la technique de corrélation. Elle est la plus adaptée à nos exigences actuelles. Les méthodes de grilles ont montré leurs limites au travers de la *technique ancienne* et, même avec les développements récents, leurs performances demeurent insuffisantes pour satisfaire le cahier de charges d'une mesure micromécanicienne.

La technique de corrélation permet un dépouillement automatique dont la rapidité est compatible avec les moyens informatiques actuels. Elle assure également une précision subpixel qui permet d'améliorer la précision des valeurs de déformation déterminées. Sa formulation prend en compte la déformation locale pour une meilleure pertinence de la mesure. Bien que les développements de la littérature se limitent à l'hypothèse de déformation homogène ou nulle, ce qui reste raisonnable pour la détermination des mécanismes de déformation locaux pour les matériaux du cadre de cette étude et pour de faibles déformations, cette technique est plus générale. Par exemple, si des phénomènes très locaux discontinus comme les glissements de plasticité sont observés en majorité, la technique de corrélation est adaptable en postulant une nouvelle approximation pour la déformation locale intégrant les paramètres pertinents de ce mécanisme. De plus, la possibilité



d'étendre son application à la mesure de la composante hors plan du déplacement par stéréoscopie, pour une meilleure évaluation des composantes planes du tenseur des déformations, constitue un argument supplémentaire de ce choix.

Cette technique est essentiellement présentée dans la littérature pour des applications mécaniques macroscopiques avec des moyens optiques (caméra CCD). Ce travail de thèse d'abord visé le développement de cette technique de corrélation pour les investigations micromécaniciennes utilisant le microscope électronique à balayage, ce qui constitue l'amélioration principale de la technique de mesure. On consacre la section 1.2 à la description de la technique de corrélation utilisée et de ses adaptations. Auparavant, présentons les deux autres composantes de la méthode de mesure : les images numériques et les grilles, et le calcul des déformations.

### 1.1.6 Les images numériques et le marquage

Les images numériques associées au marquage sont le premier élément indispensable de la technique de mesure. La réussite de la mesure n'est pas garantie sans leur adéquation avec la technique de corrélation et les phénomènes à observer. On décrit à la suite les moyens utilisés et leurs principales caractéristiques. Toutefois, avant de développer ces composantes, il est nécessaire de consacrer un paragraphe au microscope électronique à balayage qui est le pivot central de cette technique de mesure. Il sert à la fois à créer les repères nécessaires à la mesure et à leur observation. Pour une meilleure analyse des phénomènes lui étant associés, il est utile de présenter son fonctionnement et la physique sur laquelle il est conçu. Comme on le verra dans la suite du développement de ce travail, l'amélioration de la précision de mesure passe pour une grande part par la maîtrise de ces paramètres.

#### Le microscope électronique à balayage

Le fonctionnement du microscope électronique à balayage repose sur la physique de l'interaction électron/matière [4]. L'observation d'un échantillon s'effectue par bombardement de la surface par un faisceau d'électrons formé dans un canon (voir figure 1.11 issue de [1]). Dans ce dernier, les électrons sont émis d'un filament **C** (de forme en *V*) en tungstène ou en hexaborure de lanthane ( $\text{LaB}_6$ ) chauffé par effet Joule. Ils sont ensuite accélérés par une différence de potentiel créée entre une cathode **W** placée très proche de la pointe du filament (appelée *wehnelt*) et une anode **A** disposée à quelques millimètres plus en avant (voir figure 1.11). Remarquons que ces deux éléments sont percés en leur centre pour laisser passer le faisceau. Cette tension accélératrice est celle que l'on règle sur le pupitre de commande (de 5 kV à 30 kV). Avant de rencontrer la pièce à observer, le faisceau ainsi formé traverse plusieurs dispositifs réunis dans un ensemble appelé colonne optique. Le premier est un diaphragme (appelé encore limiteur) non représenté sur le schéma. Il est constitué d'une plaque percée d'un trou de diamètre très faible permettant de limiter la taille du faisceau. Plusieurs trous sont disponibles permettant d'ajuster grossièrement la taille du faisceau en fonction de la résolution souhaitée. Ensuite la taille du faisceau est encore modifiée par des lentilles électromagnétiques  $L_1$  et  $L_2$ , habituellement au nombre de deux, appelées condenseurs. En jouant sur la valeur du courant (de quelques  $10^{-11}$  à plusieurs  $10^{-7}$  A) les traversant, on ajuste la taille du faisceau. Plus le courant est faible et plus la taille du faisceau est fine. Le faisceau est supposé cylindrique et son diamètre après focalisation est inférieure à 100 nm. On règle la valeur désirée sur la pupitre (bouton *probe current*). La taille du faisceau visée doit être compatible avec le diamètre du diaphragme retenu. En effet il est illogique d'essayer d'atteindre une faible taille avec le diaphragme de diamètre le plus grand.

Comme l'interaction électron/matière a lieu au point où le faisceau se situe, analyser une certaine zone n'est possible qu'en la balayant avec le faisceau. Deux lentilles électromagnétiques **B** dites de

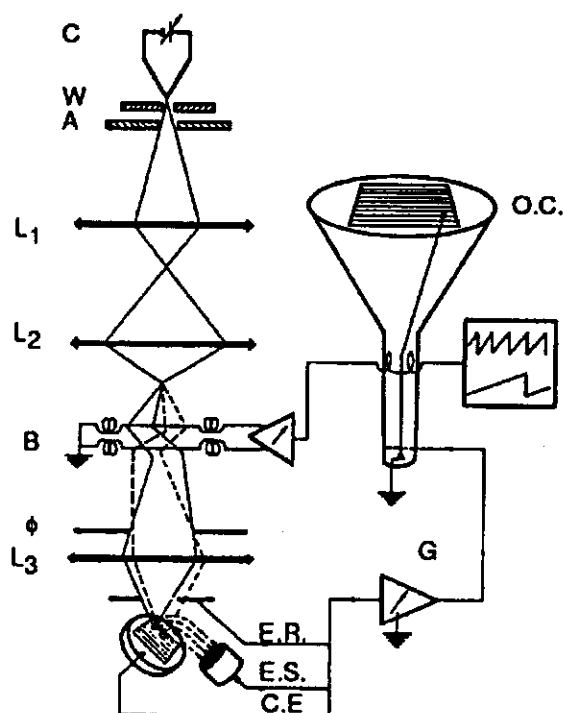


FIG. 1.11 – Schéma de principe du MEB

balayage (une pour chaque direction du plan) sont disposées à la suite des condenseurs et dévient le faisceau dans les deux directions. Celui-ci décrit ligne par ligne la surface de l'échantillon. En couplant ce balayage à celui d'un écran cathodique OC, une image de la surface est produite. Cette image apparaît continue quand on choisit une vitesse de balayage rapide parmi les différentes valeurs disponibles. La modification de l'amplitude des deux balayages permet d'analyser la surface plus ou moins finement et, pour une représentation sur un écran de taille figée, de la voir plus ou moins grande. C'est sur ce principe que le MEB fonctionne pour permettre d'observer un phénomène à différents grossissements, de 10 jusqu'à 50000. Le dernier dispositif rencontré par le faisceau est une autre lentille électromagnétique  $L_3$  dont sa fonction consiste à focaliser le faisceau à la surface de l'échantillon placé à une certaine distance de celle-ci. Le réglage s'effectue en agissant sur le bouton *focus*.

Sous l'effet du bombardement avec les électrons, l'échantillon émet plusieurs signaux caractéristiques qui proviennent de profondeurs différentes comme le montrent les figures 1.12 et 1.13 issues de [53]. La première montre la répartition spatiale du phénomène d'interaction électron/matière. La seconde donne la profondeur maximale de pénétration en fonction de la densité du matériau observé et de la tension appliquée.

Les principaux signaux sont les suivants :

- Les *électrons rétrodiffusés* proviennent d'interactions élastiques entre les électrons incidents et les atomes sous la surface. Leur énergie est voisine de celle des électrons incidents et ils sont engendrés jusqu'à une profondeur de l'ordre de  $1\mu m$  sous la surface. L'intensité de l'émission de ces électrons est fonction de l'orientation de la surface et du réseau cristallin par rapport au faisceau incident et du numéro atomique des éléments qui la composent.
- Les *électrons secondaires* sont produits par des chocs inélastiques entre les électrons incidents et les atomes de l'échantillon. Leur énergie est inférieure et ils proviennent d'une zone située

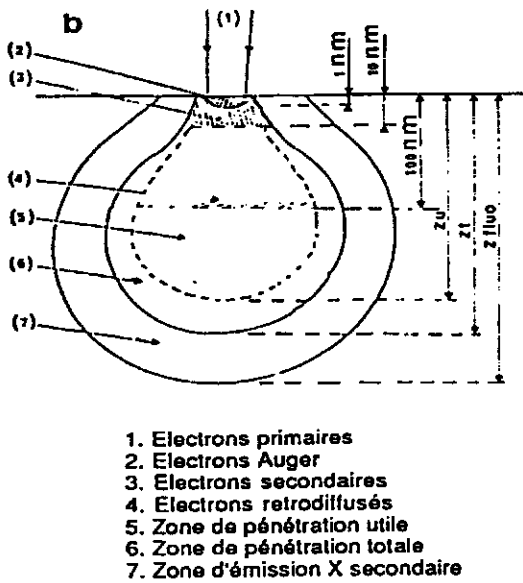


FIG. 1.12 - Interactions entre le faisceau d'électrons et la surface d'un échantillon

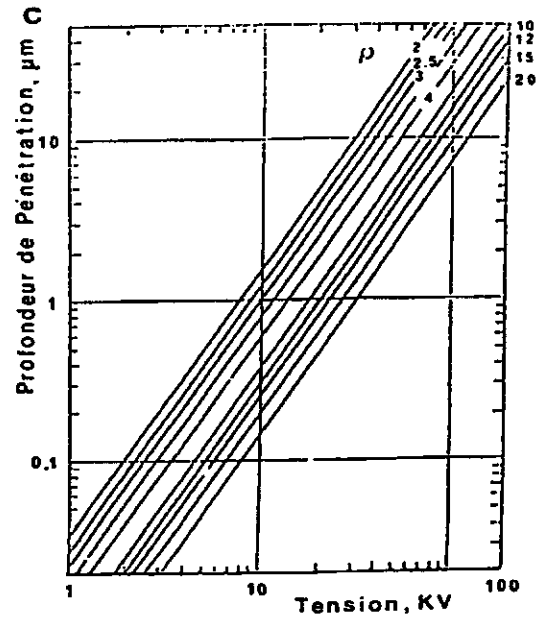


FIG. 1.13 - Profondeur de pénétration en fonction du matériau

à moins de  $0,1\mu m$  de la surface. Leur intensité est principalement fonction de l'orientation de la surface.

- Les *électrons Auger* sont créés par l'interaction des électrons incidents et des sous-couches électroniques des atomes. Ils proviennent des toutes premières couches atomiques de la surface, à moins de 1 nm.
- Les *rayons X* proviennent d'une zone située à quelques micromètres de la surface.

Chaque signal peut être mesuré avec un capteur adapté et sert à moduler l'intensité lumineuse de l'image de la surface. Dans cette étude, nous avons utilisé uniquement les électrons secondaires et rétrodiffusés disponibles sur les MEB utilisés avec un filament en tungstène. Le contraste visible au MEB est donc lié à l'origine de l'émission. Pour les électrons secondaires (SE), le contraste représente principalement le relief de la surface observée, alors que les électrons rétrodiffusés (BSE) matérialisent les variations locales de composition chimique ou d'orientation cristallographique.

On peut terminer cette section sur le MEB par deux remarques importantes sur l'interaction électron/matière. La première consiste à observer que cette interaction est volumique et que le volume excité a une forme *en poire* bien particulière (voir figure 1.12). Ainsi la résolution spatiale de la mesure n'est pas directement la taille de faisceau, mais est la taille caractéristique de la zone qui réémet l'information que l'on mesure. On l'appelle *taille de sonde*. La résolution réelle est alors toujours inférieure à celle correspondant à la taille du faisceau. En plus elle varie suivant le type d'émissions enregistrées et la taille du faisceau. On utilisera donc dans la suite préférentiellement le terme *taille de sonde* plutôt que *taille de faisceau*, et, par dérivation, le courant qui impose la taille de faisceau *courant de sonde*. De la même façon, suivant le type de capteur utilisé, le caractère surfacique de l'information sera à relativiser. La seconde remarque concerne l'influence du matériau. Tous les ordres de grandeur des dimensions caractéristiques donnés dans ce paragraphe sont des valeurs moyennes. Comme les caractéristiques de l'interaction électron/matière sont essentiellement liés à la nature du matériau observé (voir figure 1.13), les résultats obtenus dans un cas ne sont pas toujours extrapolables à un autre.

## Les images numériques

Avec les moyens actuels de l'informatique, on utilise des images numériques qui permettent des manipulations automatiques. Le repérage d'un détail est possible numériquement en utilisant un programme informatique de lecture d'images. Il y a quelques années cette détermination s'effectuait manuellement avec l'aide d'une table de déplacements micrométriques [54]. Ces images sont acquises avec un système de numérisation codant l'information sur 8 bits (256 niveaux de gris) et autorisant des résolutions classiques  $512 \times 512$  pixels voire  $1024 \times 1024$ . Encore plus récemment, des systèmes haute résolution ont vu le jour pouvant enregistrer des images  $4096 \times 4096$  pixels. Leur application dans le domaine de la mécanique reste actuellement très limitée et encore plus pour la mesure quantitative du champ local de déformation. Ce système de numérisation est couplé avec les signaux émis par le système d'observation. Le fonctionnement du système d'observation définit le système de numérisation à employer. Un microscope optique ou une simple lentille sont couplés à une caméra CCD associée à carte de numérisation standard alors que pour le MEB la numérisation s'effectue par balayage de la surface observée et nécessite une carte d'acquisition particulière.

Dans notre cas, nous avons utilisé deux systèmes de numérisation de haute résolution. Le premier est celui qui était utilisé au début de cette étude. Cette carte installée sur un PC gère uniquement la numérisation des signaux émis par le faisceau pour un balayage généré par le MEB. L'association des potentialités du balayage analogique (vitesse et nombre de lignes) et de la carte définit la taille et la résolution des images et bon nombre de combinaisons sont réalisables. En particulier des images  $4000 \times 4000$  pixels, voire plus, peuvent être obtenues. Ce système offre également la possibilité de réaliser des moyennes spatiales sur plusieurs points de mesure voisins pour des résolutions inférieures. Le second système constitue une évolution et a été disponible à partir du milieu de ces travaux de recherche. Cette carte de pilotage et de numérisation intègre un pilotage numérique du faisceau indépendamment des possibilités de balayage du MEB. Ce système plus souple et plus simple permet d'acquérir des images jusqu'à une taille maximale de  $4096 \times 4096$  pixels avec la même résolution. On peut également enregistrer des images de plus faible résolution pour la même amplitude de balayage mais en ne conservant pas tous les pixels, par exemple un pixel sur 2. La vitesse de balayage est contrôlée par le temps par pixel ajustable de  $1\mu s$  à  $1000\mu s$  pour améliorer la qualité des images, particulièrement le rapport signal sur bruit. Pour les images  $4096 \times 4096$  pixels, toute la plage d'amplitude n'est pas raisonnablement utilisable. Un temps maximal de  $50\mu s$  permet d'acquérir une image en moins d'un quart d'heure, ce qui permet d'effectuer un essai mécanique *in situ* classique en une journée. La moyenne sur plusieurs images est également possible. Pour les mêmes raisons de limitation de la durée d'acquisition des images de haute résolution, ce mode d'acquisition doit plutôt être employé avec le temps par pixel le plus faible. Ce mode n'a pas été utilisé pour les images de cette étude.

La grande majorité des résultats expérimentaux de cette étude a été obtenue avec le second système. L'évaluation des défauts géométriques d'images a été entreprise sur les deux dispositifs et a montré des similitudes quant aux corrections à apporter développées dans cette étude. Les défauts de numérisation présentés dans la suite sont uniquement relatifs au deuxième système de numérisation.

## Les grilles

Pour nos applications au MEB, l'échelle locale est de l'ordre de quelques micromètres. Les repères employés ne doivent pas avoir un espacement plus important que ces quelques micromètres. A cette échelle, il est difficile de trouver un moyen de marquage aussi fin et visible par le MEB. Par exemple, les dépôts par peinture ne peuvent pas s'appliquer. En plus, pour les applications micromécaniques, l'intérêt de la mesure du champ local de déformation est encore plus grand

lorsqu'on peut la corrélérer avec la microstructure. Les détails de cette microstructure doivent être visibles en partie malgré la présence de repères. Aussi, les techniques de peinture par mouchetis ne sont pas bien adaptées car elles masquent complètement les informations de la microstructure. Les motifs de grilles sont plus indiqués.

Nous utilisons donc des microgrilles (voir figure 1.7) déposées par microélectrolithographie. Cette technique est expliquée en détail dans la référence [3] et illustrée en figure 1.14. Différents

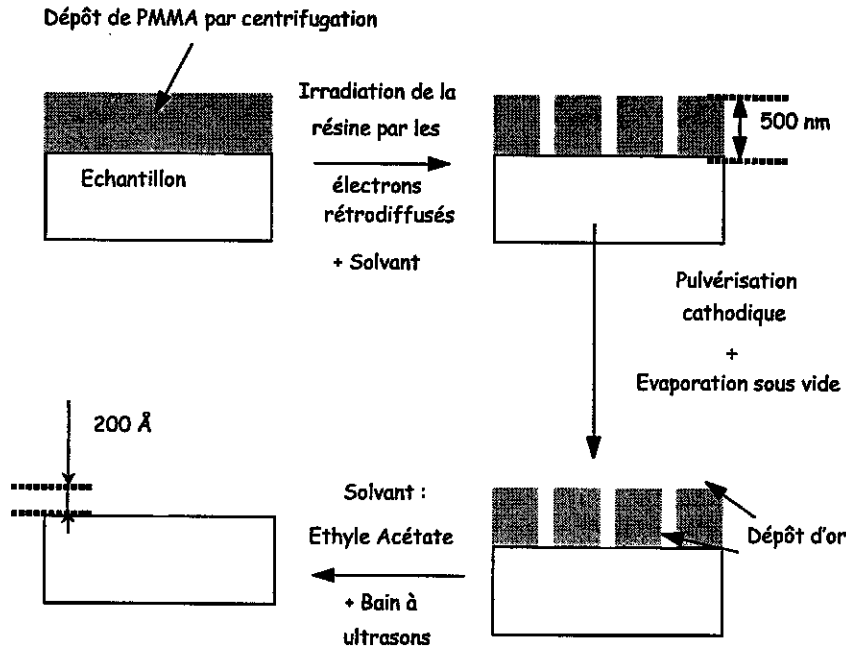


FIG. 1.14 – Microélectrolithographie

matériaux peuvent constituer la grille par exemple de l'or, du platine, de l'argent ou du nickel. Leur différence d'emploi réside principalement dans le contraste qu'ils apportent par rapport au matériau observé. L'amplitude du contraste est liée à la différence de numéro atomique entre ces deux matériaux, lorsque l'on utilise les électrons rétrodiffusés. Plus cette différence est importante et plus il est facile d'obtenir des images contrastées sans saturation des niveaux. De plus, pour les sollicitations thermomécaniques à faibles températures (inférieures à 500 degrés Celsius), il faut choisir le matériau qui possède la plus haute température de fusion. La microgrille peut alors être utilisable dans ces conditions. Sinon l'utilisation d'un gravage plus résistant à la température [65] est nécessaire.

Les grilles de points ou de lignes sont les motifs les plus classiquement employés. Ils sont réalisés en utilisant le balayage analogique du MEB ou un pilotage extérieur numérique. Le balayage analogique permet uniquement de construire les grilles de lignes, alors que le pilotage numérique permet la réalisation de n'importe quelle forme discrétisable en un nombre fini de points. Plusieurs points rapprochés constituent une ligne. Les formes compliquées telles que les cercles restent actuellement difficiles à réaliser. On utilise comme pilotage numérique externe le second système de numérisation. La figure 1.15 illustre la procédure d'irradiation de la résine pour ces deux démarches, avec les paramètres à choisir pour obtenir les caractéristiques souhaitées.

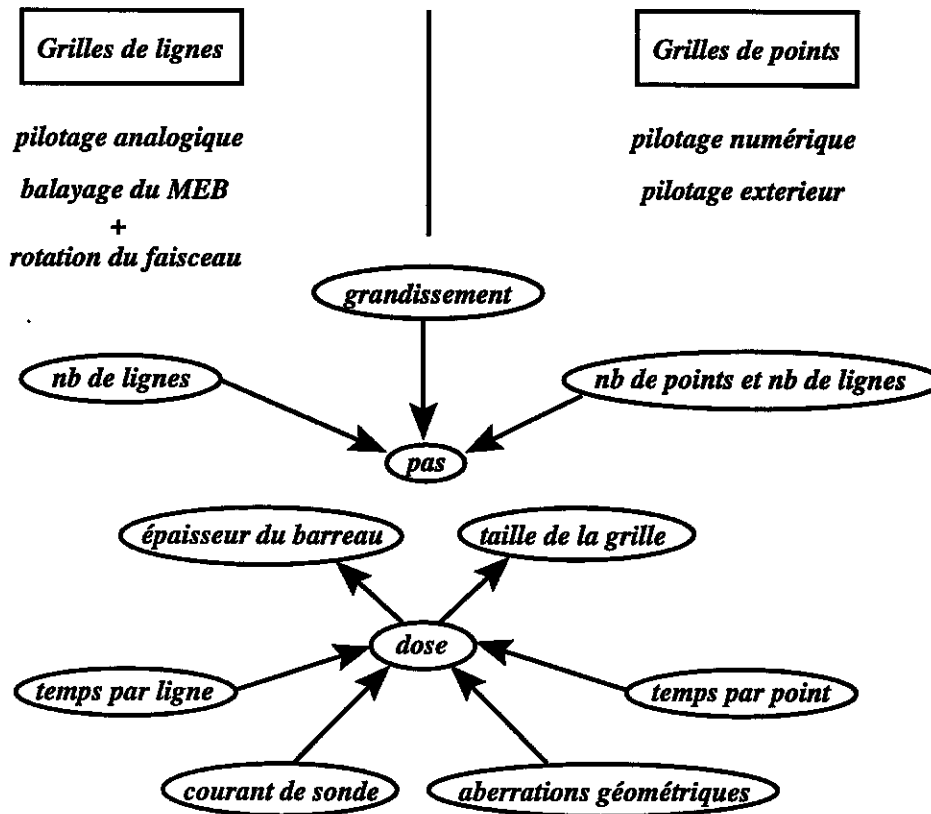


FIG. 1.15 - Irradiation de la résine

Une grille de lignes est plutôt réalisée avec le balayage analogique du MEB. Sa formation utilise un double balayage séparé par une rotation du faisceau de  $90^\circ$ . La définition du nombre de lignes associée au choix du grandissement impose son pas. Pour que cette grille existe, il faut que la résine soit suffisamment irradiée. Son état est fonction de la quantité d'électrons qu'elle reçoit par unité de surface, appelée dose. On l'ajuste en faisant varier le temps par ligne et le courant de sonde. Elle définit alors l'épaisseur de la ligne. La réalité est un peu plus complexe car cette dose ne reste pas constante pendant le balayage à cause des aberrations géométriques de la colonne optique du MEB. Elles sont essentiellement dues à la technologie du balayage : le faisceau pivote autour d'un point fixe pour balayer la surface et ne reste pas perpendiculaire à celle-ci. Ainsi en fonction de sa position, le faisceau d'électrons passe d'une section circulaire au centre de la colonne à une section elliptique sur les bords. La surface irradiée augmente pour la même quantité d'électrons : la dose diminue. Si on choisit la valeur limite donnant l'épaisseur de ligne la plus fine au centre, sur les bords la dose n'est pas suffisante pour irradier la résine. On obtient une grille de forme ovoïdale et de taille réelle plus faible. On comprend bien que la taille de la grille et l'épaisseur du barreau sont liées et que leur valeur est le résultat d'un compromis. Si on souhaite une grille de grande taille, il est nécessaire d'opter pour un barreau épais. L'amplitude de ces aberrations de colonne est d'autant plus importante que le grandissement est faible. Pour la formation des grilles de points, on utilise le pilotage numérique mais le choix des paramètres et les problèmes restent identiques. Il suffit uniquement de substituer le nombre de lignes par le nombre de points par ligne et le nombre de lignes, le temps par ligne par le temps par point.

Actuellement, avec le microscope que nous utilisons (Jeol JSM 845) et les matériaux que nous étudions, l'épaisseur minimale que l'on peut atteindre est de l'ordre de  $0,2\mu m$  pour couvrir une zone d'environ  $1mm^2$  avec un grandissement optimal de 100. Cette configuration est suffisante au regard de la taille de la surface élémentaire représentative des matériaux de nos applications en

micromécanique. Pour couvrir une surface plus importante avec la même épaisseur de barreau, il suffit de réaliser plusieurs grilles juxtaposées. Si la surface est importante, un système automatique est plus pratique. Les limites en terme de pas sont pour l'essentiel dues aux possibilités de balayage ou à la résolution du pilotage numérique. Habituellement un pas de quelques micromètres est utilisé.

Les intersections de grilles représentent le lieu où le contraste est maximum et sont choisies pour effectuer la corrélation. Ailleurs, le contraste est très faible et insuffisant dans la plupart des cas étudiés pour mener à bien la corrélation. Dans ce cas, la discrétisation du phénomène physique est limitée par le pas de la grille, alors que, dans le cas d'un mouchetis, le contraste local existe en tout point de la surface et la mesure peut être effectuée en n'importe quel point.

### L'acquisition des images

Les images numériques sont enregistrées pendant l'essai mécanique par le système de numérisation. Une image  $4000 \times 4000$  pixels permet d'enregistrer en une seule fois une grande zone d'observation (environ  $0,25 \text{ mm}^2$ ) avec une résolution suffisante pour appliquer la technique de corrélation à l'échelle de la microstructure. Quatre images suffisent pour couvrir une zone d'observation de  $1 \text{ mm}^2$  qui correspond à une zone représentative dans notre cas.

Le contraste visible au MEB a pour origine l'émission soit des électrons secondaires (SE) soit des électrons rétrodiffusés (BSE). L'utilisation du capteur d'électrons rétrodiffusés est plus appropriée avec l'emploi de la technique de corrélation qui nécessite la conservation du contraste. En effet, ce contraste ayant pour origine la composition chimique locale, il ne varie pas avec la déformation du matériau, à la différence de celui des électrons secondaires sensibles au relief. Le capteur SE est placé dans la chambre du MEB et l'ombrage du relief est tributaire de la position du point analysé par rapport au capteur, qui évolue avec la déformation du matériau. Cet effet reste très limité et négligeable pour les faibles déformations comme celles évaluées ici. Cependant, le problème devient critique dès que des grands déplacements ou des grandes rotations surviennent. En réalité, pour les grandes déformations, l'influence des déplacements dus à la déformation reste faible car leur amplitude est très faible par rapport à la distance échantillon/détecteur, celui-ci étant placé sur un bord de la chambre du MEB loin de la zone observée. Il en va autrement pour les rotations dont l'influence n'est pas pondérée par la distance échantillon/détecteur. En pratique, pour les matériaux étudiés, le contraste originel est plus souvent perturbé par les phénomènes afférents aux mécanismes locaux de déformation (apparition de traces de plans de glissement, de macles, de relief...) faisant apparaître un nouveau contraste important que par les déplacements géométriques des intersections de grille.

On utilise malgré tout plus fréquemment l'intensité des électrons secondaires qui est plus facile à régler pour obtenir un contraste sans saturation. De plus, la distance de travail élevée (30 mm), imposée par les machines d'essais mécaniques *in situ* donne un rapport signal sur bruit plus faible avec les électrons rétrodiffusés.

Pour obtenir un appariement correct des points homologues, il est nécessaire, au moment de l'enregistrement des images numériques, de s'assurer que le contraste est optimal, c'est-à-dire qu'il est bien représenté sur la plage des 256 niveaux de gris disponibles pour le codage. Celui-ci ne doit être ni concentré sur très peu de niveaux, ni dépasser les limites extrêmes (0 et 255), pour éviter une saturation dans le noir ou le blanc. Une procédure de test consiste à tracer l'histogramme des niveaux de gris de chaque image et à s'assurer que celui-ci est correct (voir figure 1.16). S'il ne l'est pas, il faut ajuster les conditions de contraste et de brillance pour le rendre optimal. En pratique, cette opération n'a lieu que pour la première image à acquérir et nécessite plusieurs acquisitions avant d'obtenir un histogramme optimal. Pour les images suivantes, la procédure se transforme en une vérification. Toutefois, des variations faibles de contraste et de brillance surviennent, dues aux

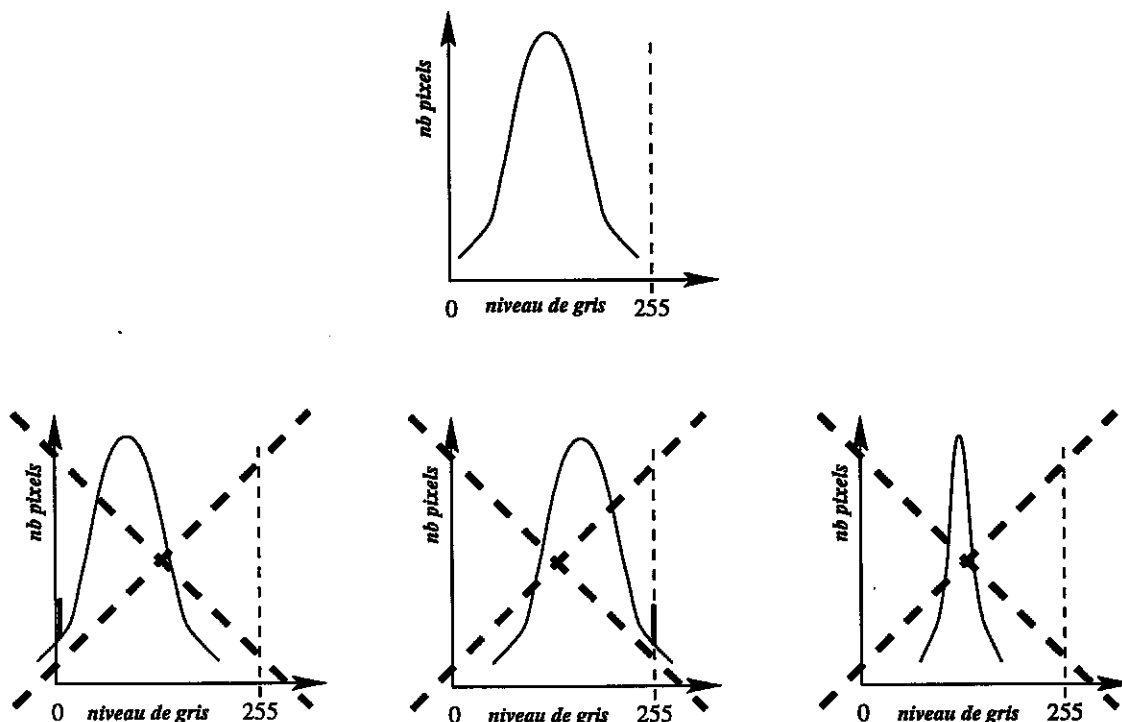


FIG. 1.16 – Test de l'histogramme

fluctuations de l'électronique du MEB et aux variations des propriétés du matériau sous irradiation. Elles entraînent uniquement des fluctuations de niveaux par rapport à une échelle de discrétisation mais le contraste physique intrinsèque microgrille/matériau ne change pas. Elles nécessitent rarement un réajustement du contraste et de la brillance lorsqu'elles sont faibles. Leur influence sur les résultats de la corrélation est alors nulle (voir la section 1.2.2) car la forme du coefficient de corrélation intègre ces variations dans sa formulation.

### 1.1.7 Calcul des déformations

Avec la technique de corrélation, la mesure proprement dite est celle du champ local de déplacement. Elle a lieu de manière discrète en un nombre fini de points. Les déformations locales sont calculées ensuite à partir de ces données. On trouve dans la littérature diverses méthodes de calcul qui ne sont pas toujours issues d'une démarche mécanicienne rigoureuse. Les composantes de déformation sont déterminées séparément à partir des longueurs dans chaque direction, en oubliant la composante de cisaillement; le caractère physique de déformation moyenne des valeurs trouvées n'est pas clairement établi ou encore leur évaluation est effectuée avec des simplifications comme celles du formalisme des petites perturbations sans toutefois en définir le domaine de validité. Parmi toutes ces méthodes, on ne retient que les deux seules qui nous paraissent les plus rigoureuses.

La première méthode consiste à utiliser un code aux éléments finis [128, 125, 37]. Un maillage d'éléments à quatre nœuds constitué à partir des coordonnées des repères dans l'image de la configuration initiale est formé. On lui associe à chaque nœud ainsi formé les composantes planes du déplacement trouvé par corrélation. On calcule avec le code les déformations planes pour un formalisme défini (déformations planes, petites perturbations...) en chaque nœud. Elles sont interpolées linéairement pour le type d'éléments choisis et on obtient une carte des déformations.

Dans la deuxième procédure, celle qui est utilisée dans cette étude, les déformations locales sont calculées à partir des déplacements de chaque intersection de grille au moyen d'un schéma de



dérivation discrète décrit dans [3] et [21]. La déformation en un point donné est calculée à partir de la moyenne du gradient de transformation sur un petit voisinage délimité par la position des intersections de grille voisines dans les deux images. Elle est calculée par une intégrale de contour. Un voisinage plus large conduit à une précision plus grande, mais le résultat a une signification moins locale. Pour la plupart des études de ce travail, un bon compromis est obtenu avec une aire délimitée par les quatre plus proches voisins. Si  $\sigma$  est la précision en pixels de la mesure des déplacements, et si le pas de la grille  $a$  est d'environ  $5\mu m$  avec une résolution de 35 pixels, la précision des composantes du gradient relatives à une longueur de jauge de  $10\mu m$  est alors de  $\sigma/\sqrt{2}a \approx \sigma/50$ . Les détails du calcul de précision sont présentés dans [3] et [21]. Une précision de 0,1 pixel sur les déplacements est alors suffisante pour déterminer des déformations locales inférieures au pour cent. Les déformations moyennes sur des domaines plus larges sont obtenues de la même façon, avec une précision augmentant avec la taille du domaine. Pour la détermination des grandeurs sur la zone étudiée qui donnent l'amplitude de la déformation macroscopique si la zone est représentative, on obtient une précision de l'ordre de quelques  $10^{-5}$  ( $10^{-3}\%$ ).

Cette procédure donne seulement accès aux quatre composantes planes du gradient de transformation qui fournit directement les composantes planes correspondantes dans le cas des petites déformations (voir annexe A); des hypothèses supplémentaires sur la forme de la transformation matérielle en relation avec le type de sollicitation appliqué sont nécessaires pour calculer les déformations en transformation finie. Pour les applications de cette étude qui concernent des sollicitations de traction et de compression planes, on suppose alors que la transformation matérielle responsable de la déformation du matériau est axisymétrique autour de la direction principale de plus grande valeur propre contenue dans le plan d'observation. On peut calculer avec cette hypothèse les composantes planes de la déformation en transformation finie, comme il est démontré dans l'annexe A. On montre également que la prise en compte du relief permet de déterminer en toute rigueur ces composantes planes. Dans la deuxième partie, on vérifie sur un exemple que la prise en compte du relief peut être négligée pour des déformations macroscopiques inférieures à 5 %.

Un programme de calcul des déformations développé en Pascal [21] est utilisé. Il donne les grandeurs locales et moyennes sur la zone étudiée ou par phase si elles sont identifiables. Ces grandeurs sont les composantes planes de la déformation mais également d'autres indicateurs comme la déformation équivalente au sens de Von Mises et la dilatation volumique. Elles sont déterminées de manière tridimensionnelle en utilisant l'hypothèse précédente. Les résultats sont présentés sous forme de cartes obtenues avec le logiciel de visualisation AVS utilisant des éléments carrés à interpolation linéaire.

Remarquons que la technique de corrélation basée sur une approximation de type déformation homogène (voir section 1.2.4) fournit directement les composantes planes du gradient de transformation local, mais l'incertitude sur ces valeurs est assez importante, spécialement avec un domaine de corrélation qui implique une seule intersection de grille. Ces valeurs ne sont pas utilisables directement.

## 1.2 Technique de corrélation d'images numériques

### 1.2.1 Principe et hypothèses de base

La technique de corrélation consiste à mettre en correspondance deux images numériques de la surface plane observée, à deux états distincts de déformation, un état dit "de référence" et un état dit "déformé". Un petit domaine de pixels identifié par les valeurs de niveaux de gris de chaque pixel est sélectionné dans l'image de référence. La méthode consiste à rechercher dans l'image de la configuration déformée le petit domaine de pixels le plus semblable au précédent en termes de niveaux de gris après application d'une transformation décrivant la déformation subie par le matériau, dans une zone de recherche prédéfinie. Un coefficient appelé "coefficient de corrélation" quantifie le niveau de ressemblance des deux sous-images du petit domaine dans les deux configurations. Son minimum détermine le petit domaine déformé homologue et caractérise la transformation matérielle liant les deux domaines.

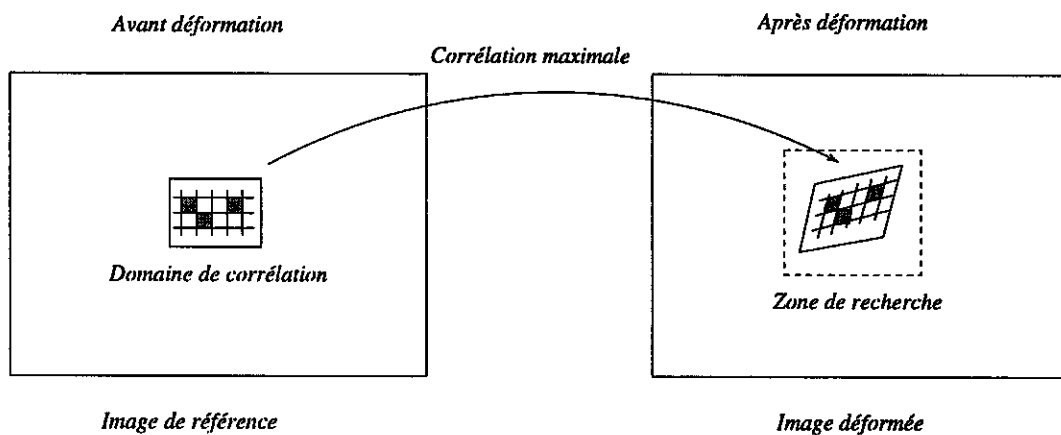


FIG. 1.17 – Principe de la méthode de corrélation

Dans chaque image numérique, les petits domaines sont repérés par leurs coordonnées dans le repère standard en imagerie numérique (origine en haut à gauche de l'image, l'axe X horizontal de la gauche vers la droite et l'axe Y vertical de haut en bas) [34]. Les déplacements locaux sont évalués dans les deux directions du plan par différence des coordonnées des centres des deux sous-domaines homologues, à un déplacement de corps solide près. Cela permet le calcul des déformations.

La réussite de cette technique est basée sur deux hypothèses.

- Le fondement même de la technique de corrélation suppose que le **petit domaine de pixels soit identifié et identifiable par rapport à d'autres domaines dans une même image**. Comme l'identification a lieu grâce aux niveaux de gris des pixels, il faut que la répartition de ces niveaux de gris soit suffisamment pertinente dans l'image et à l'échelle d'un sous-domaine (appelé dans la suite domaine de corrélation). En d'autres termes, il est nécessaire qu'il y ait des contrastes dans l'image et que la répartition de ces contrastes soit unique dans un voisinage autour de la position du sous-domaine homologue à trouver et dont la taille doit être égale ou supérieure à la zone de recherche encadrant la transformation matérielle.
- La méthode, pour être appliquée à des problèmes réels, conduit à faire l'hypothèse suivante : **les niveaux de gris se conservent de l'image initiale à l'image de la configuration déformée**. En pratique, il faut s'assurer que les mécanismes responsables de la déformation du matériau n'entraînent pas de modifications de contraste.

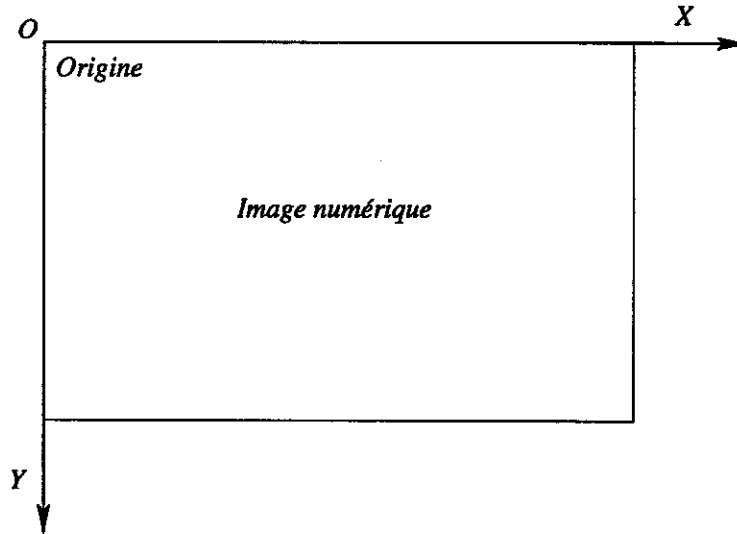


FIG. 1.18 – Repère standard en imagerie numérique

### 1.2.2 Le coefficient de corrélation

Différentes définitions du coefficient de corrélation sont proposées dans la littérature. On rencontre deux familles de formulation :

- Une formulation utilisant les moindres carrés [130, 86, 101, 122]

$$C_1 = \sum_{i \in D} (f(\underline{X}_i) - g(\underline{x}_i))^2 \quad (1.1)$$

avec :

- $\underline{X}_i, \underline{x}_i$  les coordonnées des pixels dans les images de référence et déformée,
- $f(\underline{X}_i), g(\underline{x}_i)$  les niveaux de gris dans les images de référence et déformée,
- $D$  le domaine de corrélation.

$C_1$  représente la somme des écarts entre les niveaux de gris des deux domaines de corrélation homologues. Le minimum de  $C_1$  correspond aux écarts minimum. Sans perturbation telle que le bruit de fond, la solution correspond à une superposition des deux domaines homologues et à un coefficient  $C_1$  nul. On préfère utiliser une formulation normalisée en divisant le coefficient de corrélation par les normes des niveaux de gris sur chaque domaine de corrélation dans les deux images à corrélérer [80]. On obtient alors toujours la même plage de variation (de 0 à 1) et ainsi il est plus facile d'apprécier le niveau de ressemblance des domaines homologues indépendamment de la situation.

$$C_2 = \frac{\sum_{i \in D} (f(\underline{X}_i) - g(\underline{x}_i))^2}{\sqrt{\sum_{i \in D} (f(\underline{X}_i))^2} \cdot \sqrt{\sum_{i \in D} (g(\underline{x}_i))^2}} \quad (1.2)$$

- Une formulation de type produit scalaire [70, 71, 100, 123]

$$C_3 = \sum_{i \in D} f(\underline{X}_i) \cdot g(\underline{x}_i) \quad (1.3)$$

$C_3$  représente le produit scalaire entre les deux vecteurs  $\underline{F}$  et  $\underline{G}$  composés des niveaux de gris des deux domaines de corrélation homologues.

$$\underline{F} = \begin{pmatrix} \vdots \\ f(\underline{X}_i) \\ \vdots \end{pmatrix} \text{ et } \underline{G} = \begin{pmatrix} \vdots \\ g(\underline{x}_i) \\ \vdots \end{pmatrix} \quad (1.4)$$

Lorsque les deux domaines sont en correspondance, ces deux vecteurs sont presque colinéaires et leur produit scalaire est maximum.  $C_3$  est alors maximum et vaut le produit des normes de chaque vecteur  $\sqrt{\sum_{i \in D} (f(\underline{X}_i))^2} \cdot \sqrt{\sum_{i \in D} (g(\underline{x}_i))^2}$ . Couramment, on raisonne sur un coefficient à minimiser et on utilise une formulation dérivée en normalisant le produit scalaire [30, 131, 32] et en le retranchant de la valeur 1 [128, 125, 120, 36, 82].  $C_3$  est alors compris entre 0 et 1.

$$C_4 = 1 - \frac{\sum_{i \in D} f(\underline{X}_i) \cdot g(\underline{x}_i)}{\sqrt{\sum_{i \in D} (f(\underline{X}_i))^2} \cdot \sqrt{\sum_{i \in D} (g(\underline{x}_i))^2}} \quad (1.5)$$

Le choix de la forme du coefficient de corrélation est important, notamment pour des images obtenues au MEB. En effet, les fondements de la méthode de corrélation supposent la conservation du contraste local entre les deux images numériques à corrélérer. Or, bien que les conditions d'acquisition restent figées entre les deux configurations, des fluctuations de contraste et de brillance sont observées en cours d'un essai mécanique *in situ* dans le MEB. Elles sont dues aux instabilités de l'électronique du MEB et à l'évolution des propriétés du matériau sous irradiation par les électrons. Habituellement ces variations sont de faible amplitude et n'entraînent pas de perte d'information par saturation dans la définition du contraste local identifiant le domaine de corrélation. Ce contraste s'étend au maximum sur la plage entière [0,255] des niveaux de gris sans dépassement. Dans le cas contraire, le phénomène physique est alors mal représenté et entraîne une moins bonne précision pour la corrélation avec la représentation de l'état de référence. Il est nécessaire d'opérer un réajustement de la brillance et du contraste de l'image avant l'acquisition. Comme on ne retrouve jamais exactement les mêmes niveaux de gris, une faible variation de contraste et de brillance existe entre les deux images et on se retrouve dans la configuration précédente.

Supposons une faible variation de contraste et de brillance des niveaux de gris de l'image déformée par rapport à ceux de l'image de référence et analysons son influence sur les différentes formes normalisées du coefficient de corrélation.

Soit  $g'(\underline{x}_i)$  les nouveaux niveaux de gris dans l'image déformée résultant des perturbations énoncées précédemment.

$$g'(\underline{x}_i) = a \cdot g(\underline{x}_i) + b \quad (1.6)$$

$a$  représente la variation de contraste et  $b$  la brillance (appelée également la luminosité) [104, 69]. Le contraste est un terme multiplicatif et est lié à la différence entre le niveau de gris le plus élevé et celui le plus bas. Il se traduit au niveau de l'histogramme des niveaux de gris par une dilatation ou un rétrécissement de celui-ci suivant l'axe des abscisses. La brillance est un terme additif qui représente le niveau moyen d'éclairage de l'image. Elle se traduit au niveau de l'histogramme par une translation de ce dernier suivant l'axe des abscisses.

En introduisant cette perturbation dans leurs expressions, les différents coefficients deviennent :

$$C_2 = \frac{\sum_{i \in D} (f(\underline{X}_i) - a \cdot g(\underline{x}_i) - b)^2}{\sqrt{\sum_{i \in D} (f(\underline{X}_i))^2} \cdot \sqrt{\sum_{i \in D} (a \cdot g(\underline{x}_i) + b)^2}} \quad (1.7)$$

$$C_4 = 1 - \frac{\sum_{i \in D} f(\underline{X}_i) \cdot (a \cdot g(\underline{x}_i) + b)}{\sqrt{\sum_{i \in D} (f(\underline{X}_i))^2} \cdot \sqrt{\sum_{i \in D} (a \cdot g(\underline{x}_i) + b)^2}} \quad (1.8)$$

On remarque alors que  $C_2$  est invariant si  $a = 1$  et  $b = 0$ , c'est-à-dire s'il n'y a pas de fluctuations de contraste et de brillance. Sinon sa valeur est perturbée et l'abscisse du minimum déterminant les grandeurs à mesurer est aussi modifiée.  $C_4$  est également perturbé. Cependant, si le niveau de luminosité est conservé, il devient indépendant de toutes variations de contraste. Donc à luminosité constante, une formulation des moindres carrés est plus pénalisante qu'une formulation de type produit scalaire, moins sensible à de faibles fluctuations de contraste.

Cependant ces formulations ne permettent pas de s'affranchir de ces variations. Pour résoudre le problème, il suffit de retrancher à chaque valeur de niveau de gris la moyenne sur le domaine de corrélation. On donne l'expression par chaque formulation.

$$C_5 = \frac{\sum_{i \in D} ((f(X_i) - \bar{f}_D) - (g(x_i) - \bar{g}_D))^2}{\sqrt{\sum_{i \in D} (f(X_i) - \bar{f}_D)^2} \cdot \sqrt{\sum_{i \in D} (g(x_i) - \bar{g}_D)^2}} \quad (1.9)$$

$$C_6 = 1 - \frac{\sum_{i \in D} (f(X_i) - \bar{f}_D) \cdot (g(x_i) - \bar{g}_D)}{\sqrt{\sum_{i \in D} (f(X_i) - \bar{f}_D)^2} \cdot \sqrt{\sum_{i \in D} (g(x_i) - \bar{g}_D)^2}} \quad (1.10)$$

avec :

- $\bar{f}_D = \frac{1}{N} \sum_{i \in D} f(X_i)$ ,  $\bar{g}_D = \frac{1}{N} \sum_{i \in D} g(x_i)$ , les moyennes des niveaux de gris sur  $D$ ,
- et  $1 < i < N$ ,  $N$  représentant le nombre de pixels du domaine de corrélation.

De même sur la moyenne des niveaux de gris sur le domaine de corrélation on a la relation suivante :

$$\bar{g}'_D = a \cdot \bar{g}_D + b \quad (1.11)$$

En incluant les perturbations de contraste et de brillance, les deux nouvelles formulations deviennent :

$$C_5 = \frac{\sum_{i \in D} ((f(X_i) - \bar{f}_D) - (a \cdot (g(x_i) - \bar{g}_D)))^2}{a \cdot \sqrt{\sum_{i \in D} (f(X_i) - \bar{f}_D)^2} \cdot \sqrt{\sum_{i \in D} (g(x_i) - \bar{g}_D)^2}} \quad (1.12)$$

$$C_6 = 1 - \frac{\sum_{i \in D} (f(X_i) - \bar{f}_D) \cdot (g(x_i) - \bar{g}_D)}{\sqrt{\sum_{i \in D} (f(X_i) - \bar{f}_D)^2} \cdot \sqrt{\sum_{i \in D} (g(x_i) - \bar{g}_D)^2}} \quad (1.13)$$

$C_5$  est uniquement dépendant des variations de contraste et  $C_6$  est invariant quelles que soient les valeurs de  $a$  et de  $b$ . Par conséquent, les valeurs du minimum de  $C_6$ , et l'abscisse du minimum qui détermine les grandeurs à mesurer, ne seront pas altérées par ces perturbations. Les valeurs du minimum n'ont que peu d'importance dans notre étude. On vérifie, pour une analyse rigoureuse, que les valeurs des abscisses sont bien altérées dans les 3 autres cas, ceci en calculant les gradients des différents coefficients de corrélation par rapport aux paramètres de la transformation matérielle à identifier.

Cette formulation  $C_6$  du coefficient de corrélation est celle retenue dans la suite de cette étude pour les raisons énoncées précédemment. Remarquons enfin que cette expression est plus générale puisqu'elle est capable de s'affranchir de variations de contraste et de brillance non uniformes dans l'image déformée, la moyenne étant calculée sur le domaine de corrélation. Leur longueur d'onde doit tout de même rester inférieure à la taille du domaine. De telles situations n'ont pas été observées.

Pour des raisons informatiques (facilité d'implantation et rapidité de calcul), on utilise une autre expression de  $C_6$  [54, 35, 137], explicitant et intégrant les expressions de  $\bar{f}_D$  et de  $\bar{g}_D$  dans la formule générique.

$$C_6 = \frac{N \cdot \sum_{i \in D} f(X_i) \cdot g(x_i) - \sum_{i \in D} f(X_i) \cdot \sum_{i \in D} g(x_i)}{\sqrt{N \cdot \sum_{i \in D} (f(X_i))^2 - (\sum_{i \in D} f(X_i))^2} \cdot \sqrt{N \cdot \sum_{i \in D} (g(x_i))^2 - (\sum_{i \in D} g(x_i))^2}} \quad (1.14)$$

### 1.2.3 La précision subpixel

La précision subpixel permet d'atteindre des valeurs non entières de déplacements des intersections de grille dans une image numérique définie par un échantillonnage en valeurs entières, qui représentent les pixels. Pour satisfaire à cette exigence, il faut utiliser une interpolation qui reconstruit l'information entre les valeurs connues des pixels. Deux manières de raisonner sont possibles.

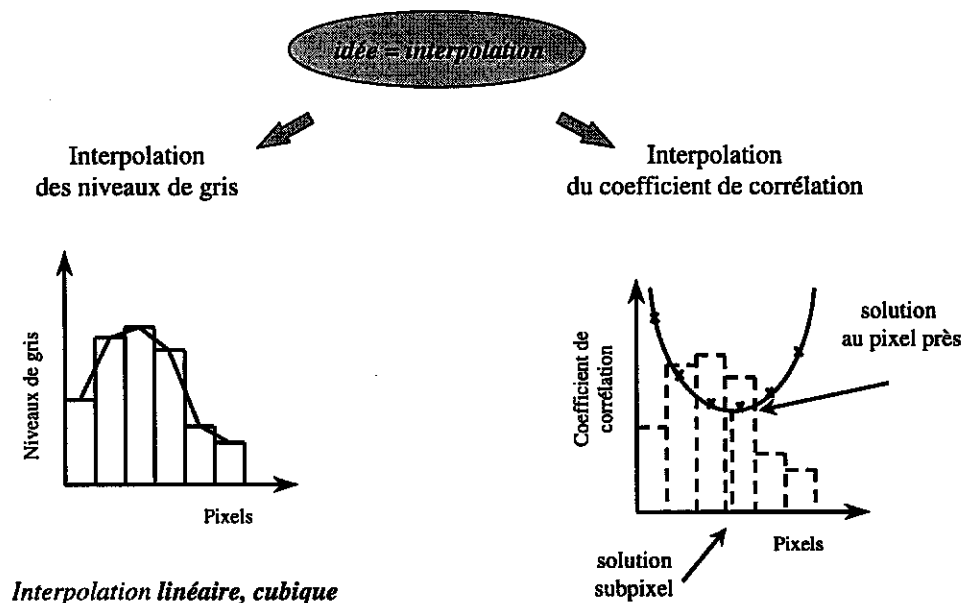


FIG. 1.19 – Principe de la précision subpixel

La première consiste à interpoler le coefficient de corrélation au voisinage du minimum trouvé avec une résolution au pixel près [70, 17]. On utilise une interpolation biparabolique calculée par une méthode des moindres carrés avec les valeurs pour le minimum et les huit pixels voisins les plus proches. La valeur du minimum est trouvée analytiquement à partir de la fonction parabolique. Le développement de ces calculs analytiques est présenté en annexe B. Avec une intersection de grille comme motif et une résolution d'environ 3 pixels par barre, le coefficient de corrélation est une fonction très encaissée. Ses variations au voisinage du minimum sont très rapides. Ainsi, entre deux pixels, une interpolation biparabolique n'est pas suffisante pour restituer la forme réelle de cette fonction. Le minimum ainsi trouvé n'est pas une estimation assez précise, particulièrement pour les faibles valeurs de déplacement. C'est pourquoi elle n'est pas retenue bien qu'elle soit très rapide puisque la recherche du minimum n'est pas itérative.

La seconde optique est l'interpolation des niveaux de gris de l'image déformée. Plusieurs types d'interpolation sont évoqués dans la littérature dont les deux principaux sont : l'interpolation bilinéaire [137, 118, 101] et l'interpolation bicubique [128, 24]. Les détails des calculs relatifs à ces interpolations sont présentés en annexe B. Soulignons que l'interpolation bicubique nécessite 4 fois

plus de place mémoire que son homologue bilinéaire, ce qui peut devenir pénalisant pour des images  $4000 \times 4000$  pixels et des moyens informatiques standard.

#### 1.2.4 L'approximation de la transformation matérielle

Pour calculer le coefficient de corrélation  $C_6$  défini dans la section 1.2.2, il faut connaître la transformation matérielle  $\phi$  correspondant à la déformation du matériau, qui relie les coordonnées des pixels de l'image de référence à celles des pixels de l'image déformée, c'est-à-dire  $\underline{X}_i$  à  $\underline{x}_i$ .

$$\underline{x}_i = \phi(\underline{X}_i) \quad (1.15)$$

Cette transformation réelle est l'inconnue à déterminer. Cela suppose de connaître *a priori* sa forme. Dans le contexte d'une analyse micromécanique mettant en jeu des phénomènes de déformation complexes, il est très difficile de proposer une expression, même à partir de l'observation qualitative des distorsions des grilles sur les zones d'observation. Pour résoudre le problème, il suffit de l'approcher localement en remarquant que la méthode de corrélation met en correspondance deux domaines de faible taille.

Soient  $\underline{X}_0$  la position d'un point considéré dans l'image de référence, habituellement le centre du domaine de corrélation  $D$  et  $\underline{X}$  la position d'un point de  $D$ . En ce point  $\underline{X}$ , la transformation  $\phi$  s'écrit :

$$\phi(\underline{X}) = \underline{X} + \underline{u}(\underline{X}) \quad (1.16)$$

où  $\underline{u}(\underline{X})$  est le déplacement au point  $\underline{X}$ . En écrivant le développement limité de  $\underline{u}(\underline{X})$  sur le domaine  $D$ , c'est-à-dire au voisinage du point  $\underline{X}_0$ , on obtient une expression de  $\phi$  en fonction des variations locales de  $\underline{u}$  aux différents ordres :

$$\phi(\underline{X}) = \underline{X} + \underline{u}(\underline{X}_0) + \frac{\partial \underline{u}}{\partial \underline{X}}(\underline{X}_0) \cdot (\underline{X} - \underline{X}_0) + \frac{1}{2} (\underline{X} - \underline{X}_0) \cdot \frac{\partial^2 \underline{u}}{\partial \underline{X}^2}(\underline{X}_0) \cdot (\underline{X} - \underline{X}_0) + \dots \quad (1.17)$$

Cette expression tronquée à différents ordres fournit différentes approximations  $\phi_D$  de  $\phi$  sur le domaine de corrélation  $D$  définissant diverses variantes de la méthode de corrélation.

A l'ordre 0, les variations de déplacements sur le domaine de corrélation  $D$  sont supposées nulles. La modélisation est la plus simple et conduit à écrire que  $\phi$  est une translation :

$$\phi_D(\underline{X}) = \underline{X} + \underline{T} \text{ avec } \underline{T} = \begin{pmatrix} T_x \\ T_y \end{pmatrix} \quad (1.18)$$

Le vecteur  $\underline{T}$  n'est autre que le déplacement du centre  $\underline{X}_0$  du domaine de corrélation entre les deux configurations. Sa valeur est identifiée pour la corrélation minimale.

A l'ordre 1, la transformation est représentée par une translation et une déformation locale homogène sur le domaine de corrélation en supposant des variations linéaires du champ de déplacement :

$$\phi_D(\underline{X}) = \underline{X} + \underline{T} + \frac{\partial \underline{u}(\underline{X}_0)}{\partial \underline{X}} \cdot (\underline{X} - \underline{X}_0) \quad (1.19)$$

Elle est définie par 6 paramètres, la translation et les 4 composantes planes du gradient de la transformation. Remarquons que le terme  $\frac{\partial \underline{u}(\underline{X}_0)}{\partial \underline{X}}$  s'écrit également  $\mathbb{F}(\underline{X}_0) - \mathbb{I}$  laissant apparaître le gradient de transformation  $\mathbb{F}$  fixé constant à la valeur au centre du domaine de corrélation. En supposant que ce gradient est uniquement une rotation centrée en  $\underline{X}_0$ , on obtient une approximation

du premier ordre plus simple (on passe de 6 paramètres à identifier à 3, la translation et l'angle de rotation).

$$\phi_D(\underline{X}) = \underline{X} + \underline{T} + (\mathbb{R} - \mathbb{I}) \cdot (\underline{X} - \underline{X}_0) \text{ avec } \underline{T} = \begin{pmatrix} T_x \\ T_y \end{pmatrix} \text{ et } \mathbb{R} = \begin{pmatrix} \cos(\theta) & -\sin(\theta) \\ \sin(\theta) & \cos(\theta) \end{pmatrix} \quad (1.20)$$

De la même manière, on peut envisager d'autres approximations en poussant le développement limité de  $\underline{u}$  à des ordres supérieurs et en ne retenant que les paramètres pertinents pour décrire le plus précisément la transformation matérielle  $\phi$ . Dans la littérature, on rencontre exclusivement les approximations d'ordre 0 [54, 70, 100, 35] et 1 [128, 125, 30, 137, 82, 36]. On peut citer une utilisation d'une approximation du second ordre [88, 87] permettant de prendre en compte les distorsions non homogènes qui peuvent survenir lors d'une opération d'emboutissage. Cette variante de la technique de corrélation est utilisée pour déterminer les courbes limites de formage.

La tendance actuelle conduit à l'utilisation d'une approximation systématique des déformations locales au premier ordre car ses applications visent la mesure des hétérogénéités de déformation dans les matériaux à l'échelle macroscopique où cette approximation s'avère relativement précise. De plus, elle représente un bon compromis entre précision et temps de calcul : la représentation par une simple translation ne peut pas intégrer les déformations locales qui ne sont pas négligeables et une approximation du second ordre est coûteuse en temps de calcul car davantage de paramètres entrent en compte dans la recherche du minimum de la corrélation.

De manière plus générale, le choix d'une modélisation doit être adapté au matériau considéré et aux mécanismes de déformation qui sont susceptibles d'apparaître. Par exemple, une modélisation de type translation et rotation est suffisante pour des matériaux dont les mécanismes de déformation sont ceux de blocs rigides se déplaçant les uns par rapport aux autres. L'approximation avec le gradient local homogène n'est pas indispensable. La simplifier en ne gardant que les paramètres pertinents conduit à une modélisation optimisée entraînant des calculs plus rapides. Pour les applications en micromécanique, la faible taille de  $D$  par rapport à la longueur des phénomènes observés permet de supposer raisonnablement que le domaine est rigide ou se déforme de manière homogène et ceci est d'autant plus vrai que l'on se limite aux faibles déformations. Ces approximations ne seront, en revanche, pas valides pour aborder des gradients locaux très forts ou des discontinuités, comme les glissements de plasticité. Pour ce type de situation, il est possible de construire une nouvelle modélisation de  $\phi$  prenant en compte ces discontinuités et leur cinématique. Ainsi, avec une telle démarche, on est capable *a priori* de décrire l'ensemble des mécanismes de déformation expérimentaux.

Remarquons enfin que la technique de corrélation fondée sur une approximation de type déformation homogène fournit directement les composantes du gradient de transformation local, mais l'incertitude sur ces valeurs est assez importante, spécialement pour un domaine de corrélation qui implique une seule intersection de grille. La technique de dérivation discrète doit être employée pour déterminer plus précisément ces valeurs à partir des valeurs des déplacements.

### 1.2.5 Les variantes étudiées

On a vu à partir des deux sections précédentes qu'il existe plusieurs variantes de la technique de corrélation en fonction de la nature d'interpolation choisie et de la forme de l'approximation de la transformation matérielle. Dans le chapitre suivant, on étudiera différentes variantes que l'on présente dans le tableau 1.1.

La première méthode pour laquelle  $\phi$  est approchée par une translation définie en valeurs entières de pixels est la plus simple. La seconde couple en plus une approximation parabolique du coefficient



Méthode 1 :	translation au pixel près
Méthode 2 :	translation au pixel près + approximation parabolique
Méthode 3 :	translation subpixel
Méthode 4 :	translation et rotation subpixel
Méthode 5 :	déformation homogène

TAB. 1.1 – Récapitulatif des différentes méthodes de corrélation étudiées

de corrélation au voisinage du minimum grossier (au pixel près) pour améliorer la précision de mesure. En parallèle, on étudiera la méthode basée sur une translation subpixel avec une interpolation bilinéaire des niveaux de gris pour comparer les deux approches. Les méthodes suivantes approchant  $\phi$  respectivement par une translation et une rotation subpixel et par une translation et une déformation locale subpixel sont utilisées pour évaluer les gains en précision des approximations plus sophistiquées par rapport aux autres.

### 1.2.6 Procédure de minimisation

La recherche du domaine homologue dans l'image déformée nécessite l'utilisation d'une procédure de minimisation. Son développement ne peut être que numérique. Deux méthodes sont présentées dans la littérature.

La première est ancienne [122]. Elle est associée à la résolution du problème pour la méthode 1. La transformation matérielle est approchée par une translation en valeurs entières de pixel. Dans ce cas, on a recours à une procédure pyramidale simple n'utilisant pas d'algorithmes de minimisation. La recherche proposée dans la littérature consiste à calculer le coefficient de corrélation pour des valeurs entières de pixels réparties de manière équidistante sur une zone carrée encadrant la solution à trouver. Environ 100 évaluations sont effectuées et le minimum de ces valeurs est déterminé. La position de ce dernier fixe le centre de la nouvelle zone de recherche de taille plus faible. Celle-ci contient toujours 100 évaluations et la distance entre deux points est divisée par un facteur, généralement égal à 10. La procédure continue de la même façon jusqu'à ce que les points analysés soient des pixels adjacents. La résolution maximale est atteinte et la position du dernier minimum donne la solution de la minimisation. Cette méthode est présentée pour des applications macroscopiques avec un système optique où les déformations locales peuvent être importantes, entraînant des déplacements importants. Pour les applications microscopiques où les déformations locales sont faibles, la zone de recherche encadrant la solution à trouver est rarement supérieure à 10 pixels. Cette méthode d'approche de la solution n'est pas nécessaire. Un seul pas est effectué sur une zone en considérant tous les pixels.

La seconde méthode présentée [24, 118, 82] s'applique aux méthodes subpixel qui nécessitent une convergence plus rapide étant donné une résolution dans le domaine des réels et un nombre de paramètres plus important. Un algorithme de minimisation du second gradient basée sur le Hessien du coefficient de corrélation est utilisé. Pour ces développements sur des images optiques, le minimum est atteint pour quelques itérations sans problème de convergence. Cet algorithme est utilisé indifféremment avec une interpolation bilinéaire ou bicubique des niveaux de gris de l'image déformée. Le problème de discontinuité du gradient et du Hessien du coefficient de corrélation au passage d'une valeur entière de pixel, aussi bien dans la direction horizontale que verticale, n'est pas mentionné dans les articles et ne semble pas perturber l'efficacité de la convergence. Ceci s'explique par le fait que les images utilisées sont peu bruitées ou qu'elles sont moyennées (acquisition de plusieurs images successives). Les discontinuités de pentes au passage sur des valeurs entières de pixels sont lissées et donc faibles. Pour les images du MEB employées avec une intégration en temps raisonnable (temps d'acquisition de l'image inférieure à 15 min), il en est autrement.

Elles présentent un niveau de bruit entraînant de fortes discontinuités de pente. Ces dernières provoquent des pertes de convergence dans l'algorithme de minimisation, même en les lissant par une moyenne. L'utilisation de l'interpolation bicubique assure les continuités de pentes jusqu'à l'ordre deux. Malgré tout, le caractère perturbé des niveaux de gris des images rend difficile la convergence vers le minimum et la rapidité de celle-ci est largement diminuée. La convergence systématique avec cet algorithme n'a pas pu être montrée. C'est pourquoi, nous avons choisi une procédure de minimisation plus robuste mais moins rapide, celle du premier gradient. Elle s'applique simplement avec l'interpolation bilinéaire. Nous avons privilégié l'assurance de la valeur de l'abscisse du minimum plutôt que la rapidité de la procédure. Nous présentons ci-après la procédure exacte employée avec ses particularités.

### Présentation de la procédure de minimisation du premier gradient

Le problème consiste à trouver le minimum de la fonction de corrélation  $C(\underline{x})$  en fonction de  $\underline{x}$ , sa position dans le plan. Pour cela, on construit une suite décroissante  $\underline{x}_n$  uniquement à partir de l'information du gradient  $\underline{grad}(C(\underline{x}))$ . Son expression est la suivante (voir démonstration dans l'annexe C) :

$$\underline{x}_{n+1} = \underline{x}_n - a \cdot \frac{\underline{grad}(C(\underline{x}_n))}{\|\underline{grad}(C(\underline{x}_n))\|} \quad (1.21)$$

$a$  est un paramètre à ajuster. Il correspond à la distance entre deux valeurs successives de la suite  $\underline{x}_n$ .

$$\|\underline{x}_{n+1} - \underline{x}_n\| = a \quad (1.22)$$

Ce paramètre est initialement imposé à une valeur inférieure au pixel. Habituellement, on choisit une valeur de 0,1 pixel comme valeur initiale. Elle représente un bon compromis entre rapidité et assurance de la solution trouvée. Au cours du déroulement de l'algorithme, la valeur de ce paramètre est réajustée dès que l'on dépasse le minimum. Dans ces situations, le paramètre  $a$  est divisé par deux. La convergence de l'algorithme est fixée par un test lorsque la norme du gradient est inférieure à une valeur infinitésimale. En plus une limite sur le nombre de divisions par 2 est imposée en fonction de la précision de la technique. En effet, lorsque la distance entre deux valeurs successives  $\|\underline{x}_{n+1} - \underline{x}_n\|$  est inférieure à la précision de mesure, il est inutile de diviser de nouveau par 2. Pour les tests sur l'évaluation de la précision, cette limite est imposée à 40, soit une distance minimale entre deux valeurs successives de l'ordre de  $10^{-12}$ .

Ces algorithmes de minimisation nécessitent des données initiales non arbitraires pour s'affranchir des problèmes de minima locaux et assurer la convergence vers le minimum physique. Pour cela, on utilise une approximation de la solution réelle. Dans la littérature, on propose d'utiliser les résultats de la procédure de minimisation au pixel près comme données initiales.

Pour la bonne convergence de la minimisation dans les méthodes subpixel, une dernière précaution doit être prise. La description de l'approximation de la transformation matérielle est réalisée avec des variables de grandeurs physiques différentes telles que des angles, des longueurs ou des pentes. Leurs variations sont alors différentes. Des rapports de plusieurs centaines voire plus peuvent exister entre elles. Afin de ne pas privilégier une variable par rapport à une autre, il est nécessaire de réaliser la minimisation avec le même type de variables. Pour cela, on opère un changement de variables. Par exemple, pour l'approximation de la transformation matérielle par une translation plane  $(u, v)$  et un gradient local homogène  $(\frac{\partial u}{\partial x}, \frac{\partial u}{\partial y}, \frac{\partial v}{\partial x}, \frac{\partial v}{\partial y})$ , un facteur  $\alpha$  est défini mettant en place de nouvelles variables  $(u_1, u_2, u_3, u_4, u_5, u_6)$  de variations équivalentes.

$$u_1 = u, u_2 = v, u_3 = \alpha \frac{\partial u}{\partial x}, u_4 = \alpha \frac{\partial u}{\partial y}, u_5 = \alpha \frac{\partial v}{\partial x}, u_6 = \alpha \frac{\partial v}{\partial y}. \quad (1.23)$$

La valeur du paramètre  $\alpha$  est fixée de telle manière que les composantes du gradient du coefficient de corrélation aient le même ordre de grandeur. Cette condition revient à la même contrainte sur les

composantes du gradient de la fonction  $g$  des niveaux de gris interpolés dans l'image déformée. Or pour l'interpolation bilinéaire, on sait que globalement sur le domaine de corrélation les variations  $\frac{\partial g}{\partial u_1}$  et  $\frac{\partial g}{\partial u_2}$  sont du même ordre de grandeur. Le calcul des autres composantes donne les relations suivantes quel que soit  $i$  :

$$\frac{\partial g}{\partial u_3} = \frac{(x_i - x_0)}{\alpha} \cdot \frac{\partial g}{\partial u_1} \quad (1.24)$$

$$\frac{\partial g}{\partial u_4} = \frac{(y_i - y_0)}{\alpha} \cdot \frac{\partial g}{\partial u_1} \quad (1.25)$$

$$\frac{\partial g}{\partial u_5} = \frac{(x_i - x_0)}{\alpha} \cdot \frac{\partial g}{\partial u_2} \quad (1.26)$$

$$\frac{\partial g}{\partial u_6} = \frac{(y_i - y_0)}{\alpha} \cdot \frac{\partial g}{\partial u_2} \quad (1.27)$$

où  $(x_i, y_i)$  sont les coordonnées des pixels du domaine de corrélation et  $(x_0, y_0)$  celles de son centre. Dans ce cas, pour que les nouvelles variables aient les mêmes amplitudes de variations, il faut que  $\alpha$  vérifie les relations suivantes.

$$\|x_i - x_0\| \approx \alpha \text{ et } \|y_i - y_0\| \approx \alpha \quad \forall i \quad (1.28)$$

Cette relation ne peut être satisfaite qu'au mieux. On choisit  $\alpha$  égal à la moitié de la taille du domaine de corrélation. En supposant un domaine carré, on obtient :

$$\alpha = \frac{(\max_i \|x_i - x_0\|)}{2} = \frac{(\max_i \|y_i - y_0\|)}{2} \quad (1.29)$$

On peut faire un raisonnement identique pour les autres approximations de la transformation matérielle et pour les autres natures d'interpolation.

### 1.2.7 Algorithme de recherche et particularités

Nous venons de présenter les principales caractéristiques de la technique de corrélation utilisée pour apparier deux domaines homologues. Cependant, elles ne suffisent pas à résoudre correctement le problème de la recherche des différents domaines homologues sur une zone étudiée. Une procédure particulière doit être élaborée. On se propose dans cette section de présenter l'algorithme de recherche utilisé et les particularités qu'il a été nécessaire de développer pour garantir une mesure fiable avec les microgrilles.

#### Algorithme général de recherche

L'algorithme de recherche globale est assez simple et se sépare en deux opérations.

- La première consiste à sélectionner les points aux endroits où la corrélation sera effectuée. Avec l'utilisation des microgrilles comme repères, ces points sont choisis aux intersections des lignes, à l'endroit où le contraste est maximal. La sélection des points s'effectue dans la plupart des cas sur la grille de l'état non déformé. Comme celle-ci est régulière et que l'on choisit systématiquement une zone rectangulaire, l'opération de sélection est simple. Il suffit de renseigner les coordonnées des extrémités de cette zone ainsi que les nombres d'intersections suivant les directions horizontale et verticale. Les coordonnées des points générés sont alors recueillies en lignes. Grâce au programme qui inclut la visualisation des opérations sur l'image considérée, on vérifie que ces points se situent au plus proche des intersections de grilles.

On peut envisager des situations plus compliquées avec un traitement d'images approprié (seuillage, détection de bords...) pour détecter des intersections de grilles irrégulières comme il est proposé dans [89]. Ce type de grille peut être choisi pour suivre la microstructure, par exemple pour les biphasés : les interfaces sont alors mieux décrites et la mesure des déformations est plus fine et pertinente pour quantifier les phénomènes aux interfaces. Cependant, une telle démarche n'est pas encore possible avec les moyens actuels de la microélectrolithographie.

- La deuxième opération correspond à la recherche successive des points homologues. Elle s'effectue par ligne de point à point. Pour commencer la procédure, il est nécessaire de donner la position approximative du premier point dans l'image de la configuration déformée. Cela évite une recherche longue sur l'ensemble de l'image dont le succès n'est pas garanti *a priori*. En effet, avec les résolutions utilisées, les différences entre deux intersections de grilles sont mineures et insuffisantes pour retrouver dans une image de grille une intersection particulière. Ce problème peut être évité en prenant quelques précautions. La corrélation s'effectue sur une zone de recherche centrée sur ce point encadrant la déformation locale du matériau. Pour nos applications, la déformation locale est faible et une taille d'une ou deux dizaines de pixels est suffisante avec un pas de  $5\mu m$ . Dès que la position optimale du premier point est trouvée dans l'image déformée, la procédure passe au point suivant. La nouvelle zone de recherche est décalée de la différence de positions entre ce nouveau point et l'ancien dans l'image initiale à partir de la position trouvée et l'opération de recherche est reconduite de la même façon. Cette procédure de décalage est suffisante lorsque les écarts entre deux points successifs dans les images déformée et initiale sont proches, spécialement pour les faibles déformations et un pas de grille de quelques micromètres. Remarquons que cette procédure peut également s'appliquer à des grilles irrégulières. Pour le passage d'une ligne à une autre, un décalage différent est effectué. La zone de recherche du premier point de chaque ligne est positionnée par rapport à la position trouvée du premier point de la ligne précédente, décalée de la différence de positions entre ce nouveau point et le premier de la ligne précédente dans l'image initiale.

### Adaptations et particularités

L'algorithme présenté ci-dessus nécessite quelques adaptations pour être efficace avec les microgrilles employées. Ces particularités ne sont pas nécessaires pour une application avec un motif aléatoire de type mouchetis.

#### - Unicité de la solution

Le premier problème est lié au motif propre de la grille. Ce motif est périodique si bien qu'une intersection de grille est semblable à sa voisine. Ceci est d'autant plus vrai que le bruit dans les images est important. Il a tendance à effacer les particularités de la grille en les brouillant. Ainsi, sans précaution particulière, l'unicité de la solution de la procédure de corrélation n'est pas garantie. Le moindre décalage peut entraîner la convergence vers une intersection voisine. Pour garantir cette unicité, il est nécessaire de limiter la taille de la zone de recherche de telle manière qu'elle soit inférieure à deux fois le pas des grilles. Cette limite est suffisante pour les faibles déformations mais pas toujours pour les valeurs plus importantes (supérieures à 5 %) car la distance entre les lignes évolue avec la déformation. Il est alors nécessaire d'inclure un raffinement dans l'algorithme de recherche de manière à toujours être dans une situation de faibles déformations. Pour cela, il faut prendre en compte la déformation moyenne sur la zone analysée. Plutôt que de décaler la zone de recherche de l'équivalent d'un pas de grille entre deux recherches à partir de la solution de la dernière, il est plus judicieux de se décaler de la valeur du pas modifié par la déformation moyenne.

Dans la réalité, le calcul est vectoriel à partir des deux composantes du vecteur entre les deux points successifs et des composantes planes du tenseur gradient de transformation moyen. Il corrige les rotations et les distorsions éventuelles. L'évaluation de la déformation moyenne sur la zone peut être faite uniquement à partir des coordonnées des quatre points extrêmes dans les deux images selon la méthode utilisée pour calculer les déformations locales [3]. Il suffit de intégrer ces informations en plus des autres paramètres du dépouillement. Leur détermination est facile avec n'importe quel logiciel de visualisation d'images. Pour les situations où les hétérogénéités de déformation sont très marquées, on peut envisager le même type de solution en raisonnant sur une déformation moyenne plus locale au voisinage du point à analyser. Cette procédure est plus compliquée et entraîne un coût de calcul supérieur. Ces situations ne sont apparues que rarement dans nos investigations si bien que ce développement ne s'est pas imposé.

#### - Les "points faux"

Le second problème est lié aux situations difficiles où la corrélation est mise en échec. Plusieurs situations d'échec peuvent intervenir liées à des problèmes différents.

##### 1. Défauts de grille

La première situation d'échec est liée à la fabrication des grilles. Bien que cette fabrication soit soignée, il n'est pas rare d'observer des défauts sur ces grilles. Ce phénomène se caractérise par le manque d'intersections à différents endroits ou de manière localisée. Pour les points sélectionnés dans ces régions, la corrélation ne peut être exécutée par manque de contraste. Le problème consiste alors à sauter ces points dans la procédure de recherche. Une procédure de détection des points à contraste insuffisant a dû être mise en place. Elle est fondée sur une détection de bords sophistiquée [26] intégrant des paramètres d'image tels que le niveau de bruit et la résolution des barreaux de grille. L'image de référence est transformée en image binaire représentant les bords des barreaux. Sur celle-ci, en chaque point à analyser, on évalue le nombre de pixels blancs sur le domaine de corrélation que l'on compare à un seuil fixé. En dessous de ce seuil, le contraste est insuffisant et la corrélation ne sera pas évaluée en ce point. La valeur du seuil est fonction de la taille du domaine de corrélation. On la fixe comme étant la moitié de tous les pixels théoriquement blancs. Cette valeur n'est pas toujours optimale et il est nécessaire de l'ajuster par plusieurs essais.

Remarquons que la procédure évoquée précédemment d'intégration de la déformation moyenne trouve encore une application. En effet, lorsque plusieurs points à contraste insuffisant sont consécutifs, la procédure les évite, si bien que la distance entre deux points analysés devient supérieure à un pas de grille. Une estimation de la distance entre ces deux points dans l'image déformée sans tenir compte de la déformation moyenne est bien souvent insuffisante et provoque un trop grand décalage entre la position initiale estimée grossièrement et la position finale à trouver (décalage supérieur à la taille de la zone de recherche) et une mauvaise évaluation est provoquée en trouvant une position voisine.

##### 2. Modification du contraste local

L'utilisation de la technique de corrélation suppose la conservation du contraste entre les deux images à analyser. Dans la réalité, le contraste est modifié très localement à différents endroits. Ces variations sont dues à l'apparition d'un phénomène à la surface de l'échantillon au cours de son chargement. On recense en particulier l'apparition de lignes de glissements, de fissures, de microcavités d'endommagement ou de joints révélés par les mouvements des grains. Ces phénomènes se traduisent dans l'image déformée par un contraste non présent initialement. La corrélation entre deux domaines homologues est mauvaise. Pour éliminer ces points, il suffit de filtrer les valeurs du coefficient de

corrélation minimum trouvé. En effet, pour de telles situations, le niveau de ressemblance des deux domaines de corrélation est faible et se traduit par un coefficient de corrélation très élevé. On fixe un seuil à ne pas dépasser. Il est déterminé en fonction du niveau de bruit dans l'image. Pour les images utilisées dans cette étude, un seuil de 0,5 est suffisant pour éliminer ces problèmes.

### 3. Correction

Une fois l'ensemble de l'image analysé, certains *points faux* peuvent demeurer, les procédures de détection des points difficiles n'étant pas infaillibles. Dans la plupart des cas, ces points sont très loin de la solution à trouver et ils sont facilement détectables sur les cartes de déformation. Ils provoquent des concentrations anormales de déformation qui masquent le phénomène physique. C'est pourquoi nous avons construit une procédure de correction manuelle de ces points faux. Elle consiste à modifier la position trouvée dans l'image déformée pour la recentrer sur l'intersection de grille. Elle fournit une évaluation au pixel près.

Après avoir effectué cette procédure de correction, nous ne disposons pas de l'ensemble des positions des intersections de grille sélectionnées dans l'image déformée, puisqu'il reste à trouver ou à évaluer la position des points écartés avant et après la procédure de corrélation. Or, pour pouvoir construire les cartes de déformation, il est nécessaire de disposer d'une solution pour tous les points à analyser. Nous avons construit un programme de reconstruction de ces *points faux* dans l'image déformée. Ces points sont déterminés par interpolation linéaire sur les déplacements à partir des points plus proches voisins calculés sur une ligne. Cette démarche est simple sur le principe mais demande un travail informatique important pour la gestion des cas particuliers tels que ceux survenant aux bords. C'est pour cette raison qu'une démarche plus sophistiquée permettant une évaluation plus fine n'a pas été entreprise. Elle consiste à déterminer la position après déformation de l'intersection de grille manquante en évaluant la déformation locale comme étant la déformation moyenne sur le contour formé par les plus proches intersections voisines pour lesquelles la corrélation a réussi.

#### – Sélection des points à analyser

Les dernières adaptations de la technique ont consisté dans la sélection des points à analyser dans l'image initiale. La possibilité de réaliser une corrélation entre le champ local de déformation et la microstructure est très utile. De plus, on est capable de calculer des grandeurs moyennes par phase que l'on peut comparer avec celles données par certains modèles analytiques et numériques [21]. Pour cela, lors de la sélection des points à analyser, il est nécessaire d'identifier la phase. Cette opération peut s'effectuer de deux façons.

La première est destinée aux situations où il existe deux phases avec des différences de niveaux de gris élevées, comme pour les biphasés Ni/Ag étudiés dans la deuxième partie. Le niveau de gris moyen sur un petit voisinage du point considéré est calculé pour diluer les pixels de la grille. Par seuillage, on détermine la nature de la phase que l'on utilise ensuite dans les programmes de calcul des déformations.

La deuxième procédure s'applique à des matériaux multiphasés ou à des polycristaux. Elle consiste à construire à partir de l'image initiale une image complémentaire de résolution homothétique différenciant les phases ou les grains. Elle est réalisable avec un logiciel de traitement d'images, en dessinant des contours que l'on vient remplir avec une certaine nuance de gris. Nous avons développé un programme capable de rechercher pour chaque point de grille sélectionné l'identité de la phase ou du grain dans cette image.

#### – Mesures successives

L'étude du comportement d'un matériau à l'échelle locale se décompose en plusieurs évaluations du champ de déformation à différents états de chargement. Pour les faibles valeurs

de déformation macroscopique imposée (inférieures à 10 %), le dépouillement s'effectue en considérant le même état initial, celui de l'état non déformé, pour chaque mesure. Cette démarche n'est plus possible pour des déformations macroscopiques plus importantes, en raison des problèmes d'unicité évoqués précédemment et de la modification du contraste de plus en plus marquée. Pour mesurer la déformation dans un certain état, on choisit de prendre comme image initiale celle de l'état précédent.

Dans ce cas, le calcul des composantes planes de la déformation n'est pas différent, bien que la déformation ne soit pas une grandeur extensive. Le fait de raisonner avec les coordonnées des mêmes intersections de grille pour tous les états de déformation permet de calculer avec la même procédure les déformations entre n'importe quels états. La seule contrainte consiste à suivre le déplacement des mêmes intersections de grilles pour tous les états de déformation. Pour une évaluation subpixel, il se pose malgré tout un problème d'arrondi, car la corrélation s'effectue toujours à partir de coordonnées des intersections de grille données en pixel dans l'état initial. A partir de coordonnées subpixel considérées comme initiales, on détermine des coordonnées entières en prenant les valeurs entières de coordonnées initiales. On effectue avec ces nouvelles coordonnées la corrélation qui donne leur position dans l'image déformée. Cependant, peut-on considérer que ces coordonnées trouvées correspondent aux coordonnées initiales subpixel étant donné l'arrondi? La réponse est négative puisque l'arrondi n'est pas identique à chaque coordonnée.

Dans l'absolu, déterminer la position subpixel de chaque intersection de grille dans l'image déformée connaissant la position de sa partie entière est impossible sans hypothèse. Une hypothèse raisonnable permettant de garantir une précision subpixel consiste à supposer que la transformation matérielle  $\phi$  est localement homogène, c'est-à-dire que les positions subpixel et entières subissent la même déformation. Cette hypothèse est d'autant mieux vérifiée que la déformation du matériau n'est pas trop localisée. A l'échelle d'un pixel, on peut supposer que la déformation est homogène, puisqu'on retient la même hypothèse sur le domaine de corrélation qui a une taille de plusieurs dizaines de pixels. Dans le cas d'une déformation très localisée, la mesure est erronée dans tous les cas. Ainsi, la corrélation avec la position entière détermine l'approximation de la transformation matérielle que l'on réutilise pour déterminer les coordonnées finales correspondant à la position initiale subpixel.

### 1.2.8 Aspects informatiques

La procédure de dépouillement pour trouver les points homologues est réalisée par un ensemble de programmes effectuant chacun une opération élémentaire. On distingue six tranches qu'il est nécessaire d'enchaîner pour obtenir un dépouillement complet :

1. Sélection des intersections de grilles à analyser
2. Attribution de la phase
3. Evaluation du contraste local
4. Corrélation : différentes variantes sont possibles
  - translation au pixel près
  - translation au pixel près + approximation parabolique
  - translation subpixel
  - translation et rotation subpixel
  - translation et déformation homogène
5. Reconstruction des points faux
6. Correction manuelle éventuelle

Ces programmes sont développés en langage C avec l'utilisation de la librairie de manipulation et de visualisation d'images VISTA (disponibles gratuitement sur Internet). Elle permet le développement de programmes interactifs associant la visualisation d'images et leurs traitements. Ils fonctionnent sous Unix sur station de travail et sous Linux sur PC. Ils représentent environ 20 000 lignes de codes. Les images utilisées sont au format TIFF standard sans compression, en 256 niveaux de gris.

### 1.3 Conclusion

Ce premier chapitre est tout d'abord consacré à la recherche d'une technique de microextensométrie locale adaptée au contexte particulier de la micromécanique des matériaux hétérogènes et présentant des performances meilleures que les techniques anciennes.

Dans un premier temps, pour guider la recherche, les caractéristiques que la technique de mesure doit posséder sont recensées au travers de la présentation du contexte de l'étude. La technique de mesure est dédiée à l'étude quantitative des mécanismes microscopiques de déformation et d'endommagement gouvernant le comportement mécanique macroscopique. Pour ces investigations, on distingue deux échelles : celle correspondant à la longueur d'ondes des fluctuations des mécanismes locaux, de l'ordre de quelques micromètres pour cette étude, et celle relative à leur représentativité spatiale dont la taille caractéristique pour les matériaux étudiés est de l'ordre du millimètre. Les enjeux principaux se résument par la possibilité d'étudier ces mécanismes à faibles niveaux de déformation (inférieurs à 5 %) de manière statistique, d'établir des critères physiques locaux pour leur activation, et de fournir un ensemble de données pour une confrontation modèle/expérience plus pertinente en intégrant une comparaison à l'échelle locale.

Les spécifications de la technique de mesure sont alors définies de la manière suivante. Elle doit être capable de réaliser un nombre important de mesure (environ 40 000 évaluations pour  $1\text{mm}^2$ ) pour assurer à la fois une évaluation fine du champ local de déformation et la représentativité statistique des phénomènes locaux observés. En d'autres termes, elle doit être automatique et rapide pour effectuer ce nombre important de mesures sur une période limitée, capable de gérer les situations d'échec, et plus précise pour étudier et quantifier plus finement les phénomènes locaux observés. Pour les observer au tout début de leur entrée en activité (autour de 1 %), il est nécessaire d'atteindre une précision de la mesure de l'ordre à 0,1 % qui se traduit par la capacité de mesurer au mieux le déplacement au centième de micromètre, pour une longueur de mesure de  $10\mu\text{m}$ .

Au regard de ce cahier des charges, une revue bibliographique des différentes techniques de mesure de champ local de déformation est menée, mettant en exergue les avantages et les inconvénients de chacune, et surtout leur domaine d'application en termes de résolution de l'échelle locale et de taille de la zone observée. On étudie en particulier les performances de la photoélasticité, des méthodes de moiré, des techniques d'inférométrie holographique et des méthodes d'analyse d'images. L'analyse de cette revue montre que les méthodes d'analyse d'images sont les mieux adaptées au contexte et aux exigences rappelées précédemment. De plus, elles sont tout à fait compatibles avec l'utilisation du MEB, qui est le moyen d'observation le plus approprié aux échelles d'investigation privilégiées ici. Il existe différentes méthodes d'analyse d'images, en particulier les méthodes de grilles, de corrélation et de flux optique. La problématique suivante a consisté à rechercher parmi ces méthodes celle qui permettra d'améliorer la précision de mesure. Elle a débouché sur le choix des méthodes de corrélation qui affichent des performances supérieures aux techniques de grilles. Les techniques de flux optique, plus pertinentes en terme de mesure locale, sont malgré tout écartées à cause de leur grande sensibilité au bruit de fond et du nombre faible d'applications dans le domaine des matériaux, rendant difficile l'évaluation réelle de leurs performances.

Comme les techniques de corrélation sont présentées dans la littérature pour des applications macroscopiques avec des moyens optiques, ce travail a consisté à leur adaptation aux investigations



micromécaniques utilisant le MEB, des microgrilles et un système de numérisation haute résolution pour permettre d'acquérir en une seule fois une zone de taille importante. La description de la procédure de mesure est présentée à la suite, mettant en évidence les particularités retenues, en particulier celles relatives à la fabrication des grilles, l'acquisition des images numériques et au calcul des déformations.

La fin du chapitre se focalise sur la description des principales composantes (forme du coefficient de corrélation, type d'interpolation pour atteindre une précision subpixel, approximation de la transformation matérielle réelle et procédure de minimisation pour la recherche des points homologues) de la technique de corrélation pour la mesure du champ de déplacement, fixant les performances de la mesure. Les particularités et les notions théoriques associées sont expliquées. Les adaptations aux images de microgrilles et les développements effectués pour rendre la technique plus performante dans ce cas sont présentés.

## Chapitre 2

# Évaluation et amélioration de la précision

### 2.1 Évaluation de la précision de la mesure

Dans le chapitre 1, nous avons décrit la technique de mesure mise en place pour satisfaire au mieux les besoins exprimés dans le cadre des études micromécaniques sur les matériaux hétérogènes. La vérification des objectifs nécessite une évaluation de la précision de la mesure de cette nouvelle technique. Cette évaluation permet également d'en fixer les limites et de savoir si, grâce à cette dernière, les limites actuelles de l'investigation quantitative locale peuvent être repoussées. Cette évaluation met en évidence des problèmes liés à l'adaptation de la technique de corrélation aux images numériques issues du MEB. Elle sert alors de support de réflexion pour comprendre et améliorer cette technique. Les chapitres suivants détaillent les idées exprimées en conclusion de cette évaluation.

Les grandeurs physiques déterminées par cette technique sont les déformations locales moyennes sur un domaine défini à partir des déplacements trouvés en chaque point du contour par une méthode de dérivation discrète (voir section 1.1.7 du chapitre précédent, [3]). Leur précision dépend de la taille et de la forme du domaine choisi, de la résolution des images (nombre de pixels pour un pas de grille) et, surtout, de la précision sur la détermination des déplacements des intersections de grilles (comme cela est montré dans l'annexe A). Ces déplacements sont les seules grandeurs physiques réellement mesurées dans cette technique par l'utilisation de la méthode de corrélation. Celle-ci est capable de mesurer les déplacements en fraction de pixel à la différence des méthodes classiques précises au pixel près.

Remarquons que cette procédure de calcul des déformations fournit des valeurs moyennes dont le caractère local est fonction de la taille du domaine utilisé : plus la taille du domaine est grande et plus la base de mesure et le nombre de points voisins utilisé dans ce calcul sont grands diminuant de ce fait l'imprécision de la mesure. Ainsi, une détermination sur un domaine de taille importante donne une valeur plus précise, mais elle possède une signification moins locale. Actuellement, le caractère local de la mesure de déformation est limité par le pas de la grille car, technologiquement, un pas inférieur à  $1\mu m$  reste difficile à obtenir. Ainsi, pour le schéma de dérivation discrète le plus petit (voir annexe A), formé avec les trois plus proches voisins habituellement espacés de  $5\mu m$ , la déformation est évaluée sur une surface minimale de  $12,5\mu m^2$ .

Ce chapitre est donc consacré à la détermination de la précision de la mesure des déplacements locaux par la technique de corrélation. Cette précision est estimée en évaluant les erreurs sur les valeurs des déplacements pour des transformations connues simples. Dans notre cas, seule l'étude

des mouvements de corps rigides plans est possible puisqu'il est très difficile de trouver un matériau qui se déforme de manière homogène à de telles échelles locales. La précision théorique déterminée sur des images simulées est comparée à celle obtenue sur des images réelles.

Cette étude met en évidence un certain nombre de problèmes à résoudre comme la nécessité de corriger les distorsions d'images ou d'optimiser les réglages du MEB utilisés pour acquérir les images [48].

Dans cette section, on aborde tout d'abord la détermination de la précision de mesure pour une translation de corps rigide. Cette évaluation est conduite sur des images simulées et sur des images réelles. La comparaison des deux approches permet d'expliquer les erreurs dans le cas réel. Par ailleurs, la construction des images simulées et les calculs de l'erreur de la technique sont détaillés. Dans un deuxième temps, la précision déterminée est discutée pour le cas réel général à partir de l'étude de la pertinence de l'approximation de la transformation matérielle  $\phi$ .

### 2.1.1 Détermination de la précision pour une translation

L'évaluation des erreurs sur la détermination des déplacements locaux ne peut s'effectuer que pour des mouvements de corps rigides plans, c'est-à-dire des translations et des rotations. Cependant, la précision de la mesure de ces déplacements est fonction de l'approximation de la transformation matérielle choisie pour décrire au mieux la déformation locale du matériau. Ainsi, pour quantifier la précision intrinsèque de la technique de corrélation, il est nécessaire de s'affranchir de cette approximation en modélisant la transformation matérielle par celle réellement appliquée. Nous choisissons de mener cette évaluation dans le cas d'une translation. Dans la section 2.1.2, nous étudierons l'influence de l'approximation de la transformation matérielle sur la précision de la mesure.

#### Précision théorique sur images simulées

La précision théorique de la technique de corrélation, appliquée aux images avec un contraste local fourni par une intersection de microgrille, est estimée au moyen d'images simulées, générées de la manière suivante.

##### - Construction des images simulées

L'ensemble des images simulées utilisées sont construites de la même manière, excepté quelques particularités qui sont mentionnées dans les parties concernées.

On suppose, dans cette analyse, que la répartition des erreurs sur la mesure des déplacements des différentes intersections d'une même grille est aléatoire. L'indépendance de ces erreurs permet d'étudier uniquement une intersection de grilles pour toutes les configurations de déplacements subpixels possibles. Comme les phénomènes sont périodiques d'un pixel à l'autre, on peut restreindre l'étude à une amplitude d'un pixel. Une étude statistique des erreurs d'évaluation des déplacements par rapport à ceux imposés donne les caractéristiques de la précision de la mesure.

Les différentes images simulées nécessaires pour les différentes translations subpixel dans le plan sont déterminées en considérant les mêmes images à une résolution supérieure de telle manière que les translations subpixel deviennent des translations en valeurs entières de pixels dans ces images haute résolution. Le motif de la grille observée est modélisé par une image haute résolution avec une simple intersection de grille; le niveau de gris intrinsèque de la grille est choisi à 215 et celui (supposé uniforme) du matériau substrat est de 40, sur une échelle de 256 niveaux de gris. Pour limiter le temps de calcul de la simulation, le plus petit déplacement subpixel imposé choisi est égal à 0,05 pixel (voir figure 2.1). On suppose qu'un

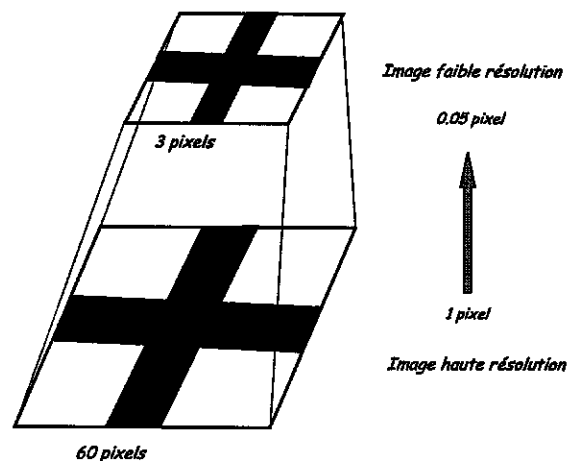


FIG. 2.1 – Construction des images simulées

pixel dans l'image faible résolution correspond à  $20 \times 20$  pixels dans l'image haute résolution (voir figure 2.2). La largeur de la ligne de grille est alors égale à 60 pixels dans l'image haute

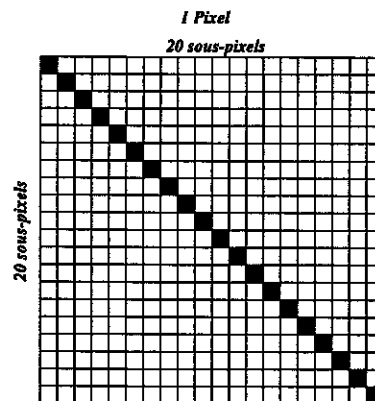


FIG. 2.2 – Représentation d'un pixel

résolution. Les images de ce motif idéal à faible résolution, correspondant à 3 pixels pour une ligne de grille, sont générées en prenant le niveau de gris d'un pixel donné dans ces images comme étant la moyenne des niveaux de gris du domaine de  $20 \times 20$  pixels à la position correspondante dans l'image haute résolution. On suppose en première approximation que cette construction est représentative du phénomène réel de formation du contraste dans les images du MEB. Le niveau du signal du capteur d'électrons engendrant le niveau de gris d'un pixel peut être considéré comme la moyenne sur la surface excitée par le faisceau des signaux émis en tous les points de cette zone. Si on suppose que chaque signal émis par la grille restitue un niveau blanc et celui du substrat le niveau noir, le niveau global est la moyenne surfacique de ces niveaux, comme pour la simulation. La réalité est plus complexe. Le faisceau n'a pas une section carrée mais circulaire. De plus, il existe des aberrations géométriques de la colonne optique du MEB qui modifient très légèrement la forme du faisceau. Sa section est circulaire au centre de la colonne et se déforme progressivement en s'écartant de cette position pour devenir une ellipse sur les bords. L'information du MEB n'est pas purement surfacique : un volume de matière est excité par le faisceau dans l'interaction électron-matière.

Pour des conditions de tension données et pour un type d'électrons utilisés, la profondeur du volume considéré reste constante. On ramène cette situation à un problème en surface puisque les différences observés dans l'interaction électron/matière sont dues uniquement à la microgrille qui présente une épaisseur très faible, de l'ordre d'une centaine de nanomètres. La nature des électrons utilisés peut modifier légèrement le niveau global. Par exemple, les électrons secondaires qui restituent une information de relief ne suivent pas exactement cette logique essentiellement au passage du substrat à la grille. Remarquons qu'une analyse pour les 20 déplacements subpixels possibles, de 0 à 0,95 pixel dans l'image faible résolution, est suffisante pour prendre en compte toutes les situations de déplacements sans répétition, le phénomène étant périodique (période égale à 1 pixel dans l'image faible résolution).

Le résultat de cette numérisation virtuelle dépend du décalage de l'image à faible résolution par rapport à celle à haute résolution : 400 images différentes peuvent être générées lorsque les 20 déplacements possibles d'un pixel dans les deux directions sont considérés. La technique de corrélation peut s'appliquer à n'importe quelle paire de ces images et fournit un déplacement relatif estimé qui peut être comparé à celui réellement appliqué. Les figures 2.3 et 2.4 donnent

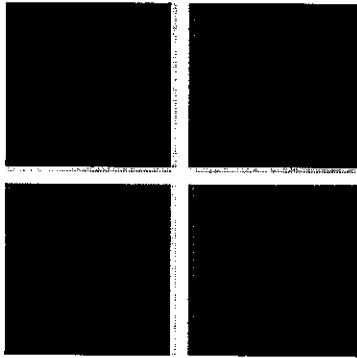


FIG. 2.3 - Image de référence : décalage en pixels ( $u = 0,25$ ,  $v = 0,25$ )

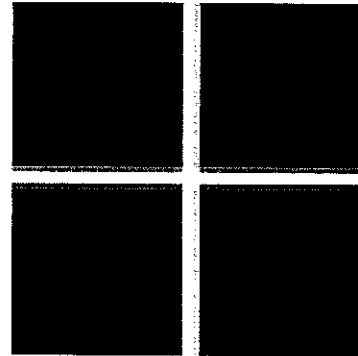


FIG. 2.4 - Image tradatée : déplacement en pixels ( $u = 0,55$ ,  $v = 0,15$ )

l'exemple d'une paire d'images ( $60 \times 60$  pixels) à corrélérer engendrées avec un décalage de 5 pixels horizontalement et 5 pixels verticalement dans l'image haute résolution.

#### - Estimation de l'erreur

L'estimation de l'erreur est déterminée à partir des 400 translations subpixel possibles qui peuvent être générées quand les 20 déplacements d'un pixel dans les deux directions sont considérées dans l'image haute résolution. A chaque configuration de translation étudiée, les 400 possibilités de décalage sont calculées. Ainsi, 160 000 mesures sont effectuées et pour chaque évaluation, l'écart par rapport à la translation imposée est évalué. La technique de corrélation utilisée est la variante subpixel pour laquelle la transformation matérielle est approximée par une translation subpixel. Un domaine de corrélation de  $30 \times 30$  pixels est utilisé et les niveaux de gris des images tradatées sont interpolées bilinéairement. La simulation dure plus d'une journée sur un PC (Pentium II 400 Mhz). La figure 2.5 montre l'écart entre les déplacements imposés et mesurés en pixels pour toutes les combinaisons possibles de translation le long de la première bissectrice ( $u = v \in [0,1]$ ) et pour les décalages d'image selon la même bissectrice (sur la figure 2.5, *dec i* correspond à un décalage diagonal de  $i$  pixels dans l'image haute résolution). Un traitement statistique de l'ensemble des écarts déterminés est effectué (voir tableau 2.1). L'erreur maximale est d'environ 0,12 pixel et sa moyenne est nulle. Cela s'explique par la symétrie du motif et les déplacements imposés. L'écart-type est égal à 0,0545 pixel.

Avec des conditions usuelles, c'est-à-dire un pas de grille de 35 pixels ( $5\mu m$ ) et une longueur de référence de  $10\mu m$  pour un schéma de dérivation formé des 4 plus proches intersections

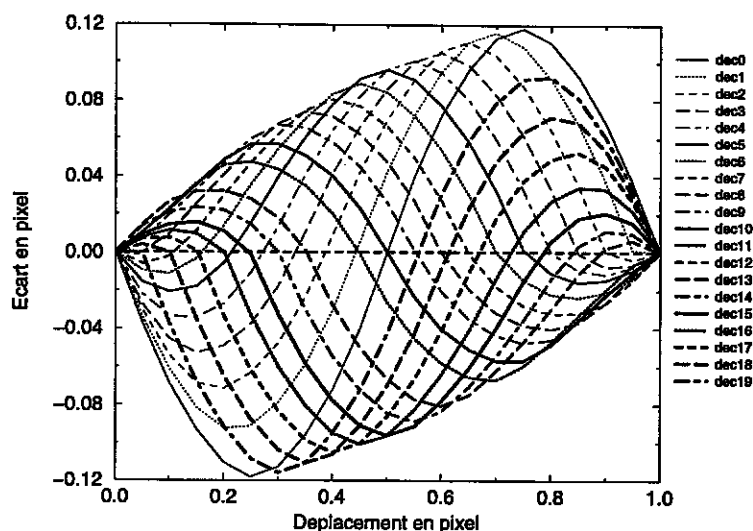


FIG. 2.5 - Erreur des déplacements subpixel

TAB. 2.1 - Analyse statistique

moyenne	0
écart-type	0,0545

voisines, la précision théorique pour les mesures de déformations locales est d'environ 0,1 % (voir annexe A). Cette précision théorique obtenue est moins bonne que celle rapportée pour la technique de corrélation utilisée avec un contraste de type speckle [24] : ceci a pour origine le contraste brusque intrinsèque à la microgrille et à sa forme trop régulière. Cet aspect est approfondi dans la section 2.4.

Dans le cas d'images parfaites exemptes de bruit de fond et de défauts géométriques, une transformation réduite à l'unité donne une erreur nulle puisque les deux images analysées sont identiques. De même, en raison de la symétrie du motif et du caractère géométrique parfait de ces images numériques, les deux directions perpendiculaires de déplacements ( $u$  et  $v$ ) dans le plan sont équivalentes et donnent des erreurs similaires, si bien que l'étude d'une rotation de 90 degrés donne les mêmes résultats.

### Évaluation sur images réelles

Les tests suivants sont réalisés avec des images réelles de  $4K \times 4K$  pixels enregistrées dans les conditions usuelles en microscopie électronique à balayage ( $U = 20$  kV,  $I = 0,3$  nA,  $WD = 15$  mm, temps d'acquisition par pixel =  $50\mu s$ , électrons secondaires). La résolution est d'environ 3 pixels pour une épaisseur de ligne de grille et le matériau substrat présente un niveau de gris presque uniforme. Une aire d'environ 9 000 points est analysée statistiquement pour différents mouvements de corps rigides. Trois tests sont effectués en considérant respectivement :

- l'absence de transformation,
- une translation,
- la combinaison d'une translation et d'une rotation proche de 90 degrés.

Une rotation parfaite sans déplacement de son centre n'est pas réalisable avec la platine d'observation utilisée. La troisième transformation met en évidence l'existence éventuelle de défauts

géométriques d'images. Comme nous utilisons la méthode de corrélation qui approche la transformation matérielle par une translation, l'image de la configuration déformée est tournée d'un angle de  $-90$  degrés avant d'effectuer le dépouillement. La situation correspondant à l'absence de transformation est réalisée par deux balayages successifs de la même zone. Ces deux balayages fournissent les deux images à analyser.

Chaque valeur locale est comparée au mouvement de corps rigide qui est déterminé à partir du gradient de transformation moyen  $\mathbb{F}$  sur la zone analysée, en utilisant les points situés sur les bords (voir annexe A). Remarquons que l'incertitude sur  $\mathbb{F}$  est très faible, de l'ordre de quelques  $10^{-5}$ , grâce à la grande base de mesure et au nombre important de points du bord. Comme la transformation est homogène, la valeur moyenne sur la zone donne directement les composantes de la transformation réelle et cette valeur se conserve d'un point à un autre. Notons que cette procédure est nécessaire car les systèmes mécaniques de déplacement de la platine d'observation du MEB ne permettent ni un contrôle des déplacements ni une évaluation fine et fiable de leurs valeurs imposées pour des amplitudes de l'ordre de quelques micromètres. Soulignons, également, que les déplacements imposés sont des mouvements physiques : ils ne sont pas le résultat d'une translation ou d'une rotation électronique du faisceau. Ils sont semblables à des déplacements engendrés par une déformation.

La technique de corrélation qui est utilisée pour ces tests est identique à celle du test précédent sur les images simulées. En particulier, l'interpolation des niveaux de gris des images dites déformées est de nature bilinéaire.

Les écarts-types de la différence pour les deux directions du plan sont donnés dans le tableau 2.2. Deux types de résultats sont reportés : les erreurs globales, relatives à l'image entière (les 9 000

TAB. 2.2 - Écart-type des erreurs en pixels

	Pas transf.	Translation	Rotation
$\sigma_u$ global	0,200	0,549	36,976
$\sigma_u$ local	0,081	0,207	3,891
$\sigma_v$ global	0,223	0,787	39,137
$\sigma_v$ local	0,071	0,177	4,177

points), et locales obtenues avec des groupes de 100 points voisins (sur un domaine carré) situés en plusieurs positions dans l'image.

#### - Cas 1 - Pas de translation

Dans cette situation (voir tableau 2.2), qui correspond à deux images identiques enregistrées successivement, les écarts locaux sont 1,5 à 2 fois plus importants que ceux estimés à partir des images simulées. Cette constatation ne peut s'expliquer que par des conditions d'acquisition des images non optimales restituant mal les détails des intersections de grille. Par exemple, l'influence du bruit de fond dégrade la perception de la grille par rapport à la situation parfaite des images simulées. Nous verrons que ce n'est pas la seule explication. Les erreurs globales sont plus importantes. Cela s'explique par les conditions de balayage qui sont légèrement modifiées entre deux balayages successifs.

#### - Cas 2 - Translation de quelques micromètres

Les erreurs relatives à une translation sont trois fois plus grandes que celles sans transformation (voir tableau 2.2). Ce phénomène peut être relié à des défauts géométriques d'images non homogènes qui s'ajoutent lorsque des domaines homologues situés en différentes positions dans l'image sont comparés.

### - Cas 3 - Rotation de 90 degrés

Les erreurs pour cette rotation (voir tableau 2.2) sont beaucoup plus élevées et atteignent plusieurs dizaines de pixels globalement, mais seulement quelques pixels localement. Ces erreurs importantes sont dues à une distorsion globale de l'image, que l'on discutera dans la section 2.2 et dont l'effet est pleinement mis en valeur pour une telle rotation.

La comparaison de ces deux études montre que la situation réelle est éloignée de la situation parfaite. Cela reflète, d'une part, la présence de défauts géométriques dans les images numériques liés au système de numérisation et au MEB JEOL utilisés, qu'il est nécessaire de corriger et, d'autre part, des conditions d'acquisition qui ne sont pas toujours optimales. Remédier à ces problèmes devrait permettre d'améliorer la précision de mesure pour la rapprocher de la valeur théorique. L'étude de ces aspects constitue le développement des deux sections suivants.

### 2.1.2 Pertinence de l'approximation de $\phi$

Dans la réalité, la précision de la mesure du champ local de déplacement est liée également à l'approximation de la transformation matérielle réelle  $\phi$  engendrant la déformation du matériau. Elle cumule cet effet à l'imprécision de positionnement des intersections de grilles étudiée dans la section 2.1.1.

Montrons l'effet de cette approximation sur la précision de mesure dans le cadre d'images réelles pour une translation et pour la combinaison d'une translation et d'une rotation [47]. Ces tests sont effectués sur un alliage de zirconium présentant un niveau de gris presque uniforme, si bien que le seul contraste pris en compte est celui fourni par la microgrille. Une zone d'environ 400 points est analysée statistiquement. Les paramètres du mouvement de corps rigide sont déterminés avec une précision suffisante à partir des déplacements de tous les points situés aux bords de la zone, de la même façon que précédemment. La pertinence de l'approximation de la transformation matérielle est évaluée par comparaison de ces différentes formes présentées dans le chapitre 1.2. Le tableau 2.3 rappelle la désignation de ces variantes. Les déplacements théoriques aux points étudiés

Méthode 1 :	translation au pixel près
Méthode 2 :	translation au pixel près + approximation parabolique
Méthode 3 :	translation subpixel
Méthode 4 :	translation et rotation subpixel
Méthode 5 :	déformation homogène

TAB. 2.3 – Les différentes formes étudiées de l'approximation de  $\phi$

sont comparés aux valeurs mesurées et leurs écarts sont traités statistiquement. On s'intéresse notamment à l'écart-type de la différence. Les résultats des tableaux suivants sont donnés en unité de pixel, la résolution des images numériques étant d'un pixel pour  $0,2\mu m$ . La taille du domaine de corrélation est fixée ici à  $20 \times 20$  pixels. Les tests sont réalisés avec des images  $2960 \times 2220$  pixels obtenues avec l'ancien système de numérisation (mode 23). Les paramètres d'acquisition sont les suivants :  $U = 20$  kV,  $I = 6$  nA,  $WD = 30$  mm, temps d'acquisition par ligne =  $40ms$ , électrons secondaires.

### Évaluation pour une translation

Le tableau 2.4 donne les résultats du traitement statistique pour une translation macroscopique imposée. Il existe une disparité des résultats dans les deux directions de la translation pour toutes les méthodes, mais surtout pour les deux premières. Ceci est dû aux défauts géométriques d'images



TAB. 2.4 – Précision des déplacements pour une translation de corps rigide

$1 \text{ pixel} = 0,2\mu\text{m}$		Méthode 1	Méthode 2	Méthode 3	Méthode 4	Méthode 5
$u$	moyenne	250,222	250,214	250,391	250,391	250,383
	écart-type	0,415	0,415	0,140	0,141	0,149
$v$	moyenne	-66,000	-66,010	-65,878	-65,879	-65,900
	écart-type	0,000	0,000	0,095	0,091	0,112

évoqués dans la section précédente. Cependant, pour la première méthode, les valeurs annoncées dans la direction  $v$  (orthogonale au balayage) sont optimistes. En effet, on sait que l'erreur sur les résultats est de l'ordre d'un pixel, que l'on retrouve bien dans la direction  $u$  (erreur =  $2 \times \sigma = 0,83$ ). Il se trouve que dans le cas précédent le déplacement réel selon  $v$  est proche d'une valeur entière (-66), si bien que la méthode au pixel près fournit quasiment toujours la même valeur, en supprimant systématiquement la partie décimale du déplacement. Il en va de même pour la méthode 2 pour laquelle l'approximation parabolique subpixel ultérieure n'améliore rien. Comme on l'a déjà évoqué dans le chapitre 1.2, cette méthode n'est pas adaptée à nos situations pour lesquelles les variations du coefficient de corrélation sur quelques pixels sont trop rapides pour qu'une approximation parabolique puisse les modéliser.

Les méthodes subpixel sont meilleures et donnent une erreur de l'ordre de 0,1 à 0,2 pixels, soit 20 à 40nm. Ceci s'explique par le fait que ces méthodes améliorées sont toutes capables de détecter une translation subpixel et ne se départagent pas les unes des autres, en ne mettant pas en jeu leurs spécificités pour une transformation aussi simple.

### Évaluation pour une rotation

Le tableau 2.5 donne les résultats du traitement statistique pour une rotation macroscopique imposée d'un angle faible, proche de 7 degrés. Pour observer correctement le phénomène, il faut tenir

TAB. 2.5 – Précision des déplacements pour une rotation de corps rigide

$1 \text{ pixel} = 0,2\mu\text{m}$		Méthode 1	Méthode 2	Méthode 3	Méthode 4	Méthode 5
$u$	écart-type	0,471	0,471	0,400	0,285	0,297
	écart-type	0,437	0,437	0,310	0,184	0,187
$\theta$ (deg)	moyenne	-6,75	-6,75	-6,74	-6,75	-6,74
	écart-type	0,30	0,30	0,23	0,10	0,11

compte du rapport de forme des pixels qui ne sont pas parfaitement carrés avec le système utilisé. C'est l'un des paramètres des défauts géométriques d'images que l'on a déjà mis en évidence dans la section 2.1.1 et que l'on étudiera dans la section 2.2. Il est impossible de distinguer les apports d'une approximation plus sophistiquée de la transformation matérielle sans cette correction. Dans le cas présent, ce rapport de forme vaut sensiblement 1,06.

Le tableau 2.5 fournit les écart-types des erreurs sur les mesures des déplacements  $u$  et  $v$ , la valeur de l'angle de rotation locale et son écart-type, calculés à partir des déplacements des intersections voisines selon les procédures décrites dans [3]. La supériorité des méthodes subpixel est nette (précision de 0,18 contre 0,4 avec les autres méthodes). De plus, on constate que les méthodes 4 et 5 améliorent les résultats par rapport à la méthode 3, grâce à leurs descriptions plus fines de la transformation locale, car elles sont capables toutes les deux de représenter une rotation. L'amplitude des écarts entre ces méthodes est fonction de l'angle de rotation. Plus celui-ci est important et plus le gain des techniques subpixel est important. Une étude plus complète avec un angle de rotation croissant permettrait de déterminer jusqu'à quelle valeur l'approximation par une translation est suffisante pour décrire une rotation. Cette valeur limite est importante car

les mécanismes de déformation étudiés sont de faible amplitude. Un tel mécanisme est avant tout décrit par une translation de corps rigide à laquelle on peut rajouter une rotation pour raffiner la description. Cette limite permettrait d'évaluer la pertinence de l'approximation choisie.

Cette étude permet de quantifier le gain en précision des méthodes subpixel par rapport aux méthodes au pixel près : il est de l'ordre de 2 à 3. Elle montre aussi l'apport d'une description plus sophistiquée de la transformation locale permettant de faire coïncider plus finement les domaines de corrélation des deux images : une description mettant en jeu une rotation de corps rigide est effectivement plus performante lorsque la transformation réelle comporte un tel mouvement. Cette évaluation se limite à l'étude d'une rotation mais le phénomène est identique pour des transformations plus complexes. Plus l'approximation de la transformation matérielle est proche des mécanismes réels de déformation et meilleures sont la corrélation et la précision de mesure. Ceci suggère que si la transformation locale n'est pas un mouvement de corps rigide, la description la plus fine incluant des distorsions dans le plan devrait être plus performante que celle n'incluant qu'une rotation ou qu'une translation. Il est impossible de vérifier expérimentalement cette hypothèse car on ne peut pas imposer une déformation homogène à l'échelle considérée. Ce gain de précision se traduit par un temps de calcul plus important, qui reste compatible avec les puissances actuelles des stations de travail et des ordinateurs personnels. La sélection d'une transformation locale résulte d'un compromis entre précision et temps de calcul ; elle doit aussi être adaptée au matériau étudié.

## 2.2 Contrôle des distorsions d'images

Les images numériques utilisées dans cette étude, des images de microgrilles d'or déposées à la surface d'un échantillon, ne sont pas une représentation homothétique de la réalité. Ces images sont le résultat d'une numérisation d'un système d'acquisition pilotant le balayage du faisceau d'électrons à la surface de l'échantillon observé. Des imperfections géométriques transparaissent dans les images numériques finales. Elles sont dues aux défauts géométriques intrinsèques de la colonne optotronique du MEB, entraînant des erreurs de positionnement spatial du faisceau et des variations de forme de celui-ci. Ces imperfections sont également liées aux défauts électroniques inhérents à la carte de pilotage et de numérisation, tels qu'une position de début de ligne ou un espacement variables entre deux lignes successives de balayage. Ces imperfections altèrent la mesure du champ local de déformation déterminé à partir de ces images, en ajoutant au champ de déformation réel un champ parasite qui doit être identifié et corrigé.

Ces erreurs sont d'autant plus grandes que la déformation du matériau est importante, engendrant de grands déplacements de l'image de référence à l'image déformée. Prenons l'exemple du défaut qui engendre, pour un carré, une différence de longueur entre ces côtés horizontaux et verticaux (appelé encore rapport de forme). Ce défaut ajoute au champ local de déformation une déformation apparente qui est mise en évidence pour une rotation de corps rigide, et cela d'autant mieux que l'amplitude de cette rotation est importante.

Comme l'étude précédente l'a montré, les défauts géométriques des images ne sont pas homogènes : leur amplitude dépend de leur position dans l'image. Bien que l'on s'intéresse aux faibles niveaux de déformation, les déplacements des intersections de grilles entre les deux images analysées restent non négligeables (de l'ordre de plusieurs dizaines de pixels), car les images successives ne peuvent pas être acquises centrées au même endroit. Ces décalages inévitables entre les images et le caractère non homogène des défauts, sont à l'origine d'imperfections non négligeables qu'il est nécessaire de quantifier.

La transformation reliant les coordonnées planes d'un point sur la surface observée à une position en pixels dans l'image numérique doit être en principe le grandissement multiplié par l'identité. En pratique, c'est une fonction complexe difficilement identifiable dans sa totalité. Néanmoins, son approximation linéaire peut être déterminée et fournit une correction au premier ordre des images.

Dans ce travail, on se restreint à l'étude des défauts du premier ordre qui engendrent les erreurs les plus importantes sur la mesure des déplacements (voir la section précédente). Leur correction agit principalement sur les erreurs à l'échelle de l'image (erreurs globales). Elle entraîne sur la mesure de la déformation une meilleure détermination des grandeurs moyennes. Elle permet par exemple une évaluation plus précise de la déformation moyenne sur la zone analysée, qui est la déformation macroscopique si la zone est représentative. Elle permet également de diminuer les erreurs dues aux rotations et aux déplacements locaux d'amplitude importante. Les erreurs locales qui trouvent leur origine dans les défauts du second ordre relatifs à la partie non linéaire de la transformation à modéliser, sont peu influencées par cette correction. Leur amplitude est d'ailleurs plus proche de celle de l'erreur théorique. Leur correction ne s'impose donc pas dans un premier temps. La mise en évidence de ces défauts et de leur origine, et leur quantification sont présentées à la fin du chapitre.

Nous développons dans la suite de ce chapitre la modélisation de l'approximation linéaire pour les défauts du premier ordre, leur identification et leur correction. Comme cette correction intéresse principalement la détermination des grandeurs moyennes à l'échelle de l'image, l'utilité de la correction est discutée par rapport à l'imprécision de mesure du gradient de transformation moyen, que l'on évalue pour une image haute résolution  $4000 \times 4000$  pixels à  $10^{-4}$ . Cette erreur de mesure est calculée à partir des formules données en annexe A pour une erreur sur la détermination de

la position des intersections de grilles fixée à un pixel. Dans la réalité, cette erreur est plus faible car la technique de corrélation autorise une précision subpixel. Cependant, malgré les corrections présentées dans cette section, la précision globale n'est pas inférieure à 0,6 pixel, si bien que la valeur de  $10^{-4}$  reste un bon ordre de grandeur pour l'objectif à atteindre en terme d'imprécision de mesure du gradient de transformation moyen.

### 2.2.1 Modélisation du problème

L'approximation linéaire de la transformation, qui, à un objet réel, fait correspondre une image numérique, est une transformation homogène plane. Elle se modélise par quatre paramètres, que l'on choisit de définir comme étant :

- le grandissement, soit la différence de proportions entre la situation réelle et l'image numérique,
- le rapport de forme, soit la différence de proportions entre les directions  $y$  et  $x$ ,
- l'angle de rotation de corps rigide dans le plan,
- et l'angle de distorsion, soit l'angle entre la direction réelle verticale et la direction de l'image numérique.

Les trois derniers paramètres trouvent leur origine physique dans les défauts du balayage du MEB et du système de pilotage et de numérisation. L'effet du rapport de forme peut s'expliquer comme l'écart constant du pas entre deux balayages horizontaux et de l'espacement horizontal entre deux pixels consécutifs. L'angle de distorsion est lié à un décalage régulier de la position du début de chaque ligne ou à une désorientation de la direction du balayage horizontal. La rotation de corps rigide est relative à une désorientation globale de l'image par rapport à la réalité.

La modélisation retenue est la suivante :

Soit  $\mathbb{F}$  le gradient de transformation entre un objet réel et son image numérique qui possède le type de défauts géométriques énoncés auparavant. Ce gradient est la combinaison d'une rotation de corps rigide  $\mathbb{R}$ , d'une transformation  $\mathbb{G}$  agissant de manière homogène sur les proportions de l'objet dans l'image numérique et d'une transformation  $\mathbb{H}$  responsable des défauts de rapport de forme et de distorsion angulaire.

$$\mathbb{F} = \mathbb{H}\mathbb{G}\mathbb{R} \quad (2.1)$$

$\mathbb{R}$  est donc la rotation de corps rigide dans le plan d'observation d'angle  $\theta$ .

$$\mathbb{R} = \begin{pmatrix} \cos(\theta) & -\sin(\theta) \\ \sin(\theta) & \cos(\theta) \end{pmatrix} \quad (2.2)$$

$\mathbb{G}$  a une expression très simple en fonction du grandissement  $g$  de l'objet observé par rapport aux proportions réelles :

$$\mathbb{G} = g.\mathbb{I} \quad (2.3)$$

$\mathbb{H}$  est la transformation relative à un rapport de forme  $k$  défini comme étant le rapport des proportions de  $y$  par rapport à celles de  $x$ , et à un angle algébrique de distorsion homogène  $\phi$  par rapport à la verticale orientée vers le haut (voir figure 2.7).  $\mathbb{H}$  a alors l'expression suivante :

$$\mathbb{H} = \begin{pmatrix} 1 & -\tan(\phi) \\ 0 & \frac{1}{k.\cos(\phi)} \end{pmatrix} \quad (2.4)$$

Le gradient de transformation totale de ces défauts  $\mathbb{F}$  a alors l'expression suivante et est défini avec les paramètres choisis  $(g, \theta, \phi, k)$ .

$$\mathbb{F} = g. \begin{pmatrix} \cos(\theta) - \frac{\sin(\theta).\tan(\phi)}{k.\cos(\phi)} & -\sin(\theta) - \frac{\cos(\theta).\tan(\phi)}{k.\cos(\phi)} \\ \frac{\sin(\theta)}{k.\cos(\phi)} & \frac{\cos(\theta)}{k.\cos(\phi)} \end{pmatrix} \quad (2.5)$$

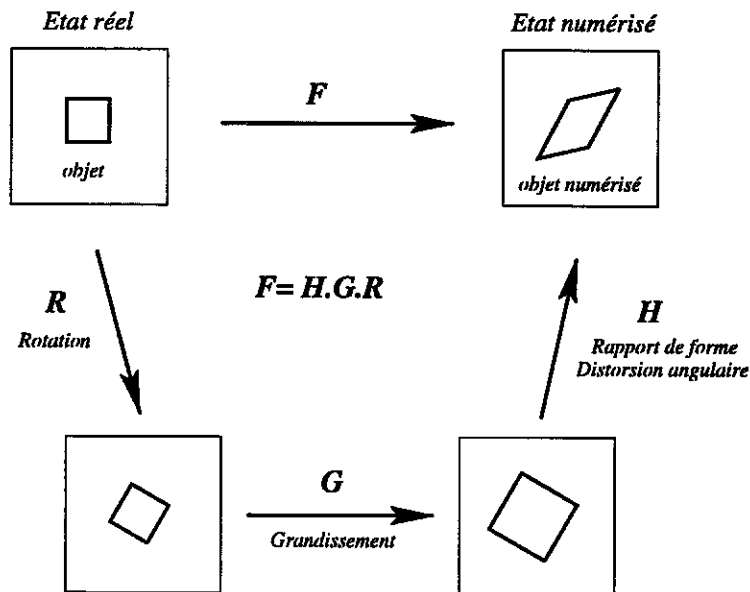
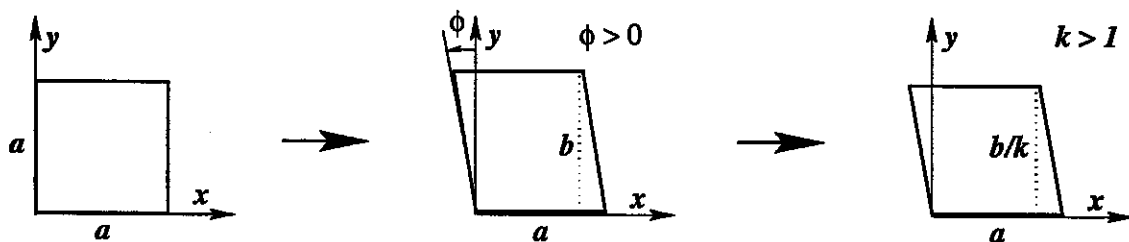


FIG. 2.6 – Modélisation des défauts du premier ordre

FIG. 2.7 – Définition de la transformation  $\mathbb{H}$ 

## 2.2.2 Procédure d'identification des défauts géométriques

La modélisation de ces défauts utilise quatre paramètres que l'on doit identifier pour les corriger. Deux moyens d'identification peuvent être utilisés.

Un premier moyen consiste à comparer la forme et les dimensions d'un objet parfaitement connu entre la réalité et le résultat d'une image numérique. La mesure est alors manuelle pour une précision au pixel près. La mesure est d'autant plus précise que l'objet représenté est plus grand dans l'image numérique, on est alors proche de la résolution maximale. La mesure n'est pas directe et des calculs sont à effectuer pour trouver les valeurs de chaque paramètre.

Le second moyen utilise la technique de mesure développée qui donne les composantes du tenseur gradient de transformation moyen sur la zone analysée à partir des points du bord. En l'absence de déformation, ce gradient moyen donne directement la transformation homogène. Cette mesure est précise puisqu'elle utilise, d'une part, la précision subpixel de la technique de corrélation et, d'autre part, la pleine résolution de la zone analysée. En effet, comme on peut le voir dans [3], la précision de mesure du champ moyen est fonction de l'incertitude de mesure sur la position des intersections de grilles et de l'inverse des dimensions en pixels de la zone analysée. La procédure peut être rendue automatique.

Cependant, on ne peut plus raisonner en comparant une image numérique à la réalité, puisque l'utilisation de la procédure de mesure impose de comparer deux images numériques entre elles. Il faut trouver deux configurations d'un même objet qui mettent en évidence les défauts géométriques

des images numériques et qui soient numérisables. Ces deux configurations doivent être le résultat d'une transformation qui doit être simple et identifiable en plus des paramètres des défauts d'images. Enfin, ces configurations doivent mettre en évidence ces défauts avec une précision maximale.

Parmi les transformations simples, essentiellement les mouvements de corps rigides, l'utilisation d'une rotation rend possible cette évaluation. Physiquement, les dimensions des objets observés varient avec toute rotation s'il existe, par exemple, un rapport de proportions entre les deux directions de numérisation. Un segment vertical voit sa longueur varier d'autant plus que sa direction s'éloigne de la verticale par une rotation, la variation maximale étant donnée pour une rotation de 90 degrés. Il en va de même pour tout défaut plus compliqué. La précision de l'évaluation des paramètres des défauts est maximale lorsque l'amplitude du phénomène à étudier est la plus importante, soit pour une rotation de 90 degrés.

La procédure d'identification consiste à acquérir deux images tournées d'un angle proche de 90 degrés, à déterminer le gradient moyen de transformation sur la zone analysée, et à identifier les paramètres intéressants. On utilise pour cette détermination des microgrilles d'or non déformées déposées sur un support. Cet échantillon est déposé sur la platine d'observation du MEB qui permet une rotation motorisée de ce dernier. Ce système mécanique n'ayant qu'une précision grossière, l'angle précis de la rotation réellement imposée reste indéterminé. Notons que la valeur de cet angle est à identifier en plus des quatre paramètres. Le problème de l'identification paraît insoluble puisque cinq paramètres sont à déterminer alors que nous disposons uniquement des quatre composantes planes du gradient de transformation. Nous allons voir dans la suite que le problème est encore plus compliqué mais malgré tout soluble.

On suppose dans cette description que les défauts intrinsèques des images numériques, c'est-à-dire  $k$  et  $\phi$ , ne varient pas d'une image à une autre et qu'ils ne dépendent ni du grandissement  $g$  ni de l'angle de rotation  $\theta$ . Ces hypothèses se vérifient assez bien expérimentalement. Les deux autres paramètres  $\theta$  et  $g$  sont plutôt liés au réglage de la focalisation et peuvent varier d'une image à l'autre. En effet, comme ceci est étudié dans la suite (voir figure 2.12), une variation de focalisation entraîne une variation du grandissement qui, elle-même, s'accompagne d'une légère rotation dans le plan d'observation. C'est pourquoi on considère un grandissement et un angle de rotation pour chaque image acquise. La figure 2.8 représente le problème de l'identification.

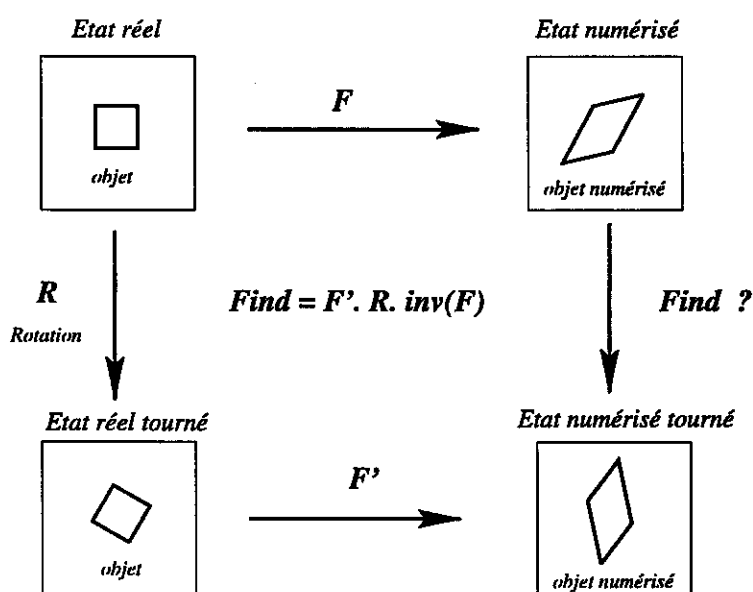


FIG. 2.8 - Modélisation de l'identification

Les expressions des différents tenseurs sont :

$$\mathbb{F}_{ind} = \mathbb{F}' \mathbb{R}_\theta \mathbb{F}^{-1} \text{ avec } \mathbb{F} = g \cdot \text{HIR}_\theta \text{ et } \mathbb{F}' = g' \cdot \text{HIR}_{\theta'} \quad (2.6)$$

$$\mathbb{F}_{ind} = \frac{g'}{g} \cdot \begin{pmatrix} \cos(\beta') - \sin(\beta') \cdot \tan(\phi) & -\frac{k \cdot \sin(\beta')}{\cos(\phi)} \\ \frac{\sin(\beta')}{k \cdot \cos(\phi)} & \cos(\beta') + \sin(\beta') \cdot \tan(\phi) \end{pmatrix} \quad (2.7)$$

avec

$$\beta' = \beta + \theta' - \theta \quad (2.8)$$

Cette expression de  $\mathbb{F}_{ind}$ , qui correspond au gradient de la transformation entre les deux images numériques analysées, fait intervenir 7 coefficients qu'il faut déterminer si l'on veut caractériser les défauts géométriques de chaque image par rapport à la réalité. Les seuls paramètres intrinsèques des défauts sont  $k$  et  $\phi$  et leur identification est utile pour la correction. Toute cette analyse est menée pour corriger le champ local de déformation, en conséquence toutes les rotations de corps rigide s'éliminent dans le résultat final. Il n'est alors pas utile de les déterminer pour chaque image numérique. Enfin, comme le calcul final des déformations est un calcul relatif entre deux situations, on s'intéresse plus aux variations relatives de grandissement qu'à la détermination du grandissement réel de chaque situation. C'est pourquoi, bien que l'analyse fasse intervenir 7 paramètres pour 4 données, les composantes du tenseur  $\mathbb{F}_{ind}$ , le problème est soluble en ne considérant que les 4 paramètres essentiels, c'est-à-dire :

- la variation de grandissement  $\frac{g'}{g}$
- l'angle de rotation de corps rigide entre les deux images  $\beta'$
- les deux paramètres des défauts  $k$  et  $\phi$ .

Le déterminant de  $\mathbb{F}_{ind}$  donne directement la variation de grandissement.

$$\frac{g'}{g} = \sqrt{\det(\mathbb{F}_{ind})} \quad (2.9)$$

Dans la suite, on préfère utiliser la variation relative de grandissement  $\alpha = \frac{dg}{g}$  où  $dg = g' - g$ . D'où l'expression utilisée :

$$\alpha = \frac{dg}{g} = \sqrt{\det(\mathbb{F}_{ind})} - 1 \quad (2.10)$$

La précision de la détermination de cette valeur est donnée par l'expression suivante.

$$\Delta\alpha = \frac{|F_{22}| \cdot \Delta F_{11} + |F_{11}| \cdot \Delta F_{22} + |F_{21}| \cdot \Delta F_{12} + |F_{12}| \cdot \Delta F_{21}}{2 \cdot \sqrt{\det(\mathbb{F}_{ind})}} \quad (2.11)$$

$k$  se calcule à partir des termes hors diagonale.

$$k = \sqrt{-\frac{F_{12}}{F_{21}}} \text{ et } \Delta k = \frac{k}{2} \left( \frac{\Delta F_{12}}{|F_{12}|} + \frac{\Delta F_{21}}{|F_{21}|} \right) \quad (2.12)$$

$\beta'$  est donné par l'expression suivante avec l'hypothèse  $-\pi \leq \beta' \leq \pi$ .

$$\beta' = -\text{signe}(F_{12}) \text{Arcos} \left( \frac{F_{11} + F_{22}}{2 \sqrt{\det(\mathbb{F}_{ind})}} \right) \quad (2.13)$$

Son incertitude se calcule par la relation suivante :

$$\Delta\beta' = \frac{|1 - AF_{22}| \cdot \Delta F_{11} + |1 - AF_{11}| \cdot \Delta F_{22} + |AF_{21}| \cdot \Delta F_{12} + |AF_{12}| \cdot \Delta F_{21}}{2 | \sin(\beta') | \sqrt{\det(\mathbb{F}_{ind})}} \quad (2.14)$$

où

$$A = \frac{F_{11} + F_{22}}{2 \cdot \det(\mathbb{F}_{ind})}. \quad (2.15)$$

Pour les images utilisées, l'angle  $\phi$  est faible, inférieur au degré. Ainsi, pour déterminer sa valeur précisément, il est préférable d'utiliser une évaluation à partir de son sinus ou de sa tangente plutôt que de son cosinus, beaucoup moins précis pour les angles très petits. On a donc l'expression suivante avec l'hypothèse  $-\frac{\pi}{2} \leq \phi \leq \frac{\pi}{2}$ .

$$\phi = \arctan\left(\frac{-F_{11} + F_{22}}{2 \cdot \sin(\beta') \cdot \sqrt{\det(\mathbb{F}_{ind})}}\right) \quad (2.16)$$

$$\Delta\phi = \frac{(\cos(\phi))^2}{2 \cdot |\sin(\beta')| \cdot \sqrt{\det(\mathbb{F}_{ind})}} \cdot \left( |(-1 + B - C) \cdot F_{22}| \cdot \Delta F_{11} + |(1 + B - C) \cdot F_{11}| \cdot \Delta F_{22} \right. \\ \left. + |C \cdot F_{21}| \cdot \Delta F_{12} + |C \cdot F_{12}| \cdot \Delta F_{21} \right) \quad (2.17)$$

avec

$$B = \frac{\text{signe}(\beta') \cdot \tan(\phi)}{\tan(\beta')} \quad (2.18)$$

et

$$C = \frac{\tan(\phi) \cdot ((\sin(\beta'))^2 + \text{signe}(\beta')(\cos(\beta'))^2)}{\sin(\beta') \cdot \sqrt{\det(\mathbb{F}_{ind})}} \quad (2.19)$$

Cette méthode d'identification des paramètres est simple mais privilégie certains termes dans la procédure de détermination. Elle n'est pas la plus exacte car elle ne répartit pas les erreurs de mesure sur tous les termes de manière homogène. Une identification plus sophistiquée à partir d'une modélisation des moindres carrés est plus juste, mais nécessite des développements analytiques assez lourds ou une résolution numérique d'un système non linéaire qui dépasse le cadre de cette étude. Il n'est pas sûr, d'ailleurs, que la justesse d'une telle démarche soit appréciable sur les valeurs réelles des paramètres. Les valeurs données par notre méthode se sont avérées satisfaisantes pour nos applications.

Cette procédure automatique d'identification permet de déterminer les paramètres des défauts d'images ( $k$ ,  $\phi$ ,  $\frac{\phi'}{g}$ ). Seuls les deux premiers paramètres sont intrinsèques. Ils sont identiques quelle que soit la variation de grandissement entre les deux images étudiées. Ils dépendent des conditions d'acquisition des images et leur détermination doit être effectuée pour toutes les configurations utilisées. Les paramètres du MEB influencent très peu leurs valeurs à la différence du mode de numérisation choisi.

Pour les images haute résolution employées, les valeurs de  $k$  et  $\phi$  peuvent être déterminées avec une précision de l'ordre de  $10^{-4}$  et de  $0,01^\circ$ .  $k$  est proche de l'unité et  $\phi$  est inférieur à un degré. On donne pour exemple les valeurs obtenues avec une image de résolution  $4000 \times 4000$  pixels :

$$k = 0,9597 \pm 7,16 \cdot 10^{-5} \text{ et } \phi = -0,59^\circ \pm 4,26 \cdot 10^{-3} \text{ }^\circ \quad (2.20)$$

La détermination de ces paramètres s'effectue sur deux images d'une microgrille tournées mécaniquement de 90 degrés, indépendamment de l'essai mécanique *in situ*, avant ou après celui-ci. Cependant, cette détermination ne permet pas une évaluation de la variation de grandissement au cours d'un essai mécanique. Dans la section 2.2.3, on se propose d'étudier ce problème indépendamment.



### 2.2.3 Contrôle des variations de grandissement du MEB

Les tests présentés précédemment pour déterminer les précisions des différentes variantes de la méthode de mesure sont des essais réalisés sur la platine d'observation du MEB de manière statique, pour une certaine distance entre le centre de la lentille de focalisation (appelée aussi lentille objectif) et la surface de l'échantillon observé, et pour une mise au point (appelée aussi focalisation) unique. L'objet observé est alors le plus net et le mieux défini possible et ses proportions par rapport à la réalité sont figées et associées à un grandissement donné et fixe.

Pendant, ces essais ne reflètent pas la situation réelle d'un essai mécanique *in situ* pour lequel la distance entre la surface observée et le centre de la lentille de focalisation varie en raison de la déformabilité de la machine d'essai mécanique sous charge et de la déformation de l'éprouvette (variation des dimensions des sections de l'éprouvette). La netteté et la définition de l'objet observé sont alors altérées et, à chaque nouvelle prise d'images, une mise au point doit être effectuée, modifiant très légèrement le grandissement.

Le MEB est un système optique électronique qui permet de changer les propriétés de convergence de la lentille électromagnétique de focalisation [4]. La focalisation de l'objet est liée à l'altitude de l'objet par rapport à la lentille de focalisation et à l'état de convergence de cette dernière (voir figure 2.9). On appelle  $z$  l'altitude réelle de la surface de l'objet par rapport au centre de la lentille de focalisation et distance de travail désignée par  $WD$  (Working Distance) la distance de focalisation de cette lentille électromagnétique pour une certaine excitation électrique. Pour réaliser la focalisation, il est possible d'agir soit sur l'altitude mécanique  $z$ , soit sur la distance de travail  $WD$  de manière électronique. Lorsque la focalisation est atteinte, ces deux grandeurs s'identifient. Remarquons qu'il est toujours plus difficile de réaliser la focalisation de manière mécanique que de manière électronique en raison du manque de sensibilité du système mécanique. Il faut dire que le système mécanique de réglage a été conçu, initialement, pour choisir grossièrement l'altitude optimale à laquelle on veut observer l'objet pour des conditions d'observation données.

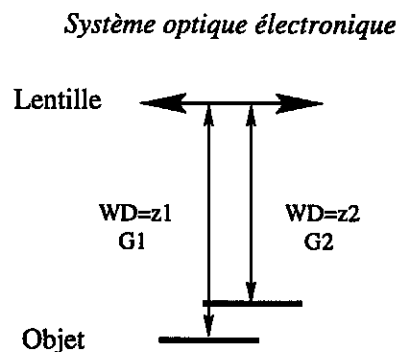


FIG. 2.9 – Principe de la focalisation

Ces mises au point modifient le grandissement des objets observés et, par conséquent, celui des microgrilles, de manière différente dans les deux configurations d'observation (correspondant à deux états de déformation du matériau entre lesquelles on veut déterminer le tenseur de déformation). De plus, chaque variation de grandissement s'accompagne d'une légère rotation qui a pour axe celui défini par les lentilles électromagnétiques du MEB. Cette rotation s'explique par la trajectoire, en forme d'hélice autour de l'axe des lentilles, des électrons accélérés constituant le faisceau et noyés dans le champ magnétique créé par les lentilles. Ainsi, suivant l'altitude du plan d'observation sur cet axe, la position d'impact des électrons à la surface de l'échantillon est différente, entraînant pour un balayage électronique une rotation d'image.

Le champ local de déformation déterminé par la méthode de mesure est alors altéré. Les différences entre les champs locaux de déformation réels et mesurés sont fonction de la variation relative de grandissement. Dans la majorité des cas rencontrés dans cette étude, cette variation n'excède pas 1 % et, pour des déformations supérieures à 1 %, ces différences sont négligeables. Elles deviennent importantes lorsque l'on veut mesurer les très faibles déformations. Une correction s'impose alors. On remarque, enfin, que la rotation qui accompagne la variation de grandissement intervient dans le calcul du gradient de la transformation, mais s'élimine dans le calcul des déformations : le tenseur de déformation est indépendant de toute rotation de corps rigide. Les corrections à apporter, surtout dans le cas des faibles déformations, ne portent que sur les variations de grandissement.

L'objet de cette section est de mettre en place une démarche pour maîtriser les variations de grandissement lors d'un essai mécanique réel. Ceci implique de quantifier et de corriger ces variations de grandissement si la précision de la mesure exigée le nécessite, afin de tendre vers une mesure absolue des déformations locales. Remarquons que cette correction permet également une meilleure évaluation des grandeurs moyennes sur la zone analysée. Elle est d'autant plus importante que les déformations à mesurer sont faibles. Pour les déformations importantes, la valeur de la correction devient négligeable par rapport aux valeurs de déformation. Les limites d'application de la correction sont déterminées et chiffrées en fonction de la déformation macroscopique subie par le matériau et de ses variations d'altitude en cours d'essai.

La première partie s'intéresse à la modélisation du problème et à l'évaluation de l'erreur entre le champ de déformation mesuré et le champ de déformation réel n'ayant pas subi de variation de grandissement. La deuxième partie présente la mise en évidence et la quantification du phénomène sur quelques manipulations avec la platine d'observation du MEB. Cela conduit à calculer les composantes de cette variation, c'est-à-dire la variation de grandissement et l'angle de la rotation associée, à partir de la détermination du tenseur gradient de transformation entre les deux images d'une même grille prise avant et après cette variation. La troisième partie développe la procédure de correction pour soustraire ces variations au tenseur gradient de la transformation mesuré.

### Modélisation du phénomène

Le champ local de déformation déterminé par la méthode de mesure ne correspond pas à celui réellement subi par le matériau, puisqu'à ce champ s'ajoute le champ relatif à la variation de grandissement. La mesure est alors altérée. Analysons comment cette mesure est voilée en comparant les tenseurs de déformation  $\mathbb{E}_m$  et le gradient de transformation  $\mathbb{F}_m$  mesurés pour une variation de grandissement  $\frac{dg}{g}$  et leurs contreparties réelles  $\mathbb{E}$  et  $\mathbb{F}$ . Le phénomène de variation de grandissement se modélise par la combinaison d'une dilatation et d'une rotation de corps rigide (Voir figure 2.10). Le tenseur gradient de transformation mesuré n'est autre que le tenseur gradient de transformation réellement subi par le matériau auquel on fait subir la combinaison d'une dilatation homogène et d'une rotation de corps rigide.

Dans cette analyse, on suppose que les défauts géométriques des images sont corrigés selon la méthode exposée dans la section précédente. Les états numérisés s'identifient alors aux états réels : la numérisation n'entraîne pas de défaut géométrique.

On a la relation suivante entre les tenseurs gradient de transformation mesuré et réel :

$$\mathbb{F}_m = \mathbb{R} \cdot \mathbb{G} \cdot \mathbb{F} \quad (2.21)$$

où  $\mathbb{G}$  est le tenseur correspondant à la variation de grandissement  $\frac{g'}{g}$ ,

$$\mathbb{G} = \frac{g'}{g} \cdot \mathbb{I} \quad (2.22)$$

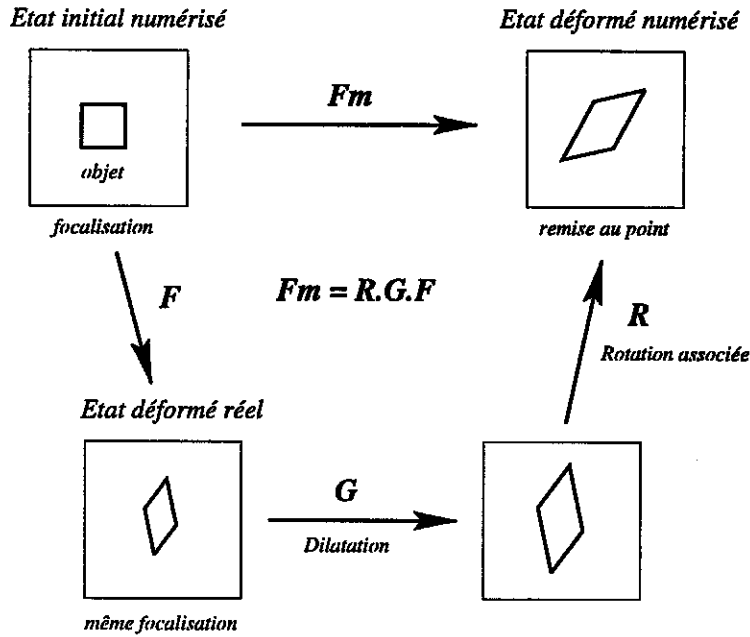


FIG. 2.10 – Modélisation du phénomène de variation de grandissement

et  $\mathbb{R}$  le tenseur de la rotation associée à cette variation de grandissement.

$$\mathbb{R} = \begin{pmatrix} \cos(\theta) & -\sin(\theta) & 0 \\ \sin(\theta) & \cos(\theta) & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \quad (2.23)$$

Les tenseurs de déformation de Green-Lagrange s'expriment par :

$$\mathbb{E}_m = \frac{1}{2} \cdot (\mathbb{F}_m^T \cdot \mathbb{F}_m - \mathbb{I}) \quad (2.24)$$

$$\mathbb{E} = \frac{1}{2} \cdot (\mathbb{F}^T \cdot \mathbb{F} - \mathbb{I}) \quad (2.25)$$

Le tenseur de déformation  $\mathbb{E}_m$  s'exprime en fonction de  $\mathbb{E}$  et de  $\alpha$ , la variation relative de grandissement ( $\alpha = \frac{dg}{g}$ ) :

$$\mathbb{E}_m = \mathbb{E} + \alpha \cdot (2\mathbb{E} + \mathbb{I}) + \alpha^2 \left( \mathbb{E} + \frac{1}{2} \cdot \mathbb{I} \right) \quad (2.26)$$

Comme la variation relative de grandissement  $\alpha$  est faible, au maximum de l'ordre de 1 % dans le cas des essais mécaniques de cette étude, la formule 2.26 donne le développement limité à tout ordre de  $\mathbb{E}_m$  en fonction de  $\alpha$  et renseigne sur l'influence de la variation de grandissement sur la déformation mesurée. Au premier ordre, l'erreur absolue sur les termes hors diagonale s'écrit de la manière suivante :

$$| E_{mij} - E_{ij} | = 2 \cdot | \alpha | \cdot | E_{ij} | \quad (2.27)$$

La correction de la variation de grandissement est inutile si cette erreur est inférieure à  $10^{-4}$ , l'erreur de mesure sur la déformation moyenne sur la zone analysée. Comme la variation de grandissement est au maximum égale à 1 %, une correction s'impose si l'intensité des termes  $E_{ij}$  est supérieure à 0,5 %. Pour les termes diagonaux, l'erreur absolue est directement égale à la variation de grandissement, en supposant que l'intensité de la déformation est très inférieure à l'unité :

$$| E_{mii} - E_{ii} | = | \alpha | \cdot | 2E_{ii} + 1 | \approx | \alpha | \text{ avec } | E_{ii} | \ll 1. \quad (2.28)$$

Une correction de ces termes est nécessaire quelle que soit la valeur de  $\alpha$  qui est toujours supérieure à l'incertitude sur la mesure de la déformation. Ainsi, si l'on souhaite une évaluation des composantes de la déformation uniquement tributaire des défauts de mesure de la technique de corrélation, une correction des variations de grandissement s'impose pour toutes les valeurs de déformation.

Il est plus raisonnable de fixer une erreur en fonction du niveau de déformation, puisque l'on n'a pas besoin de la même précision si l'on s'intéresse à un phénomène à 10 % de déformation ou à 1 %. L'erreur relative de chaque composante s'écrit :

$$\frac{|E_{mii} - E_{ii}|}{|E_{ii}|} = \frac{|\alpha|}{|E_{ii}|} \text{ et } \frac{|E_{mij} - E_{ij}|}{|E_{ij}|} = 2 \cdot |\alpha| \quad (2.29)$$

Pour une erreur relative de l'ordre de 10 %, la condition sur les termes hors diagonale est automatiquement satisfaite puisque les variations de grandissement sont inférieures à 1 %. Pour les termes diagonaux, la condition est fonction du niveau de déformation. Pour la valeur limite de variation de grandissement, une correction est nécessaire pour toute déformation inférieure à 10 %.

En pratique, les différences entre les champs locaux de déformation réels et mesurés sont faibles, mais elles deviennent importantes lorsque l'on veut mesurer de très faibles déformations et la correction est obligatoire. Cependant, un calcul sans correction pour une détermination des faibles valeurs de déformation renseigne de manière qualitative sur les hétérogénéités de déformation, puisqu'au premier ordre les valeurs des termes diagonaux sont translatées de la variation de grandissement ( $E_{mii} \approx E_{ii} + \alpha$ ) et que les valeurs des autres termes sont multipliées par un terme proche de 1 ( $E_{mij} \approx (1 + 2\alpha) \cdot E_{ij}$ ). Les hétérogénéités de déformation mesurées sont alors semblables au cas réel. Cela est très pratique car la détection qualitative des zones intéressantes, c'est-à-dire à fortes hétérogénéités où une étude micromécanicienne s'impose, s'effectue avec une méthode grossière sans correction.

### Mise en évidence des variations du grandissement

Pour mettre en évidence les phénomènes liés aux variations de grandissement, il suffit de déposer à la surface d'un échantillon poli une microgrille et de disposer l'ensemble sur la platine d'observation du MEB. Partant d'une configuration à altitude donnée de l'échantillon et parfaitement focalisée sur ce dernier, on modifie manuellement l'altitude de l'échantillon puis la distance de travail WD pour refaire la focalisation. En comparant les deux images numériques de la grille prises à chacune de ces situations, on détermine le tenseur gradient de cette transformation qui ne prend en compte que l'effet de la variation de grandissement puisque l'éprouvette n'a pas été déformée. Les composantes de ce tenseur donnent la variation relative de grandissement et l'angle de la rotation de corps rigide associée. Calculons ces valeurs connaissant les composantes du tenseur gradient de cette transformation. Dans ce cas, avec les notations de la modélisation précédente,  $\mathbb{F} = \mathbb{I}$  et  $\mathbb{F}_m = \mathbb{R}G$ .

#### 1. Calcul des caractéristiques de la variation de grandissement

##### - Calcul de la variation relative de grandissement

Une variation de grandissement implique une variation de toutes les dimensions des objets vus dans le plan d'observation, supposé parfaitement perpendiculaire à l'axe de la colonne optique du MEB, et une rotation autour du même axe de l'objet en question. Négligeons pour simplifier la rotation. Dans ce cas simple, une variation de grandissement entraîne uniquement des variations de chaque dimension. Chaque variation est proportionnelle à la valeur de la dimension au grandissement unité et cette proportionnalité est identique quelle que soit la direction de la mesure. Concrètement, supposons un carré de côté  $a$ .

Au grandissement  $g$ , son côté  $a$  pour longueur :

$$b = g.a \quad (2.30)$$

Au grandissement  $g' = g + dg$ , son côté mesure :

$$c = g'.a \quad (2.31)$$

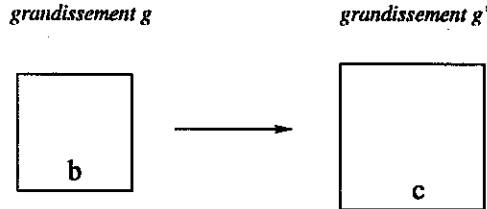


FIG. 2.11 – Dimensions mesurées d'un carré

Ceci traduit la proportionalité des dimensions dans les deux configurations :

$$\frac{c}{b} = \frac{g'}{g} = 1 + \frac{dg}{g} \quad (2.32)$$

La variation relative de grandissement est liée au rapport des dimensions aux différents grandissements.

Cette variation est également liée, dans une formulation plus globale prenant en compte les effets dans les deux directions du plan, au rapport des surfaces qui s'exprime en fonction du gradient de la transformation  $\mathbb{F}$ . En effet, pour le carré de côté  $a$ , sa surface vaut :  $S = b^2$  au grandissement  $g$  et  $s = c^2$  au grandissement  $g'$ . Alors, d'après la relation précédente (2.32), sur les longueurs des côtés le rapport des surfaces s'exprime :

$$\frac{s}{S} = \left(1 + \frac{dg}{g}\right)^2 \quad (2.33)$$

Ou encore :

$$\frac{dg}{g} = \sqrt{\frac{s}{S}} - 1 \quad (2.34)$$

Par ailleurs, dans le cas général, on sait que les variations élémentaires de surface entre les deux configurations sont liées au déterminant des composantes planes de  $\mathbb{F}$  par la relation suivante :

$$ds = \det_{2D}(\mathbb{F}).dS \quad (2.35)$$

En supposant que la transformation est homogène et en intégrant on obtient :

$$\frac{s}{S} = \det_{2D}(\mathbb{F}) \quad (2.36)$$

Le rapport des surfaces est donc égal au déterminant de la partie plane du tenseur gradient de la transformation. Dans la suite, comme la mesure de déformation se limite à un problème plan, le tenseur  $\mathbb{F}$  sera assimilé à sa partie plane et le déterminant  $2D$  au déterminant sur les composantes planes.

Alors, d'après l'équation (2.34), on a :

$$\frac{dg}{g} = \sqrt{\det(\mathbb{F})} - 1 \quad (2.37)$$

On retrouve le cas des petites perturbations pour lequel  $F \approx I + H$  avec  $H = \frac{\partial U}{\partial X}$  et où  $U$  est le déplacement dans le plan et  $X$  les composantes dans le plan. En faisant un développement limité au premier ordre, on a :

$$\sqrt{\det F} \approx 1 + \frac{1}{2}(H_{11} + H_{22}) \quad (2.38)$$

Soit encore :

$$\frac{dg}{g} \approx \frac{1}{2} \left( \frac{\partial U_1}{\partial X_1} + \frac{\partial U_2}{\partial X_2} \right) \quad (2.39)$$

Dans ce cas, la variation relative de grandissement est égale au premier ordre à la moyenne des variations de dimensions dans les deux directions perpendiculaires.

En mesurant par la technique de corrélation le gradient de transformation qui existe entre deux images de la grille pour les deux configurations définies initialement, on évalue la variation relative de grandissement par le calcul de son déterminant.

– *Calcul de l'angle de rotation résultant de la variation du grandissement*

Ce mouvement est une rotation d'un angle  $\beta$  dans le plan d'observation. La valeur de cet angle est déterminée directement par la décomposition du gradient de transformation calculé entre deux images de la grille  $F = R.U$  où  $R$  est la rotation considérée. Elle correspond à la rotation de corps rigide de ce gradient. Sa détermination n'est pas nécessaire car le calcul des déformations est indépendant de toute rotation de corps rigide. Dans la partie correction, nous nous intéresserons essentiellement aux données sur la variation relative de grandissement.

## 2. Mise en évidence expérimentale

Comme nous l'avons vu précédemment, pour mettre en évidence les phénomènes liés aux variations de grandissement, il suffit de comparer avec la technique de mesure les images d'une microgrille prises à différentes altitudes après focalisation. En comparant les images de cette grille à ces différentes situations par rapport à celle de la configuration initiale, on détermine l'évolution des composantes du tenseur gradient de la transformation que l'on relie à la variation relative de grandissement et à la rotation associée d'après les formules de la section précédente.

Deux tests ont été réalisés mettant en évidence les phénomènes sur deux échelles de variations. Le premier test concerne les grandes variations de grandissement et l'étude s'est focalisée sur l'influence d'une variation importante d'altitude de l'échantillon dans la chambre du MEB. Le second test montre les influences d'une variation faible de grandissement en fonction du nombre de tours du potentiomètre de focalisation. Ces deux tests ont utilisé la platine porte échantillon du MEB, autorisant une variation manuelle d'altitude repérée grâce à un vernier. Ces résultats sont relatifs aux caractéristiques propres du MEB JEOL JSM 845 que nous avons utilisé.

– *Test 1 : Variation en fonction de l'altitude*

Ce premier test montre l'influence d'une variation importante d'altitude de l'échantillon de 2mm. Cette situation n'est pas représentative d'un essai mécanique réel pour lequel les variations sont beaucoup plus faibles, de l'ordre d'une fraction de millimètre. Le but de ce test est de vérifier la linéarité de la variation de grandissement en fonction de l'altitude, hypothèse de base utilisée pour la modélisation au premier ordre. Le graphique présenté en figure 2.12 rapporte les évolutions des composantes du gradient de transformation et de sa rotation de corps rigide associée en fonction de l'altitude. Il prouve que la variation de grandissement s'accompagne d'une rotation d'angle faible, de quelques fractions de degrés. Son évolution en fonction de l'altitude est linéaire, de l'ordre du

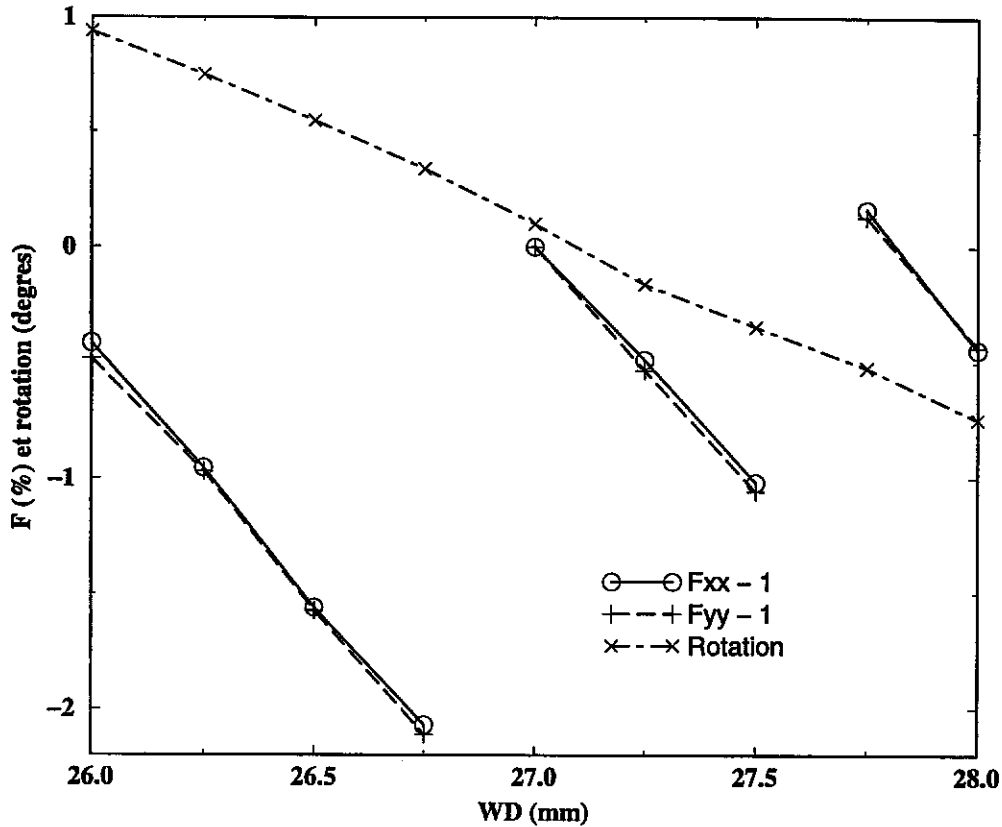


FIG. 2.12 – Variation de grandissement en fonction de l'altitude

degré par millimètre. Ce caractère linéaire est logique puisque son origine s'explique par la trajectoire des électrons du faisceau en forme d'hélice de pas constant. La rotation est positive (sens trigonométrique) si l'échantillon se rapproche de la lentille de focalisation et négative dans le cas contraire. Pour comprendre le reste du graphique, remarquons que les termes  $F_{xx} - 1$  et  $F_{yy} - 1$  représentent les variations de grandissement calculées respectivement à partir des valeurs dans les deux directions du plan. Comme la grille ne se déforme pas pendant ces tests, le tenseur gradient de transformation mesuré  $\mathbb{F}_m$  est égal à la combinaison de la dilatation homogène  $\mathbb{G}$  et de la rotation de corps rigide  $\mathbb{R}$ . En reprenant les notations précédemment énoncées, on a :

$$\mathbb{F}_m = \mathbb{R}\mathbb{G} \quad (2.40)$$

soit encore :

$$\mathbb{F}_m = (\alpha + 1) \begin{pmatrix} \cos(\theta) & \sin(\theta) & 0 \\ -\sin(\theta) & \cos(\theta) & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \quad (2.41)$$

pour une variation relative de grandissement  $\alpha = \frac{dg}{g}$ .

Comme l'amplitude des rotations est faible, inférieure à un degré, le cosinus est égal en première approximation à l'unité et les deux termes  $F_{xx} - 1$  et  $F_{yy} - 1$  s'identifient à la variation relative de grandissement. On remarque que l'évolution est identique dans les deux directions aux imprécisions près de la procédure de correction des défauts géométriques d'images numériques, supposée parfaite dans cette analyse, et qu'elle est linéaire par morceaux avec la même pente. Ce phénomène est lié à la technologie du MEB. Le réglage de la focalisation s'effectue avec deux boutons, un potentiomètre dédié

aux réglages fins et délivrant une réponse continue et un sélecteur de calibre situant la zone de réglage fin. Ce dernier provoque des sauts d'amplitude à intervalle régulier et fixe d'un peu moins d'un millimètre. En pratique, la zone couverte pour une sélection de calibre est suffisante pour encadrer les variations réelles lors d'un essai mécanique. Les problèmes de sauts n'interviennent pas en principe. Il faut, néanmoins, s'assurer que l'on reste sur le même calibre pour toute une investigation. Ce graphique est issu d'une étude de faisabilité de mesure de déplacement réalisée au LMS pour le CEA [19].

– *Test 2: Variation en fonction de la focalisation*

Le second test montre l'influence d'une faible variation de grandissement en fonction du nombre de tours du potentiomètre de focalisation. C'est ce paramètre que l'on règle effectivement sur le MEB et c'est pourquoi il est intéressant de connaître sa sensibilité sur la précision de la mesure. La figure 2.13 présente les mêmes résultats que le test précédent, mais cette fois-ci sur une plage d'amplitude plus faible et en fonction du nombre de tours de potentiomètre de focalisation. La plage de variation est un tour de ce potentiomètre, ce qui correspond aux variations maximales lors d'un essai mécanique *in situ*. On observe également une variation linéaire de l'angle de rotation, presque un dixième de degrés par tour. Ces variations de rotation sont très faibles. Pour les composantes du tenseur gradient de transformation, on retrouve la quasi linéarité en fonction de la variation de grandissement. Un tour correspond à environ 0,2 % de variation. Ces valeurs sont 10 fois plus faibles que pour le test précédent et les différences entre les deux directions du plan, qui s'expliquent toujours par l'imprécision de la correction des défauts géométriques des images et le rapport de forme, sont nettement plus marquées à cette échelle d'observation. Les évolutions de cette courbe sont inversées par rapport à celle du premier test, car la réponse électronique du potentiomètre est inversée.

### 3. Conclusion

Il faut tenir compte de la variation de grandissement si celle-ci est supérieure à la précision de la mesure de déformation que l'on veut atteindre. En pratique, on peut atteindre raisonnablement une précision de 0,1 %. Une variation de grandissement égale à 0,1 % correspond à une variation d'altitude de 0,05 mm (ou encore 0,4 tr de focalisation). Si au cours de l'essai, on n'enregistre pas une variation de focalisation supérieure à cette valeur limite, la correction n'est pas nécessaire. Il est toutefois plus prudent d'acquérir les images et de vérifier *a posteriori* l'inutilité de la correction, les évaluations de focalisation du MEB restant approximatives. En effet, sur le MEB, il n'existe aucun moyen de mesure de cette différence de focalisation suffisamment sensible en altitude et en distance de travail. Le système mécanique de positionnement vertical de la platine porte-objet n'est pas capable de maîtriser un déplacement inférieur à 0,02 mm et le potentiomètre de repérer une rotation inférieure au quart de tour.

## Correction

### 1. Son évaluation

Comme nous l'avons vu précédemment, il est facile de déterminer les variations de grandissement en suivant la déformation virtuelle homogène d'une grille indéformable. La détermination des variations de grandissement lors d'un essai mécanique vise au suivi des images d'un objet de référence indéformable. Le suivi s'effectue en utilisant la méthode de mesure de déformation. Cet objet doit présenter suffisamment de contraste pour que la technique de corrélation s'applique avec succès. On prend une grille indéformable, de caractéristiques semblables aux grilles d'or. Elle est déposée à la surface de l'échantillon à côté des autres grilles. Dans la suite, on appelle grille de référence cette grille indéformable et microgrilles les grilles d'or qui servent directement au calcul des déformations du matériau. Par comparaison des



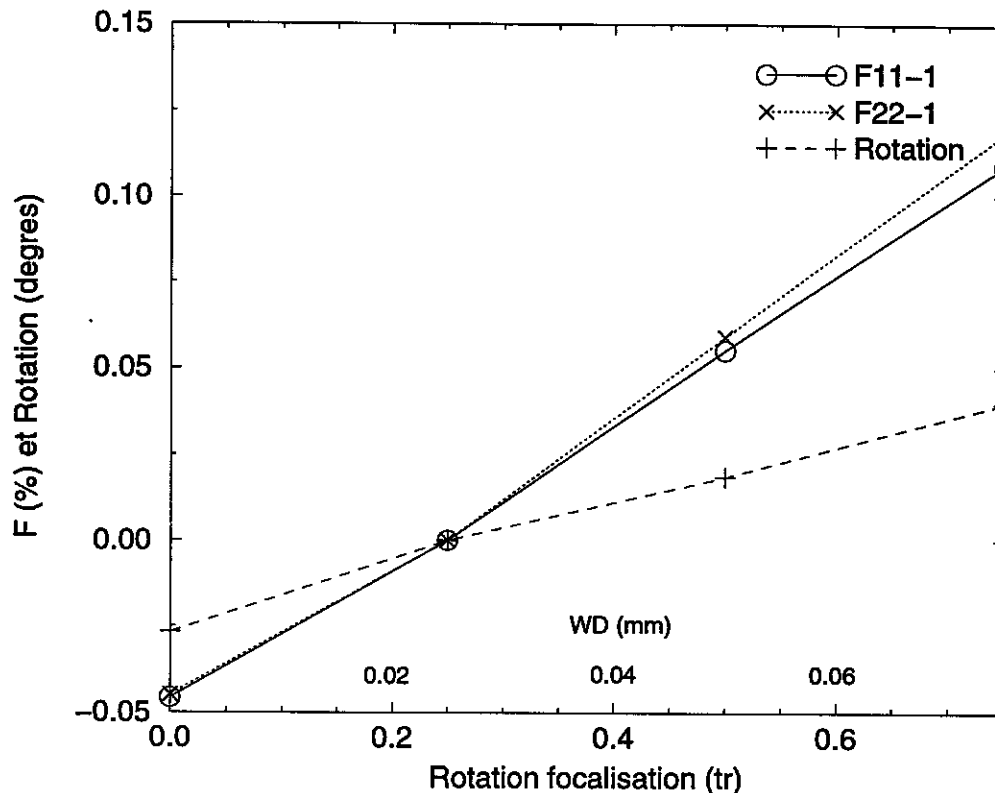


FIG. 2.13 – Variation de grandissement en fonction du nombre de tours du potentiomètre de focalisation

deux images correspondant aux deux situations étudiées de la grille de référence, et en utilisant la procédure de mesure de déformations par corrélation, le gradient de la transformation supposé homogène résultant de la variation de grandissement sur cette grille est donné par le calcul du gradient macroscopique sur la zone analysée. Bien que cette grille soit indéformable, quelques précautions s'imposent pour qu'elle garde une normale fixe lors de l'essai mécanique et qu'elle ne subisse pas des rotations d'axes contenus dans le plan d'observation entraînant une mauvaise évaluation de cette variation de grandissement. L'influence quantitative de ces perturbations éventuelles est discutée dans la suite.

A partir de l'évaluation de cette variation de grandissement, on remonte à la variation de grandissement subie réellement par les microgrilles.

## 2. La grille de référence et sa position sur l'éprouvette

Une solution consiste à déposer une microgrille directement à la surface de l'échantillon dans une zone où la matière ne se déforme pas. Elle n'a pas été retenue pour plusieurs raisons. Tout d'abord, pour les types d'essais effectués et pour les géométries d'éprouvettes utilisés, il n'existe pas toujours de zone non déformée de taille suffisante pour déposer une microgrille. Prenons le cas de la compression : l'éprouvette subit dans sa globalité la déformation. De plus en général, les zones possibles sont proches des zones d'amarrage, par exemple à l'endroit des congés de raccordements avec les têtes pour une éprouvette de traction. A ces endroits, les microgrilles risquent d'être endommagées par les doigts et les pièces utilisées pour la fixation de l'éprouvette. Pour des raisons de commodité et de simplicité, il est préférable d'éviter ces positions. Enfin, ces zones sont souvent difficilement observables par le MEB en raison de leur difficulté d'accès et lorsque cela est possible, les informations électroniques du faisceau sont perturbées par la trop grande proximité des pièces mécaniques. Des géométries particulières

d'éprouvettes peuvent être envisagées, mais dans un but de simplicité nous préférons garder les géométries classiques des essais mécaniques.

Une grille support indéformable, de petite taille (voir figure 2.14) dédiée à la microscopie électronique en transmission est utilisée. Cette grille ne possède pas les mêmes caractéristiques

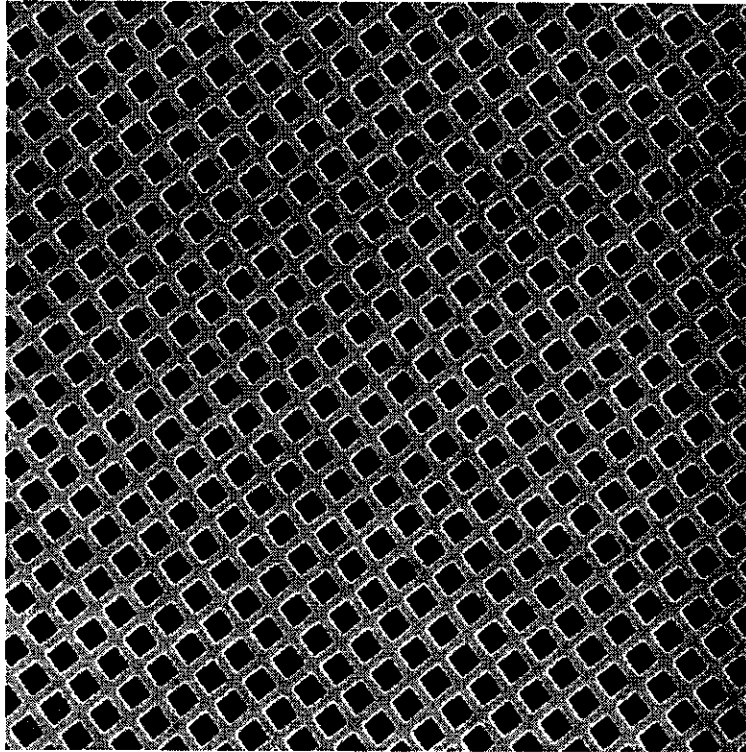


FIG. 2.14 – Image de la grille de référence de MET, grandissement  $\times 400$ , pas  $20 \mu m$

dimensionnelles que les microgrilles, le pas étant 4 fois plus important. Le gradient de transformation est déterminé avec une précision de mesure légèrement inférieure à celle obtenue dans le cas des microgrilles pour une zone de mesure identique. En effet, cette précision décroît en fonction du nombre de points présents sur le contour de la zone étudiée [3] et pour un pas plus important, ce nombre diminue. Cette grille a l'avantage d'être de faible épaisseur et facilement utilisable.

Le lieu géographique occupé par la grille de référence sur l'éprouvette conditionne le type de correction à effectuer. Pour que l'évaluation des variations de grandissement se limite à une évaluation sur cette grille, elle doit subir les mêmes variations de grandissement que les microgrilles qui servent à l'analyse quantitative sur le matériau étudié. Pour cela, la grille doit se situer dans le même plan de focalisation que les microgrilles et ceci pendant tout l'essai mécanique. En pratique, cela est impossible puisque, premièrement, cette grille est placée sur un support d'épaisseur non négligeable, et que deuxièmement, la surface plane de l'éprouvette, où sont déposées les microgrilles, est perturbée par l'apparition d'un relief dû aux variations de dimensions de l'éprouvette sous charge. En conséquence, la grille de référence ne peut pas être dans le même plan que les microgrilles. Pour l'évaluation de la variation de grandissement à partir de celle de la grille de référence, il faut tenir compte de cette différence d'altitude. Cette dernière est quantifiable à partir de la variation de réglage de la focalisation. Cet aspect est détaillé dans la partie relative à la correction. Deux positionnements de la grille de référence sont alors possibles.

La première consiste à la placer sur une partie fixe de la machine d'essai en dehors de la

zone de l'éprouvette. Pour les machines d'essai *in situ* que nous possédons, cela se traduit par une différence d'altitude importante. Ce choix n'est pas opportun pour plusieurs raisons. Tout d'abord, du fait de l'éloignement de cette grille par rapport aux microgrilles, le problème n'est plus concentré dans une même zone. Cela entraîne de grands déplacements répétitifs et fastidieux, des défocalisations importantes dues à une différence d'altitude non négligeable entre les deux situations à observer, et enfin augmente le risque d'erreurs en raison des nombreuses manipulations. De plus, les organes de déplacement des machines d'essais mécaniques *in situ* ne permettent pas toujours d'accéder aux parties fixes des machines limitant leurs plages à l'observation de la surface de l'éprouvette. Par ailleurs, le caractère linéaire de la variation de grandissement en fonction de l'altitude sur de grandes amplitudes est plus difficile à supposer. Il se vérifie assez bien localement autour d'une altitude donnée et pour une plage de variation correspondant à l'amplitude du potentiomètre de réglage fin de la focalisation. Pour les grandes amplitudes de mise au point, il faut utiliser le sélecteur de calibre qui entraîne des discontinuités qui ne sont pas constantes à chaque calibre. De plus, pour mettre au point une correction fiable, il faudrait connaître l'évolution du grandissement en fonction des paramètres de focalisation sur toute la plage d'utilisation du MEB de manière précise. Or, ceci est très difficile, car les réponses des lentilles électromagnétiques et l'électronique du MEB ne sont pas fiables pour des grandes variations, en raison des effets d'hystérésis importants. Les petites variations de grandeurs électroniques minimisent ces effets.

La seconde solution consiste à déposer cette grille de référence à la surface de l'éprouvette proche des microgrilles. Cette solution a l'avantage d'être plus commode pour les manipulations de réglage du MEB et d'acquisition des images numériques. La plupart des problèmes de la première solution sont évités.

Nous choisissons cette deuxième solution, mieux adaptée à notre situation. Quelques précautions supplémentaires s'imposent dans le cas de matériaux pour lesquels de fortes localisations des déformations risquent d'apparaître. Il est préférable que la grille de référence ne se trouve pas dans ces zones, pour éviter toute perturbation de relief local important risquant d'entraîner une variation de l'orientation du plan de la grille par rapport à l'axe de la colonne du microscope. Nous verrons dans la section sur la procédure de calcul de la variation relative de grandissement de la grille de référence la quantification de ces erreurs éventuelles qui restent négligeables dans la plupart des cas. Seul le cas de la compression reste critique lorsque les frottements entre l'éprouvette et les plateaux de la machine d'essai sont importants. L'éprouvette prend une forme en tonneau et désoriente de manière importante la grille de référence par rapport à l'axe de la colonne du microscope.

### 3. Le principe de la correction

Pour la correction, on utilise la procédure de mesure des déformations par corrélation pour évaluer la variation relative de grandissement. Par comparaison des deux images correspondant aux deux situations étudiées de la grille de référence, le gradient de la transformation résultant de la variation de grandissement supposée homogène est donné par le calcul du gradient macroscopique sur la zone analysée. Ce gradient permet de quantifier cette variation de grandissement. Pour obtenir la variation de grandissement subie par les microgrilles, il suffit de la corriger de l'effet de la différence d'altitude entre la grille de référence et les microgrilles. Cette différence est évaluée par lecture de la différence de focalisation sur le potentiomètre dédié à la mise en point et en utilisant la courbe d'étalonnage présentée en figure 2.13. Si cette différence varie entre deux situations analysées, il est possible d'effectuer la correction en intégrant cette variation. Le but de cette correction est de retirer la contribution de la variation de grandissement entre deux états de déformation, évaluée sur la grille de référence, au tenseur gradient de transformation déterminé sur la microgrille. Les valeurs du tenseur gradient de transformation ainsi obtenues sont corrigées des variations de grandissement. Dans la suite, la procédure est détaillée, mettant en évidence plusieurs variantes en fonction

des valeurs de déformation que l'on veut atteindre.

#### 4. Perturbations éventuelles sur la mesure de la variation relative de grandissement et de la rotation associée

Plusieurs essais mécaniques *in situ* ont montré que la grille de référence, supposée indéformable, peut néanmoins subir entre les deux situations analysées un mouvement de corps rigide supplémentaire, résultant de la déformation de la zone de l'éprouvette où cette grille est déposée. Cette situation apparaît particulièrement dans le cas de la compression à cause de la présence de frottement aux extrémités de l'éprouvette.

Les mouvements de corps rigide parasites sont des translations et des rotations de la grille dans l'espace :

- Les translations et les rotations planes dans le plan moyen de la surface observée n'entraînent aucune conséquence sur la détermination de la variation relative de grandissement. Seule, à la rotation de corps rigide s'ajoute cette nouvelle rotation. Ceci n'est pas un problème, car cette rotation disparaît dans le calcul des déformations.
- Les translations de composantes hors plan modifient la détermination des variations de grandissement, et sont prises en compte directement dans la correction.
- En revanche, les rotations hors plan perturbent l'évaluation de la variation de grandissement et ne sont pas corrigées. Elles se décomposent en une rotation plane sans effet et en une rotation  $\mathbb{R}'$  d'axe contenu dans le plan de la surface étudiée. Etudier leur effet dans le cas général revient à étudier l'influence de  $\mathbb{R}'$ .

A la dilatation  $\mathbb{G}$  et à la rotation de corps rigide  $\mathbb{R}$  s'ajoute cette rotation parasite  $\mathbb{R}'$ . Le tenseur gradient de la transformation  $\mathbb{F}_m$  mesuré avec la procédure de dépouillement s'exprime ainsi :

$$\mathbb{F}_m = \mathbb{R}' . \mathbb{R} . \mathbb{G} \quad (2.42)$$

La valeur de la variation de grandissement ainsi mesurée  $\gamma_m = 1 + \left(\frac{dg}{g}\right)_m$  est évaluée en calculant le déterminant 2D de  $\mathbb{F}_m$ .

$$\gamma_m = \sqrt{\det(\mathbb{F}_m)} = \sqrt{\det(\mathbb{R}' . \mathbb{R} . \mathbb{G})} \quad (2.43)$$

Une décomposition en produit de déterminants n'est pas rigoureuse car on raisonne avec un déterminant 2D sur une combinaison de transformation non plane puisque la rotation parasite n'est pas plane. Il faut calculer la transformation résultante 3D et en extraire son déterminant 2D. Pour des rotations parasites hors plan d'angle  $\beta$ , dont l'axe est dans le plan, par exemple  $\underline{e}_1$  ou  $\underline{e}_2$  ou une direction quelconque  $\underline{u}$  dans ce plan ( $\underline{e}_1, \underline{e}_2$ ), on calcule la variation de grandissement mesurée  $\gamma_m$  en fonction de la valeur réelle  $\gamma$ . On a :

$$\gamma_m = \frac{\gamma}{\sqrt{\cos(\beta)}} \quad (2.44)$$

La valeur mesurée est perturbée par le cosinus de l'angle de cette rotation. Dans la plupart des cas rencontrés lors d'un essai mécanique *in situ*, l'angle  $\beta$  est très faible, quelques degrés, indécélable à l'œil nu sur les images numériques acquises. Des angles supérieurs ne sont pas envisageables puisqu'ils entraîneraient des défauts de focalisation non négligeables aux grandissements utilisés et des aberrations importantes dans les mesures de déformation. En estimant l'erreur de focalisation à 1/4 de tour du potentiomètre de réglage (soit une variation de hauteur de 0,025 mm), l'angle limite pour lequel les bords des images 4000 × 4000 pixels acquises avec un grandissement 200 deviennent flous est de l'ordre de 5 degrés. On peut donc assimiler le cosinus à son approximation au second ordre.

$$\cos(\beta) \approx 1 - \frac{\beta^2}{2} \quad (2.45)$$

L'erreur relative  $E$  entre les valeurs de variations relatives de grandissement mesurées et réelles est égale à :

$$E = \frac{\left| \left( \frac{dg}{g} \right)_m - \frac{dg}{g} \right|}{\left| \frac{dg}{g} \right|} = \frac{\left| 1 + \frac{dg}{g} \right| \beta^2}{\left| \frac{dg}{g} \right| \cdot 4} \quad (2.46)$$

Comme les variations relatives de grandissement s'élèvent au plus à 1 %, cette expression se simplifie de la manière suivante :

$$E \approx \frac{\beta^2}{4 \cdot \left| \frac{dg}{g} \right|} \text{ avec } \left| \frac{dg}{g} \right| \ll 1 \quad (2.47)$$

Cette erreur est de l'ordre du carré de  $\beta$ , mais dépend de la valeur de la variation relative de grandissement considérée. Ceci est pénalisant car plus cette valeur est faible et plus la valeur de l'angle  $\beta$  doit être faible. Comme les valeurs des variations relatives de grandissement sont très faibles, quelques dixièmes de pour cent, les angles limites de rotation admissibles sont faibles, de l'ordre de quelques degrés.

Pour une variation relative de grandissement égale à 0,1 %, correspondant à l'ordre de grandeur des variations lors d'un essai mécanique, et pour une erreur  $E$  que l'on fixe raisonnablement à 10 % (imprécision sur la détermination de mesure du gradient de l'ordre de  $10^{-4}$ ), l'angle limite acceptable vaut 1,14 degrés. Cette valeur limite est très faible, mais reste tout à fait raisonnable avec le problème étudié. En effet, l'origine du phénomène d'aberration de la valeur mesurée est l'altération de la surface plane de l'éprouvette sur laquelle est déposée la grille de référence. Pour les faibles aberrations, c'est-à-dire pour les faibles déformations, les défauts de relief sont faibles et l'inclinaison parasite de la grille de référence est faible. En même temps, comme les déformations de l'éprouvette sont faibles, les variations d'altitude de cette dernière sont également faibles. Les variations relatives de grandissement ont des valeurs très faibles qui correspondent aux valeurs limites des angles de rotation. De la même manière, lorsque les déformations augmentent, les défauts de relief tout comme les variations d'altitude croissent. Les variations de grandissement sont plus importantes et autorisent un angle limite d'inclinaison de la grille de référence plus important.

En conclusion, ces imprécisions de détermination des variations de grandissement sont négligeables dans la plupart des cas, excepté dans les cas extrêmes de compression, puisque les défauts évoluent dans le même sens que les valeurs de correction à apporter. Retenons enfin qu'une rotation d'un angle d'un degré d'un axe du plan correspond à une imprécision de 10 % sur une variation relative de grandissement de 0,07 %.

## 5. Procédure de correction des variations relatives de grandissement

### - Hypothèse de base

On suppose, dans cette analyse, que la variation de grandissement en fonction de l'altitude est linéaire sur toute la plage d'utilisation du MEB et qu'elle ne fluctue pas dans le temps (absence de phénomène d'hystérésis). On a vu que l'hypothèse de linéarité est raisonnable puisque, expérimentalement, le problème est localisé autour d'une valeur donnée de grandissement et que les évolutions sont linéaires. Quant aux phénomènes d'hystérésis liés à l'électronique du MEB, ils existent dans la réalité. Cependant, étant donné le caractère local du phénomène, les variations des signaux de commande se limitent à de faibles fluctuations autour d'une valeur moyenne dont on peut négliger les effets d'hystérésis en première approximation. Cette variation peut se modéliser comme un développement limité au voisinage du grandissement  $g_0$ , le grandissement  $g$  correspondant à une altitude  $z$  s'écrit :

$$g = g_0 - A.(z - z_0) \quad (2.48)$$

avec  $z_0$  l'altitude pour laquelle on a le grandissement  $g_0$  et  $A > 0$  le facteur de proportionnalité. Le signe négatif s'explique par l'altitude  $z$  évaluée entre le centre de la lentille de focalisation et la surface de l'échantillon observé : sa diminution entraîne une augmentation du grandissement.

– *Hypothèses complémentaires*

- (a) **H1** : On rappelle que l'on néglige toute influence du relief due à la déformation. On s'intéresse dans cette étude uniquement aux petites déformations. On suppose que toutes les microgrilles sont à la même altitude.
- (b) **H2** : On suppose que la surface de l'éprouvette est parfaitement perpendiculaire à l'axe optique du MEB. Il est presque toujours possible de se placer dans cette situation en utilisant la focalisation du MEB. Il suffit de faire la focalisation à fort grandissement aux points extrêmes de l'éprouvette dans deux directions perpendiculaires et de relever les différences d'altitude. On en déduit l'inclinaison de l'éprouvette dans le repère de la chambre du MEB et on la corrige en utilisant les mouvements mécaniques associés à l'éprouvette. Ces mouvements n'existent pas forcément sur tous les MEB et *a fortiori* pour les machines d'essais mécaniques *in situ*.

– *Correction*

Plusieurs cas peuvent survenir entraînant des corrections différentes plus ou moins fines. Nous allons envisager ces différents cas en explicitant la correction à adopter et son domaine d'utilisation. On distingue deux grandes classes de problème liées à l'existence d'une variation de la différence d'altitude entre la grille de référence et les microgrilles d'un état d'observation à un autre. Ensuite, dans chaque classe, on discute de l'importance de cette différence d'altitude sur l'évaluation de la variation de grandissement global donnant ainsi les domaines d'emploi des corrections en fonction des paramètres mécaniques de l'essai. Remarquons que toutes les altitudes considérées dans ce chapitre correspondent uniquement à des situations focalisées pour lesquelles elles s'identifient aux distances de travail.

Modélisons le problème avant d'étudier les différents cas (voir figure 2.15).

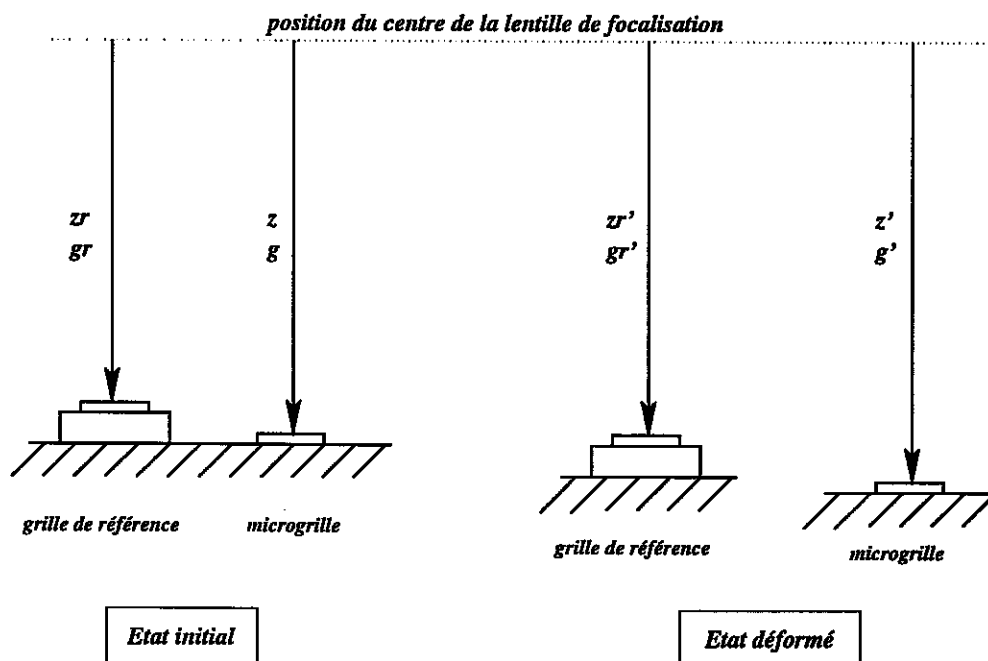


FIG. 2.15 – Définition des différentes altitudes

Soit, dans l'état de référence,  $g$  le grandissement pour les microgrilles à l'altitude  $z$  et  $g_r$  le grandissement pour la grille de référence à l'altitude  $z_r$ . Soit, dans l'état déformé,  $g'$  le grandissement pour les microgrilles à l'altitude  $z'$  et  $g'_r$  le grandissement pour la grille de référence à l'altitude  $z'_r$ . Avec ces notations, on a les expressions suivantes :

$$g = g_0 - A.(z - z_0) \quad (2.49)$$

$$g_r = g_0 - A.(z_r - z_0) \quad (2.50)$$

$$g' = g_0 - A.(z' - z_0) \quad (2.51)$$

$$g'_r = g_0 - A.(z'_r - z_0) \quad (2.52)$$

On note  $dg = g' - g$  la variation de grandissement à déterminer que subissent les microgrilles, et  $dg_r = g'_r - g_r$  la variation de grandissement que subit la grille de référence et que l'on détermine avec la procédure de mesure comme indiqué précédemment. L'idée consiste à évaluer  $dg$  en fonction de la mesure de  $dg_r$ .

On pose  $dz$  la différence d'altitude entre la grille de référence et les microgrilles pour l'état de référence et  $dz'$  la différence d'altitude pour l'état déformé. On suppose dans le cas général que la variation d'altitude entre la grille de référence et les microgrilles ne reste pas constante d'un état de déformation à un autre.

On peut écrire les relations suivantes :

$$dz = z - z_r \quad \text{et} \quad g = g_r - A.dz \quad (2.53)$$

$$dz' = z' - z'_r \quad \text{et} \quad g' = g'_r - A.dz' \quad (2.54)$$

On remarque que la variation de grandissement des microgrilles n'est pas égale à celle de la grille de référence. Un terme correctif s'ajoute prenant en compte la variation de grandissement due à la variation d'altitude entre les deux configurations.

$$dg = dg_r - A.(dz' - dz) \quad (2.55)$$

Pour l'évaluation du gradient de transformation réellement subi par les microgrilles, il faut calculer la variation relative de grandissement. L'importance de cette variation est pondérée par le grandissement considéré soit, en raisonnant sur l'altitude, l'influence de  $dz$  sur  $z$ . On obtient alors :

$$\frac{dg}{g} = \frac{dg_r}{g} - \frac{A.(dz' - dz)}{g} \quad (2.56)$$

Le premier terme s'écrit encore :

$$\frac{dg_r}{g} = \frac{dg_r}{g_r} \cdot \frac{g_r}{g} \quad (2.57)$$

avec :

$$\frac{g_r}{g} = \frac{g_r}{g_r - A.dz} \quad (2.58)$$

On en déduit l'expression globale :

$$\frac{dg}{g} = \frac{dg_r}{g_r} \cdot \frac{1}{1 - \frac{A.dz}{g_r}} - \frac{A.(dz' - dz)}{g} \quad (2.59)$$

La variation de grandissement vue par les microgrilles est égale à la variation relative de grandissement vue par la grille de référence corrigée d'un premier terme prenant en compte la différence d'altitude entre les deux à l'état initial et d'un second terme intégrant la variation de cette différence d'altitude entre les deux configurations. Le

terme  $\frac{A \cdot dz}{g_r}$  s'interprète comme étant une variation relative de grandissement. Il peut être quantifié à partir des courbes d'étalonnage (figures 2.12 et 2.13) de la section précédente. En effet, ces courbes donnent la variation de grandissement pour une variation d'altitude donnée. La pente de ces courbes donne directement le terme  $\frac{A}{g_r}$  que l'on peut supposer constant au voisinage du grandissement  $g_r$ . Ce terme vaut à peu près  $\frac{A}{g_r} = 0,02$  par millimètre de variation d'altitude. Le deuxième terme correctif s'interprète de la même façon.  $\frac{A}{g}$  vaut 0,02 par millimètre de variation d'altitude en supposant que les deux grandissements  $g$  et  $g_r$  sont très proches. Calculons l'erreur absolue  $\epsilon$  sur la détermination de la variation relative de grandissement subie par les microgrilles en l'assimilant à la variation subie par la grille de référence :

$$\epsilon = \left| \frac{dg}{g} - \frac{dg_r}{g_r} \right| = \left| \frac{dg_r}{g_r} \cdot \frac{\frac{A \cdot dz}{g_r}}{1 - \frac{A \cdot dz}{g_r}} - \frac{A \cdot (dz' - dz)}{g} \right| \quad (2.60)$$

Sa valeur est une fonction des deux variables  $dz$  et  $dz' - dz$ . Etudions maintenant pour quelles valeurs limites de ces variables cette erreur est négligeable en considérant les différents cas suivants. On se fixe comme erreur absolue limite  $\epsilon_l$  la valeur de l'incertitude sur la détermination du gradient moyen ( $10^{-4}$ ) pour une image  $4000 \times 4000$  pixels.

(a) *Cas 1 : Différence constante d'altitude entre la grille de référence et les microgrilles*

Ce premier cas consiste à étudier l'influence de la variable  $dz$  sur la précision de mesure de la variation de grandissement. On suppose que  $dz' - dz$  est nul. Seule une variation d'altitude entre la grille de référence et les microgrilles constante dans les deux états étudiés est autorisée. L'erreur absolue  $\epsilon$  se simplifie en remarquant que  $\left| \frac{A \cdot dz}{g_r} \right|$  est petit puisque  $\left| \frac{A}{g_r} \right|$  est égal à  $0,02 \text{ mm}^{-1}$  et que  $|dz|$  est de l'ordre du millimètre.

$$\epsilon = \frac{\left| \frac{dg_r}{g_r} \right| \cdot \left| \frac{A}{g_r} \right| \cdot |dz|}{\left| 1 - \frac{A \cdot dz}{g_r} \right|} \approx \left| \frac{dg_r}{g_r} \right| \cdot \left| \frac{A}{g_r} \right| \cdot |dz| \text{ avec } \left| \frac{A \cdot dz}{g_r} \right| \ll 1 \quad (2.61)$$

Cette expression permet de donner une valeur limite  $dz$  en dessous de laquelle les deux variations de grandissement s'identifient à  $\epsilon_l$  près.

$$|dz| \leq \frac{\epsilon_l}{\left| \frac{A}{g_r} \right| \cdot \left| \frac{dg_r}{g_r} \right|_{\max}} \quad (2.62)$$

Comme les variations relatives de grandissement ne dépassent pas 1 % pour les cas étudiés, cette valeur s'élève à 0,5 mm pour une erreur  $\epsilon_l$  choisie à  $10^{-4}$ , l'erreur sur la mesure de déformation moyenne.

Dans tous les essais de cette étude, cette limite n'est jamais dépassée, si bien que la variation de grandissement subie par la grille de référence est une très bonne approximation de celle vue par les microgrilles.

(b) *Cas 2 : Variation d'altitude entre la grille de référence et les microgrilles*

Ce deuxième cas consiste à étudier l'influence de la variable  $dz' - dz$  sur la précision de mesure de la variation de grandissement. Supposons dans ce cas que la grille de référence conserve son altitude d'un état de déformation à un autre et que les microgrilles, initialement à la même altitude ( $dz = 0$ ) voient leur altitude varier entre les deux situations. Examinons dans quelles conditions une telle correction doit s'appliquer.

L'expression 2.60 se simplifie et en l'inversant on obtient directement la condition recherchée.

$$|dz' - dz| \leq \frac{\epsilon_l}{\left| \frac{A}{g} \right|} \quad (2.63)$$



On sait que dans la plupart des cas étudiés, la variation de grandissement ne dépasse pas 1 %. Dans ces conditions, la variation d'altitude maximale  $|dz' - dz|$  à ne pas dépasser pour confondre les variations de grandissement subies par les microgrilles avec celles subies par la grille de référence s'élève à  $0,005mm$ . Cette valeur est faible et pour mieux représenter cette limite, relierons-là à la déformation longitudinale d'un essai de traction ou de compression, en supposant que la grille de référence est placée en dehors de la zone utile de l'éprouvette. On suppose alors que cette variation d'altitude est seulement due à la variation des dimensions de la section de l'éprouvette au cours du chargement. Donc  $|dz' - dz|$  peut être relié à la variation d'épaisseur de l'éprouvette.

$$|dz' - dz| = \frac{|de|}{2} \quad (2.64)$$

Cette variation d'épaisseur se calcule à partir de la déformation transverse hors plan qui est reliée elle-même à la déformation longitudinale par le coefficient de contraction transverse  $\nu^*$ , en supposant que le matériau est isotrope.

$$de = -\epsilon_T \cdot e = \nu^* \cdot \epsilon_L \cdot e \quad \text{avec} \quad \nu^* = -\frac{\epsilon_T}{\epsilon_L} \quad (2.65)$$

D'où l'expression recherchée :

$$|dz' - dz| = \frac{\nu^* \cdot e}{2} \cdot |\epsilon_L| \quad (2.66)$$

En supposant que  $\nu^* = 0,5$  et que l'on soit dans le cas d'une traction sur une éprouvette d'épaisseur  $3mm$  (valeur maximale pour nos études), la déformation à ne pas dépasser pour négliger la variation de grandissement est de 0,6 %. C'est très restrictif, mais cette valeur est la valeur limite extrême pour une précision de  $10^{-4}$  sur la variation de grandissement. Dans la réalité, l'épaisseur de l'éprouvette est plus proche de  $1,5mm$ , ce qui donne une limite de l'ordre de 1,33 %, plus raisonnable. La limite est donc comprise entre 1 et 2 % et est généralement dépassée pour chaque essai. On montre ainsi l'intérêt de placer la grille de référence au plus proche des microgrilles pour limiter cet effet.

(c) *Cas 3: Cas général*

Le cas général permet d'étudier le poids respectif de chaque variable dans la détermination de la valeur de l'erreur. En reprenant l'expression 2.60 et en majorant l'erreur  $\epsilon$  par la somme des valeurs absolues de chaque terme, on obtient :

$$\epsilon \leq \left| \frac{dg_r}{g_r} \right| \cdot \frac{\left| \frac{A \cdot dz}{g_r} \right|}{\left| 1 - \frac{A \cdot dz}{g_r} \right|} + \left| \frac{A}{g} \right| \cdot |dz' - dz| \quad (2.67)$$

En remarquant que  $\left| \frac{A \cdot dz}{g_r} \right|$  est petit et que les termes  $\left| \frac{A}{g_r} \right|$  et  $\left| \frac{A}{g} \right|$  sont égaux, l'expression devient :

$$\epsilon \leq \left| \frac{A}{g} \right| \cdot \left( \left| \frac{dg_r}{g_r} \right| \cdot |dz| + |dz' - dz| \right) \quad (2.68)$$

Elle permet de montrer que l'effet de la variation de  $dz$  est pondéré par la valeur de la variation de grandissement de la grille de référence. Le rapport des variations des deux variables est au minimum de 100 pour une variation de grandissement maximale de 1 %. Ainsi une différence d'altitude de  $0,1mm$  entre la grille de référence et les microgrilles a le même effet qu'une variation d'altitude de  $1\mu m$ .

TAB. 2.6 – tableau récapitulatif

$\frac{A}{g} = 0,02mm^{-1}$	$dz < 0,5mm$	$dz > 0,5mm$
$dz' - dz < 0,005mm$	$\frac{dg}{g} = \frac{dg_r}{g_r}$	$\frac{dg}{g} = \frac{dg_r}{g_r} \cdot \frac{1}{1 - \frac{A \cdot dz}{g_r}}$
$dz' - dz > 0,005mm$	$\frac{dg}{g} = \frac{dg_r}{g_r} - \frac{A \cdot (dz' - dz)}{g}$	$\frac{dg}{g} = \frac{dg_r}{g_r} \cdot \frac{1}{1 - \frac{A \cdot dz}{g_r}} - \frac{A \cdot (dz' - dz)}{g}$

Le tableau 2.6 fait un récapitulatif des différents schémas de correction des variations de grandissement pour une erreur absolue inférieure ou égale à  $10^{-4}$ .

Les situations pour lesquelles  $dz > 0,5mm$  sont peu probables dans la réalité puisque la grille de référence possède une épaisseur d'environ 0,03 mm et qu'elle est disposée à la surface de l'échantillon proche des microgrilles. L'influence de  $dz' - dz$  est plus critique puisque sa limite est très souvent atteinte au tout début de l'essai mécanique.

Comme on l'a souligné précédemment, cette variation d'altitude peut avoir pour origine l'effet Poisson sur la géométrie de l'éprouvette. Il devient sensible à partir d'une déformation de l'ordre de quelques pour-cent pour une éprouvette d'épaisseur 1,5 mm. Il dépend fortement de la position de la grille de référence par rapport aux microgrilles. Si toutes les grilles sont placées dans le même voisinage, habituellement la zone utile des éprouvettes, comme on le préconisait précédemment, elles subissent les mêmes variations de hauteur et l'effet devient négligeable. La variation  $dz' - dz$  est également liée à la désorientation par rapport à l'horizontale de l'éprouvette sous charge et même si la distance entre la grille de référence et les microgrilles est faible, de l'ordre de quelques millimètres, un angle inférieur à un degré est suffisant pour provoquer une variation d'altitude de l'ordre de 0,005 mm. Une telle situation est la plus probable dans la réalité. Il faut alors corriger la variation de grandissement mesurée de cette variation  $dz' - dz$  dans la grande majorité des cas.

Pour effectuer la correction, il faut mesurer cette variation  $dz' - dz$ . Elle est déterminée en mesurant les variations de position du potentiomètre de focalisation entre les situations focalisées sur la grille de référence et sur les microgrilles à chaque état de déformation. Ensuite, ces valeurs sont transcrites en variations d'altitude grâce à la courbe d'étalonnage 2.13. Cependant, la sensibilité du potentiomètre sur la qualité de la focalisation n'est égale qu'à un 1/4 de tour, soit 0,025mm, si bien qu'une variation de  $5\mu m$  n'est pas détectable. L'incertitude de mesure de 0,025 sur  $dz' - dz$  entraîne une incertitude sur la détermination du gradient de transformation moyen ( $5 \cdot 10^{-3}$ ) supérieure à l'incertitude du calcul ( $10^{-4}$ ).

En conclusion, l'erreur sur la détermination du gradient moyen est limitée par l'erreur de la correction de la variation de grandissement. Cette erreur est fixe et liée à une limite physique du MEB. Comme cette valeur est supérieure à l'imprécision pour une détermination de la position des intersections de grilles au pixel près, les gains en précision de la technique de corrélation ne permettent pas d'améliorer la précision sur la détermination du gradient moyen.

Remarquons que le problème pourrait être résolu en enregistrant toutes les images avec la même focalisation (position du potentiomètre de focalisation fixée), c'est-à-dire pour la même altitude. La focalisation de chaque image est réalisée par un réglage mécanique de l'altitude. Dans ce cas, le grandissement est le même pour chaque image et le problème de la correction de la variation de grandissement disparaît. Cependant, un réglage mécanique d'altitude doit exister même sur les machines d'essais mécaniques *in situ* contrairement aux dispositifs actuels pour lesquels la distance de travail est fixée autour de 30mm. Il doit également être conçu pour atteindre une précision de positionnement inférieure à  $5\mu m$ . A cause de la masse à mouvoir, les solutions technologiques à adopter, en particulier la commande du déplacement vertical et la liaison entre le bâti de la machine d'essai et le corps mobile, doivent être soignées. Cette conception est malgré tout réalisable puisque des solutions technologiques existent déjà comme celles des machines outils à commande numérique actuelles, autorisant une précision

de positionnement de l'ordre du micromètre pour des conditions plus sévères (effet dynamique, sollicitations mécaniques autres que le poids...).

### 2.2.4 Implantation de la correction

On a choisi d'intégrer la correction des défauts géométriques d'images après la mesure par corrélation, en post-traitement avec le calcul des composantes du champ local de déformation. La technique de corrélation s'applique directement sur les images numériques brutes, sans intégrer les défauts géométriques. Une autre possibilité consiste à corriger les images avant d'utiliser la procédure de corrélation. Cette solution a été rejetée, car elle introduit des biais dans les images numériques par l'utilisation d'une interpolation des niveaux de gris et d'un rééchantillonnage de l'information.

En utilisant les images numériques brutes, il est nécessaire d'intégrer la présence des défauts dans la procédure de corrélation. Ce développement n'est pas compliqué mais rallonge la liste des opérations à effectuer pour chaque appariement de domaines homologues. Dans le cas contraire, l'évaluation de l'approximation de la transformation matérielle est biaisée. L'erreur est d'autant plus grande que l'approximation est complexe et l'amplitude des déformations locales est importante; tel est le cas des rotations locales d'amplitude importante. Comme, dans cette étude, on vise les faibles déformations, inférieures à 5 %, et que les valeurs des paramètres des défauts sont très proches des valeurs idéales ( $k$  proche de l'unité,  $\phi$  inférieur à  $1^\circ$  et la variation relative de grandissement entre deux images inférieure ou égale à 1 %), l'erreur commise est faible, du même ordre de grandeur que les défauts géométriques du deuxième ordre. De plus, les défauts géométriques ont une grande importance à l'échelle de la zone analysée et une faible influence à l'échelle locale. Il est alors raisonnable de s'en affranchir pour des raisons de simplicité dans cette première approche.

La correction de ces défauts a lieu sur les deux fichiers donnant respectivement les coordonnées en pixels des points homologues dans les deux images. Avant d'effectuer le calcul des déformations locales, ces coordonnées sont corrigées de la transformation inverse passant de l'état numérisé à l'état réel, dont l'expression est donnée par l'équation 2.5. Dans cette expression, on ne tient pas compte de la rotation de corps rigide ( $\theta = 0$ ) qui s'élimine dans le calcul des déformations. Comme le problème du grandissement est relatif, on prend comme convention que l'image initiale a un grandissement de un et que l'image déformée subit la variation de grandissement  $\frac{g'}{g}$ . On obtient les expressions suivantes où  $(x,y)$  et  $(X,Y)$  sont respectivement les coordonnées des points homologues dans l'image déformée et dans l'image initiale.  $(x',y')$  et  $(X',Y')$  sont les coordonnées réelles.  $\gamma$  est la variation de grandissement  $1 + \frac{dg}{g}$ .

$$X' = X + k \sin(\phi) Y \quad (2.69)$$

$$Y' = k \cos(\phi) Y \quad (2.70)$$

$$x' = \frac{x + k \sin(\phi) y}{\gamma} \quad (2.71)$$

$$y' = \frac{k \cos(\phi) y}{\gamma} \quad (2.72)$$

### 2.2.5 Conclusion : gain en précision et défauts non corrigés

Dans cette section, nous essayons de mettre en évidence les gains en précision relatifs aux corrections des distorsions d'images développées précédemment.

La correction des variations de grandissement influence directement la détermination du gradient de transformation moyen sur la zone analysée. La variation de grandissement subie pour la

grille de référence est évaluée avec la précision de calcul du gradient moyen ( $10^{-4}$ ). Les gains de cette correction sont limités par l'incertitude sur la détermination de la variation d'altitude entre la grille de référence et les microgrilles qui s'élève à 0,5 %. Comme l'amplitude des variations de grandissement est au maximum de 1 %, les gains réels s'élèvent au maximum à 0,5 % sur l'intensité des composantes du gradient et restent finalement limités.

La correction des défauts géométriques  $k$  et  $\phi$  agit également majoritairement sur la précision de la détermination du gradient de transformation moyen. Le calcul du gradient de transformation résiduel  $S$ ,

$$S = F_{th}^{-1} \cdot F_{mes} \quad (2.73)$$

après application de la correction  $F_{th}$  sur le gradient mesuré  $F_{mes}$  dans le cas d'un mouvement de corps rigide, permet d'estimer les gains réalisés. Par exemple, dans le cas d'une rotation plane de  $-90^\circ$ , le gradient mesuré  $F_{mes}$  est le suivant :

$$\begin{array}{llll} F_{11}^{mes} = 0,03107 & \pm 4,1 \cdot 10^{-5} & F_{12}^{mes} = 0,96420 & \pm 4,1 \cdot 10^{-5} \\ F_{21}^{mes} = -1,03691 & \pm 4,1 \cdot 10^{-5} & F_{22}^{mes} = 0,02327 & \pm 4,1 \cdot 10^{-5} \end{array} \quad (2.74)$$

et n'est pas égal à l'expression attendue pour une telle rotation

$$F_{mes} = \begin{pmatrix} 0 & 1 \\ -1 & 0 \end{pmatrix}. \quad (2.75)$$

Après correction avec  $k = 0,96430 \pm 3,9 \cdot 10^{-5}$  et  $\phi = -0,223^\circ \pm 2,3 \cdot 10^{-3}$ , le résidu  $S$  est de l'ordre de grandeur de l'imprécision de calcul :

$$\begin{array}{llll} S_{11} - 1 = -7,76 \cdot 10^{-4} & \pm 1,26 \cdot 10^{-4} & S_{12} = -5,89 \cdot 10^{-6} & \pm 1,22 \cdot 10^{-4} \\ S_{21} = 8,43 \cdot 10^{-6} & \pm 1,32 \cdot 10^{-4} & S_{22} = 2,58 \cdot 10^{-4} & \pm 1,29 \cdot 10^{-4} \end{array} \quad (2.76)$$

alors que, sans correction, l'incertitude s'élève à plusieurs  $10^{-2}$ . Un gain moyen de 100 est appréciable. Le gain sur chaque composante n'est pas uniforme et traduit le fait que d'autres défauts non corrigés existent. L'incertitude sur les composantes du résidu est supérieure à celles du gradient mesuré car elle cumule en plus les incertitudes sur la détermination des paramètres  $k$  et  $\phi$ .

Les gains de la correction des distorsions d'images apparaissent également sur l'incertitude de la mesure des déplacements des intersections de grille. Voyons maintenant comment de telles corrections modifient les résultats initiaux présentés dans le tableau 2.2 de la section 2.1. Les nouveaux résultats sont donnés dans le tableau 2.7. Remarquons que la correction des variations

TAB. 2.7 - Écart-type des erreurs en pixels

	Pas transf.	Translation	Rotation
$\sigma_u$ global	0,200	0,666	0,540
$\sigma_u$ local	0,080	0,200	0,201
$\sigma_v$ global	0,160	0,630	1,340
$\sigma_v$ local	0,050	0,300	0,253

de grandissement n'est pas nécessaire, puisque ces tests sont réalisés sur la platine d'observation du MEB à distance de travail fixe.

Les erreurs relatives à la configuration tournée sont maintenant similaires aux erreurs de la configuration translattée et témoignent des gains en précision de la correction des défauts  $k$  et  $\phi$ . Ils apparaissent à la fois sur les deux indicateurs d'erreurs ( $\sigma$  local et  $\sigma$  global), mais ils sont plus importants pour les erreurs globales puisque la correction agit principalement sur la détermination du gradient moyen sur la zone analysée. Les erreurs relatives aux deux autres transformations

de corps rigide sont très peu modifiées et restent plus importantes que la précision théorique, spécialement pour l'erreur globale. Cela signifie que la correction des défauts géométriques mise en jeu n'est pas suffisante pour corriger tous les défauts du premier ordre. Les erreurs résiduelles sont liées à la part restante non modélisée de la transformation reliant les coordonnées planes d'un point de la surface observée à la position en pixels dans l'image numérique : les aberrations géométriques non linéaires. On a recensé plusieurs phénomènes que l'on décrit à la suite.

La première source d'erreurs est liée aux aberrations de pilotage de la carte de numérisation. Elles se traduisent par deux phénomènes qui affectent à la fois les erreurs globales et locales. Les effets qui provoquent des erreurs globales ont pour origine les erreurs moyennes de rectitude du pilotage horizontal et sont sensibles sur les bords des images pour le système de numérisation utilisé. Ils n'affectent qu'une petite zone (une bande d'une centaine de pixels) et leur amplitude est en général importante, comme en témoigne la figure 2.16. Elle représente la distorsion d'une grille numérisée

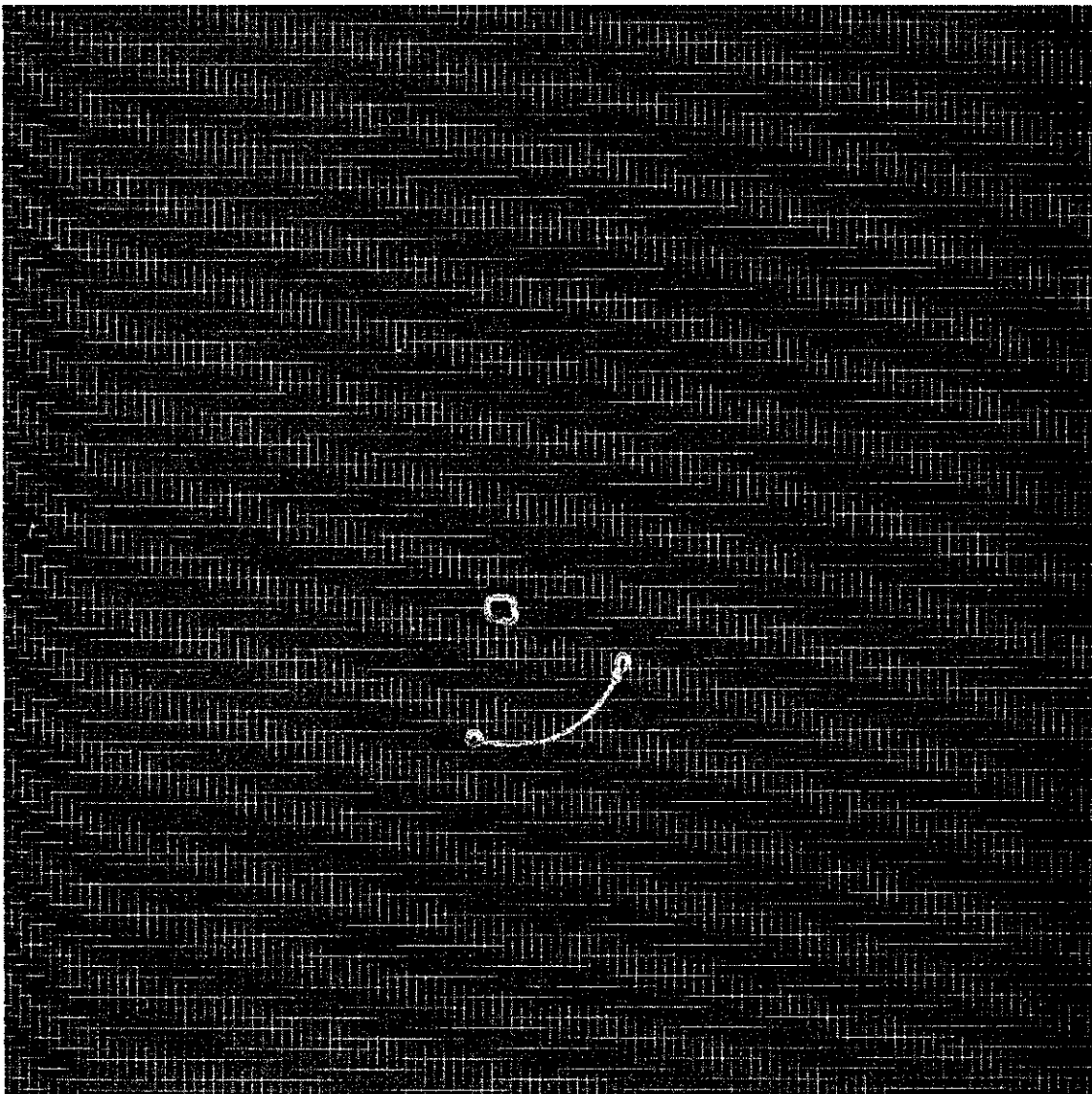


FIG. 2.16 – Représentation Moiré des défauts de bords, image  $4096 \times 4096$  pixels,  $550\mu m \times 545\mu m$

avec une image  $4096 \times 4096$  pixels mise en évidence par effet Moiré entre cette image et une trame de numérisation plus grossière (1 pixel sur 4). Ces défauts sont indépendants du grandissement et des autres paramètres du MEB et se retrouvent systématiquement dans toutes les images. La

suppression de ces défauts entraînerait une amélioration que l'on peut estimer à environ 0,4 pixel sur l'écart-type des erreurs, puisque l'erreur globale pour la situation sans transformation n'inclut pas l'effet de ces défauts. Leur identification est difficile en raison de leur caractère dépendant de la position dans l'image. Leur correction est plus facile puisque cette erreur est systématique et peut s'implanter avec la correction des défauts  $k$  et  $\phi$  en post-traitement au moment du calcul des déformations locales. L'amplitude de ces défauts peut être minimisée dans la mesure où les déformations restent faibles et que toutes les images sont centrées approximativement autour du même repère, ou encore en utilisant des images de même résolution mais de taille plus petite et décentrées du côté opposé aux défauts.

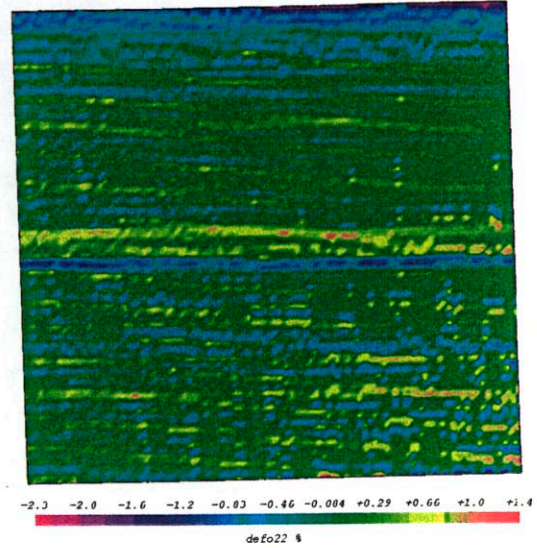
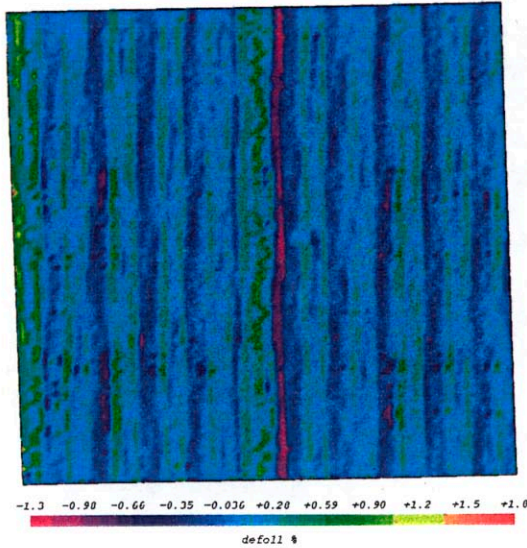


FIG. 2.17 – Défauts de la carte de numérisation :  
carte de la déformation transversale

FIG. 2.18 – Défauts de la carte de numérisation :  
carte de la déformation longitudinale

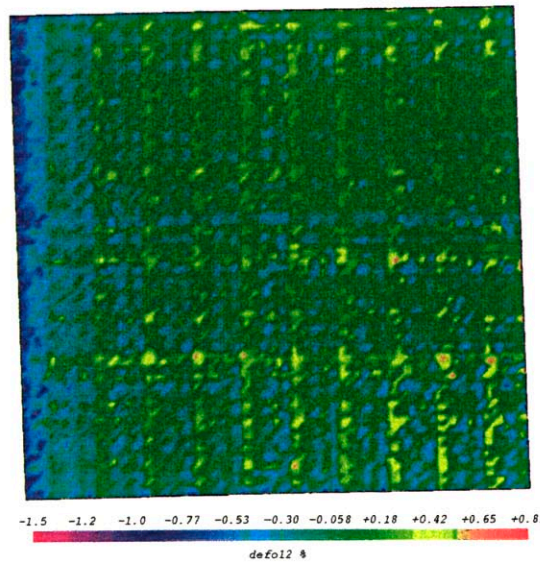


FIG. 2.19 – Défauts de la carte de numérisation : carte de la déformation de cisaillement

La précision locale de la méthode de mesure s'explique par les imprécisions locales du pilo-

tage. La commande de position du faisceau d'électrons est codée sur 12 bits avec une imprécision de  $\pm 0,3$  bit (donnée constructeur). Elle se traduit par une erreur de mesure du champ local de déplacement de 0,3 pixel, ce qui explique la valeur des écarts-types locaux pour une translation et une rotation. La répartition de ces défauts dans une image n'est pas aléatoire et l'effet se traduit sur les cartes de déformation par un phénomène de bandes, comme on peut l'observer sur les figures 2.17 et 2.18.

Elles représentent le phénomène sur les cartes des déformations longitudinales et transversales pour une translation de corps rigide. Ce phénomène altère moins la carte des déformations de cisaillement comme le montre la figure 2.19, ce qui prouve que la correction des défauts géométriques  $k$  et  $\phi$  est optimale et que toute distorsion homogène est déjà éliminée. Il s'interprète comme une imprécision dans les valeurs des tensions des pilotages horizontal et vertical. Le phénomène est beaucoup moins marqué horizontalement. Dans le cas vertical, la répartition des bandes est régulière de période environ 350 pixels, soit une période d'environ  $2V$  en supposant qu'une image  $4096 \times 4096$  pixels corresponde à un pilotage en tension de  $\pm 10V$ . Remarquons également qu'au milieu de chaque carte (déformations longitudinale et transversale) une bande plus importante est présente, certainement due à l'inversion du signe des tensions de pilotage. Les bandes ont une épaisseur de l'ordre de quatre pas avec le schéma de dérivation discrète utilisant les quatre plus proches intersections voisines. Ce phénomène de bandes est reproductible d'une image à une autre, quels que soient les paramètres du MEB et du temps d'acquisition par pixel. Cette constatation prouve que ces défauts sont uniquement liés aux défauts de pilotage de la carte de numérisation. Comme la répartition de l'erreur n'est plus aléatoire, l'imprécision sur la mesure de la déformation locale pour un pas de grille de 30 pixels n'est pas égale à  $0,3/30\sqrt{2} \approx 0,7\%$ , où 0,3 est l'écart-type des imprécisions de déplacement sur toute l'image (voir le tableau 2.7). Le phénomène se traduit par une erreur supérieure, de l'ordre de 1 % d'après les cartes précédentes.

La deuxième famille de défauts qui s'ajoute aux précédents correspond aux fluctuations dans le temps de la position du faisceau d'électrons pour une position commandée. Ils se décomposent en leur évolution moyenne sur l'image et leurs fluctuations autour de cette valeur.

Leur évolution moyenne témoigne d'une dérive du faisceau lors du balayage d'une image, dont l'effet est amplifié par la durée d'acquisition. Cette dérive trouve certainement son origine dans les phénomènes d'hystérésis dans les lentilles électromagnétiques. Elle est mise en évidence sur la figure 2.20. Cette courbe représente l'évolution des déplacements moyens horizontal et vertical

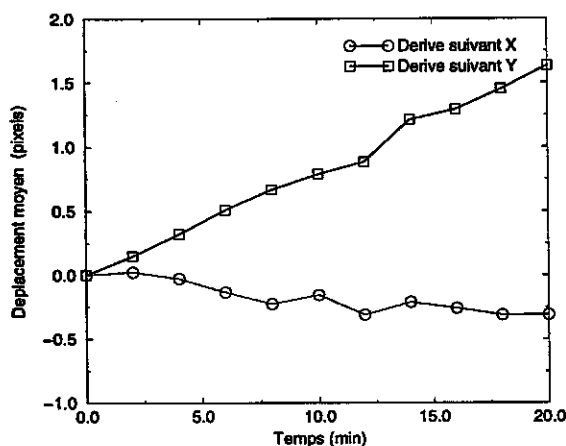


FIG. 2.20 - Dérive moyenne du faisceau en fonction du temps

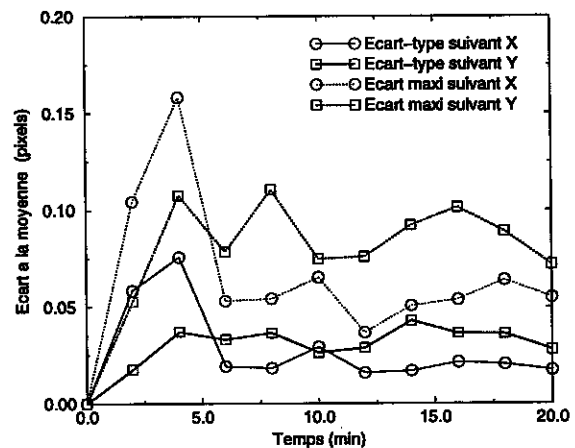


FIG. 2.21 - Fluctuations locales de la position du faisceau en fonction du temps

en fonction du temps pour une durée supérieure à celle nécessaire à l'acquisition d'une image

4000 × 4000 pixels avec un niveau de bruit acceptable. Les déplacements sont obtenus à partir de l'analyse d'une succession d'images d'une grille. Toutes les deux minutes, une image 512 × 512 pixels est acquise avec un temps d'acquisition par pixel de 50 μs et un grandissement de 1600. La même amplitude de balayage qu'une image 4096 × 4096 pixels est choisie mais un pixel sur 8 est retenu. Cette démarche est adoptée pour s'affranchir des défauts de la carte de numérisation. Les déplacements de 169 intersections de grille sont analysées statistiquement. Pour cet exemple, l'évolution du défaut moyen est plus importante verticalement et représente après 20 minutes un décalage d'environ 2 pixels, ce qui correspond à 16 pixels pour une vraie image 4096 × 4096 pixels. Dans ce cas, une déformation moyenne apparente de l'ordre de 0,4 % est mesurée. Remarquons que la courbe de la figure 2.20 représente une situation particulière. L'amplitude de l'évolution de cette dérive moyenne est modifiée par la valeur des paramètres de réglage du MEB (courant, grandissement...) et de balayage (vitesse, amplitude...) mais aussi par l'histoire de leurs variations, comme tout phénomène d'hystérésis. Il est certain que, sans aucune variation des paramètres, l'évolution de la figure 2.20 sature à partir d'un temps supérieur à la durée maximale d'acquisition d'une image 4000 × 4000 pixels. Pour un essai mécanique *in situ*, l'observation de l'éprouvette et l'acquisition des images engendrent beaucoup de fluctuations des paramètres, si bien que l'évolution de la dérive est différente d'une image à l'autre et est à déterminer à chaque image. Soulignons que le mode de balayage de l'image ne modifie pas l'évolution de cette dérive.

Les fluctuations locales autour de la dérive moyenne pour une même image sont faibles et leur amplitude n'évolue pas avec le temps comme le montre la figure 2.21. Elle représente l'évolution de l'écart-type des fluctuations et de l'écart maximum en fonction du temps. Les écarts-types déterminés sont comparables à ceux de l'indicateur local du tableau 2.7. Remarquons que, dans cette configuration, on obtient une erreur plus faible que la valeur théorique. Ce phénomène s'explique par la présence de rayures de polissage qui s'ajoutent au contraste de la grille et qui permettent une corrélation plus précise. La figure 2.22 présente un exemple de la répartition des fluctuations

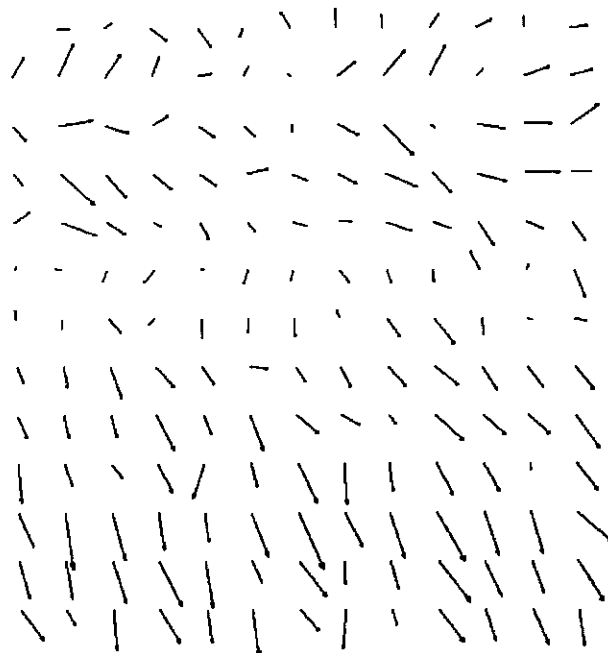


FIG. 2.22 - Fluctuations locales de la position du faisceau dans une image

au sein d'une image: celle-ci ne correspond pas à celle d'un phénomène purement aléatoire. Les



variations sont très rapides avec une vitesse supérieure à celle du balayage et sont influencées par un phénomène lié au MEB.

Comme ces fluctuations locales sont du même ordre de grandeur que la précision théorique, leur correction n'est pas utile. D'ailleurs celle-ci est impossible d'après le caractère aléatoire de leur évolution. La correction de la dérive moyenne s'impose puisqu'elle agit au premier ordre sur la précision de la déformation moyenne sur la zone analysée. Pour cela, il est nécessaire d'identifier pour chaque image la dérive moyenne. Une démarche de mesure consiste à acquérir immédiatement après la fin de l'image considérée de nouveau le haut de la même zone (quelques lignes de grille). La dérive moyenne est alors mesurée en corrélant avec la technique de mesure la partie commune des deux images. L'évolution de cette dérive supposée régulière en fonction du temps d'acquisition est traduisible sous forme d'un gradient de transformation parasite que l'on peut intégrer dans la démarche de correction établie pour les défauts géométriques  $k$  et  $\phi$ . Notons que l'intégration de ce défaut dans la procédure d'identification de  $k$  et  $\phi$  permettra une détermination plus précise de ces derniers.

L'inventaire de l'ensemble des défauts géométriques et de leurs caractéristiques se résume dans les quelques équations suivantes. Le champ de déplacement mesuré  $\underline{U}_m$  est égal au champ réel  $\underline{U}$  auquel s'ajoutent trois champs parasites :

- les erreurs dues aux variations de grandissement  $\underline{U}_{(\frac{dg}{g})}$ ,
- les erreurs de la carte de pilotage et de numérisation  $\underline{U}_{carte}$  et
- les erreurs de dérive du MEB  $\underline{U}_{MEB}$ .

$$\underline{U}_m = \underline{U} + \underline{U}_{(\frac{dg}{g})} + \underline{U}_{carte} + \underline{U}_{MEB} \quad (2.77)$$

Les erreurs dues aux variations de grandissement sont constantes et limitent au premier ordre la précision de la détermination du gradient moyen de transformation  $\mathbb{F}_{moy}$  à 0,5 %.

Les erreurs de la carte sont fixes et se décomposent en trois termes :

- les erreurs homogènes résultantes des défauts géométriques  $k$  et  $\phi$   $\underline{U}_{(k,\phi)}$ ,
- les erreurs résultantes des défauts sur les bords  $\underline{U}_{bords}$ ,
- les erreurs locales de pilotage  $\underline{U}_{pilotage}$ .

$$\begin{array}{rcccl} \underline{U}_{carte} & = & \underline{U}_{(k,\phi)} & + & \underline{U}_{bords} & + & \underline{U}_{pilotage} \\ \text{précision sur} & & \mathbb{F}_{moy} & & \mathbb{F}_{moy} & & \mathbb{F}_{local} \\ \text{erreur sur } \underline{U} & & & & 0,4 \text{ pixel} & & 0,3 \text{ pixel} \\ \text{erreur sur } \epsilon & & 0,01\sigma_U\% & & & & 1\% \end{array} \quad (2.78)$$

Chaque terme agit au premier ordre sur la précision de la détermination de  $\mathbb{F}_{moy}$ , excepté le dernier terme qui agit sur la précision locale. On rappelle également pour chaque terme l'amplitude des erreurs sur les déplacements et sur la déformation.

Les erreurs de dérive du MEB se décomposent en deux termes :

- leurs évolutions moyennes  $\underline{U}_{dérive}$
- leurs fluctuations  $\underline{U}_{fluctuations}$

$$\begin{array}{rcl}
 \underline{U}_{MEB} & = & \underline{U}_{dérive} + \underline{U}_{fluctuations} \\
 \text{précision sur} & & \mathbb{F}_{moy} \quad \mathbb{F}_{local} \\
 \text{erreur sur } \underline{U} & & 16 \text{ pixels} \quad 0,05 \text{ pixel} \\
 \text{erreur sur } \epsilon & & 0,4\% \quad 0,001\%
 \end{array} \tag{2.79}$$

En conclusion, la procédure de correction établie dans cette section (correction de  $k$ ,  $\phi$  et  $\frac{dg}{g}$ ) permet de diminuer l'amplitude des erreurs globales sur la zone analysée. La correction des défauts de bords et de dérive moyenne permettrait encore d'affiner la mesure de la déformation moyenne. Cependant, sa précision est tributaire de l'erreur sur l'estimation de la variation de grandissement, de l'ordre de 0,5 %, si bien qu'elle reste inférieure à la précision de calcul avec une précision subpixel. Même si l'imprécision donnée par l'étude statistique sur une image entière uniquement avec la correction établie ici est importante, la précision locale évaluée sur une centaine de points voisins les plus proches est meilleure et c'est cette valeur qui est la plus déterminante pour la mesure des hétérogénéités de déformation. Elle fixe la précision réelle de la mesure de déformation locale. En l'absence de la correction des défauts de la carte de pilotage et de numérisation, cette dernière est limitée à 1 % pour un motif de grille en croix.

## 2.3 Influence des paramètres d'acquisition

La section 2.1 sur l'évaluation de la précision de la mesure a montré que les erreurs locales sur les déplacements en l'absence de transformation sont plus importantes dans le cas réel (0,08) que pour les simulations (0,05). Cette différence s'explique en partie par un choix non optimal des paramètres d'acquisition des images. Ce choix est guidé par l'expérience acquise depuis de nombreuses années pour l'observation de divers échantillons. La démarche retenue consiste à trouver le jeu de paramètres permettant d'obtenir la meilleure résolution : la taille de faisceau la plus faible pour un niveau de bruit de fond acceptable. Il s'avère que cette démarche ne fournit pas les paramètres optimaux d'acquisition des images numériques nécessaires pour la détermination quantitative du champ local de déformation par la technique de corrélation avec la meilleure précision de mesure.

On se propose dans ce chapitre d'étudier l'influence de certains paramètres d'acquisition liés au MEB et au système de numérisation des images sur la précision de la technique de corrélation. Cette réflexion s'effectue au travers des études sur l'influence du bruit de fond des images et de la taille du faisceau d'électrons.

La section 2.3.1 est consacrée au problème du bruit de fond tandis que la section 2.3.2 aborde le problème de la taille du faisceau, appelée aussi taille de sonde.

### 2.3.1 Influence du bruit de fond

#### Quantification du niveau de bruit

On ne prétend pas réaliser une étude exhaustive sur la quantification du bruit de fond des images numériques issues du MEB. Une telle étude est trop vaste étant donné le nombre important de paramètres qui influent sur le niveau de bruit. De plus, les plages de ces paramètres sont également vastes, ce qui génère un nombre important de combinaisons possibles. On cherche plutôt à donner les caractéristiques principales de ce bruit. On s'appuie pour cela sur quelques cas d'images acquises dans des conditions usuelles, guidées par l'expérience d'observations qualitatives cherchant à atteindre la meilleure résolution (taille de faisceau la plus fine).

Prenons l'exemple d'une image  $512 \times 512$  pixels bruitée prise dans des conditions usuelles ( $U = 20kV$ ,  $I = 3nA$ ,  $WD = 14mm$ ,  $50\mu s$  par pixel). Elle correspond à l'observation d'une grille d'or sur un substrat de cuivre. Pour minimiser l'amplitude des défauts de décalage, la même amplitude de balayage qu'une image  $4096 \times 4096$  est choisie mais un pixel sur 8 est retenu. Un grandissement égal à 1600 est nécessaire pour garder la même résolution. Pour quantifier son niveau de bruit, il faut extraire le signal du bruit des informations de la grille. Pour cela, il faut acquérir de nouveau la même image et en faire la différence avec la première. Pour chaque image, les niveaux de gris  $g$  sont la somme du signal de la grille  $f$  et du signal du bruit  $b$  :

$$\forall i = 1 \text{ ou } 2, g_i = f + b_i. \quad (2.80)$$

Comme les images sont codées sur 8 bits ( $[0, 255]$ ), les niveaux de gris de la différence  $d$  doivent être divisés par 2 et translatés de 127.

$$d = \frac{1}{2}(g_2 - g_1) + 127 = \frac{1}{2}(b_2 - b_1) + 127 \quad (2.81)$$

Les histogrammes de ces niveaux de gris pour les deux types de capteurs, électrons secondaires et rétrodiffusés sont représentés dans la figure 2.23. On constate que la répartition est pratiquement gaussienne. Les courbes théoriques gaussiennes passant au plus près des points réels se superposent très bien aux courbes réelles. Le bruit est donc le résultat d'un phénomène aléatoire. Le traitement

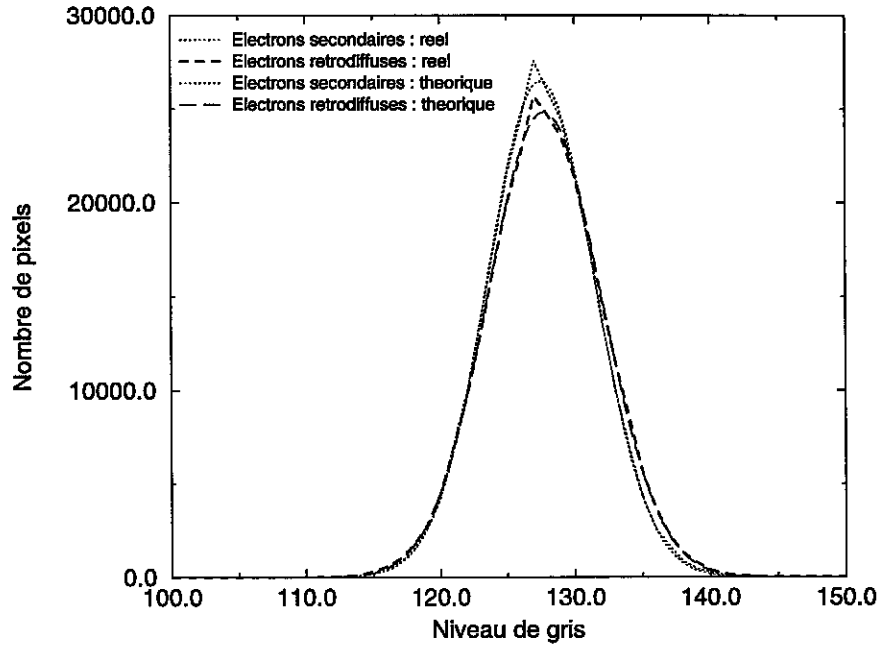


FIG. 2.23 – Profil des niveaux de gris représentatif du bruit

TAB. 2.8 – Traitement statistique des niveaux de gris

électrons	secondaires	rétrodiffusés
moyenne	127,5	127,8
écart-type	4	4,2

statistique de ces niveaux de gris est donné dans le tableau 2.8. Pour cette représentation, la moyenne des niveaux de gris doit être égale à 127 si la moyenne du bruit est nulle, ce que l'on vérifie expérimentalement. Comme  $b_2$  et  $b_1$  sont deux représentations particulières du même phénomène supposé aléatoire, ils possèdent le même écart-type  $\sigma$ . L'écart-type des niveaux de gris de l'image de la différence  $\sigma_d$  est alors égal à l'écart-type du bruit de fond divisé par  $\sqrt{2}$ .

$$\sigma_d = \sqrt{\frac{\sigma_1^2}{4} + \frac{\sigma_2^2}{4}} = \frac{\sigma}{\sqrt{2}} \quad (2.82)$$

On en déduit les caractéristiques du bruit qui sont données dans le tableau 2.9.

TAB. 2.9 – Caractéristiques du bruit

électrons	secondaires	rétrodiffusés
moyenne	0	0
écart-type	5,6	5,9

Les fluctuations par rapport à la valeur moyenne sont de l'ordre de 5 niveaux de gris et sont supérieures à celles pour des images optiques ou de caméra CCD où le niveau de gris est seulement altéré d'un ou deux niveaux. Pour ces acquisitions, le niveau de bruit est déjà atténué car on a choisi un temps d'acquisition par pixel de  $50\mu s$ , dix fois supérieur à la valeur minimale pour l'acquisition la plus rapide et un courant important ( $3 \cdot 10^{-9} A$ ), également dix fois supérieur à la valeur utilisée pour atteindre la résolution maximale. Dans la suite, on étudiera l'influence du temps d'acquisition et du courant sur la valeur du niveau de bruit et on verra que les fluctuations peuvent être bien supérieures, plusieurs dizaines de niveaux de gris (voir figure 2.25).

### Paramètres contrôlant le niveau de bruit

Ce phénomène de bruit de fond a pour origine :

- les fluctuations de la réponse de l'électronique du MEB et du capteur d'électrons,
- les fluctuations de l'émission des électrons sur la période de temps d'acquisition,
- les variations de l'interaction électrons/matière,

Différents paramètres jouent sur l'amplitude de ce bruit aléatoire : ceux qui régissent l'interaction électrons/matière et ceux qui caractérisent l'observation.

- Le premier paramètre est la nature des électrons mesurés (électrons secondaires (SE) ou électrons rétrodiffusés (BSE) pour le MEB utilisé dans cette étude) qui servent à établir l'image numérique finale. Le rapport signal sur bruit est meilleur avec les électrons secondaires. La réponse du capteur dans cette configuration est moins bruitée, entraînant une image de meilleure qualité. Les différences de niveau de bruit entre les deux situations sont faibles (1 à 2 niveaux de gris) pour une distance de travail faible (autour de 10mm), comme on peut l'apprécier avec les résultats précédents (voir tableau 2.9). Or la configuration des essais mécaniques *in situ* se caractérise par une distance de travail importante (environ 30mm) qui devient critique pour les électrons rétrodiffusés. Le rendement de leur capteur est faible pour de telles distances de travail entraînant un niveau de bruit important. Ce phénomène s'explique par un nombre d'électrons rétrodiffusés réémis plus faible que pour les électrons secondaires. Pour ces raisons, les électrons rétrodiffusés sont moins utilisés en pratique bien que, par leur origine physique, ils respectent plus rigoureusement la condition d'invariance du contraste d'une image à l'autre.
- Le deuxième paramètre est l'énergie cinétique que l'on transmet aux électrons au niveau du canon. Elle est liée directement à la tension d'accélération entre la cathode et l'anode. On travaille habituellement, pour les matériaux que l'on étudie, avec une tension de 20kV. En dessous de cette valeur, la résolution est insuffisante pour une observation correcte lors d'un essai mécanique *in situ*. Au-delà, les différences et les gains sont infinitésimaux. L'influence de ce paramètre peut être négligée dans cette étude, puisque ces gains doivent être du second ou du troisième ordre. Ils dépassent le cadre de cette étude qui tente d'établir les principales tendances en vue d'en corriger les défauts.
- Un facteur important est le nombre d'électrons réémis dans l'interaction électron/matière. Il est fonction de la taille du faisceau qui vient impacter la surface de l'échantillon, définissant la zone irradiée pour un matériau donné, et de la durée pendant laquelle on compte ces électrons. Le premier paramètre est lié au courant qui passe dans les lentilles condenseuses du MEB. Cet aspect est discuté dans la section 2.3.2. Le second paramètre est fixé par le système d'acquisition, soit un temps par pixel, soit un temps par ligne suivant le système de numérisation employé. Les variations possibles sont importantes, environ deux décades, de quelques 10 $\mu$ s à quelques 1000 $\mu$ s par exemple pour le temps d'acquisition par pixel. Ce paramètre est essentiel dans cette analyse et permet d'obtenir les conditions optimales d'acquisition. Cependant, les temps d'acquisition par pixel les plus importants entraînent des durées de numérisation conséquentes pour les images haute résolution, plusieurs heures. De telles durées ne sont pas raisonnables dans le cadre d'un essai mécanique *in situ* dans la chambre du MEB. On se limite en particulier pour les images 4096  $\times$  4096 pixels à un quart d'heure, correspondant à un temps d'acquisition par pixel limite de 50 $\mu$ s.
- Enfin, le niveau de bruit est lié à l'angle solide par lequel le capteur d'électrons voit la surface de l'échantillon, soit le nombre d'électrons susceptible d'être mesuré. Il est fonction de la distance de travail qui reste fixe pour un essai mécanique *in situ* par la conception des machines d'essais. On n'étudie donc pas cet aspect.

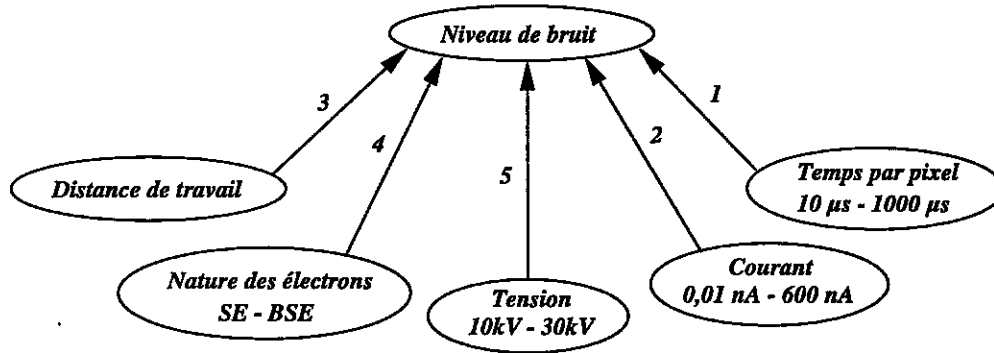


FIG. 2.24 – Paramètres liés au niveau de bruit

La figure 2.24 résume l'ensemble des paramètres agissant sur le bruit de fond et leur ordre d'importance représenté par un chiffre de 1 à 5. 1 correspond à l'ordre d'importance le plus grand.

On ne retient parmi les deux classes de facteurs que les deux seuls paramètres prépondérants qui sont la durée d'acquisition pour un point de mesure et le courant. On a étudié plus en détail leur influence sur le niveau de bruit pour leur plage de variation. La même analyse que celle de la section précédente est menée avec des images et des conditions d'acquisition semblables. L'influence du courant est étudiée pour un temps d'acquisition de  $50\mu s$  et celle de ce dernier pour un courant de  $3 \cdot 10^{-9} A$ . La figure 2.25 présente les résultats pour les deux types d'électrons dans

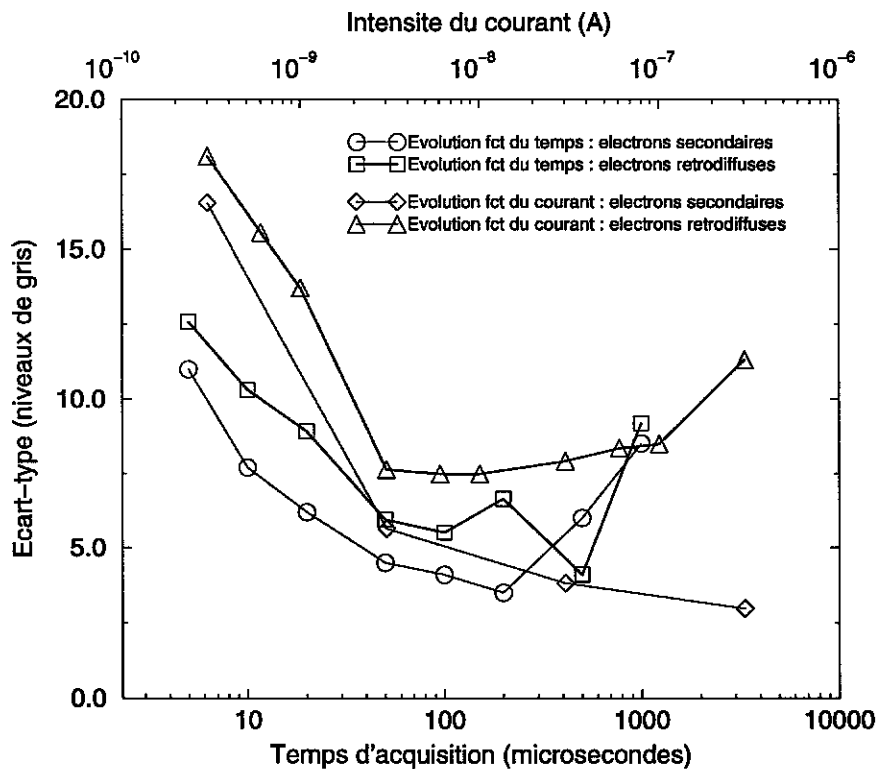


FIG. 2.25 – Influence du temps d'acquisition et du courant

une représentation semi-logarithmique. Les électrons rétrodiffusés restituent un bruit de niveau plus important sur les deux plages de variations, comme on l'a déjà observé ponctuellement dans la section précédente. L'évolution du niveau de bruit avec le temps d'acquisition par pixel est

régulière. Il commence par un niveau important, plus d'une dizaine de niveaux de gris, pour la vitesse d'acquisition la plus rapide. On observe une décroissance du niveau avec l'augmentation de la durée d'acquisition qui est de plus en plus limitée. Pour les temps d'acquisition supérieurs à  $200\mu s$ , les phénomènes de décalage dus à la dérive du faisceau du MEB apparaissent dans les images. L'image de la différence de deux images de la même grille fait apparaître des niveaux de gris autres que ceux du bruit de fond qui altèrent le calcul des caractéristiques du bruit, en particulier l'écart-type. L'évolution du niveau de bruit est rendue chaotique, en fonction de l'amplitude des décalages présents dans les images analysées et sa tendance moyenne se traduit par une augmentation du niveau de bruit. En l'absence de ces décalages, cette évolution naturelle doit tendre vers une valeur nulle. L'évolution avec la valeur de l'intensité du courant se décompose en deux tendances. Pour les courants inférieurs à  $3 \cdot 10^{-9} A$ , la décroissance du niveau de bruit est rapide. Elle s'explique par une augmentation du rendement de l'interaction électron/matière avec l'intensité du courant. Au-delà de cette valeur de  $3 \cdot 10^{-9} A$ , l'évolution du niveau est faible et même s'inverse pour les électrons rétrodiffusés. Pour ces valeurs de courant, le rendement de l'interaction électron/matière est maximal. Le bruit restant a pour origine les fluctuations de l'électronique des capteurs qu'il est plus difficile d'atténuer par une augmentation du courant. Dans le cas des électrons rétrodiffusés, une augmentation du courant est même néfaste. Soulignons que pour ces valeurs aucun phénomène de décalage n'a été observé pouvant expliquer cette augmentation du niveau de bruit. La comparaison des évolutions les plus rapides des deux phénomènes (avant  $3 \cdot 10^{-9} A$  et avant  $50\mu s$ ) montre qu'une variation d'une décade de courant diminue davantage le niveau de bruit (-10 niveaux de gris) qu'une décade de temps d'acquisition par pixel (-6 niveaux de gris). Soulignons que l'étude de ce phénomène est menée pour un couple de matériaux observés (grille, substrat) particuliers, une grille d'or déposée sur un substrat de cuivre. Comme le niveau de bruit est intimement lié à la physique de l'interaction électron/matière liée aux matériaux excités, les niveaux de bruit et les évolutions pour ces deux paramètres peuvent être modifiés d'une situation à une autre.

### Élimination du bruit de fond

Le meilleur remède pour réduire le bruit de fond est d'optimiser au mieux tous les paramètres qui agissent sur son niveau.

Comme on l'a vu, la distance de travail et la tension d'accélération sont fixées, dans le cas d'un essai mécanique *in situ*, à environ 20kV pour la tension et à 30mm pour la distance de travail. Il faut ensuite optimiser le courant et le temps d'acquisition par pixel. Plus le courant est important et plus la taille de sonde est importante: le nombre d'électrons est plus important et le signal du capteur d'électrons a un niveau plus haut, se détachant plus nettement du bruit de fond. On verra dans la section 2.3.2 que ce paramètre agit également sur la précision dans le même sens. On choisit donc un courant de sonde relativement important de l'ordre de  $10^{-8} A$  d'après la courbe de la figure 2.25.

Le temps de comptage des électrons par point d'acquisition est choisi le plus grand possible pour intégrer au maximum dans le temps les fluctuations dues au bruit. Cette intégration consiste à réaliser une moyenne dans le temps. Plus cette durée est importante et plus le temps pour acquérir une image est grand. Ceci peut être pénalisant car le comportement des matériaux étudiés n'est jamais indépendant du temps (voir les études micromécaniques de la deuxième partie). Cet aspect est discuté dans le chapitre 3 sur les choix de paramètres associés à la méthode de mesure pour un cahier des charges donné. Il faut aussi remarquer qu'un temps d'acquisition supérieur à une quinzaine de minutes pour une image haute résolution  $4000 \times 4000$  n'est pas raisonnable car il devient difficile d'effectuer un essai mécanique en une journée. Ceci est d'autant plus vrai que l'on désire étudier plusieurs états de déformation sur une zone représentative nécessitant l'acquisition de plusieurs images.

Une autre solution est souvent employée : il s'agit de la sommation d'images. Elle consiste à acquérir des images avec la vitesse de balayage la plus importante, à les sommer et ensuite à réajuster l'échelle des niveaux de gris sur 8 bits. Ce n'est plus une moyenne dans le temps mais une moyenne sur les niveaux de gris des pixels. Plus le nombre d'images est important et moins le niveau de gris moyenné est bruité. La réussite de cette méthode est fonction de la rapidité du phénomène physique observé et de la chaîne d'acquisition à restituer un signal fidèle. Pour nos applications en microscopie électronique à balayage, le signal relatif à l'interaction électron/matière est plus stable sur une durée importante, particulièrement avec l'utilisation des électrons rétrodiffusés. Un balayage plus lent est recommandé et cette méthode est moins efficace qu'une intégration en temps. Elle n'est pas employée dans cette étude.

### Influence sur la précision

La mise en évidence du phénomène sur images simulées est plus facile car elle permet de séparer les problèmes couplés dans la réalité. On peut alors étudier un seul problème à la fois. De plus, les images réelles présentent des défauts géométriques qui viennent masquer les autres phénomènes. Pour les images haute résolution  $4000 \times 4000$ , l'amplitude des défauts géométriques non homogènes est trop importante et rend impossible la mise en évidence de l'influence du bruit de fond.

La mise en évidence du phénomène est conduite pour des images simulées. Pour s'affranchir des effets de l'approximation de la transformation matérielle, on s'intéresse uniquement aux erreurs sur les déplacements mesurés pour des translations subpixel et la mesure s'effectue avec la variante de la technique de corrélation utilisant la même description.

Les images simulées sont construites selon la méthode présentée dans la section 2.1. On leur ajoute un bruit gaussien de moyenne 127 en niveaux de gris et d'écart-type variable de 0 à 40 en niveaux de gris. La valeur nulle correspond à une image parfaite et 40 est choisie comme limite maximale bornant les valeurs expérimentales mesurées dans les images utilisées. On rappelle que l'épaisseur de la ligne est égale à trois pixels.

#### - Évolution de la précision

On étudie l'influence du niveau du bruit gaussien sur l'erreur de la mesure des déplacements. La figure 2.26 donne l'évolution de la précision des déplacements subpixel (erreur moyenne et écart-type) en fonction de l'amplitude du bruit. Les tests sont réalisés pour les deux natures d'interpolation : bilinéaire et bicubique. On constate que les erreurs moyennes restent proches de zéro, mais ont tendance à fluctuer davantage pour les niveaux de bruit élevés. L'écart-type de l'erreur est très sensible au bruit. Il croît avec le niveau de bruit et l'erreur pour les images les plus bruitées (niveau 40) est presque trois fois supérieure à celle des images parfaites. Les deux interpolations donnent la même tendance : l'interpolation bilinéaire est plus pertinente aux faibles niveaux de bruit alors que l'interpolation bicubique l'est aux plus hauts niveaux de bruit. Cependant, ces différences restent faibles par rapport à l'évolution du phénomène lui-même et ne permettent pas de conclure sur le choix de la nature de l'interpolation la plus pertinente. Remarquons que les résultats de chaque direction sont semblables. Les faibles différences observées sont dues au fait que chaque mesure de déplacement correspond à une réalisation particulière du bruit de fond. Certaines réalisations sont plus favorables que d'autres et entraînent ces différences. Dans la suite, on ne présente que les résultats pour la direction  $x$ .

Pour mieux comprendre la diminution de la précision de la mesure, il est intéressant d'étudier l'évolution de la variation du coefficient de corrélation en fonction du niveau de bruit au voisinage du minimum.



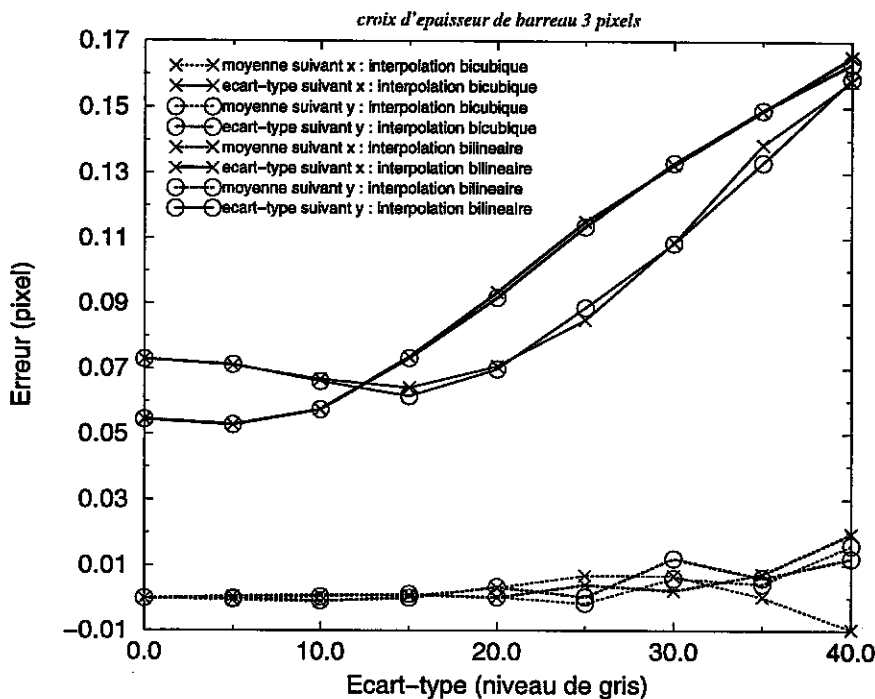


FIG. 2.26 - Influence d'un bruit gaussien

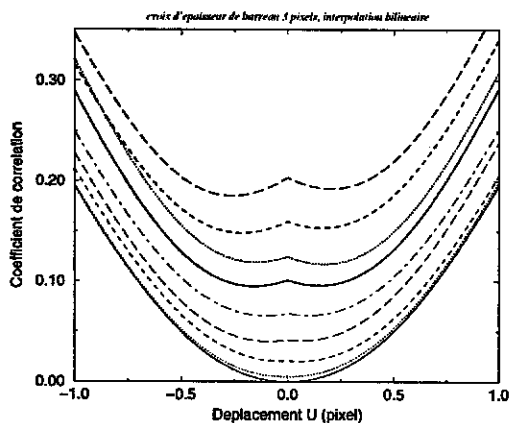


FIG. 2.27 - Influence sur le coefficient de corrélation suivant x : interpolation bilinéaire, déplacement nul

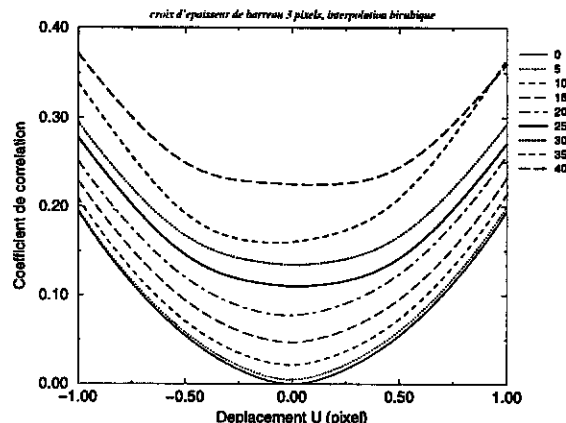


FIG. 2.28 - Influence sur le coefficient de corrélation suivant x : interpolation bicubique, déplacement nul

- Évolution de la variation du coefficient de corrélation

La figure 2.27 représente cette évolution dans la direction  $x$  pour un déplacement nul et pour l'interpolation bilinéaire. Plus le niveau de bruit croît et plus la courbe du coefficient de corrélation se translate vers le haut ; le minimum augmente. Ceci est normal puisque le bruit de fond dégrade les images : leur niveau de ressemblance est alors moins bon. On remarque, également, un phénomène plus important : l'augmentation du niveau de bruit dans les images modifie l'évolution de la variation du coefficient de corrélation et fait apparaître deux minima. Il y a perte d'unicité de la solution. L'apparition de la discontinuité en zéro est liée à la nature bilinéaire de l'interpolation qui ne garantit pas la continuité des pentes pour chaque valeur entière de pixels. Les minima apparus n'ont pas de réalité physique puisque la solution doit

être en zéro. L'erreur commise lorsque la procédure de minimisation converge vers un de ces minima est importante, de l'ordre de 0,2 pixel pour le niveau de bruit 40.

En utilisant l'interpolation bicubique, la discontinuité en zéro disparaît, mais le phénomène n'est pas résolu, comme on peut le voir sur la figure 2.28. Dans cette configuration, le coefficient de corrélation présente un minimum unique, mais celui-ci n'est pas la solution du problème physique. L'abscisse du minimum oscille autour de la position zéro de manière aléatoire. L'interpolation bicubique, bien que plus performante sur les aspects de continuité des variations de niveaux de gris, ne permet pas de résoudre le problème.

Le phénomène observé pour un déplacement imposé nul donne l'erreur maximale, comme le montrent les figures 2.29 et 2.30 pour les deux types d'interpolation. Elles représentent

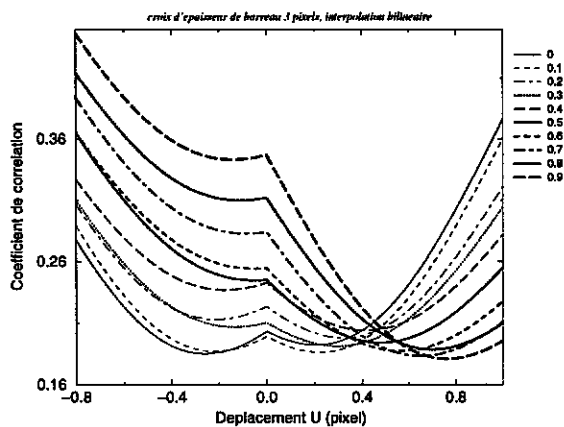


FIG. 2.29 - Influence de l'amplitude du déplacement sur le coefficient de corrélation suivant  $x$  : interpolation bilinéaire

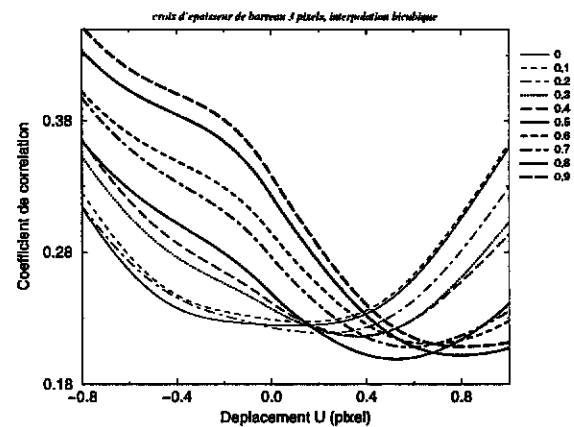


FIG. 2.30 - Influence de l'amplitude du déplacement sur le coefficient de corrélation suivant  $x$  : interpolation bicubique

l'évolution de la variation du coefficient de corrélation en fonction de l'intensité du déplacement subpixel dans la direction  $x$  pour le niveau de bruit maximum. Les déplacements imposés sont une translation diagonale pour laquelle les deux composantes du déplacement  $u$  et  $v$  sont égales. En traçant l'évolution de l'erreur sur le déplacement en fonction de son amplitude, on remarque que l'effet du bruit de fond n'a pas la même amplitude. Les figures 2.31 et 2.32 présentent l'évolution de la valeur moyenne et de l'écart-type de l'erreur de mesure en fonction de l'amplitude du déplacement imposé, pour les différents niveaux de bruit étudiés. On constate que plus les déplacements subpixel sont importants jusqu'à la valeur de 0,5 et plus l'effet du bruit est diminué. Au-delà de cette valeur, le phénomène est inversé par symétrie. Remarquons que pour les déplacements faibles (inférieurs à 0,1 pixel), l'erreur de mesure est due aux fluctuations, l'erreur moyenne étant faible alors que pour les déplacements plus importants, elle a pour origine une erreur systématique, l'écart-type étant faible. L'évolution du phénomène est d'autant plus importante que le niveau de bruit est élevé. Le phénomène s'explique par exemple pour le niveau de bruit le plus grand. Pour les faibles déplacements (par exemple 0,1 pixel), la variation des niveaux de gris des pixels modifiés dans l'image déformée est faible (d'après la formation des images simulées, elle est linéaire avec le déplacement, d'où 25 niveaux pour notre exemple) et les variations parasites du bruit de fond qui s'ajoutent (40 niveaux dans ce cas) sont supérieures et masquent les différences. Pour les grands déplacements (à partir de 0,2), les variations (environ 50 niveaux) sont suffisantes pour être supérieures aux variations fixes du bruit. Le phénomène physique l'emporte alors sur le parasitage du bruit de fond. Les figures 2.33 et 2.34 pour l'interpolation bicubique fournissent la même interprétation.

Des tests identiques avec des translations non diagonales ont été menés et concluent aux

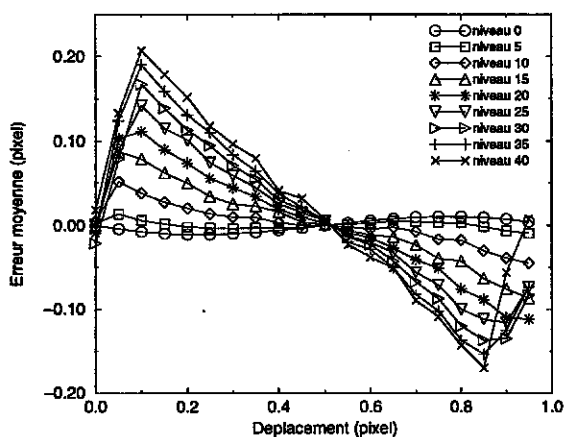


FIG. 2.31 - Influence de l'amplitude du déplacement sur l'erreur moyenne suivant  $x$  : interpolation bilinéaire

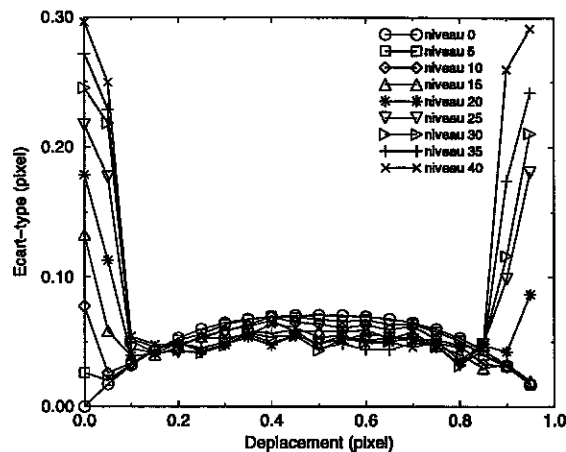


FIG. 2.32 - Influence de l'amplitude du déplacement sur l'écart-type de l'erreur suivant  $x$  : interpolation bilinéaire

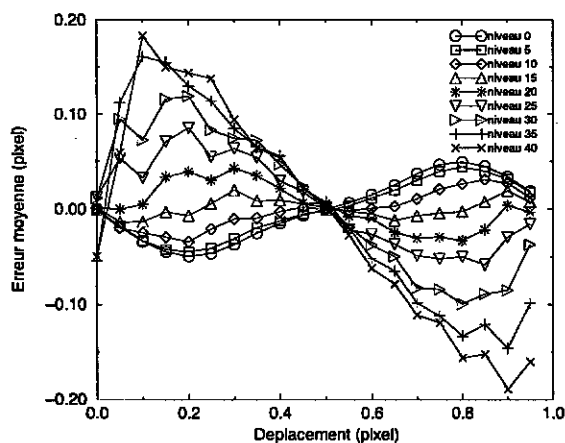


FIG. 2.33 - Influence de l'amplitude du déplacement sur l'erreur moyenne suivant  $x$  : interpolation bicubique

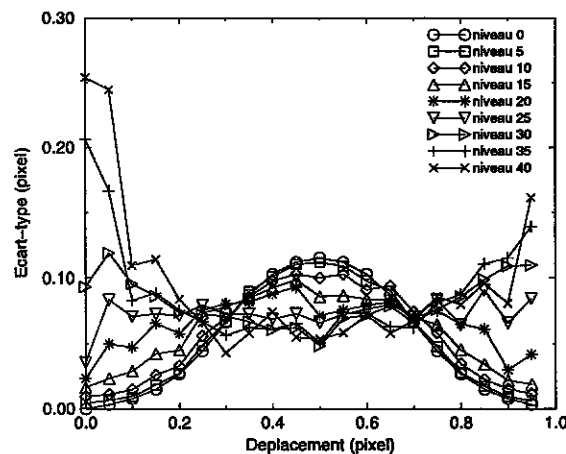


FIG. 2.34 - Influence de l'amplitude du déplacement sur l'écart-type de l'erreur suivant  $x$  : interpolation bicubique

mêmes résultats. Dans un souci de concision, ces résultats ne sont pas présentés.

En conclusion, on s'aperçoit que le bruit de fond perturbe la précision de la mesure, mais pas d'une manière uniforme. L'évolution des faibles déplacements est très imprécise même avec une interpolation plus sophistiquée. Plus on souhaite mesurer des petits déplacements et plus l'écart-type du niveau de bruit doit être faible : la variation de niveaux de gris engendrée par le déplacement de la grille doit être supérieure à l'écart-type du bruit de fond. Le niveau de bruit fixe donc un seuil de sensibilité de la mesure : la plus petite valeur de déplacement mesurable. Elle agit directement sur la précision de mesure de la déformation locale.

En pratique, s'affranchir des erreurs de mesure dues au bruit de fond consiste à obtenir des images avec un niveau de bruit inférieur à 10, d'après la courbe de la figure 2.26. Pour cette valeur, les erreurs pour les faibles déplacements sont minimisées avec une interpolation bilinéaire des niveaux de gris, comme le montrent les figures 2.31 et 2.32. Cette condition est satisfaite en choisissant des valeurs adaptées pour le courant et le temps d'acquisition. Les courbes de la figure 2.25 permettent de guider le choix. Pour un temps d'acquisition de  $50\mu s$ , l'intensité du

courant doit être supérieure à  $10^{-9}$  A pour obtenir un niveau de bruit inférieur à 10. Pour un courant de  $3 \cdot 10^{-9}$  A, la condition est satisfaite avec un temps d'acquisition supérieure à  $10 \mu s$ . Un temps d'acquisition de  $50 \mu s$  et un courant de  $3 \cdot 10^{-9}$  A est finalement un bon compromis. Un courant plus faible n'apporte pas de gain appréciable et est même préjudiciable avec les électrons rétrodiffusés. Un temps plus important risque d'engendrer une durée d'acquisition trop longue. Ce choix n'est pas universel car il est guidé par les résultats de cette étude pour un couple de matériaux (substrat, grille) particulier. Cependant, il renseigne sur les ordres de grandeurs des valeurs à choisir. Pour une autre configuration, il est facile d'ajuster plus finement le choix de ces deux paramètres en enregistrant deux images successives pour en effectuer la différence et vérifier que le niveau de bruit est inférieur à 10.

### 2.3.2 Influence de la taille de sonde

Un autre paramètre qui conditionne la précision locale de la mesure des déplacements est la taille de sonde. Elle correspond à la taille caractéristique de la surface du volume de matière excité par le faisceau d'électrons projeté dans le plan d'observation. Elle dépend essentiellement de la taille du faisceau d'électrons, dont la section théorique est représentée par un disque, de la nature des électrons réémis captés pour déterminer le niveau de gris et de l'énergie des électrons incidents [4].

Tous ces paramètres n'influent pas de la même façon sur cette taille. En pratique, le matériau et le type d'électrons mesurés sont fixés. La tension d'accélération a une faible influence et est fixée à 20kV pour d'autres considérations. Modifier la taille de sonde revient à modifier la taille du faisceau d'électrons. C'est d'ailleurs pourquoi ces deux termes sont habituellement confondus. Le paramètre prépondérant pour fixer cette taille est le courant qui passe dans les bobines condenseuses.

La valeur de cette taille de sonde est primordiale car elle définit la partie de la surface de l'échantillon qui interagit avec le faisceau d'électrons. En effet, les images du MEB sont le résultat du balayage du faisceau sur l'échantillon et le niveau de gris d'un pixel donné reflète l'interaction entre les électrons et le matériau irradié par le faisceau à la position correspondante. Le nombre de lignes sélectionnées et le grandissement définissent la distance entre deux lignes de balayage consécutives. Pour des conditions standard d'observation qualitative au MEB, où on privilégie la meilleure résolution, on utilise une taille de sonde faible correspondant à une valeur de courant faible, environ  $0,3 nA$ . Pour les matériaux métalliques, une ligne de balayage a une épaisseur d'environ  $60 nm$ . Les images numériques de  $4000 \times 4000$  pixels acquises sont enregistrées à un grandissement de 200 et couvrent une surface de  $0,5 \times 0,5 mm^2$  de telle manière que la distance entre deux pixels voisins soit égale à environ  $120 nm$ . Dans ces conditions, le faisceau interagit avec seulement  $(60/120)^2 \approx 25\%$  de la surface associée à un pixel. Ce balayage partiel sur la zone d'observation a pour conséquence de diminuer la précision de la mesure des déplacements.

Comme pour la section 2.3.1, on étudie l'influence de la taille de sonde sur la précision de la mesure pour des images simulées car il est plus facile de découpler les phénomènes à partir de telles images. Dans le cas des images réelles, l'évolution de la taille de sonde, c'est-à-dire du courant pour une nature d'électrons, entraîne également une variation du niveau du bruit de fond.

Les images simulées sont construites selon la procédure énoncée au chapitre 2.1, excepté pour le calcul du niveau de gris en pixels dans les images faible résolution. Il est déterminé comme étant la moyenne des niveaux de gris sur un domaine de taille variable  $((k \times 20)^2$  pixels) à la position correspondante dans l'image haute résolution. La méthode de corrélation utilisée est celle qui décrit la transformation matérielle par une translation en fraction de pixel. L'interpolation des niveaux de gris est de nature bilinéaire.

La figure 2.35 montre l'influence d'un balayage partiel ou excédentaire sur la précision de mesure

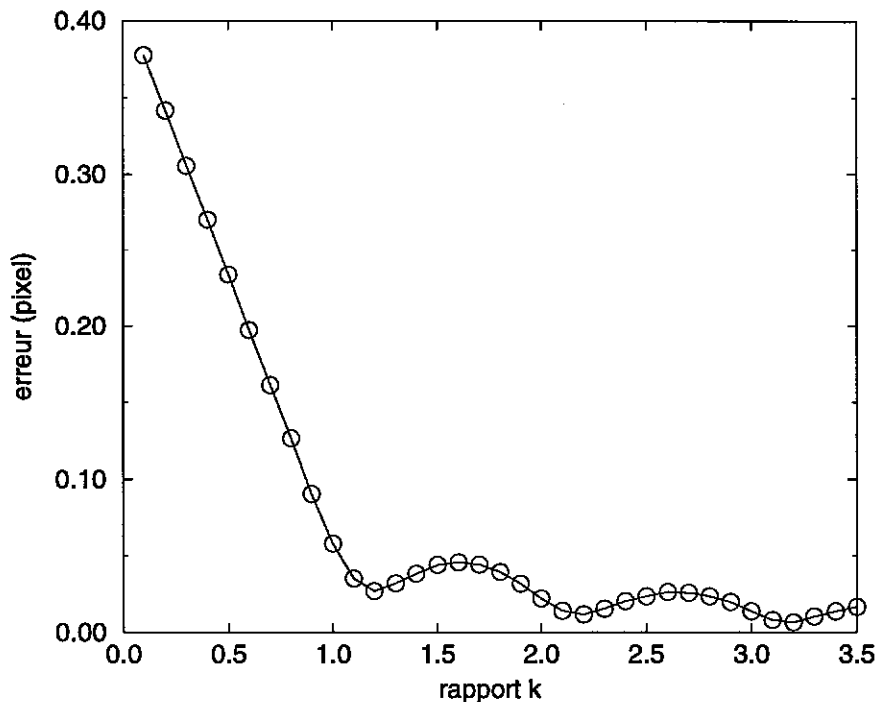


FIG. 2.35 – Influence de la taille de la sonde

des déplacements. Elle donne l'écart-type de l'erreur théorique comme une fonction du rapport  $k$  entre la taille de la sonde et le pas entre les lignes de balayage. Pour  $k < 1$ , on note une décroissance linéaire de l'erreur avec l'augmentation de la taille de la sonde. Elle s'explique par le fait que plus la taille de sonde est importante et plus l'image contient d'informations de la grille. Par conséquent, le déplacement de la grille est plus facilement détectable et la précision de mesure est meilleure. Ce caractère linéaire de l'évolution est lié à la construction des images et la nature linéaire de l'interpolation des niveaux de gris pour le dépouillement. Pour  $k > 1$ , les erreurs sont encore décroissantes mais l'évolution est moins importante et certaines fluctuations peuvent être observées. Ces fluctuations s'expliquent en partie par la taille de la sonde plus importante qui rend l'information d'un pixel plus moyenne. Les images enregistrées sont floues et ne permettent plus d'identifier certains détails de la grille assurant une corrélation fine. Un choix optimal semble être  $k \approx 1$ .

Les images doivent donc être enregistrées avec une combinaison de grandissement, de résolution en pixels et de taille de sonde qui assure un balayage complet de la zone observée sans recouvrement. Les images acquises pour l'observation qualitative correspondent à une situation où  $k = 0,5$  (erreur locale expérimentale de l'ordre de 0,2 pixel). Un meilleur choix des conditions d'acquisition peut la réduire par 4. Notons que ce problème n'existe pas pour des images enregistrées avec une caméra numérique, dans laquelle les niveaux de gris des pixels sont donnés par des capteurs CCD juxtaposés couvrant généralement la quasi totalité de l'image plane. Ceci explique en partie pourquoi les valeurs de précision annoncées avec ces dispositifs sont meilleures que celles déterminées dans cette étude.

En pratique, le grandissement et la résolution en pixels sont fixés par d'autres conditions, comme la taille de la zone à analyser ou le nombre de pixels dans l'épaisseur d'un barreau. Dans ce cas, optimiser l'erreur locale de mesure revient à choisir une taille de sonde égale à la dimension du pixel imposée par ces deux paramètres. Comme le courant est le paramètre essentiel qui fixe la taille de sonde, il est alors nécessaire de connaître l'évolution de cette taille en fonction de ce paramètre pour trouver la valeur optimale. Pour chaque valeur de courant, la taille de sonde

correspondante peut être déterminée avec la procédure suivante. Elle résulte du constat que le grandissement, la résolution en pixel et la taille de sonde sont liés. Pour une valeur de courant qui définit une taille de sonde, il suffit d'analyser l'évolution de la définition du contour d'un détail de faible dimension en fonction du grandissement, en enregistrant différentes images de même taille. Pour un grandissement très important, la taille de sonde est supérieure à la taille d'un pixel dans l'image. Le contour du détail est alors représenté de manière floue. En diminuant progressivement le grandissement, la taille du pixel diminue et la définition du contour s'affine pour devenir optimale lorsqu'elle est égale à la taille de sonde. Ainsi dès que le flou disparaît, la taille de sonde s'identifie avec la taille du pixel. On estime alors la valeur de la taille de sonde pour le courant donné. En répétant la procédure pour différentes valeurs de courant, on construit l'évolution de la taille de sonde en fonction de l'intensité du courant.

## 2.4 Optimisation de la forme du repère

La forme du repère utilisé, signature du sous-domaine de corrélation nécessaire pour effectuer l'appariement entre les 2 images numériques, a été guidée par le savoir-faire acquis en matière de technique de marquage par microgrilles. L'utilisation de ces motifs de grille à partir de lignes droites s'est avérée efficace pour les études qualitatives des mécanismes de déformation dans les matériaux hétérogènes. Ils ont été choisis pour répondre aux besoins de nos investigations micromécaniciennes. Ils doivent être capables de bien refléter la déformation du matériau et les phénomènes locaux tels que les traces de plans de glissement, les décohésions... Leur géométrie doit être telle qu'ils cachent au minimum la microstructure pour permettre d'effectuer des corrélations entre celle-ci et la déformation mesurée, et qu'ils permettent de réaliser des observations qualitatives complémentaires comme la détermination de la direction de la trace d'un plan de glissement. Les lignes doivent posséder une épaisseur minimale tout en gardant leur caractère continu. Ces aspects sont imposés par les limites de la technique de marquage utilisée.

Par ailleurs, aux échelles d'investigation locale, quelques micromètres pour la plupart des matériaux étudiés, toutes les techniques de marquage ne peuvent pas être utilisées. La taille des repères doit être adaptée, limitant de ce fait les formes réalisables. Leur nature doit être compatible avec le moyen d'observation adapté, ici le MEB, de telle manière que des contrastes apparaissent dans les images numériques. Pour ces deux raisons, les techniques de peinture sont plus difficilement transposables que les techniques par dépôt métallique par exemple. Les motifs en mouchetis sont actuellement impossibles pour nos applications.

Le développement de cette nouvelle technique de mesure nous a conduit à réutiliser ces mêmes formes de grilles. Les grilles de lignes, et beaucoup moins fréquemment de points, sont surtout utilisées dans cette étude. Cependant, d'autres applications de cette technique de mesure sont possibles avec des techniques de marquage et des moyens d'observation différents utilisant d'autres motifs, parfois avec de meilleures précisions de mesure (voir chapitre 1). On peut alors se demander si la nature du motif choisi influence la précision subpixel de la mesure et si un meilleur choix du motif permettrait un gain en précision appréciable. Notons que la nature et l'origine physique des niveaux de gris liés au système d'observation utilisé peuvent être différentes (par exemple les phénomènes optiques contre l'interaction électron-matière) et qu'elles peuvent modifier l'interprétation des résultats.

L'analyse développée dans cette section sera menée à partir d'une étude sur des images virtuelles dans laquelle plusieurs motifs sont testés. On met en évidence un lien étroit entre la forme du motif et la précision de la méthode de corrélation, et le gain en précision est quantifié.

### 2.4.1 Notion d'information subpixel

Pour comprendre et expliquer les résultats qui suivent, il est utile d'introduire la notion d'information subpixel. Elle correspond au nombre d'informations que contient le motif et qui servent à évaluer la corrélation entre deux motifs semblables. Elle conditionne la précision de la méthode de mesure. Plus ces informations sont nombreuses et plus la corrélation est évaluée avec finesse. Ces informations sont les pixels de niveaux de gris différents qui constituent le motif. On se place ici dans le cas d'images parfaites exemptes de tout bruit et de tout autre défaut. Le motif numérisé est représenté par des pixels de niveaux de gris différents sur ses bords et d'autres de niveau de gris uniforme pour le reste.

Ces différents niveaux de gris sont liés à la manière dont le motif est discrétisé en pixels et à la nature de l'information reportée dans ces niveaux. Le profil physique de chaque ligne de ce motif est considéré comme abrupt. La réalité n'est pas très différente de cette situation. Le positionnement

du pixel par rapport au motif réel conditionne le nombre de pixels de niveaux différents. On suppose dans cette analyse que le niveau de gris de chaque pixel est la moyenne des niveaux de gris entre le niveau de gris de la grille, supposé maximal (255) et le niveau de gris du substrat, supposé minimal (0), pondérée des fractions surfaciques de chaque matériau sur la surface irradiée par le faisceau d'électrons. On considère également que la surface géométrique réelle d'un pixel de l'image numérique correspond à celle de la taille de sonde. On suppose que la surface du faisceau est carrée et non circulaire. Ceci signifie que l'ensemble des niveaux de gris des pixels de l'image numérique correspond à une information du motif de la grille dans sa globalité, pour un balayage complet. Ces hypothèses sont celles adoptées pour les simulations numériques des sections de ce chapitre.

Les pixels de niveaux de gris différents apparaissent car l'échantillonnage n'est jamais synchrone avec les lignes du motif et parce que le motif se déplace. Ce sont les pixels de la frontière du motif réel, c'est à dire ceux qui traduisent le passage du niveau de gris le plus bas au niveau de gris le plus haut et inversement, qui sont déterminants pour la précision de la corrélation et non le nombre de pixels décrivant l'épaisseur des lignes. Si l'on augmente la résolution par exemple, la précision intrinsèque en pixels de la détermination de la position du motif ne change pas, en supposant que le profil est abrupt. Remarquons que, dans un tel cas, la précision sur la mesure des déplacements ramenée en vraie grandeur (en micromètres par exemple) est meilleure, car davantage de pixels sont utilisés pour décrire une même longueur.

Les sections suivantes étudient différents motifs : la croix, la croix tournée et le cercle.

### La croix

Prenons l'exemple du motif d'une croix formée de deux lignes perpendiculaires. La ligne horizontale est choisie parfaitement alignée avec la direction de balayage. Ce motif constitue une situation idéale. La figure 2.36 représente la situation énoncée où la croix apparaît en superposition avec une disposition possible des pixels. Le résultat de cette discrétisation du motif en niveaux de gris est donné dans la figure 2.37. Il est obtenu grâce aux outils de simulation déjà mentionnés dans

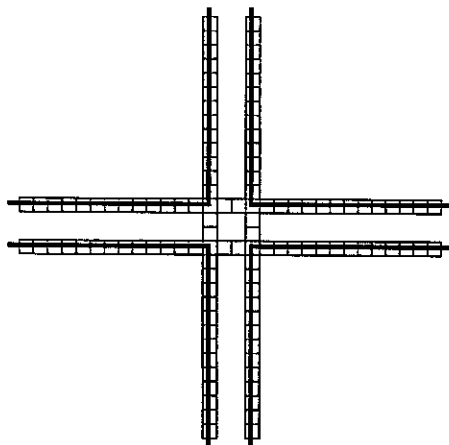


FIG. 2.36 – Dessin de la croix

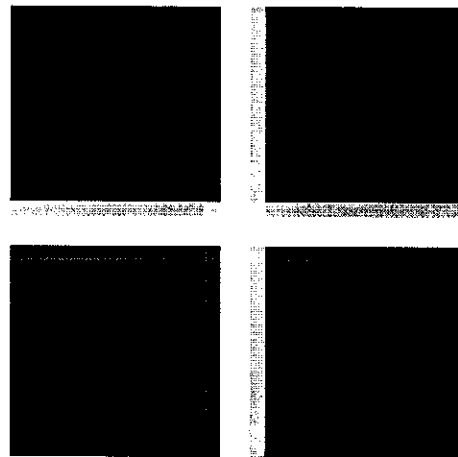


FIG. 2.37 – Pixels composant la croix

la section 2.1.

Le motif n'est pas représenté avec deux niveaux de gris différents 0 et 255, car la discrétisation en a fait apparaître d'autres. Le tableau 2.10 récapitule l'ensemble des caractéristiques de ce motif. Après discrétisation en valeurs entières, 9 niveaux sont utilisables. On remarque que, pour chaque ligne de la croix, les niveaux de gris des bords sont identiques, excepté ceux du centre de la croix. L'analyse est présentée sur un domaine de corrélation de  $30 \times 30$  pixels. Cette taille de domaine est



TAB. 2.10 – *Caractéristiques du motif croix*

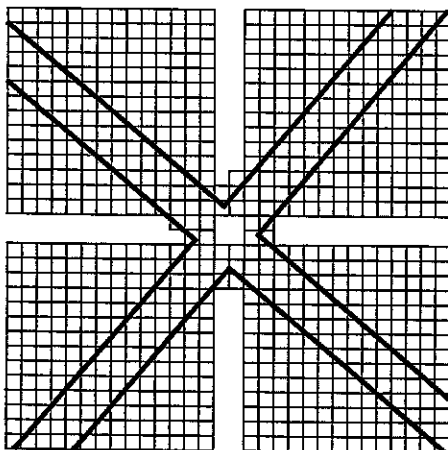
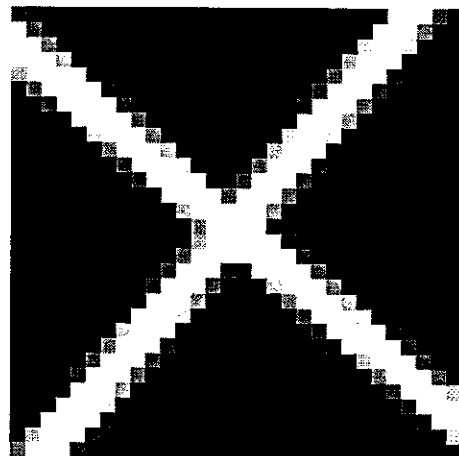
112 pixels concernés par la discrétisation
9 niveaux de gris différents recensés
taille critique du domaine de corrélation $6 \times 6$ pixels

utilisée dans la section 2.4.2 pour les simulations numériques. Notons que, pour cette configuration parfaite exempte de bruit de fond, la plus petite taille du domaine de corrélation utilisable contenant l'ensemble de l'information subpixel est de  $6 \times 6$  pixels. Ce domaine doit être choisi centré sur la croix.

Dans cette configuration, le nombre d'informations subpixel est figé et est indépendant de la taille du domaine de corrélation à partir du moment où la taille critique est dépassée. Cette configuration est la plus défavorable mais n'est pas réaliste : le motif réel n'est jamais aligné avec les directions de numérisation. Ces imperfections géométriques font apparaître de nouveaux pixels de niveaux de gris différents. Comme l'amplitude de ces imperfections est faible, ces nouveaux pixels sont peu nombreux. Les variations de niveaux de gris engendrées doivent être supérieures à 1 sur l'échelle des 256 niveaux pour faire apparaître un pixel de niveau de gris différent de celui du substrat ou de la croix. Une discrétisation sur une échelle plus grande, par exemple sur 9 bits (512 niveaux) permettrait une différenciation plus nette des variations de ces niveaux de gris et une augmentation du nombre d'informations subpixel. Dans notre cas, pour recueillir davantage d'informations subpixel, il suffit de tourner le motif d'une amplitude plus importante. L'influence des erreurs d'arrondi est alors moins marquée. La configuration qui engendre le plus de niveaux de gris différents correspond à un angle proche de 45 degrés. Remarquons que la situation parfaite à 45 degrés n'est pas non plus optimale car elle ne fait pas apparaître plus d'information que la croix du premier cas.

### La croix tournée

On présente une telle configuration pour un angle de 40 degrés par rapport à la verticale dans les images suivantes 2.38 et 2.39.

FIG. 2.38 – *Dessin de la croix tournée*FIG. 2.39 – *Pixels composant la croix tournée*

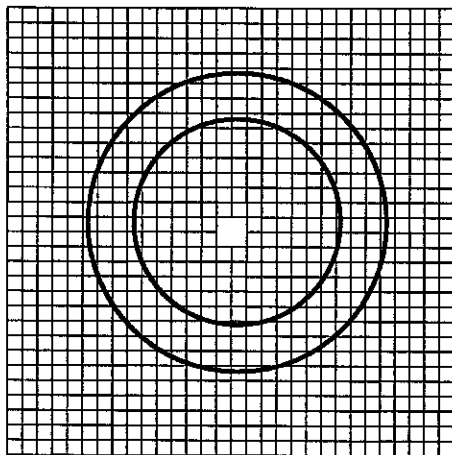
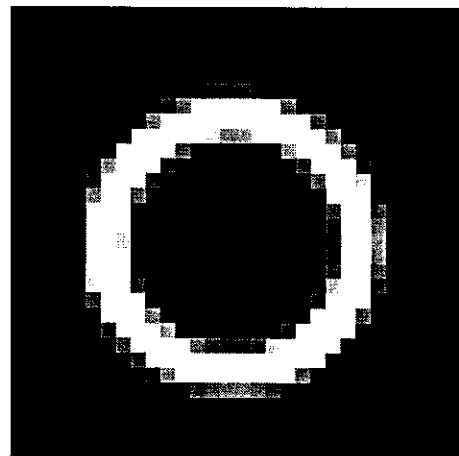
Le nombre d'informations subpixel est plus important dans cette configuration : 129 niveaux de gris différents sont référencés. Dans ce cas, le nombre d'information subpixel n'est pas indépendant de la taille du sous-domaine de corrélation, à la différence de la croix alignée. Plus la taille de ce domaine est grande et plus le nombre d'informations subpixel croît.

TAB. 2.11 – *Caractéristiques du motif croix tournée*

203 pixels concernés par la discrétisation
129 niveaux de gris différents recensés
taille critique du domaine de corrélation 30 × 30 pixels

### Le cercle

Un autre moyen pour augmenter le nombre d'informations subpixel, tout en garantissant la faisabilité du motif avec nos moyens et pour les mêmes proportions que les motifs présentés auparavant, consiste à envisager des lignes courbes. Par ce biais, nous pensons engendrer des variations de niveaux de gris plus importantes, moins sensibles aux erreurs d'arrondis. Un motif possible, simple et masquant au minimum la microstructure est le cercle. Les figures 2.40 et 2.41 présentent la configuration étudiée. Il s'agit d'un cercle de diamètre extérieur 20 pixels et d'épaisseur 3 pixels.

FIG. 2.40 – *Dessin du cercle*FIG. 2.41 – *Pixels composant le cercle*TAB. 2.12 – *Caractéristiques du motif cercle*

136 pixels concernés par la discrétisation
102 niveaux de gris différents recensés
taille critique du domaine de corrélation 21 × 21 pixels

Cette configuration fait apparaître moins d'informations subpixel que le motif en croix tournée. Cette information n'est pas rigoureusement comparable pour ces deux motifs, car le nombre de pixels concernés par la discrétisation est différent dans chaque cas. Sur le domaine de corrélation étudié, 30 × 30 pixels, le cercle occupe une surface plus faible que la croix tournée. Le nombre de pixels concernés par la discrétisation pour la croix tournée s'élève à 203 contre 136 pour le cercle. La surface de la croix tournée a environ 40 % d'interactions supplémentaires avec la discrétisation. Pour autant le cercle reste plus performant car, à plus faible nombre de pixels, la proportion d'informations subpixel restituée est plus grande (75 % pour le cercle contre 64 % pour la croix tournée). A surface égale, le cercle est plus performant que la croix tournée. La configuration étudiée n'est pas optimale pour un domaine de corrélation de 30 × 30 pixels puisque le cercle n'occupe pas la majeure partie de cet espace. La taille optimale de telle manière qu'il n'y ait pas contact entre deux motifs voisins correspond à un diamètre extérieur de 26 pixels.

## Conclusion

L'augmentation du nombre d'informations subpixel en changeant la forme du motif du repère utilisé par la méthode de mesure se résume en trois constatations.

- Un repère en forme de croix constitue l'information élémentaire subpixel avec une seule information subpixel dans chaque direction  $x$  ou  $y$  du plan du repère.
- Une croix tournée d'angle proche de 45 degrés permet d'augmenter le nombre d'informations subpixel.
- La forme qui donne le maximum d'informations subpixel sans privilégier une direction est le cercle. Le disque est une forme un peu plus pauvre puisque, dans cette configuration, on perd les informations intérieures au cercle.

La comparaison de la pertinence de différents motifs en termes d'informations subpixel doit être réalisée en tenant compte de la taille respective de chaque motif. On propose d'utiliser comme indicateur le rapport  $R_{sub}$  entre le nombre d'informations subpixel et la longueur du contour du motif, son épaisseur n'intervenant pas sur le nombre d'informations subpixel. Il varie de 0 à 1. 1 correspond à la situation la plus favorable pour laquelle tous les pixels du contour du motif possèdent un niveau de gris différent. Le tableau 2.13 donne les valeurs de cet indicateur pour les

TAB. 2.13 - *Evaluation quantitative de l'information subpixel*

Motif	croix	croix tournée	cercle
Nb d'info subpixel	9	129	102
Longueur du contour	108	144	106
$R_{sub}$	0,08	0,89	0,96

trois motifs étudiés et traduit de manière quantitative les constatations énoncées précédemment.

Les motifs en mouchetis, décrits dans la littérature, semblent proposer une autre alternative pour obtenir un nombre important d'informations subpixel. Le contraste est différent. Il est construit à partir d'un ensemble de taches réparties aléatoirement, à la différence des motifs en lignes où le contraste est ordonné et concentré. Ces taches sont réparties sur tout le domaine de corrélation et couvrent une surface plus importante. On l'étudie dans la section 2.4.2 à partir de l'influence sur la précision de mesure.

### 2.4.2 Influence de la forme du motif sur la précision

Dans cette section, on souhaite vérifier les conclusions et les tendances énoncées à partir de la notion d'information subpixel sur la précision de la mesure des déplacements. On souhaite également évaluer les gains en précision des différents motifs étudiés et comparer leur performance. On ne prétend pas mener une étude exhaustive. Cette évaluation dans l'absolu est difficile car elle ne peut être menée que dans des cas particuliers très éloignés de la réalité. De plus, elle nécessite des calculs lourds pour envisager tous les cas possibles qui dépassent le cadre de cette étude. Seules les grandes tendances seront dégagées. On se restreint à l'étude de la précision pour une recherche des déplacements subpixel. Cette approche est suffisante pour montrer que davantage d'informations subpixel rend la corrélation plus fine et améliore la précision. Par ailleurs, si cela se vérifie pour un cas simple, cela se vérifie aussi pour une situation plus compliquée ne considérant plus la transformation matérielle comme une simple translation. Dans ce cas, les précisions annoncées ne sont que des indicateurs d'erreurs et ne reflètent pas la précision réelle de la méthode de mesure. Ces indicateurs permettent néanmoins de comparer la pertinence de différents motifs.

Cette étude est effectuée à partir d'images simulées. Toutes les simulations suivantes sont réalisées selon la procédure définie dans la section 2.1. Le niveau de gris du motif est choisi égal à 255 et celui du substrat égal à 0. La taille du domaine de corrélation est choisie à  $30 \times 30$  pixels. L'interpolation des niveaux de gris de l'image déformée est de nature bilinéaire et l'approximation de la transformation matérielle est une translation subpixel.

Les résultats sont présentés dans les figures de 2.42 à 2.51 et dans le tableau 2.14. Cinq motifs sont étudiés, la croix, la croix tournée, le cercle, le disque et un motif de mouchetis. Le motif disque a été ajouté dans cette analyse car c'est un motif qui est plus facile à réaliser avec le MEB. On n'a pas besoin d'un pilotage de faisceau particulier. Cette forme est réalisable directement en mode spot. Le but de l'étude de ce motif est d'apprécier en terme de précision la perte d'information subpixel du centre par rapport au cercle. Les figures 2.42, 2.44, 2.46, 2.48 et 2.50 représentent les différents motifs sur le domaine de corrélation. Pour la croix, la croix tournée et le cercle, les dimensions caractéristiques sont celles utilisées dans la section précédente. Le diamètre du disque est choisi égal au diamètre extérieur du cercle.

Dans un souci de simplicité, on présente pour chaque motif uniquement les courbes d'erreurs pour les translations subpixels diagonales ( $u = v$ ) et pour les décalages de synchronisation entre les images haute et faible résolutions de la simulation également diagonaux. Les autres situations n'apportent pas davantage d'information et ne sont pas présentées. Comme, en majorité, les motifs sont symétriques et que les déplacements selon les directions  $u$  et  $v$  sont sensiblement identiques, on ne présente que les résultats pour la direction  $u$ .

Toutes ces courbes représentent le même phénomène pour des motifs différents. Les courbes d'erreurs pour chaque décalage sont périodiques, de période 1 pixel. L'erreur n'est pas constante quel que soit le déplacement subpixel du motif. Pour un décalage de synchronisation donné, chaque valeur de déplacement du motif n'entraîne pas le même nombre d'informations subpixel. Celui-ci est également perturbé par la troncature à l'unité inférieure dans le calcul des niveaux de gris. Plus le nombre d'informations subpixel du motif est important et plus l'intensité des écarts entre déplacements mesurés et imposés est faible. Cela dépend également de la pertinence de l'interpolation à restituer le même profil de niveau de gris quel que soit le déplacement. Dans les cas les plus favorables, la corrélation est plus fine et donne une meilleure précision. Par exemple, pour le premier motif, celui de la croix, et pour le décalage zéro, le profil central est symétrique et les situations qui génèrent des profils de niveaux de gris symétriques (déplacement de 0,5 pixel) sont les plus favorables (erreur nulle). On peut remarquer également pour la croix tournée qu'il y a très peu de dispersion des courbes d'erreur en fonction de la synchronisation. Cela s'explique par le fait que le nombre de niveaux de gris du motif évolue peu en fonction du décalage.

Le tableau 2.14 donne les résultats du traitement statistique (moyenne, écart-type et erreur maximale) de chaque motif prenant en compte l'ensemble des configurations de déplacements et de décalages. Il donne également les gains par rapport au premier motif en prenant comme critère l'écart-type ou l'erreur maximale. On a reporté à la suite le nombre d'informations subpixel pour chaque motif.

On remarque que le cercle et le mouchetis donnent la plus faible incertitude de mesure, de l'ordre de 0,01 pixel. L'erreur maximale pour le mouchetis est légèrement inférieure à celle pour le cercle. Le gain en précision de ces motifs par rapport à une croix simple n'est pas négligeable. Il est de l'ordre de 3 à 4 en raisonnant soit sur les écarts-types soit sur les erreurs maximales. Pour les deux autres motifs (croix tournée et disque), les gains sont plus modestes, de l'ordre de 2. Leur différence est très faible et non significative car elle dépend du critère retenu (écart-type ou erreur maximale).

Les gains en précision observés entre les différents motifs ne reflètent pas les différences de leurs nombres d'informations subpixel. En se basant sur l'information subpixel, on s'attendait



FIG. 2.42 – *Dessin de la croix*

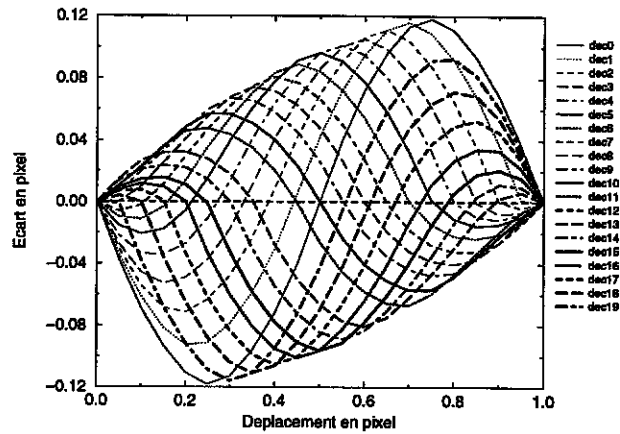


FIG. 2.43 – *Erreur pour un motif de croix*

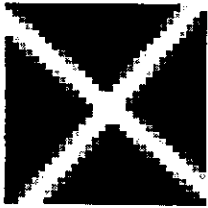


FIG. 2.44 – *Dessin de la croix tournée*

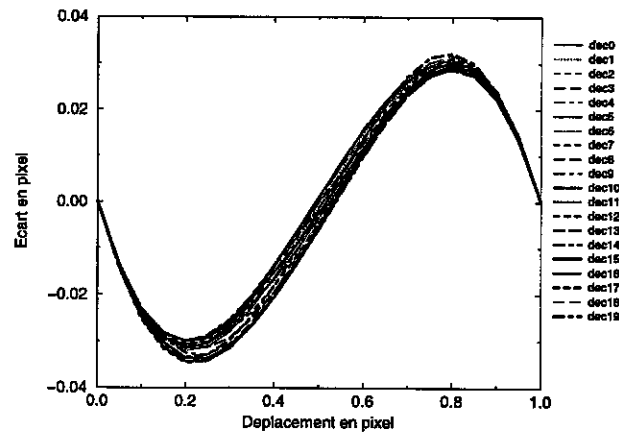


FIG. 2.45 – *Erreur pour un motif de croix tourné de 40 degrés*

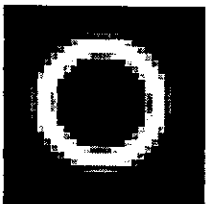


FIG. 2.46 – *Dessin du cercle*

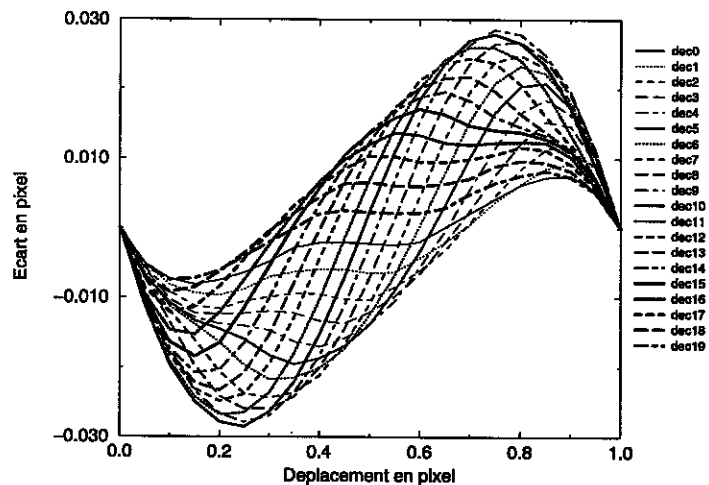


FIG. 2.47 – *Erreur pour un motif en cercle*

à mesurer une incertitude de mesure pour le cercle et le disque supérieure à celles de la croix tournée et du mouchetis. Cette remarque signifie que l'information subpixel définie dans la section précédente n'est pas suffisante pour classer les performances des différents motifs en terme de précision de mesure. Ces différences s'expliquent par des fluctuations du nombre des niveaux de gris

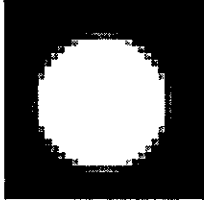


FIG. 2.48 – *Dessin du disque*

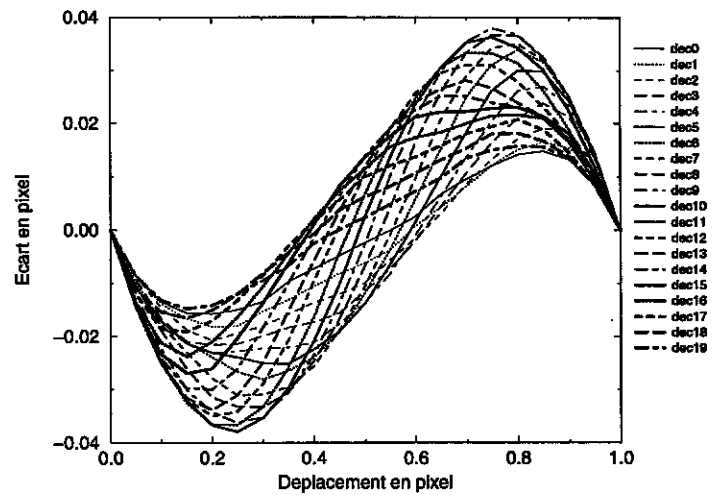


FIG. 2.49 – *Erreur pour un motif de disque*



FIG. 2.50 – *Dessin du mouchetis*

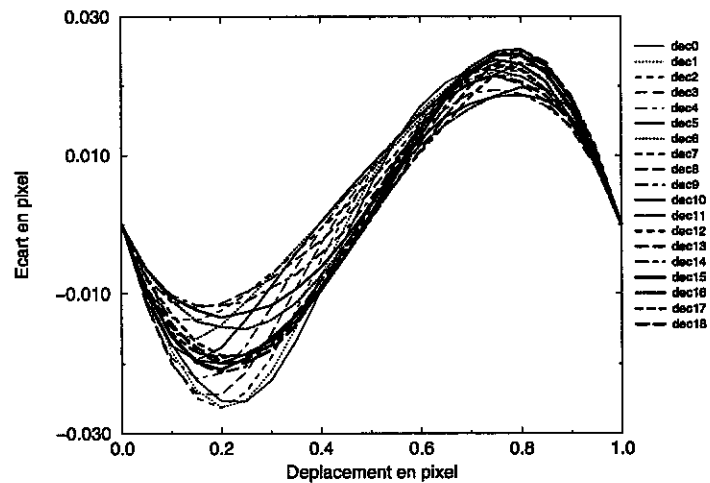


FIG. 2.51 – *Erreur pour un motif de mouchetis*

différents de la frontière du motif en fonction des valeurs de décalage et de déplacement imposées. Une diminution du nombre d'informations subpixel pour un décalage et un déplacement donnés entraîne une erreur plus importante, se traduisant en moyenne par un écart-type plus important. Ces variations trouvent certainement leur origine dans les erreurs d'arrondis de la discrétisation sur 256 niveaux. L'évaluation du nombre d'informations subpixel pour une configuration particulière, comme celle menée dans la section précédente, n'est pas suffisamment représentative. L'étude de l'évolution du nombre d'informations subpixel en fonction des décalages et des déplacements est nécessaire pour poursuivre dans la compréhension du lien entre la précision de mesure et la forme du motif.

### 2.4.3 Conclusion et définition d'un motif optimal

On a mis en évidence que la forme du repère influence la valeur de la précision locale de la mesure des déplacements. Dans la configuration étudiée, le cercle et le mouchetis présentent la plus faible incertitude de mesure. Cette situation n'est pas prévue par une simple évaluation du nombre d'informations subpixel relative à une situation particulière.

La définition d'un motif optimal dans le cadre de cette étude nécessite d'intégrer d'autres

TAB. 2.14 – *Tableau des indicateurs de précision*

Motif	croix	croix tournée	cercle	disque	mouchetis
Moyenne	0	-0,0012	0	0	0,0023
Ecart-type	0,0545	0,0221	0,0140	0,0196	0,0140
Gain	1	2,47	3,89	2,78	3,89
Erreur max	0,1179	0,0346	0,0285	0,0379	0,0253
Gain	1	3,40	4,13	3,11	4,66
Nb d'info subpixel	9	129	102	64	173

considérations. La première est la surface couverte par le motif. En effet, pour les études micromécaniques au MEB, il est intéressant de pouvoir corrélérer le champ local de déformation avec la microstructure du matériau. La surface cachée par le motif doit être minimale, tout en donnant le maximum d'informations subpixel. Le produit entre la précision de mesure et la proportion de surface cachée par le motif fournit un critère plus fin. Le tableau 2.15 donne les valeurs de ce critère

TAB. 2.15 – *Critère pour la définition du motif*

Motif	croix	croix tournée	cercle	disque	mouchetis
Précision	0,0545	0,0221	0,0140	0,0196	0,0140
Proportion de surface cachée	0,19	0,25	0,17	0,34	0,49
Produit (%)	1,03	0,55	0,23	0,66	0,68

évaluée sur un domaine de corrélation de  $30 \times 30$  pixels. Le cercle est alors le meilleur motif, le mouchetis occultant davantage la microstructure.

Cette forme adéquate pour mesurer des déplacements est malgré tout moins performante pour détecter des rotations. De plus, pour les investigations qualitatives, ce repère est moins pertinent que le motif en croix. Pour une plus grande efficacité dans tous les cas d'investigation, il est nécessaire de superposer au cercle la forme de la croix de grille. On propose comme solution le motif de la figure 2.52.

FIG. 2.52 – *Dessin du motif optimal*

Ce genre de motif est utilisé dans différentes applications pour la mise en forme de matériaux. Par exemple, pour l'emboutissage de tôles minces, on utilise un tel marquage pour calculer en différents points les composantes planes du tenseur de déformation. En supposant la déformation homogène sur la zone du motif, le cercle devient une ellipse après déformation. Par mesure des longueurs des axes de cette ellipse on en déduit les valeurs des déformations principales et l'orientation du tenseur est donnée par la mesure de l'angle de rotation entre la direction du grand axe et une direction de référence. La mesure de l'angle de rotation de la croix donne l'amplitude de la rotation de corps rigide. L'association de ces deux motifs semble optimale puisque les avantages de l'un compensent les inconvénients de l'autre.

D'autres motifs plus élaborés par combinaison de cercles et de croix sont possibles mais celui-ci a le mérite d'être simple. Sa réalisation l'est moins car décrire la trajectoire relative d'un cercle nécessite un pilotage évolué du faisceau d'électrons du MEB. De plus, le diamètre du cercle étant faible (environ 4 micromètres), ce pilotage doit être fin. Ainsi, couvrir une zone millimétrée avec un

tel motif et avec les moyens actuels de la microélectrolithographie n'est pas possible. Les progrès récents de la lithographie optique dédiée aux applications électroniques autorisent la réalisation de motifs de quelques micromètres de formes variées. Son utilisation pour la réalisation d'un tel motif est tout à fait envisageable, d'autant plus qu'une zone de taille importante, supérieure à  $1\text{mm}^2$  pour le MEB, peut être réalisée en une seule fois.

En attendant les évolutions technologiques des pilotages du faisceau du MEB ou de la réalisation d'un masque de lithographie optique, on peut améliorer la précision en substituant le cercle par un disque. Le disque est plus facile à réaliser en mode spot et l'utilisation d'un pilotage sophistiqué n'est plus nécessaire. Bien qu'ayant des performances inférieures à celles du cercle, le disque devrait permettre d'augmenter la précision de la mesure locale. Cependant, ce motif a l'inconvénient de cacher la microstructure. Si, en plus, pour avoir une efficacité suffisante, on lui donne une taille maximale dans le domaine de corrélation qui représente en moyenne un pas de grille ( $5\ \mu\text{m}$ ), la perte de l'information de la microstructure est considérable.

La réalisation pratique de motifs de formes diverses et la validation du gain en précision pour des images réelles constitue un axe de développement futur. Remarquons toutefois, que les défauts géométriques non homogènes des images sont actuellement importants avec le système de numérisation existant. Les performances de ces nouveaux motifs risquent d'être cachées par l'amplitude de ces défauts.

## 2.5 Conclusion

Ce chapitre est consacré à la précision de mesure de la technique de corrélation. Dans la littérature, cette technique fournit une précision sur la mesure des déplacements locaux de l'ordre du centième de pixel pour des images de caméras CCD et avec un marquage par mouchetis. Or, avec des images de microgrilles issues du MEB, l'imprécision de mesure est plus importante.

Le premier aspect de ce chapitre a consisté à l'évaluation de la précision de mesure dans notre cas particulier. Celle-ci est déterminée d'une part par comparaison des champs de déplacements mesurés et imposés pour une translation de corps rigide, en étudiant à la fois des images simulées et réelles. La construction des images simulées et la procédure de détermination de l'imprécision de mesure sont présentées. On montre, dans le cas d'images simulées, que la précision de mesure théorique s'élève à 0,0545 pixel et qu'elle est plus faible que celle pour des images de mouchetis. Cette différence est liée à la forme du motif. Pour les images réelles, l'imprécision de mesure est encore plus importante et on constate que cette erreur n'est pas constante. Sa valeur varie en fonction de la taille de la zone analysée statistiquement et de l'amplitude de la transformation imposée. Ce phénomène s'explique par l'existence de défauts géométriques dans les images numériques réelles et par un choix non optimal des paramètres d'acquisition. D'autre part, la pertinence de l'approximation de la transformation matérielle est discutée, en considérant différentes descriptions (de la simple translation à la combinaison d'une translation et d'une déformation locale homogène) et modes d'interpolation (interpolation du coefficient de corrélation ou des niveaux de gris). Ces résultats montrent que les descriptions subpixel utilisant une interpolation des niveaux de gris de l'image déformée fournissent une mesure plus fine du champ de déplacement que celles définies au pixel près (gain de l'ordre de 2 à 3), excepté la méthode basée sur l'interpolation du coefficient de corrélation. Avec un motif de grille, les variations du coefficient de corrélation proches du minimum sont trop importantes pour être correctement approchées par une fonction parabolique.

L'étude des différents phénomènes mis en évidence lors de l'évaluation de l'imprécision réelle de mesure et la définition de procédures permettant d'améliorer la précision constituent le second aspect de ce chapitre. Dans un premier temps, on s'est attaché à analyser les défauts géométriques des images induits par des imperfections de balayage associées à la carte de pilotage et de numérisation



et par les variations de grandissement. La modélisation de leur approximation au premier ordre (rapport de forme, angle de distorsion homogène, variation de grandissement), la procédure d'identification de ses paramètres et la correction de ces défauts sont présentées. On a permis ainsi de diminuer notablement les erreurs de mesure pour les transformations de grande amplitude et sur les valeurs des grandeurs moyennes sur la zone observée, et également de mettre en évidence les défauts non pris en compte de la carte de pilotage et de numérisation, limitant à 1 % la mesure de la déformation locale, et la dérive du faisceau du MEB. Dans un deuxième temps, on s'est intéressé aux conséquences d'un choix non optimal des paramètres du MEB, en particulier l'influence du bruit de fond conduisant à des niveaux de bruit trop élevés, et de la taille de sonde entraînant un balayage partiel de la surface observée. Ces phénomènes sont analysés sur des images simulées et leur effet sur la précision de mesure locale est quantifiée, permettant d'établir, dans ces deux cas, une procédure guidant le choix optimal de leur valeur. Enfin, l'influence de la forme du repère utilisé pour la corrélation est étudiée, pour expliquer la différence de précision entre la valeur théorique déterminée avec une intersection de grille et celle donnée dans la littérature pour un mouchetis. On montre que la modification de la forme du motif permet d'améliorer la précision de la mesure locale. Plusieurs motifs simples sont étudiés et un motif aussi pertinent que le mouchetis en terme de précision, mais compatible avec une observation de la microstructure est défini comme étant une croix cerclée.

## Chapitre 3

# Optimisation pour une précision donnée

Le chapitre précédent a permis de révéler l'influence des paramètres d'acquisition des images numériques sur la précision intrinsèque de la technique de mesure. On a pu également constater que le choix de leurs valeurs était crucial pour la mesure des faibles déformations locales (inférieures à 1 %) et que les valeurs à utiliser pour atteindre la précision maximale ne correspondaient pas à celles employées pour l'observation qualitative au MEB. Leur choix doit donc être le résultat d'une réflexion construite avant l'acquisition des images numériques. De plus, il doit être adapté au mieux à la situation à étudier. En effet, les valeurs correspondant à la précision maximale ne sont pas forcément celles à employer dans tous les cas. Une telle condition entraîne dans la plupart des cas des développements lourds et longs, mais pas toujours utiles. Les études précédentes sur la précision ne constituent qu'une partie des critères de choix. La recherche de conditions optimales réunit d'autres paramètres et rend le problème plus complexe. C'est pourquoi ce chapitre est nécessaire pour rendre plus accessible et plus rationnelle l'utilisation de cette méthode dans sa globalité.

Ce chapitre a pour but de dégager les grandes idées d'une démarche de choix optimal de l'ensemble des paramètres concourant à l'utilisation de la méthode de mesure de déformations locales. Cette démarche s'attache à fixer certaines règles autour du recensement de ces paramètres. Leur nombre est important et leur nature est très variée. On distingue plus particulièrement les paramètres définissant les microgrilles, les conditions de réglage du MEB, les paramètres liés à l'acquisition des images numériques et les options choisies pour le dépouillement numérique. On ne prétend pas mener ici une étude exhaustive de l'influence de chaque paramètre ni même déterminer rigoureusement pour une situation donnée un choix optimal de l'ensemble de ces paramètres. Une telle étude s'avérerait longue et difficile et dépasserait le cadre de ces travaux. On essaie cependant de déterminer les paramètres principaux qui conditionnent pour une grande part l'optimisation et on met en évidence leurs interactions dans l'optique d'une recherche des paramètres les plus appropriés à une situation donnée. Cette démarche de choix global est conditionnée par le cahier des charges de la situation à étudier.

Dans ce chapitre, la première section détaille le cahier des charges pour une investigation micromécanique à l'échelle locale. Ensuite, dans la deuxième section, l'ensemble des paramètres définissant les conditions d'acquisition des images est recensé en vue d'aborder dans un deuxième temps un classement qualitatif par importance dans la troisième section. La quatrième section se focalise sur la démarche de choix fondée sur la définition de règles à respecter.

### 3.1 Le cahier des charges

Dans le premier chapitre (section 1.1.2), on a vu qu'une investigation micromécanique se définit par deux échelles, une locale ou microscopique caractérisant la longueur d'onde des fluctuations locales et une globale, ou macroscopique, définissant la zone d'investigation qui correspond à la surface représentative de la microstructure. On associe à chacune de ces échelles une taille caractéristique. Elles définissent les deux premiers paramètres du cahier des charges.

Ensuite, il faut spécifier l'ordre de grandeur de la précision sur la mesure souhaitée. Cette évaluation n'est pas simple surtout lorsque l'étude constitue une première investigation sur un matériau dont les mécanismes ne sont pas connus. Cependant, cette donnée est nécessaire pour entreprendre une optimisation sur l'ensemble des paramètres d'acquisition. A défaut d'une estimation fine, il est possible de donner la plus petite des valeurs de déformation macroscopique imposée. En dernier ressort, la précision maximale peut être choisie, entraînant des développements lourds pas forcément utiles.

Ces trois paramètres sont nécessaires et importants dans le choix des paramètres d'acquisition. Les paramètres restants qui terminent la définition de l'étude sont moins importants dans la démarche de choix. Il s'agit, en particulier, des conditions de l'essai mécanique tels que la vitesse de déformation et des états de déformation à étudier.

Le tableau 3.1 récapitule les différents paramètres du cahier des charges.

TAB. 3.1 – *Le cahier des charges*

<i>Taille caractéristique des fluctuations locales</i> <i>Taille caractéristique de la zone d'investigation</i> <i>Ordre de grandeur de la précision souhaitée</i>  <i>Paramètres de l'essai mécanique</i>
------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

### 3.2 Recensement des différents paramètres

Dans cette section, on se propose de recenser les différents paramètres de la procédure de mesure. On distingue en particulier quatre familles :

1. Les paramètres de la grille :
  - *le pas*
  - *la forme du motif*
  - *l'épaisseur de la ligne*
  - *la taille de la zone couverte*
2. Les paramètres du MEB :
  - *la tension*
  - *le courant*
  - *le grandissement*
  - *le contraste et la brillance*
  - *la nature des électrons utilisés*
  - *la distance de travail*

On suppose que tous les autres réglages du MEB sont optimaux. On pense, en particulier, à l'alignement du faisceau par rapport au diaphragme, à l'astigmatisme, à la focalisation...

3. Les paramètres du système d'acquisition :
  - la taille des images (zone couverte)
  - le nombre d'images (pour couvrir la zone d'investigation)
  - la résolution (nombre de pixels par unité de longueur)
  - le temps d'acquisition par pixel
4. Les paramètres relatifs au dépouillement numérique :
  - la taille du domaine de corrélation
  - la taille de la zone de recherche grossière
  - le type de schéma de la dérivation discrète
  - l'approximation de la transformation matérielle utilisée
  - la nature de l'interpolation des niveaux de gris de l'image déformée
  - l'amplitude de déformation entre deux états

### 3.3 Classement par importance

Les paramètres recensés précédemment n'ont pas tous la même importance dans la procédure de choix : certains sont essentiels, d'autres sont négligeables, d'autres sont fixés par avance, d'autres, enfin, ne guident pas le choix. Il est alors utile de connaître leur contribution respective. Le tableau 3.2 présente de manière qualitative le niveau d'importance de chaque paramètre. Remarquons

TAB. 3.2 – Classification des niveaux d'importance

Paramètre	Niveau d'importance	Observations
pas	+++	
épaisseur de la ligne	+++	fct des limites de la microélectrolithographie
forme du motif	+++	
taille de la grille	+++	choisie indépendamment
tension	+	fixée à 20kV
courant	+++	
grandissement	++	
contraste	+	réglage optimal dès l'acquisition des images
nature des électrons	+	choisie indépendamment
distance de travail	0	fixée technologiquement autour de 30 mm
taille des images	+++	
nombre d'images	+++	
résolution	+++	
temps par pixel	+++	
taille du domaine de corrélation	++	
taille de la zone de recherche	++	choisie indépendamment
type de schéma	+++	
approximation de $\phi$	++	
nature de l'interpolation	+	
amplitude de déformation	++	choisie indépendamment

Légende : +++ très important, ++ moyennement, + peu, 0 pas du tout

dans cette analyse que l'influence de deux paramètres du MEB (tension et distance de travail) est négligeable dans la procédure de choix. Pour la tension, la valeur de 20kV est habituellement utilisée et constitue un bon compromis pour l'observation correcte des matériaux étudiés. En dessous de cette valeur, la définition des images est altérée. Au-delà les gains sont infinitésimaux. Cette valeur de 20kV est alors choisie invariable. La distance de travail est fixée technologiquement autour de 30 mm par la conception des machines d'essais mécaniques *in situ*. Cette valeur n'est pas optimale : elle est trop importante et sa diminution améliore sensiblement le niveau de bruit dans les images.

Une valeur proche de 10 mm serait préférable, mais n'est pas réalisable. Cette valeur est toutefois celle à utiliser pour l'acquisition d'images à l'état déchargé avec la platine d'observation classique. Dans un tel cas, la distance de travail redevient un paramètre déterminant.

Par ailleurs, les paramètres n'ont pas tous les mêmes effets. Il est alors important de les connaître. La plupart d'entre eux conditionnent la précision locale de la mesure du déplacement, la représentativité statistique de la mesure (zone couverte) ou bien le caractère local du calcul des déformations. Les résultats qualitatifs de cette étude sont synthétisés dans le tableau 3.3. Il donne

TAB. 3.3 – Classification des effets

Paramètre	Effet	Valeur limite	Coût
pas ↘	caractère local de $\epsilon$ ↗ précision locale de $\epsilon$ ↗	le plus petit limite physique $1\mu m$	masquage de la $\mu$ structure temps de calcul ↗
épaisseur de la ligne ↗	représentativité ↗	mini environ $0,1\mu m$ maxi le pas	masquage de la $\mu$ structure
forme du motif	précision locale de $\underline{U}$	cercle	réalisation du marquage
taille de la grille ↗	représentativité ↗	taille limite d'une grille $1mm^2$ , plusieurs grilles	simplicité de fabrication temps de fabrication
tension ↗	précision locale de $\underline{U}$ ↗	fixée à 20kV	
courant ↗	précision locale de $\underline{U}$ ↗	entre 1 à 10 nA	
grandissement ↘	représentativité ↗		nombre d'images temps d'acquisition
contraste	précision locale de $\underline{U}$	test de l'histogramme	
nature des électrons	précision locale de $\underline{U}$	électrons rétrodiffusés	
distance de travail ↘	précision locale de $\underline{U}$ ↗	fixée technologiquement autour de 30 mm	
taille des images ↗	représentativité ↗		nombre d'images temps d'acquisition
nombre d'images ↗	représentativité ↗		temps d'acquisition
résolution ↗	précision locale de $\epsilon$ ↗	pas moins de 3 pixels par barreau	temps d'acquisition
temps par pixel ↗	précision locale de $\underline{U}$ ↗	$50\mu s$ pour $4096 \times 4096$ pixels	temps d'acquisition
taille du domaine de corrélation	précision locale de $\underline{U}$	taille du motif	temps de calcul
taille de la zone de recherche	précision locale de $\underline{U}$	> déformation macroscopique $\times$ pas	temps de calcul
type de schéma ↗	précision locale de $\epsilon$ ↗ caractère local de $\epsilon$ ↘		
approximation de $\phi$ ↗	précision locale de $\underline{U}$ ↗	gradient local homogène	temps de calcul
nature de l'interpolation	précision locale de $\underline{U}$		temps de calcul
amplitude de déformation	précision locale de $\underline{U}$	5 % 1 à 2 % raisonnable	temps d'acquisition temps de calcul

pour chaque paramètre la nature des effets produits, le sens de leur évolution, la valeur limite du paramètre saturant ces effets et les coûts engendrés.

Le tableau 3.3 donne les tendances de manière qualitative. Il est difficile de mener une étude quantitative complète à cause du nombre important de paramètres et de situations à considérer. De plus, le problème est rendu compliqué par une méconnaissance quantitative des phénomènes physiques présents dans le MEB comme par exemple l'évolution de la taille du faisceau en fonction du courant et de la tension ou bien leurs dérivées dans le temps. On a essayé tout de même de réaliser un premier classement quantitatif avec les quelques paramètres étudiés dans ce travail. Il est bien évident qu'il ne constitue qu'une ébauche et qu'il se doit d'être complété et affiné avec les études futures menées dans ce domaine.

Afin de limiter l'étude qui est trop difficile à traiter globalement, on se restreint aux évolutions proches du voisinage des situations expérimentales les plus souvent rencontrées dans nos applications avec les moyens techniques actuels. On considère comme situation de référence la mesure d'un champ local de déformation dans un matériau hétérogène avec les spécifications du contexte de cette étude mentionnées dans le chapitre 1.1. On rappelle que l'objectif consiste à obtenir une mesure locale précise sur une grande zone d'investigation. Ainsi la pertinence de la précision locale n'a de sens que si la zone analysée est représentative. Ces deux paramètres sont antagonistes et leur détermination est obligatoirement le résultat d'un compromis.

Le pas de la grille de référence est choisi à  $5\mu m$  avec des variations autorisées de  $2,5\mu m$  à  $20\mu m$ . Son motif est celui en forme de croix. Le courant est tel que la taille de sonde est celle utilisée en imagerie qualitative au MEB, engendrant un balayage sur 25 % de la surface analysée. Le bruit de fond est celui présenté dans de telles images pour un temps d'acquisition par pixel faible, engendrant des variations de niveaux gris par rapport à la situation idéale dont l'écart-type s'élève à 20. La résolution de référence est choisie à 3 pixels par ligne dont l'épaisseur est égale à  $0,3\mu m$ .

L'influence des quelques paramètres étudiés dans le choix des conditions optimales est représentée dans la figure 3.1 sous la forme d'un diagramme de Pareto. On s'est focalisé sur l'évolution de la

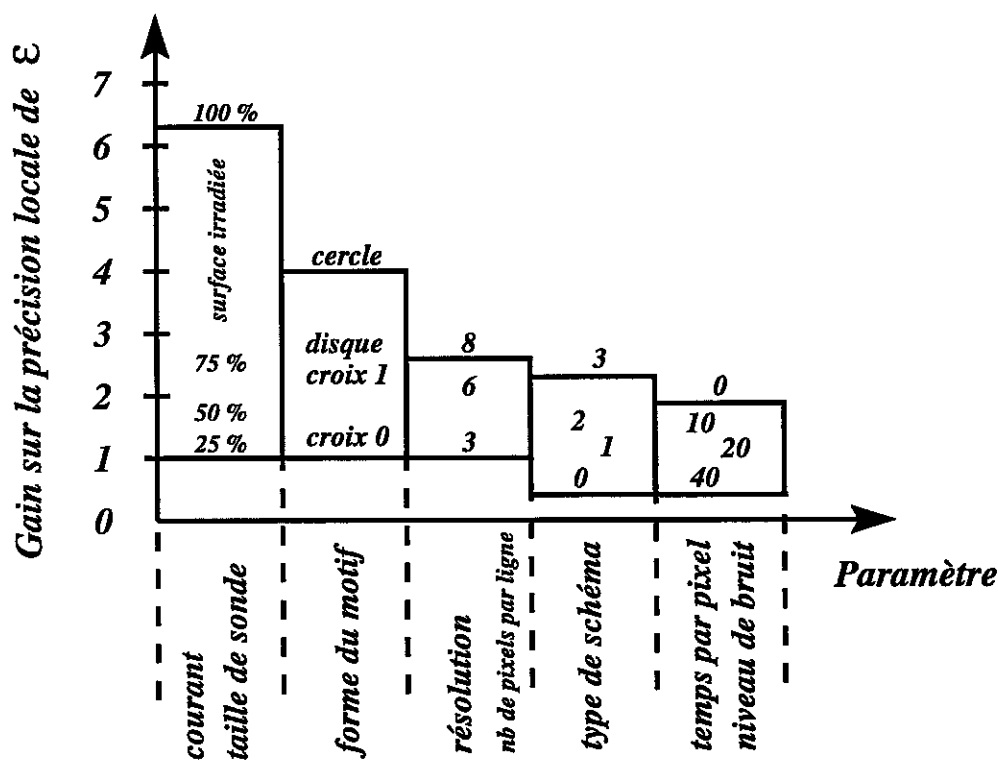


FIG. 3.1 – Diagramme de Pareto : influence sur la précision

précision de mesure de la déformation locale. Il fournit l'amplitude des gains réalisables en terme d'écart-type sur l'erreur par rapport à la situation de référence, classés par ordre d'importance. Notons que l'on a remplacé les variations de la taille de sonde par celles du courant, et les variations du bruit de fond par celles du temps d'acquisition par pixel et du courant. Cette substitution est nécessaire car l'influence des variations de ces deux paramètres (courant et temps par pixel) sur leurs phénomènes physiques associés (taille de sonde et bruit de fond) n'a pas été déterminée complètement. Pour ce diagramme, les numéros associés au paramètre *type de schéma* correspondent aux différentes variantes de contour du plus petit (variante 0) ou plus grand (variante 3) (voir annexe A).

On s'aperçoit que le paramètre prépondérant est la taille de sonde qui permet les avancées les plus importantes. Une telle figure nous permet alors de savoir sur quel paramètre on peut agir pour augmenter la précision de mesure ou la rendre optimale pour l'application étudiée. Remarquons que l'influence de l'approximation de  $\phi$  n'a pas été retenue dans ce diagramme, car les valeurs de gains sont si tributaires de la situation étudiée (faibles déformations, rotations importantes...) qu'il est difficile de leur accorder une pertinence moyenne.

Traiter l'influence des paramètres sur la précision de mesure ne suffit pas pour présenter l'ensemble des effets pouvant guider leurs choix. Ces choix n'ont pas seulement une répercussion sur l'augmentation de la précision de la mesure. Ils ont également un coût. Dans notre cas, améliorer la précision de mesure des déformations locales est toujours possible, par exemple en augmentant la résolution des images. Simplement ce gain de performance s'accompagne d'un accroissement des moyens à mettre en œuvre pour atteindre cette précision, comme l'augmentation du nombre d'images à acquérir pour une zone de même taille. Le coût se traduit de différentes manières, comme on peut le remarquer à la lecture du tableau 3.3. Cependant son principal effet est l'augmentation du temps global nécessaire pour développer la procédure de mesure, de la réalisation des microgrilles au dépouillement informatique. La répercussion quantitative du choix des principaux paramètres sur ce temps est présentée en figure 3.2. Elle présente également sous la forme d'un diagramme de

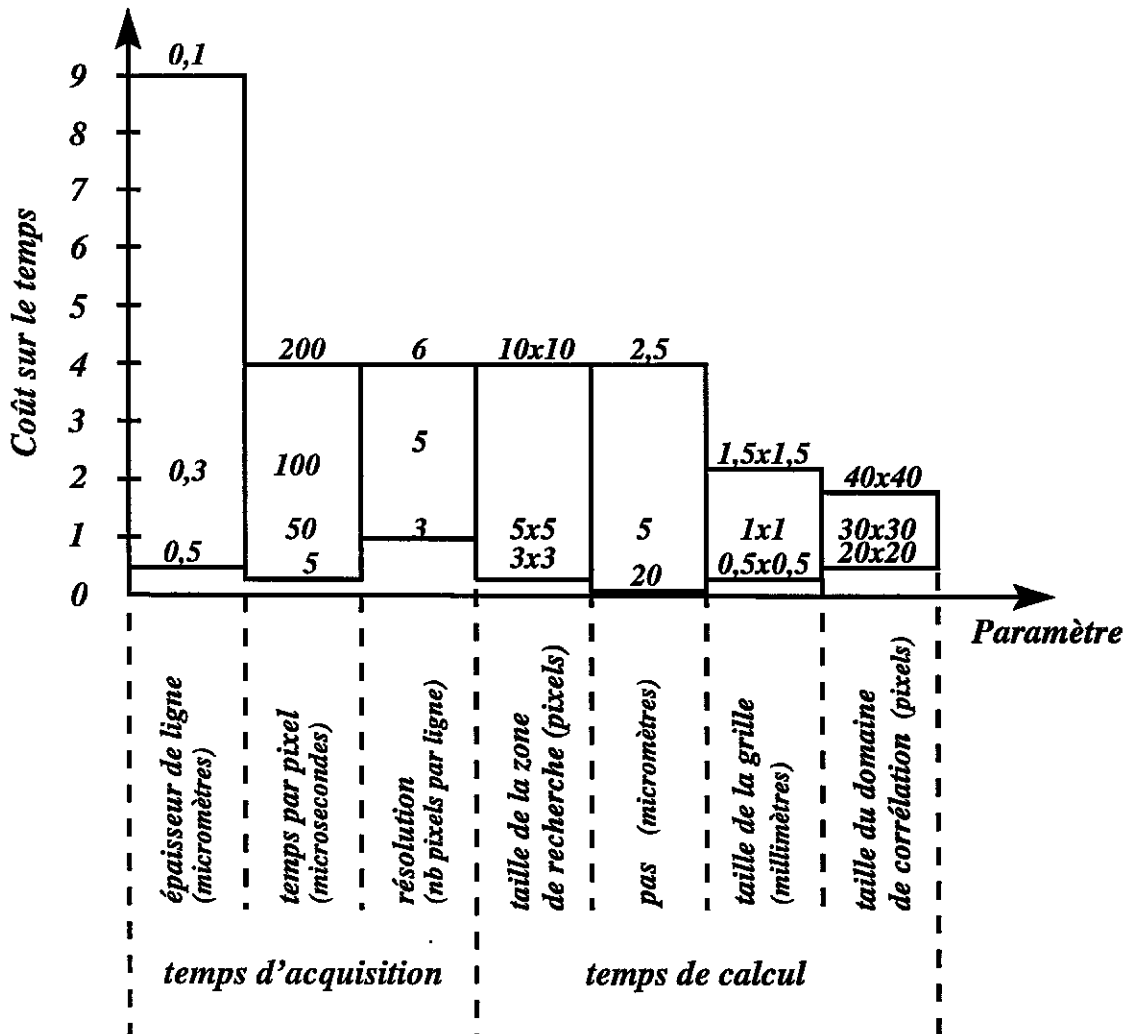


FIG. 3.2 – Diagramme de Pareto : coût en terme de temps

Pareto que l'on a divisé en deux parties pour traiter séparément les effets sur le temps d'acqui-

tion et ceux sur le temps de calcul de l'appariement des points homologues. Les fluctuations des différents paramètres correspondent aux variations réellement envisageables autour de la situation de référence décrite précédemment. Elles ne correspondent pas aux amplitudes maximales. Par exemple, le temps d'acquisition par pixel est volontairement limité à la valeur  $200\mu s$  car, au-delà, l'acquisition des images haute résolution n'est plus envisageable. Pour ces variations, l'épaisseur de ligne est le paramètre le plus important car il peut, pour sa valeur maximale, entraîner une multiplication par 9 du temps nécessaire à la procédure de mesure.

### 3.4 La démarche de choix

Il est difficile d'élaborer une stratégie de choix rigoureuse et universelle, étant donné la complexité du problème, le nombre important des paramètres mis en jeu et de critères que l'on peut retenir (simplicité, rapidité, précision...) pour guider le choix. Plutôt que d'essayer d'établir une telle procédure, on préfère aborder le problème de choix sous forme de règles qu'il suffit d'appliquer pour guider le choix de l'ensemble des paramètres. Cette section donne donc dans l'ordre chronologique l'ensemble de ces règles accompagnées de figures illustratives lorsqu'elles sont utiles à la compréhension.

1. La longueur d'onde des fluctuations locales fixe la taille du pas de discrétisation à prendre pour bien décrire le phénomène physique à observer. Cette dimension donne le pas optimal de la grille à utiliser en accord avec le schéma de dérivation discrète choisi (voir figure 3.3). A ce stade du choix, il faut savoir si l'on privilégie le caractère local de la mesure au détriment de sa précision ou inversement.

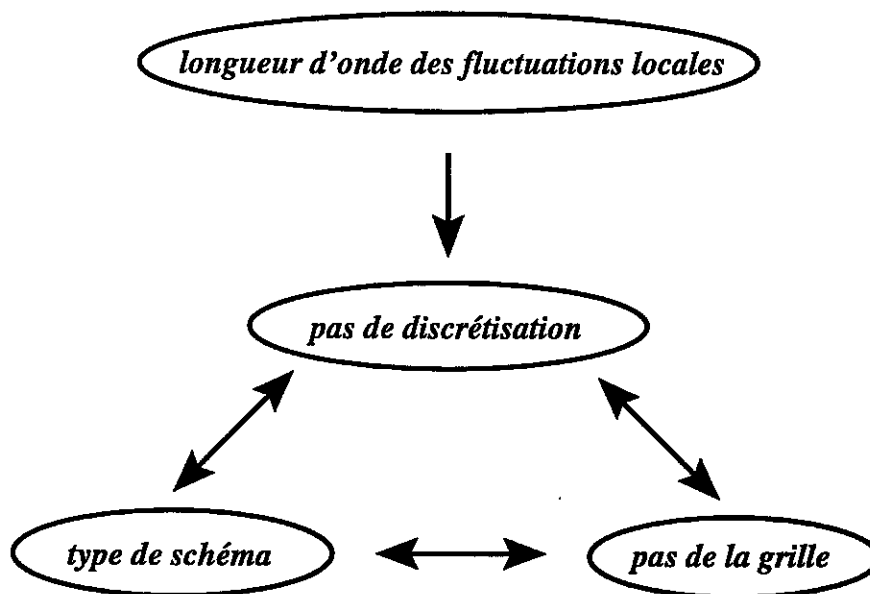


FIG. 3.3 - règle 1

2. La taille de la surface élémentaire représentative fixée par la morphologie du matériau conditionne la taille de la grille à utiliser. En pratique, le choix est plus complexe. Il est lié au choix de la valeur de l'épaisseur de la ligne qui constitue le repère utilisé. Elle doit avoir la valeur la plus faible de telle manière que la microstructure du matériau observé soit occultée au minimum. Les possibilités de la technique de microélectrolithographie sont limitées par les aberrations géométriques de la colonne optique du MEB. Pour obtenir une grille régulière



en tout point, la dose, la quantité d'électrons par unité de surface nécessaire à l'irradiation de la résine électrosensible doit rester constante durant le balayage. A cause de ces aberrations géométriques, la forme du faisceau d'électrons évolue d'un point à un autre entraînant une variation de la surface irradiée. Dans ces conditions, la dose évolue bien que la quantité d'électrons émis par le faisceau soit constante. Le phénomène se manifeste principalement sur les bords de la zone balayée où les motifs de la grille sont partiels, voire absents. Habituellement pour les matériaux de cette étude, il est difficile d'obtenir d'une grille millimétrique avec une épaisseur de ligne fine, inférieure à  $0,2\mu\text{m}$ . Pour couvrir une zone supérieure avec une épaisseur de ligne fine, il faut réaliser plusieurs grilles juxtaposées de taille plus faible. Un système automatique devient utile lorsque la taille de la surface représentative est importante. Remarquons que la valeur du pas de la grille est uniquement fonction des potentialités de balayage. La figure 3.4 résume cette démarche de choix qui combine la détermination de la

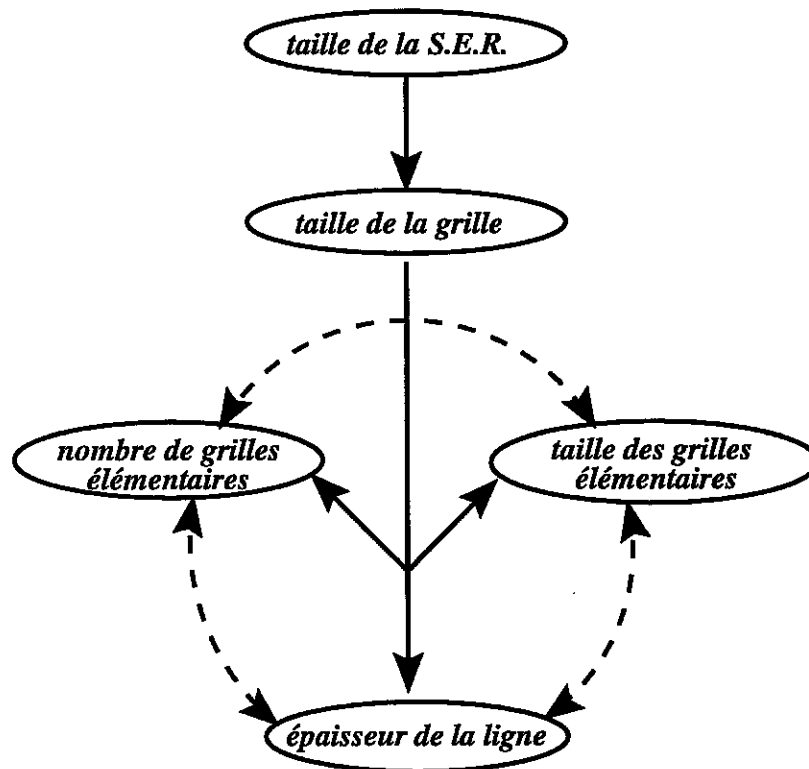


FIG. 3.4 - règle 2

taille de la grille nécessaire (nombre et taille des grilles élémentaires) et de l'épaisseur de la ligne. Comme les valeurs de ces paramètres sont étroitement liés au matériau étudié, plusieurs essais de mise au point doivent être réalisés.

- La précision sur les valeurs de déformations locales (en %) fixée dans le cahier des charges donne l'ordre de grandeur de la précision (en micromètres) à respecter pour la mesure des déplacements des repères en accord avec le type de schéma de dérivation et le pas de la grille déterminés à partir des règles précédentes. La résolution (nombre de pixels par unité de longueur) est choisie comme le rapport entre la valeur précédente et la précision maximale (en pixels) de mesure des déplacements par la technique de corrélation. La précision maximale correspond à l'incertitude locale réelle déterminée à partir des tests sur la mesure de déplacements de mouvements de corps rigides et des corrections présentées précédemment. Pour les matériels utilisés dans cette étude, elle est estimée à 0,3 pixels. Par ailleurs, la valeur de la résolution obtenue ne peut pas être inférieure à la résolution minimale correspondant à

la définition de la ligne du motif. Dans la pratique, cette valeur s'élève à 3 pixels, un pixel central pour le niveau de gris intrinsèque de la ligne et un pixel de part et d'autre pour l'information des bords. La figure 3.5 illustre cette règle.

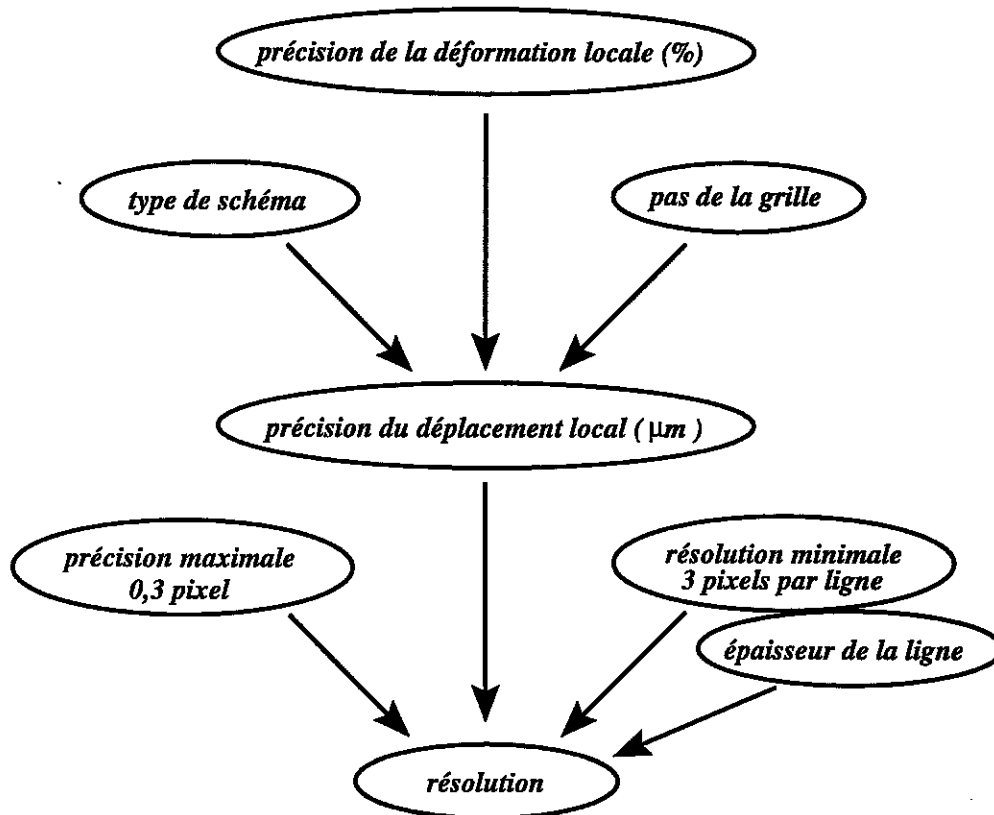


FIG. 3.5 – règle 3

4. La taille de la surface élémentaire représentative associée à la résolution utilisée déterminée précédemment guide le choix commun du nombre d'images à acquérir, de leur taille et du grandissement à utiliser pour enregistrer ces images. Le choix final est le résultat d'un compromis entre ces deux paramètres (voir figure 3.6).

5. Précision de la mesure locale des déplacements

La résolution déterminée associée à la précision de la mesure de déplacements locaux en micromètres fournit la précision subpixel réelle que la technique de corrélation doit atteindre. Sa valeur dépend de quatre paramètres essentiels, le courant, le temps d'acquisition par pixel, la forme du motif et l'approximation de la transformation matérielle  $\phi$ , et des corrections des défauts géométriques nécessaires (voir figure 3.7). Ces 5 composantes doivent être choisies en interaction pour atteindre la précision souhaitée.

- En pratique, la forme du motif doit tout d'abord être choisie de manière que sa précision théorique soit inférieure à la précision souhaitée. Ensuite on retient l'approximation de  $\phi$  la plus représentative des mécanismes de déformation susceptibles d'apparaître de manière à minimiser les erreurs de cette approximation. En général, si les déformations et les rotations locales sont faibles (inférieures à 10 %), une translation subpixel est suffisante.
- La taille de sonde est ajustée en fonction de la valeur du courant de manière qu'un balayage partiel n'entraîne pas une erreur de mesure supérieure à la précision souhaitée. Comme le choix de sa valeur n'est pas pénalisant pour l'acquisition des images, la valeur

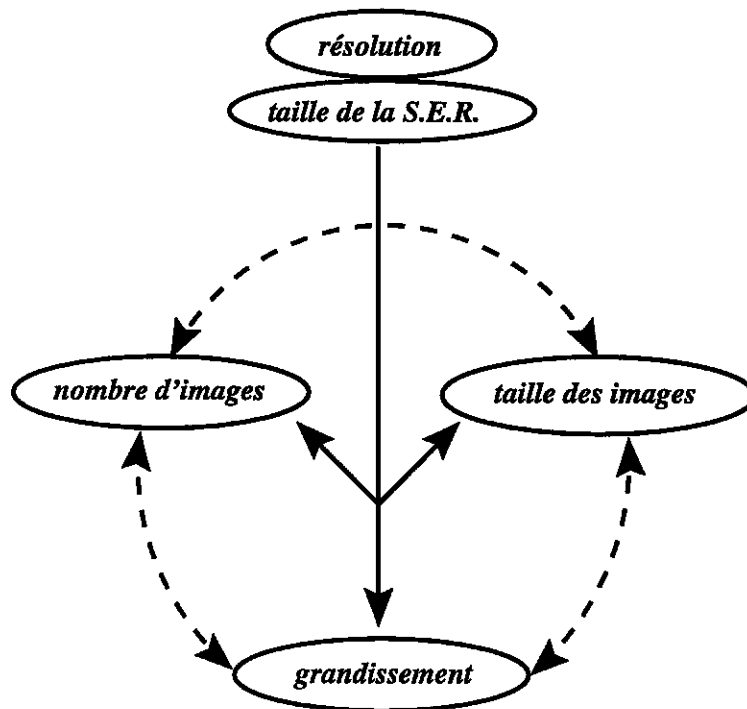


FIG. 3.6 – règle 4

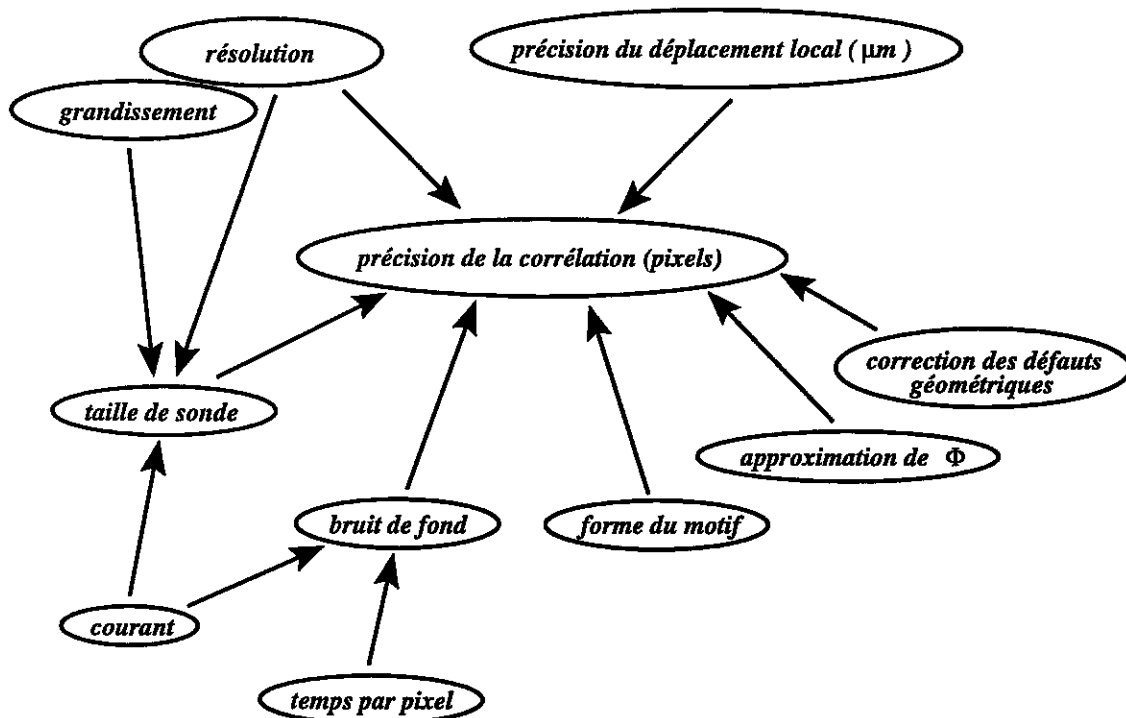


FIG. 3.7 – règle 5

saturant le phénomène est retenue, c'est-à-dire celle qui permet d'obtenir un balayage complet sans recouvrement. La procédure décrite dans la section 2.3.2 est utilisée pour effectuer ce réglage.

- Le niveau de bruit est choisi de manière qu'il n'entraîne pas d'erreur de mesure supérieure à celle imposée. Son ajustement est réalisé en faisant varier le temps d'acquisition par pixel pour le courant fixé avec la taille de sonde. Il est effectué en contrôlant le niveau de bruit selon la procédure décrite dans la section 2.3.1.
- Enfin, la précision de la corrélation souhaitée fixe l'amplitude maximale des défauts géométriques. Tout défaut d'amplitude supérieure doit être corrigé. Etant données les procédures de correction établies dans ce travail, le choix concerne uniquement les défauts  $k$  et  $\phi$ , et les variations relatives de grandissement. Comme les paramètres  $k$  et  $\phi$  sont indépendants des réglages du MEB, ils sont déterminés une seule fois pour le mode d'acquisition choisi et la correction peut s'appliquer systématiquement sans coût. La correction des variations de grandissement s'impose lorsque leur amplitude dépasse la précision locale de la mesure. Puisque celle-ci est limitée à 1 % et que les variations de grandissement relevées lors des essais mécaniques *in situ* de cette étude n'excèdent pas 1 % pour des déformations maximales de 10 %, cette correction n'est pas nécessaire. Toutefois, elle devient utile pour déterminer les déformations moyennes sur la zone observée avec une erreur du même ordre de grandeur que l'imprécision de calcul. C'est pourquoi cette correction est retenue systématiquement dans les études de la deuxième partie.

Si la précision demandée ne peut pas être atteinte à l'issue du choix de ces quatre paramètres, la valeur de la résolution doit être augmentée. Les choix relatifs aux règles 4 et 5, et à celle-ci doivent être reconsidérés.

#### 6. Contraste optimal : test de l'histogramme

L'influence du contraste et de la brillance sur la précision de la mesure n'a pas été montrée mais il est clair, de manière théorique, qu'un mauvais échantillonnage des niveaux de gris risque d'entraîner des imprécisions de mesure. Il se manifeste par une perte d'information dans la signature des intersections de grilles à cause d'un mauvais choix du couple contraste/brillance entraînant un spectre soit trop large soit trop étroit pour la plage d'échantillonnage [0,255]. Dans le premier cas, le phénomène s'accompagne d'une saturation des niveaux de gris incompatible avec l'hypothèse de conservation de ces derniers, nécessaire pour assurer la précision de la technique de corrélation. Pour remédier à ce problème, il est obligatoire de vérifier l'échantillonnage des niveaux de gris en visualisant leur histogramme de répartition (voir test de l'histogramme, figure 1.16, chapitre 1) pour chaque image acquise.

#### 7. Taille de la zone de recherche : déformation macroscopique

La taille de la zone de recherche est liée à la valeur de la déformation macroscopique, au pas de la grille et à la résolution utilisée. Elle est donc choisie avant l'exécution du programme de corrélation de manière qu'elle excède au moins les déplacements maximum résultant de cette déformation macroscopique.

#### 8. L'amplitude de déformation admissible entre deux acquisitions d'images est définie en fonction de l'intensité des hétérogénéités locales et du taux de dégradation de la microgrille due à la déformation. Si celle-ci est trop importante, la corrélation est difficile voire impossible. Il est préférable, si les déformations à atteindre sont importantes, d'acquérir des états de déformation intermédiaires et de les dépouiller successivement en prenant comme état de référence l'avant-dernier état acquis. En pratique, pour nos applications, on fixe la limite à 5 %. Elle est liée à l'approximation de $\phi$ . Plus celle-ci est capable de restituer fidèlement les mécanismes locaux de déformation et plus la limite sera augmentée.

#### 9. La taille du domaine de corrélation est fixée pour qu'il réunisse toute l'information de la forme du motif de la grille utilisée. Pour la croix, le domaine est centré sur l'intersection et limité à un pas de grille, comme un bon compromis avec le temps de calcul.

10. L'utilisation de l'interpolation bicubique n'a pas montré de gains appréciables pour nos applications. L'interpolation la plus simple, de nature bilinéaire est retenue par défaut.
11. La dernière règle concerne le choix du type d'électrons à utiliser. Comme on l'a déjà mentionné dans le chapitre 1, l'utilisation des électrons rétrodiffusés est préférable pour assurer l'invariance des niveaux de gris entre les différentes images, grâce à leur origine chimique dans l'interaction électron/matière. Les électrons secondaires provoquent d'infimes variations de contraste à cause de l'ombrage dû au mouvement des grilles et à l'apparition de relief engendré par la déformation.

## Deuxième partie

# Applications à l'étude micromécanique de quelques matériaux hétérogènes : les bandes de localisation



# Introduction

Cette partie a pour objectif de montrer les potentialités de la technique de mesure décrite dans la première partie, pour les études micromécaniques des matériaux hétérogènes.

Ces potentialités sont de divers ordres. Tout d'abord, le principal attrait de cette technique de mesure est de permettre de déterminer le champ local de déformation sur une zone et de visualiser la répartition de ses intensités. La représentation spatiale de ces hétérogénéités s'effectue sous forme de cartes. Ensuite, le caractère quantitatif de la mesure assure une évaluation objective de ces hétérogénéités et permet, d'une part, une caractérisation immédiate, par exemple sous la forme de critères d'apparition de phénomènes physiques (fissures, endommagement, bandes de cisaillement...) et, d'autre part, de fournir de nombreuses données de comparaison pour la validation et l'étalonnage des modélisations et simulations numériques.

Comme la procédure de mesure est automatique et rapide, elle autorise un grand nombre d'évaluations favorisant les investigations systématiques et statistiques sur des zones de taille importante par rapport à la taille caractéristique des mécanismes locaux étudiés. Par exemple, les phénomènes peuvent être quantifiés sur des zones représentatives de l'ensemble des mécanismes locaux. Le dépouillement rapide de plusieurs états de déformation rend également possible l'évaluation de la cinétique des phénomènes comme l'évolution des hétérogénéités de déformations au cours du chargement. Notons, enfin, que les gains en précision réalisés, par rapport à une technique classique [3] précise au pixel près, permettent de mesurer de faibles niveaux de déformation et rendent possible l'étude des premières manifestations des phénomènes. De tels résultats ne peuvent pas être atteints avec une étude purement qualitative, car l'amplitude des distorsions de grilles est trop faible pour être visible à l'œil nu.

L'utilisation de cette technique de mesure permet de réunir des informations à toutes les échelles. En effet, la détermination des déformations moyennes sur la zone observée donne les composantes macroscopiques si cette zone est représentative de l'ensemble des mécanismes locaux. L'observation globale sur toute la zone donne accès à la répartition des mécanismes et aux effets de voisinage. Les analyses à cette échelle mésoscopique permettent également de mettre en évidence l'influence de la microstructure sur les phénomènes observés. Enfin, les valeurs du tenseur local de déformation renseignent sur la nature des mécanismes locaux. Cette technique complète donc les informations des études physiques d'identification des mécanismes microscopiques et leur donne un caractère statistique indispensable pour construire une loi de comportement pertinente implantable dans un code de calcul.

Ces potentialités facilitent l'utilisation de cette technique par les micromécaniciens. Cette technique est devenue un outil systématique d'investigation des mécanismes de déformation et d'endommagement dans les matériaux hétérogènes au LMS, à l'Ecole Polytechnique. Notamment, elle a été utilisée dans plusieurs études (seules certaines sont présentées dans ce mémoire). On peut citer l'étude des répartitions de contraintes et de déformations dans les multicristaux d'Inconel en collaboration avec le LM3-MetX de l'ENSAM de Paris [49], l'étude des mécanismes de fissuration dans les dépôts de chrome électrolyte pour les tubes d'armes sous contrat avec GIAT [59], l'étude



du fluage transverse des composites à fibres de carbure de silicium et à matrice de titane en association avec l'ONERA [28], auxquelles on peut ajouter un certain nombre d'études dans l'équipe de micromécanique du LMS dont l'étude des alliages de TiAl en collaboration avec la SNECMA [58, 77] et l'étude du comportement du zirconium en fluage [84].

Lors de sa mise au point sur différentes études micromécaniques, cette technique de mesure a mis en avant des phénomènes de localisation de la déformation en bandes. Ces phénomènes ont été constatés pour quelques matériaux hétérogènes comme les biphasés [52, 114, 21], les polycristaux [27, 40, 84, 66] ou encore les matériaux composites à fibres ou à particules rigides [90]. La plupart de ces phénomènes ont été mis en évidence expérimentalement dans le cas de déformations macroscopiques importantes, égales ou supérieures à 10 %, et sur de petites zones non représentatives de l'ensemble des mécanismes locaux. L'apparition de ces bandes et leur évolution ont été traitées par le biais de simulations numériques et quelques confrontations avec l'expérience ont été entreprises. Ces études restent partielles, certainement par manque de données expérimentales, et sont insuffisantes pour comprendre et expliquer ces mécanismes de déformation dans ces matériaux.

Cette partie contribue à l'étude de ces phénomènes. Elle donne les données quantitatives nécessaires à l'étude du problème, en privilégiant ces aspects pour les faibles déformations (inférieures à 5 %) et sur des zones représentatives. Elle expose ensuite quelques outils pour la caractérisation de ces bandes en proposant un critère d'existence et en quantifiant quelques caractéristiques de ces bandes. Le dernier point consiste à expliquer leur formation en raisonnant à partir des hétérogénéités de comportement liées à la microstructure initiale. La présence de ces bandes est corrélée avec la microstructure et des critères de prévision sont construits et testés.

Le développement de ces idées est exposé pour deux types de matériaux hétérogènes qui se distinguent par la nature de leurs hétérogénéités microstructurales. Le premier est un matériau biphasé Nickel-Argent à morphologie complexe constitué d'une phase molle et d'une phase dure (chapitre 1). Chaque phase a un comportement élastoplastique isotrope. Le second est un polycristal de zirconium et les hétérogénéités microstructurales sont liées aux différences d'orientations cristallines entre les grains (chapitre 2). La démarche adoptée est similaire pour les deux cas étudiés et fait apparaître un phénomène semblable. La comparaison des résultats de ces deux études fait l'objet de la conclusion de cette deuxième partie.

## Chapitre 1

# Etude des biphasés Ni/Ag

Cette étude est une illustration des potentialités de la technique de mesure développée dans la première partie. Elle a pour but de montrer en quoi les améliorations apportées par cette technique de mesure permettent de progresser dans la compréhension du comportement mécanique des matériaux hétérogènes. Ces améliorations permettent également une évaluation plus fine de la pertinence des modèles de prévision qui leur sont associés. Cette étude, tout comme la suivante, est à replacer dans le contexte de l'optimisation de la microstructure de ces matériaux en vue d'améliorer leur comportement mécanique sous diverses sollicitations. Cette problématique est l'enjeu du développement de nouveaux matériaux plus complexes associant plusieurs constituants de propriétés mécaniques différentes. La rationalisation de ces études ne peut se faire qu'avec le développement de méthodes d'investigation fines à l'échelle de la microstructure telles que celles présentées dans ce chapitre.

Ce chapitre concerne l'étude du comportement de biphasés élastoplastiques et de leur prévision. Plusieurs études antérieures, tant expérimentales que numériques [21, 52, 114], ont montré l'apparition de bandes de localisation de la déformation à faible niveau de déformation macroscopique (à partir de 5 %). Certaines modélisations, essentiellement de type éléments finis [52, 114, 90], prenant en compte la morphologie de la microstructure sont capables de prévoir un tel phénomène. Les modèles de changement d'échelles de type autocohérent, classique ou généralisé, n'intégrant qu'une information partielle de cette morphologie semblent être incapables de restituer ces phénomènes.

Ces études antérieures restent incomplètes pour plusieurs raisons. Tout d'abord, elles ont été menées sur de petites zones non représentatives de l'ensemble des mécanismes locaux présents. De plus le phénomène n'est pas étudié dans sa globalité à tous les stades de déformation et notamment au début de l'entrée en plasticité du matériau, à quelques pour-cents de déformation. La précision des méthodes de mesure classiques n'est pas assez importante pour atteindre les faibles déformations locales et la plupart des valeurs expérimentales utilisées dans les confrontations sont données pour des déformations macroscopiques supérieures à 5 %. L'apparition de ces bandes de localisation reste encore floue. Enfin, le manque de données expérimentales rend partielle l'évaluation de la pertinence des simulations numériques et incertaines les extrapolations aux faibles niveaux de déformation.

On utilise la technique de mesure du champ local de déformation, développée dans la première partie, pour compléter l'étude du comportement de ces biphasés. Cette technique a été mise au point pour mesurer le champ local de déformation sur une zone représentative de la microstructure pour des niveaux de déformation faibles. Par ce biais, on souhaite expliquer l'apparition des bandes de localisation. Par ailleurs, une confrontation des hétérogénéités de déformation avec les modèles de changement d'échelle [21] peut être entreprise de manière plus rigoureuse. Elle doit permettre de valider cette approche pour une modélisation du comportement de ces matériaux. Cette étude permet de progresser sur les aspects expérimentaux et sur les modèles de prévision pour une meilleure compréhension du comportement des matériaux biphasés.

Cette étude est menée sur des biphasés Ni/Ag obtenus par métallurgie des poudres. Ces matériaux modèles ne sont pas utilisés dans l'industrie, mais ont l'avantage de présenter des morphologies très différentes selon les caractéristiques des poudres employées et du cycle d'élaboration. Cette particularité est intéressante pour réaliser une étude de l'influence de la morphologie microstructurale sur le comportement mécanique. Ces matériaux ont été élaborés au MPA de Stuttgart dans le cadre d'un programme d'échanges intégrés franco-allemands (PROCOPE) avec le soutien de la Direction de la Coopération Scientifique et Technique du Ministère des Affaires Etrangères. Ce programme a débuté le 1er janvier 1998 pour une durée de trois ans. Il a pour thème central l'étude expérimentale, théorique et numérique des hétérogénéités de déformation au sein d'un matériau élastoplastique. La complémentarité des deux équipes de recherche est mise à profit pour cette étude. La mise en commun des savoir-faire expérimentaux, la réalisation des matériaux hétérogènes à morphologies variées et la méthode de mesure des champs locaux de déformation permettent d'envisager une étude plus complète. L'utilisation des modèles d'homogénéisation de l'école française [21] et l'approche numérique par éléments finis du problème de changement d'échelle de l'école allemande [52, 114] permettent de confronter ces approches entre elles et avec les données expérimentales, afin d'en évaluer leur pertinence à prédire les mécanismes locaux réels. Ce chapitre est le reflet d'une partie du travail mené depuis le début du projet qui s'est concrétisé d'ores et déjà par une publication [115].

Dans la section 1.1, on s'intéresse à la caractérisation de la microstructure du matériau étudié dans l'optique d'une démarche micromécanicienne sur une surface représentative. Ensuite, la section 1.2 met en évidence la localisation de la déformation en bandes pour un essai mécanique *in situ*. L'influence du relief sur la mesure de déformations locales est discutée dans ce cas particulier au cours de la section 1.3. La section 1.4 montre comment l'ensemble des données quantitatives recueillies par la mesure du champ local de déformation permet de mener une caractérisation objective de ces bandes. Un critère d'existence est établi et quelques caractéristiques de ces bandes sont déterminées. Ensuite, la section 1.5 étudie la corrélation du phénomène de bandes avec la morphologie de la microstructure sur laquelle un critère de prévision simple est construit. La section 1.6 présente les résultats de la simulation numérique par éléments finis pour la surface représentative étudiée. En conclusion, la validité du critère et l'origine des bandes sont discutées en se basant sur les résultats expérimentaux et numériques (section 1.7).

## 1.1 Les biphasés Ni/Ag

Ces biphasés sont élaborés par métallurgie des poudres. Le procédé utilisé est le compactage isostatique à chaud. A partir de poudres de différentes granulométries et pour des conditions d'élaboration variées, on obtient des matériaux modèles de morphologies différentes comme expliqué dans [116]. Pour cette étude quatre types de morphologies ont été obtenues. Elles sont présentées dans les figures 1.1, 1.2, 1.3 et 1.4.

Ces morphologies présentent des microstructures plus compliquées que celles que l'on espérait obtenir. En effet, dans l'étude antérieure [116], des morphologies plus simples avaient pu être réalisées. Cette différence a pour origine un problème d'approvisionnement en poudre de nickel : la poudre, composée de grains relativement sphériques et de taille uniforme, utilisée auparavant par le laboratoire du MPA n'est plus disponible. Parmi les quatre épouvettes obtenues, seule l'une d'entre elles (morphologie 2 (voir figure 1.4)) a été retenue. Il s'agit de celle présentant la microstructure la mieux adaptée à la technique de microextensométrie actuelle : la dimension caractéristique des détails microstructuraux est supérieure à  $5\mu\text{m}$  sans que la taille du domaine représentatif de la microstructure ne soit trop grande (inférieure à  $1\text{mm}^2$ ). Le phénomène physique observé dans ces biphasés est mesuré et décrit par une évaluation discrète sur une microgrille de pas  $5\mu\text{m}$  et de surface  $1\text{mm}^2$ .

Cette étude est menée sur des biphasés Ni/Ag obtenus par métallurgie des poudres. Ces matériaux modèles ne sont pas utilisés dans l'industrie, mais ont l'avantage de présenter des morphologies très différentes selon les caractéristiques des poudres employées et du cycle d'élaboration. Cette particularité est intéressante pour réaliser une étude de l'influence de la morphologie microstructurale sur le comportement mécanique. Ces matériaux ont été élaborés au MPA de Stuttgart dans le cadre d'un programme d'échanges intégrés franco-allemands (PROCOPE) avec le soutien de la Direction de la Coopération Scientifique et Technique du Ministère des Affaires Etrangères. Ce programme a débuté le 1er janvier 1998 pour une durée de trois ans. Il a pour thème central l'étude expérimentale, théorique et numérique des hétérogénéités de déformation au sein d'un matériau élastoplastique. La complémentarité des deux équipes de recherche est mise à profit pour cette étude. La mise en commun des savoir-faire expérimentaux, la réalisation des matériaux hétérogènes à morphologies variées et la méthode de mesure des champs locaux de déformation permettent d'envisager une étude plus complète. L'utilisation des modèles d'homogénéisation de l'école française [21] et l'approche numérique par éléments finis du problème de changement d'échelle de l'école allemande [52, 114] permettent de confronter ces approches entre elles et avec les données expérimentales, afin d'en évaluer leur pertinence à prédire les mécanismes locaux réels. Ce chapitre est le reflet d'une partie du travail mené depuis le début du projet qui s'est concrétisé d'ores et déjà par une publication [115].

Dans la section 1.1, on s'intéresse à la caractérisation de la microstructure du matériau étudié dans l'optique d'une démarche micromécanicienne sur une surface représentative. Ensuite, la section 1.2 met en évidence la localisation de la déformation en bandes pour un essai mécanique *in situ*. L'influence du relief sur la mesure de déformations locales est discutée dans ce cas particulier au cours de la section 1.3. La section 1.4 montre comment l'ensemble des données quantitatives recueillies par la mesure du champ local de déformation permet de mener une caractérisation objective de ces bandes. Un critère d'existence est établi et quelques caractéristiques de ces bandes sont déterminées. Ensuite, la section 1.5 étudie la corrélation du phénomène de bandes avec la morphologie de la microstructure sur laquelle un critère de prévision simple est construit. La section 1.6 présente les résultats de la simulation numérique par éléments finis pour la surface représentative étudiée. En conclusion, la validité du critère et l'origine des bandes sont discutées en se basant sur les résultats expérimentaux et numériques (section 1.7).

## 1.1 Les biphasés Ni/Ag

Ces biphasés sont élaborés par métallurgie des poudres. Le procédé utilisé est le compactage isostatique à chaud. A partir de poudres de différentes granulométries et pour des conditions d'élaboration variées, on obtient des matériaux modèles de morphologies différentes comme expliqué dans [116]. Pour cette étude quatre types de morphologies ont été obtenues. Elles sont présentées dans les figures 1.1, 1.2, 1.3 et 1.4.

Ces morphologies présentent des microstructures plus compliquées que celles que l'on espérait obtenir. En effet, dans l'étude antérieure [116], des morphologies plus simples avaient pu être réalisées. Cette différence a pour origine un problème d'approvisionnement en poudre de nickel : la poudre, composée de grains relativement sphériques et de taille uniforme, utilisée auparavant par le laboratoire du MPA n'est plus disponible. Parmi les quatre épouvettes obtenues, seule l'une d'entre elles (morphologie 2 (voir figure 1.4)) a été retenue. Il s'agit de celle présentant la microstructure la mieux adaptée à la technique de microextensométrie actuelle : la dimension caractéristique des détails microstructuraux est supérieure à  $5\mu\text{m}$  sans que la taille du domaine représentatif de la microstructure ne soit trop grande (inférieure à  $1\text{mm}^2$ ). Le phénomène physique observé dans ces biphasés est mesuré et décrit par une évaluation discrète sur une microgrille de pas  $5\mu\text{m}$  et de surface  $1\text{mm}^2$ .



FIG. 1.1 - Morphologie 1 : grandissement 200

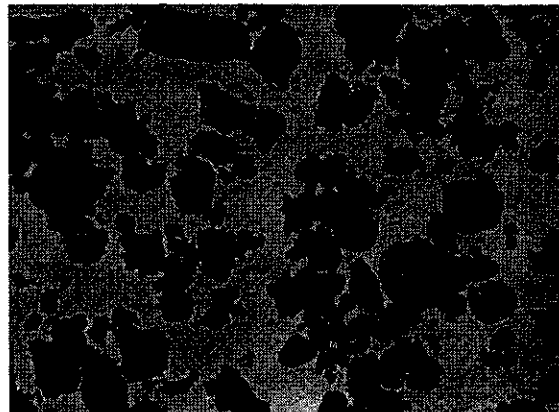


FIG. 1.2 - Morphologie 2 : grandissement 200

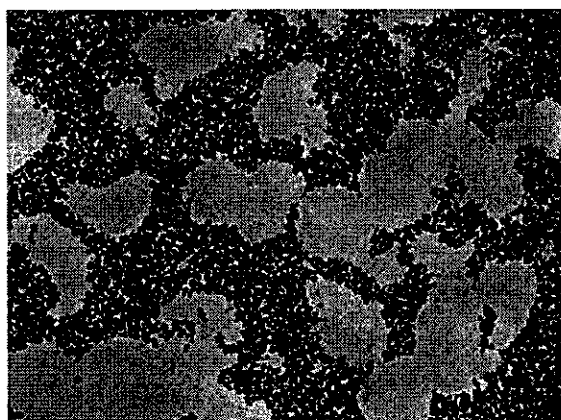


FIG. 1.3 - Morphologie 3 : grandissement 200

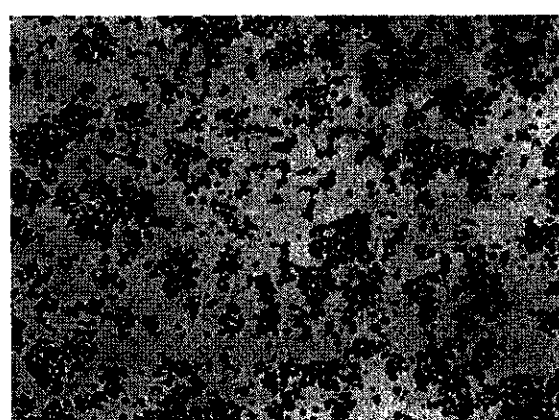


FIG. 1.4 - Morphologie 4 : grandissement 200

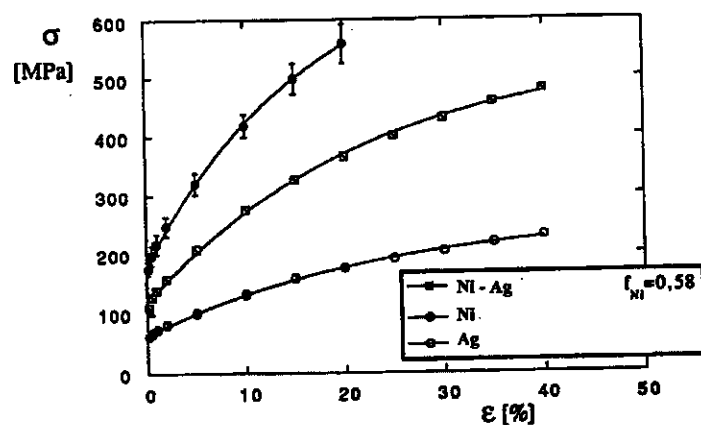


FIG. 1.5 - Courbes de comportement en compression

La caractérisation mécanique et physique de ces matériaux a été conduite dans l'étude antérieure [116]. Pour toutes les données mécaniques, nous renvoyons à la lecture de cette référence. Soulignons, simplement, que les deux matériaux constitutifs ont un comportement élastoplastique à écrouissage isotrope et que leurs caractéristiques sont différentes comme le montre la figure 1.5. La limite d'élasticité du Nickel est environ 2 fois plus élevée que celle de l'Argent et le module d'écrouissage

est 4 fois plus élevé. Les hétérogénéités de comportement sont importantes : le nickel est une phase se déformant peu alors que l'argent est une phase "molle".

On s'intéresse ici à la caractérisation de la microstructure que l'on suppose responsable des phénomènes de localisation de la déformation en bandes observés expérimentalement. Cette hypothèse est discutée dans la section 1.6. Dans l'optique d'une étude micromécanique, la caractérisation de la microstructure passe, d'une part, par la détermination de la taille de la plus petite surface observable incluant l'ensemble des mécanismes locaux responsables du comportement global et, d'autre part, par une caractérisation morphologique des phases.

### 1.1.1 Représentativité de la surface étudiée

En raison des limites technologiques des appareils d'investigation sur un volume de matière comme les moyens de tomographie à rayons X, la caractérisation de la microstructure d'un matériau hétérogène ne peut s'effectuer qu'à partir de l'étude d'une coupe. L'étude micromécanicienne de la surface à observer n'est pertinente que si la taille de cette surface est suffisante pour englober statistiquement l'ensemble des mécanismes locaux mécaniques et physico-chimiques susceptibles d'apparaître lors de la déformation du matériau et responsables de son comportement macroscopique. La microstructure est seule responsable des phénomènes locaux présents pour un chargement macroscopique imposé. On qualifie alors la surface de représentative. De plus, si la taille de celle-ci est minimale, elle devient élémentaire et donne une approximation de la taille du volume élémentaire représentatif nécessaire pour mener une modélisation du comportement mécanique du matériau par une technique de changement d'échelles.

Le problème consiste alors à déterminer la taille de la surface élémentaire représentative ou tout au moins à s'assurer que la taille de la surface observée est représentative. En prenant en compte l'ensemble des caractéristiques de la microstructure, le problème est très difficile à résoudre, voire impossible. Simplifier le problème revient à prendre en compte les caractéristiques que l'on suppose les plus pertinentes. Pour le matériau étudié, la caractéristique pertinente est la répartition spatiale des phases mettant en évidence les différences de comportement. Cette morphologie microstructurale est plus importante que l'orientation cristalline des grains constituant chaque phase, celles-ci pouvant être supposées homogènes en première approximation d'après [116]. Le problème se résume à trouver une méthode pour évaluer la représentativité d'une surface en terme d'information morphologique.

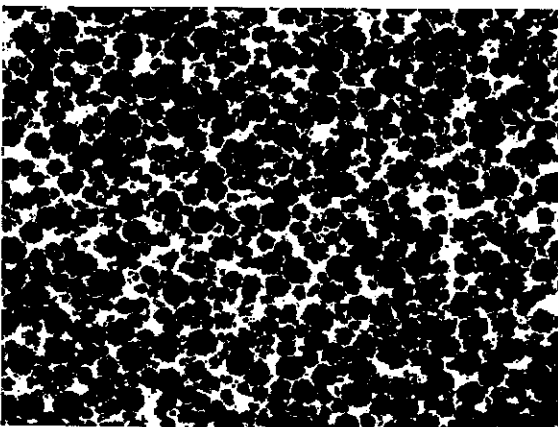


FIG. 1.6 - Microstructure d'un biphase 70% Nickel 30% Argent : 2mm x 1,5mm

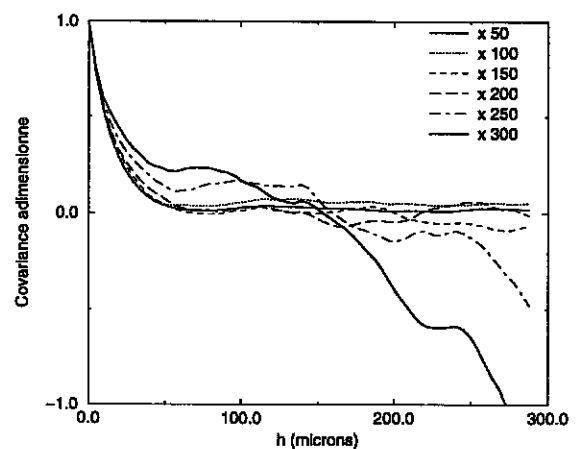


FIG. 1.7 - Covariogramme adimensionné Nickel/Nickel

L'étude de la convergence des fonctions de covariance statistique ou covariogrammes pour les images binaires de la microstructure acquises au MEB (électrons rétrodiffusés) permet de donner une estimation de cette taille caractéristique. Cette méthode est décrite en détail dans [21]. Elle n'est possible que pour des matériaux biphasés à répartition homogène, comme c'est le cas pour les matériaux étudiés. La figure 1.7 donne les covariogrammes adimensionnés de la phase nickel (représentée en noir sur l'image binaire) par rapport à elle-même, tracés pour une investigation sur l'image 1.6 pour différentes tailles de la zone analysée. La répartition des phases pour ces biphasés est isotrope, comme il est montré dans la section suivante sur la caractérisation (voir figure 1.10). Toutes les directions dans le plan de l'image sont équivalentes. Ces covariogrammes sont construits pour une investigation dans la direction horizontale des images. Ces courbes montrent qu'au-delà d'un grandissement de 100 ces covariogrammes divergent. La surface observée est alors insuffisante pour assurer une représentation statistique. La surface minimale à observer est celle qui est couverte par une observation à un grandissement de l'ordre de 100, soit une zone d'environ  $1\text{mm}^2$ .

### 1.1.2 Caractérisation morphologique

Pour cette étude, deux types d'échantillons ont été étudiés. Ils présentent la même morphologie mais des concentrations différentes, 50%-50% pour l'un et 70% de Nickel -30% d'Argent pour l'autre. Un polissage mécanique décrit dans l'annexe D révèle la microstructure. On montre sur les figures 1.8 et 1.9 les microstructures de ces deux échantillons. Ces images binaires sont acquises au MEB avec le capteur des électrons rétrodiffusés. Les concentrations réelles pour chaque zone sont évaluées

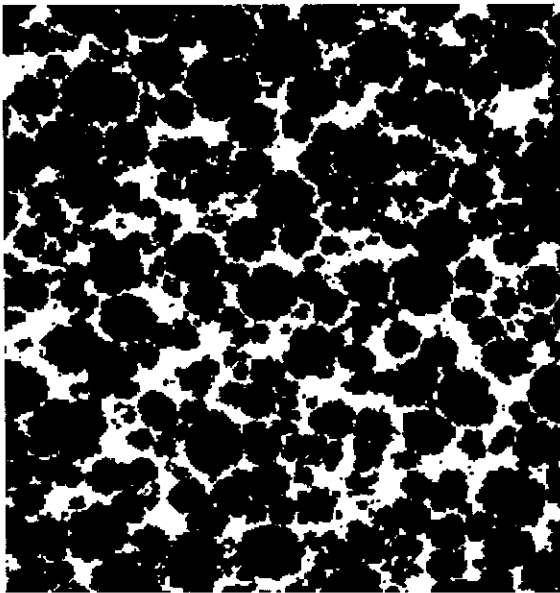


FIG. 1.8 - *Microstructure d'un biphase 70% Nickel 30% Argent :  $1\text{mm} \times 1\text{mm}$*



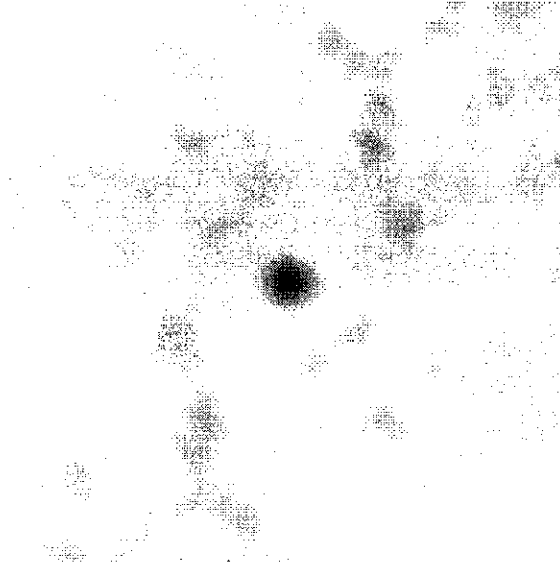
FIG. 1.9 - *Microstructure d'un biphase 50% Nickel 50% Argent :  $680\mu\text{m} \times 770\mu\text{m}$*

par analyse d'images en calculant les proportions de pixels blancs dans chaque image. Sur ce type d'images, l'argent, de numéro atomique plus élevé que le nickel, apparaît plus lumineux. On donne dans le tableau 1.1 les concentrations exactes des deux nuances pour les deux images étudiées.

Des études antérieures sur la caractérisation morphologique d'autres biphasés de même type tels que les biphasés Fe/Ag [2, 21] utilisent l'analyse morphologique [34] pour caractériser leur microstructure tridimensionnelle. Elles permettent de conclure sur le type de morphologie. Par similitude, on conclut que les morphologies étudiées ici sont de type inclusion/matrice où le nickel est en inclusion dans la phase argent.

TAB. 1.1 – Concentrations des 2 nuances

Concentration (%)	nuance 1	nuance 2
Nickel	76	62
Argent	24	38

FIG. 1.10 – Covariogramme 2D pour la microstructure 50 % -50 %,  $700\mu m \times 680\mu m$ 

Ces morphologies présentent une répartition aléatoire et isotrope des phases dans l'espace. Cette information se vérifie quantitativement en utilisant la covariance à deux points selon la méthode évoquée précédemment et décrite dans [21]. Ce caractère isotrope se traduit par une indépendance de la covariance en fonction de la direction. Une représentation spatiale dans le plan de cette grandeur pour l'image de la morphologie 50%-50% est présentée dans la figure 1.10 et montre bien une symétrie polaire. Ces covariogrammes et plus particulièrement sa représentation unidimensionnelle donnent la taille moyenne des inclusions de nickel : c'est la largeur du pic avant l'apparition du plateau. Pour les deux nuances étudiées, on l'estime à environ  $100\mu m$ .

Dans la suite de cette étude, les caractéristiques de la microstructure déterminées servent à établir des corrélations avec les phénomènes locaux observés et à expliquer leur origine, puisque leur existence est liée à cette microstructure.

## 1.2 Mise en évidence des bandes de localisation

### 1.2.1 Les essais mécaniques *in situ*

Les échantillons disponibles après compactage isostatique à chaud présentent des dimensions trop faibles pour qu'il soit possible d'en extraire des éprouvettes de traction *in situ*, comme celles présentées en annexe E. Ce sont des cylindres d'environ  $20mm$  de longueur et  $10mm$  de diamètre. Par conséquent, l'étude des bandes de localisation est menée pour une sollicitation de compression uniaxiale. Pour un tel essai mécanique, les dimensions des éprouvettes peuvent être plus faibles.

La réalisation d'un essai de compression uniaxiale est difficile en raison des frottements importants sur les surfaces d'appui des éprouvettes qui limitent, à ces endroits, la déformation transverse. Pour des essais macroscopiques, on obtient, après déformation, une géométrie d'éprouvette en forme



de tonneau et la sollicitation n'est pas pure. Pour une première réalisation d'un essai mécanique *in situ* de compression, des précautions particulières ont été prises pour limiter le frottement sur les faces d'appui. En conséquence, des géométries d'éprouvettes adaptées ont été choisies tout en autorisant l'observation au MEB de la distorsion de microgrilles placées à différents endroits sur une surface plane. Deux géométries d'éprouvette ont été testées.

La première est de forme parallélépipédique de section carrée de côté  $4\text{mm}$  (voir figure 1.11). Une

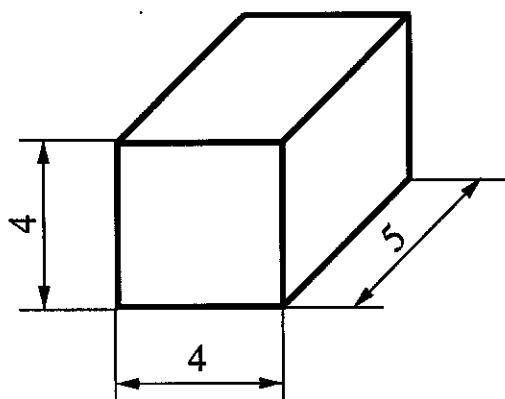


FIG. 1.11 – Première géométrie d'éprouvette

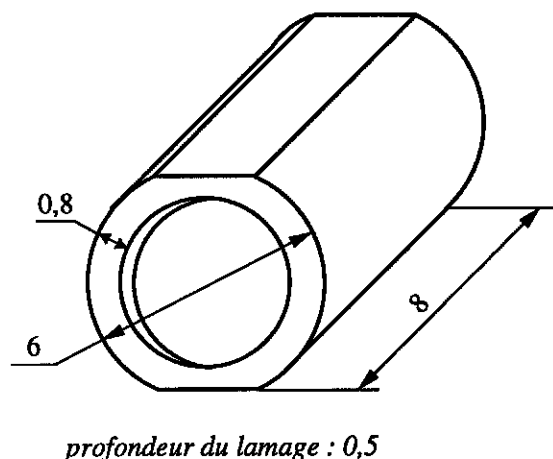


FIG. 1.12 – Deuxième géométrie d'éprouvette

longueur faible de l'ordre de  $5\text{mm}$  est choisie pour éviter le flambement. Etant données les faibles dimensions de la section ( $16\text{mm}^2$ ) et les faibles déformations à atteindre (inférieures à 10 %), aucune autre précaution n'est prise. Remarquons que ces faibles dimensions sont les limites acceptables pour la réalisation d'un essai correct, car l'installation d'une telle éprouvette est difficile; son centrage par rapport à l'axe de compression devient hasardeux. En plus, la surface utile d'observation est petite et n'autorise que l'utilisation de deux microgrilles de  $1\text{mm}^2$  en plus de la microgrille de référence.

La seconde a une géométrie cylindrique de taille plus importante (voir figure 1.12). Deux méplats sont usinés pour déposer les microgrilles sur des surfaces planes. Pour éviter les problèmes de frottement, un lamage d'une faible profondeur est réalisé à chaque extrémité du cylindre. La surface portante des extrémités est réduite à une couronne et chaque cavité est remplie de graisse pour transmettre les efforts de compression à l'éprouvette sans l'effondrement des couronnes d'appui. Ainsi, les actions mécaniques résultant du frottement sur cette faible surface deviennent négligeables. Le choix d'une géométrie en couronne et de ces dimensions (surface égale à  $13\text{mm}^2$ ) est guidé par une étude antérieure [94] pour des essais macroscopiques.

Les deux essais réalisés n'apportent pas des résultats satisfaisants. Dans le premier cas, malgré une surface de contact faible, on constate l'influence du frottement sur la géométrie finale des éprouvettes. Celles-ci ont bien une forme en tonneau, et on mesure une différence de  $0,18\text{mm}$  dans les dimensions des sections entre les extrémités et le milieu de l'échantillon pour le dernier état de déformation (10 %), soit une variation de la déformation transversale de plus de 100 %. De plus, les surfaces des extrémités, en raison de leur faible taille, ne garantissent pas l'alignement des axes de l'éprouvette et du chargement. Une des éprouvettes présente un léger biais dans sa géométrie.

La seconde géométrie engendre plus de complications qu'une réelle amélioration. Le frottement a disparu, mais les couronnes d'appui aux extrémités s'écrasent malgré le dispositif de lubrification à la graisse. Cet effondrement n'est pas uniforme et provoque un basculement de l'éprouvette et sa désorientation par rapport à l'axe de compression. L'usinage des lamages pour de telles dimensions est difficile à maîtriser et crée des défauts de coaxialité entraînant des couronnes d'épaisseur non

constante et donc des zones de moindre résistance. Ceci est encore plus critique avec la réalisation de méplats pour déposer les microgrilles. Par ailleurs, ce basculement a pour conséquence plus grave de libérer la graisse contenue dans les lamages, tout d'abord sur la grille de référence placée à une des extrémités, puis sur les microgrilles elles-mêmes. La rencontre du faisceau d'électrons avec la graisse provoque une pollution de la colonne optotronique du MEB, diminuant sa résolution et la qualité des images acquises. Après cet essai mécanique, un nettoyage complet de la colonne a été nécessaire.

Ces deux situations ne sont pas optimales et l'utilisation de graisse est à proscrire dans le cadre d'un essai mécanique *in situ* dans la chambre du MEB pour éviter toute contamination. A l'avenir, nous utiliserons une géométrie cylindrique plus simple proche de celle du deuxième cas, sans lamage pour assurer une bonne mise en position de l'éprouvette sur les plateaux de compression. On tentera de supprimer le frottement par l'utilisation de films de polytétrafluoréthylène (Téflon) interposés entre l'éprouvette et les plateaux. Avec un tel matériau, le coefficient de frottement diminue très fortement.

Pour l'ensemble de ces essais, deux microgrilles d'un millimètre carré chacune sont utilisées comme seul moyen d'extensométrie. Un extensomètre n'est pas utilisable pour des géométries si petites. Le collage d'une jauge sur la face opposée à celle où sont déposées les microgrilles est très difficile et n'a pas été tenté. La surface restante en dehors du voisinage des microgrilles est trop faible pour former une zone d'appui suffisante au collage de la jauge: un effort de pression non négligeable doit être appliqué sur celle-ci sans toucher les microgrilles. Les mesures de déformation sont réalisées à quatre états de 1 % à environ 10 %.

L'ensemble des paramètres des essais réalisés est disponible dans l'annexe D.

### 1.2.2 Les cartes de déformation

Les microgrilles d'or sont numérisées au grandissement 200 avec l'ancien système de numérisation pour le mode de résolution  $2960 \times 2220$  pixels. Les images sont formées à partir du signal des électrons secondaires. Ce système utilise le balayage analogique du MEB et le temps par ligne choisi s'élève à  $40ms$ . Cette valeur est le résultat du compromis entre le niveau de bruit dans l'image et son temps d'acquisition. Une telle image s'acquiert en une dizaine de minutes et couvre une zone d'un peu plus de  $0,2mm^2$ , pour une résolution locale du barreau de grille d'environ 3 pixels. Lors de la première série d'essais, une image par grille a été acquise. Ensuite, pour augmenter la représentativité statistique de la zone observée, quatre images par grille ont été enregistrées. On atteint ainsi, avec très peu de manipulations de juxtaposition des images, une investigation sur une zone presque représentative de la morphologie des phases déterminée dans la première section. Une grille de référence est également déposée à la surface de l'éprouvette, selon les modalités définies dans la première partie (Chapitre 2 section 2.2), pour contrôler les variations de grandissement. Elle est acquise avec la même résolution. Notons que l'ensemble des paramètres du MEB est optimisé à partir des procédures établies dans la première partie (Chapitre 2 section 2.3).

Le dépouillement de ces images est réalisé avec la méthode subpixel pour laquelle la transformation matérielle, décrivant la déformation du matériau, est approchée par une translation. On choisit d'utiliser une interpolation bilinéaire des niveaux de gris des images déformées. L'appariement des intersections de grilles homologues est effectué en utilisant un voisinage de  $30 \times 30$  pixels et les déformations locales sont calculées avec un schéma de dérivation discrète utilisant les quatre plus proches voisins. Les résultats obtenus sont corrigés des défauts géométriques homogènes (rapport de forme et angle de distorsion). Pour les deux essais, les cartes de déformation ne sont pas corrigées des variations de grandissement. En effet, dans le premier cas, le changement de géométrie de l'éprouvette lié au frottement a provoqué le basculement de la grille de référence entre les différents

états de déformation. Cette dernière n'étant plus dans le plan d'observation, l'évaluation de la variation de grandissement sur cette grille est biaisée, comme on peut le voir dans l'annexe E. Ce problème est discuté de manière quantitative dans le chapitre 2 (section 2.2) sur le contrôle des distorsions d'images. Pour le deuxième essai, la graisse a envahi dès le début du chargement la grille de référence, rendant impossible l'acquisition d'images sur cette zone.

Les deux microgrilles situées à des endroits différents ont donné les mêmes résultats en termes d'hétérogénéités et de valeurs moyennes. On présente ici les résultats du deuxième pas à 1,9 % de déformation pour le premier essai et la grille 1. La figure 1.13 présente la microstructure de la zone analysée à l'état initial, dont la taille est d'environ  $500\mu\text{m} \times 440\mu\text{m}$ . 8800 mesures ont été effectuées sur cette zone.

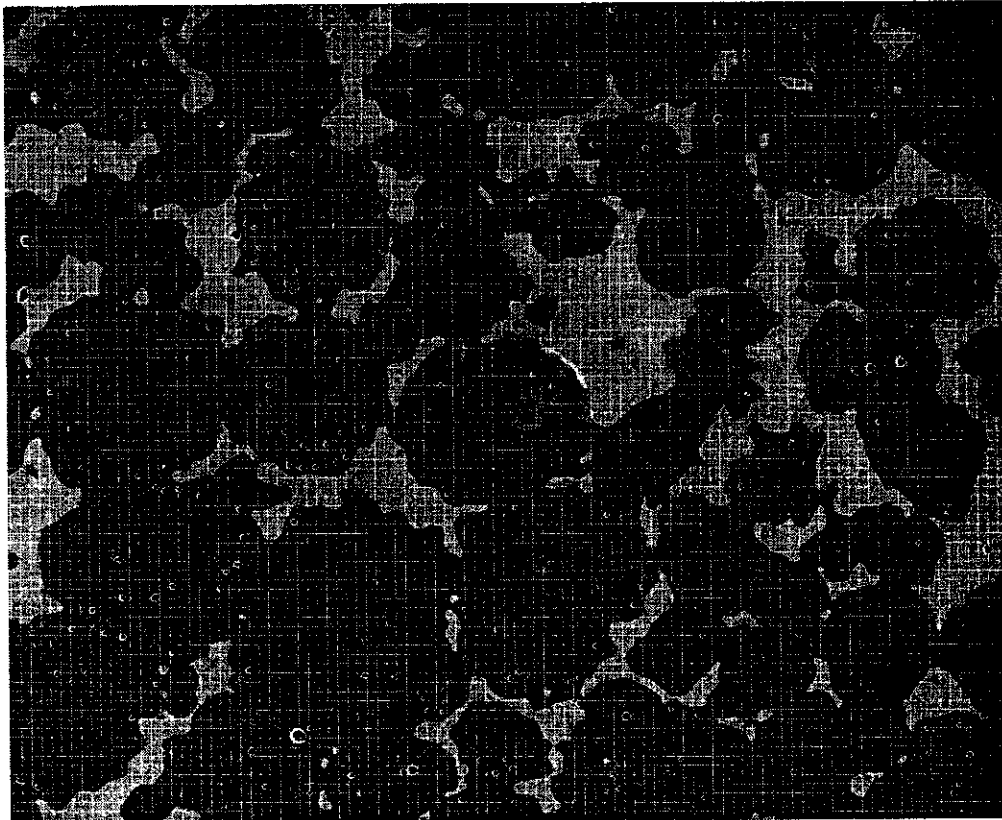


FIG. 1.13 – Zone analysée  $500\mu\text{m} \times 440\mu\text{m}$  : état non déformé

Les cartes des trois composantes planes du tenseur des déformations sont données dans les figures 1.14, 1.15 et 1.16 et celle de la déformation équivalente tridimensionnelle au sens de von Mises dans la figure 1.17. On note que pour toutes ces figures, la direction de compression est verticale.

Ces cartes de déformation montrent une répartition particulière de la déformation dans ce matériau hétérogène. La déformation se localise préférentiellement en bandes orientées à environ  $\pm 45$  degrés de la direction de sollicitation. Toutes les cartes font apparaître la même répartition de la déformation, sauf celle de la composante de cisaillement. Pour celle-ci, les hétérogénéités sont faibles et la localisation en bandes n'existe pas. Il ne faut pas malgré tout conclure que le phénomène de bandes a uniquement pour origine les déformations d'allongement. Il est connu que dans ces matériaux, pour de faibles déformations, les mécanismes locaux sont ceux de la plasticité et se manifestent par des glissements selon des plans particuliers. Chaque glissement lié à un cisaillement localisé provoque généralement une ligne de discontinuité dans le plan d'observation qui

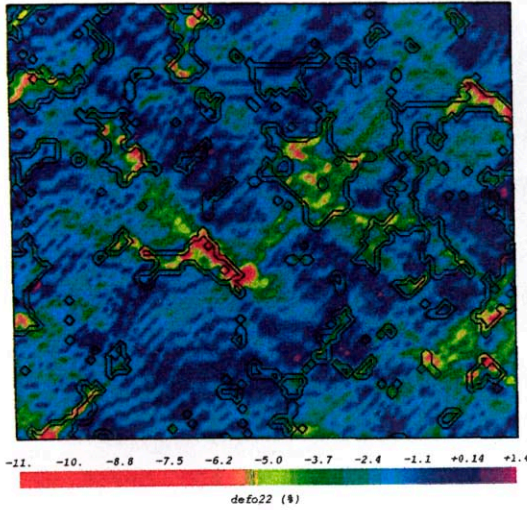


FIG. 1.14 – Carte de déformation à 1,9 % : déformation longitudinale

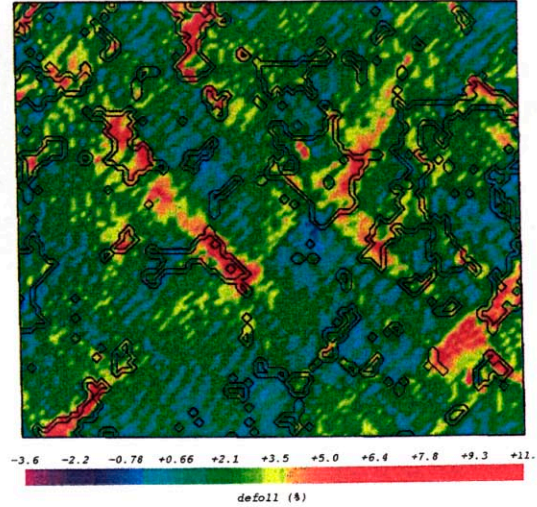


FIG. 1.15 – Carte de déformation à 1,9 % : déformation transverse

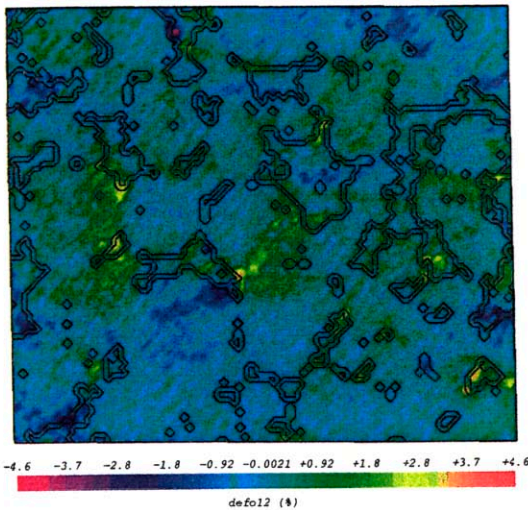


FIG. 1.16 – Carte de déformation à 1,9 % : cisaillement

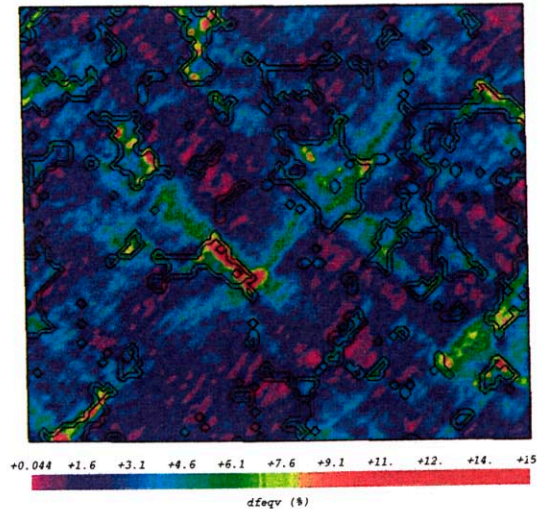


FIG. 1.17 – Carte de déformation à 1,9 % : déformation équivalente

ne peut pas être interprétée par une déformation continue de cisaillement. Comme la déformation est déterminée à partir d'une moyenne sur un domaine, cette discontinuité se traduit davantage par des déformations longitudinales et transversales. La technique de mesure actuelle n'est pas capable de rendre compte d'un phénomène très localisé isolé. Par contre, si ce phénomène se répète plusieurs fois sur le domaine de calcul de la déformation, il peut être vu comme une déformation continue et détectable. Tout dépend de la taille du domaine de mesure par rapport à celle des phénomènes et de l'état de déformation. Dans notre cas, la déformation est faible, la mesure est localisée sur quelques micromètres et les phénomènes sont isolés, donc difficilement mesurables. A la différence d'autres études pour d'autres matériaux élastoplastiques [66] où la déformation est plus importante (autour de 20 %) et où l'échelle de mesure locale s'élève à  $50\mu\text{m}$ , des bandes macroscopiques de cisaillement apparaissent et la déformation de cisaillement est mesurée dans ces zones.

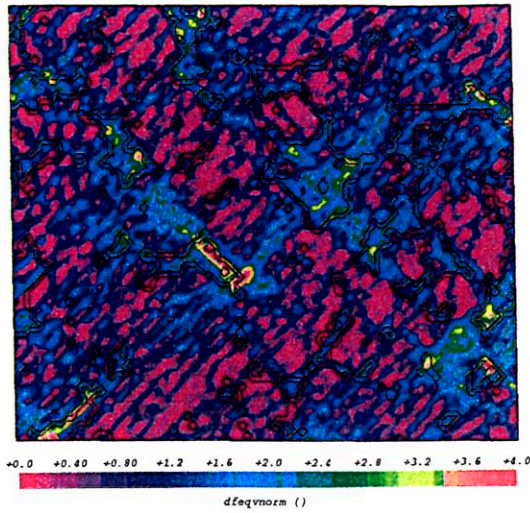


FIG. 1.18 – Carte de déformation à 0,8 % : déformation équivalente normalisée

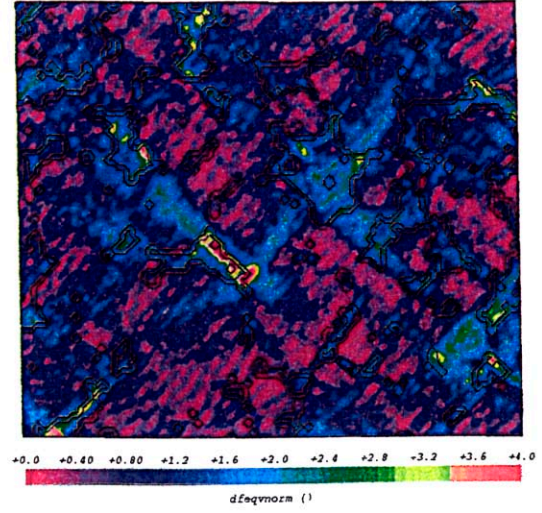


FIG. 1.19 – Carte de déformation à 1,9 % : déformation équivalente normalisée

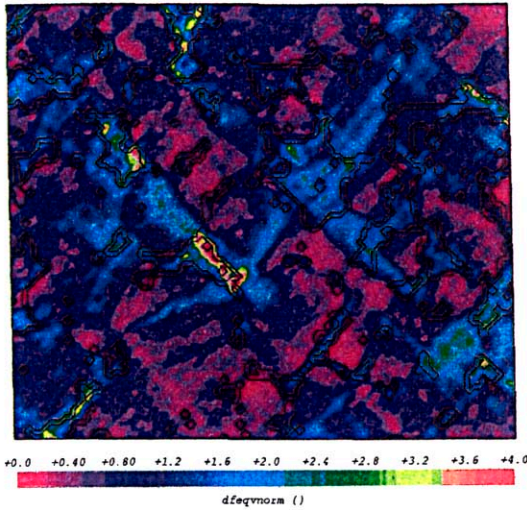


FIG. 1.20 – Carte de déformation à 4,3 % : déformation équivalente normalisée

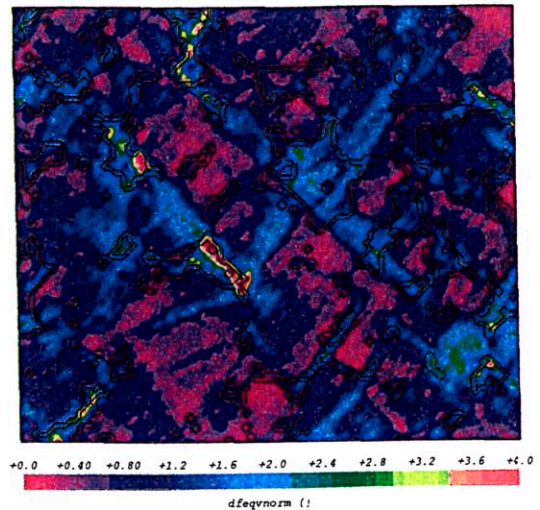


FIG. 1.21 – Carte de déformation à 8,6 % : déformation équivalente normalisée

L'évolution du motif d'hétérogénéité en fonction du chargement est observable sur les quatre figures (1.18, 1.19, 1.20 et 1.21). Elles représentent l'évolution de la déformation équivalente locale normalisée par la valeur macroscopique. Elles montrent que ce motif ne varie pas et qu'il est donc indépendant du chargement.

Pour expliquer ce phénomène, on peut avancer deux hypothèses. Premièrement, le chargement est proportionnel à l'échelle locale. Les hétérogénéités de contraintes liées aux incompatibilités de la microstructure apparaissent au tout début du chargement et conservent ensuite leurs directions principales, entraînant le même motif des déformations locales à chaque état de chargement. Deuxièmement, l'observation nous fournit uniquement le régime établi des mécanismes de déformations plastiques. Comme les hétérogénéités créées ont des intensités importantes, elles régissent à elles seules la déformation du matériau. Cette deuxième hypothèse est la plus probable.

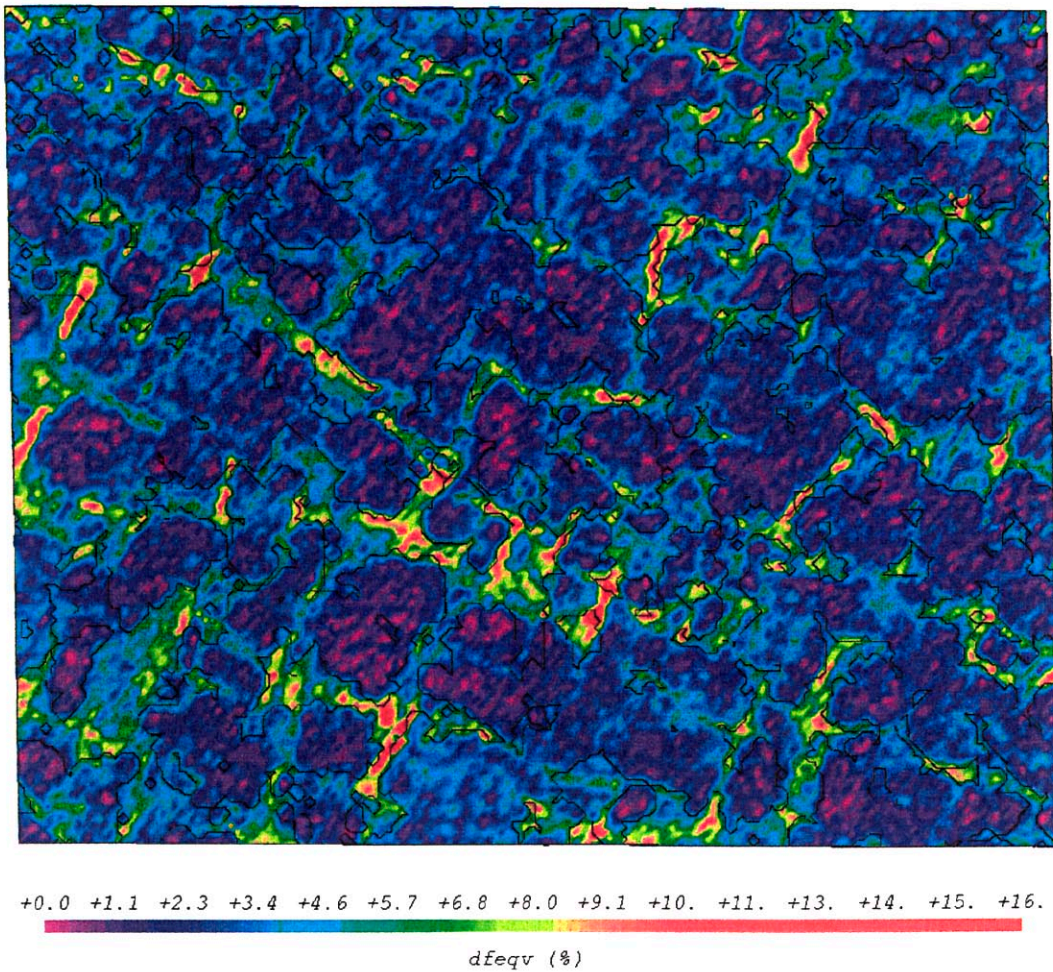


FIG. 1.22 – Carte de déformation à 4,2 % : déformation équivalente

Cela signifie que ces observations, même à faibles niveaux de déformation (autour de 1 % macroscopique), ne sont pas suffisantes pour appréhender la formation de ces bandes qui a lieu plus tôt au début de la plasticité du matériau. Bien que les premières cartes de déformation représentent l'entrée en plasticité macroscopique, les phénomènes à l'échelle locale sont à un stade beaucoup plus avancé et déjà établi.

Les résultats de la mesure du deuxième essai apportent une vision plus statistique du phénomène de bandes. Quatre images par grille sont analysées, soit un peu plus de 25000 mesures. La zone couverte par la carte représente  $915\mu m \times 705\mu m$ . On donne ici les résultats pour le second pas de déformation à environ 4,2 % de déformation macroscopique (voir figure 1.22).

Pour cette concentration différente, 50%-50%, on observe le même phénomène de localisation de la déformation en bandes et on peut remarquer que ces bandes ont une portée supérieure à la taille caractéristique de la microstructure (taille moyenne des inclusions  $100\mu m$ ) donnée par le covariogramme (voir figure 1.7). Ces bandes n'ont pas les mêmes orientations par rapport à l'axe de compression (vertical) que celles pour le premier essai. Cette différence s'explique par la désorientation, déjà mentionnée, de l'éprouvette par rapport à la direction de compression à cause de sa géométrie particulière. Notons que, sur toutes les cartes de déformations présentées dans cette section, le contour des phases est représenté en noir.

### 1.3 Influence du relief

L'observation des éprouvettes après déformation au microscope optique montre la présence d'un relief. Ce relief est lié à la déformation locale du matériau et son amplitude est fonction du niveau de déformation appliquée. Ce phénomène n'est pas pris en compte dans l'évaluation des déformations locales. En effet, la mesure s'effectue dans le plan de l'image numérique. Cette représentation est celle de la projection plane de la surface réelle. Ainsi, toute présence de relief de la surface observée modifie la position des intersections de grilles dans cette image en projection et donc les valeurs de déformations planes déterminées. Au niveau des expressions des composantes de la déformation, l'indétermination de la composante hors-plan du déplacement entre deux états de déformation se traduit par l'impossibilité de calculer les composantes planes du tenseur de Green-Lagrange (voir annexe A). Seules les composantes planes de la formulation linéarisée sont calculables. On comprend pourquoi cette formulation est rattachée aux petites perturbations, car celles-ci correspondent à un faible relief et la différence entre la surface réelle et la projection est négligeable. Le calcul des composantes planes du tenseur de déformation de Green-Lagrange n'est possible qu'en négligeant les variations des composantes planes du déplacement par rapport à l'altitude. La connaissance de la composante hors plan du déplacement permet uniquement une détermination des composantes planes du tenseur de déformation de Green-Lagrange. Les autres composantes restent indéterminées puisque la mesure s'effectue en surface.

Pour étudier l'influence du relief sur la mesure des déformations planes, il faut comparer les composantes planes du tenseur des déformations avec et sans la connaissance du relief.

Pour effectuer ces comparaisons, il est nécessaire de mesurer le relief et deux démarches peuvent être adoptées. La première consiste à utiliser la stéréoscopie. Elle a l'avantage de s'utiliser directement avec les images du MEB. Il suffit d'acquérir deux images d'un même état prises suivant deux incidences différentes et de mesurer les positions des intersections de grilles dans chaque image, par exemple avec la technique de mesure développée. Leur analyse avec une méthode de reconstruction stéréographique fournit le relief. L'association des deux techniques permet de combiner les mesures planes et hors plan du déplacement. Les développements rencontrés dans la littérature [5, 73, 81, 96] concernent les applications en optique. Ils sont associés à des problèmes mécaniques à plus grande échelle où le relief est plus important. Les applications directes avec des images du MEB sont très peu nombreuses et ne donnent pas encore de résultats satisfaisants pour la mesure de faible relief [103]. L'autre démarche consiste à mesurer le relief avec un autre moyen expérimental déconnecté de la mesure plane. Il se pose alors le problème du recalage spatial des deux informations qui n'est pas toujours facile à réaliser. De plus, une telle mesure n'est possible que dans un état relâché, pour permettre le démontage de l'éprouvette de la machine d'essai *in situ* et son transfert sur le système de mesure de relief. Pour cette étude, cette deuxième démarche a été choisie et pour l'échelle locale d'investigation, deux techniques s'imposent : la microscopie confocale à balayage laser et la microscopie à force atomique.

La collaboration avec l'équipe du MPA a permis d'entreprendre l'étude de faisabilité de mesure de relief avec ces deux techniques. Les tests de mesure du relief ont été réalisés sur le dernier échantillon testé pour le dernier stade de déformation (environ 10 %) à l'état détendu. A ce stade de déformation, l'effet de la partie élastique est négligeable sur l'amplitude du relief. L'étude en microscopie confocale à balayage laser a fait l'objet d'un stage étudiant (niveau ingénieur) de plusieurs mois au MPA dont l'ensemble des résultats est présenté dans [132]. Elle permet de montrer que cette mesure n'est pas assez précise pour une évaluation fine du relief présent sur notre échantillon.

La seconde technique de mesure par microscopie à force atomique s'est avérée plus performante. Sa résolution de l'ordre de quelques nanomètres est suffisante pour la mesure du relief présent sur l'échantillon déformé. Les dimensions des zones analysées sont au maximum égales à  $150\mu\text{m} \times 150\mu\text{m}$ . On présente les résultats d'une investigation sur trois zones prises dans un même voisinage

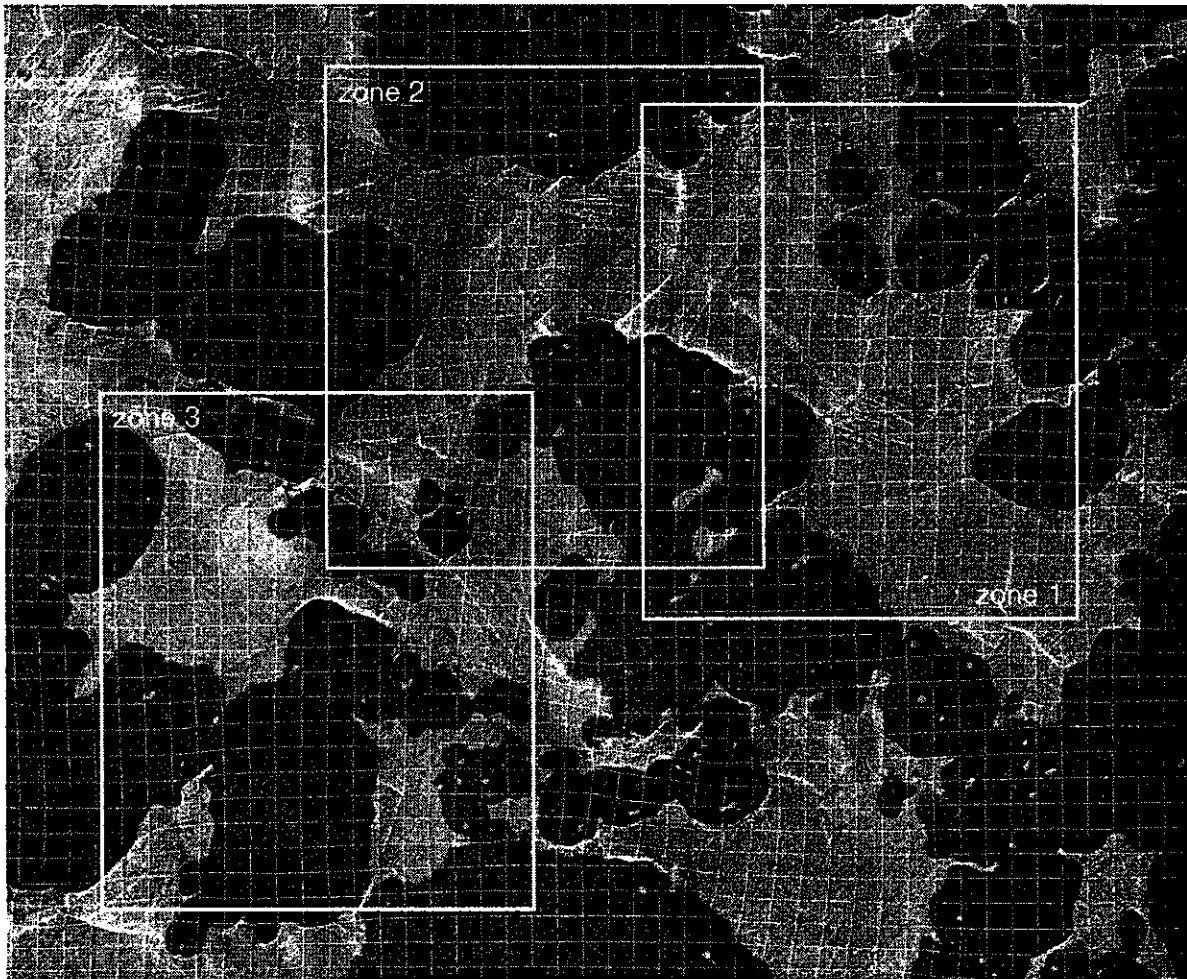


FIG. 1.23 – Zone analysée à 8,4 % de déformation

où les hétérogénéités de déformation sont importantes. L'image 1.23 à l'état déformé (8,4 %) montre la localisation des différentes zones de mesure et la figure 1.24 la carte de déformation de cette même zone. Les figures 1.25 à 1.30 fournissent les résultats de la mesure du relief. Les trois reliefs obtenus sont présentés sous deux formes : une visualisation plane par ombrage et une représentation tridimensionnelle.

Dans notre cas, les deux représentations sont utiles pour effectuer les corrélations avec la microstructure et la déformation de la grille. Notons d'emblée que les images présentent une distorsion artificielle au début de l'image, n'ayant aucun lien avec le relief réel. La taille des zones de mesure étant faible, il est difficile de réaliser une mesure complète sur une zone représentative. Nous limitons notre comparaison à quelques zones de taille plus faible. Cette étude montre une corrélation entre les déformations planes et le relief. Les zones qui sont le siège de fortes déformations planes sont aussi celles où le relief est le plus important. Le calcul des composantes planes du tenseur des déformations prenant en compte le relief suit la même démarche que le calcul approché [3, 21]. Le champ de déplacement n'étant connu que de manière discrète en des points isolés, le gradient local en un de ces points est estimé par le gradient moyen sur un petit volume de la configuration initiale autour de ce point. Ce petit volume est un cylindre d'axe perpendiculaire à la surface initiale de l'éprouvette, d'épaisseur  $e$  petite et avec une base polygonale  $\Sigma$  dont les sommets sont les points voisins. En supposant que la surface initiale de l'éprouvette est parfaitement plane et perpendiculaire à l'axe optique Z du MEB et en faisant tendre  $e$  vers 0, on obtient les composantes du tenseur



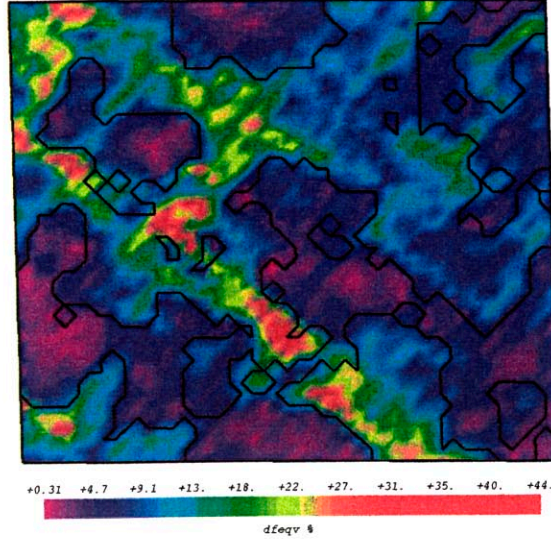


FIG. 1.24 – Carte de déformation à 8,4 % : déformation équivalente

gradient de transformation  $\mathbb{F}$  :

$$F_{ij} = \frac{1}{S_{\Sigma}} \left( \int_{\partial \Sigma} x_i \nu_j dl + \frac{\partial \int_{\Sigma} x_i ds}{\partial Z} (e_z)_j \right) \quad (1.1)$$

où

- $S_{\Sigma}$  est l'aire de la surface  $\Sigma$ ,
- $\partial \Sigma$  la frontière de  $\Sigma$ ,
- $x_i$  les composantes de la position  $\underline{x}$  d'un point matériel dans la configuration déformée.
- $\nu_j$  les composantes de la normale sortante à  $\Sigma$ .

Comme pour le calcul approché, le terme  $\frac{\partial \int_{\Sigma} x_i ds}{\partial Z}$  est indéterminé puisqu'il nécessite une mesure dans la profondeur de l'éprouvette. Les composantes  $F_{i3}$  sont alors inconnues ( $(e_z)_j \neq 0$  pour  $j = 3$ ). La connaissance du relief permet de calculer les deux composantes supplémentaires  $F_{31}$  et  $F_{32}$  à partir d'expressions similaires à celles pour le calcul des composantes planes du gradient :

$$F_{3j} = \frac{1}{S_{\Sigma}} \int_{\partial \Sigma} x_3 \nu_j dl \text{ pour } j = 1 \text{ ou } 2. \quad (1.2)$$

Remarquons que  $x_3$  est la position d'un point de la surface initiale plane dans la situation déformée. C'est donc directement l'amplitude du relief mesurée en ce point.

Pour la forme polygonale du domaine d'intégration, on calcule de la même manière ces deux composantes, en supposant que le déplacement varie linéairement entre deux points adjacents formant le contour du domaine et en choisissant de numérotter les points dans le sens trigonométrique :

$$F_{31} = \frac{1}{2S_{\Sigma}} \sum_{n=1}^N x_3^n (X_2^{n+1} - X_2^{n-1}) \quad (1.3)$$

$$F_{32} = \frac{1}{2S_{\Sigma}} \sum_{n=1}^N -x_3^n (X_1^{n+1} - X_1^{n-1}) \quad (1.4)$$

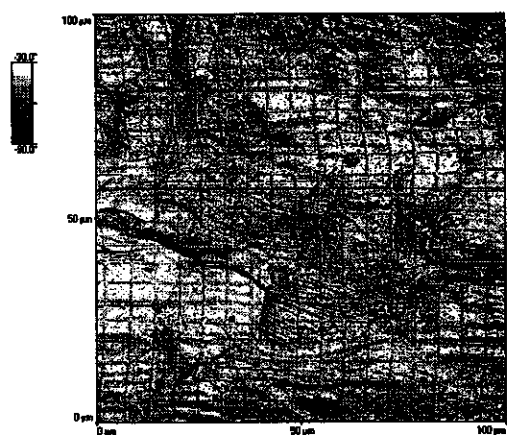


FIG. 1.25 - Visualisation du relief par ombrage : zone 1

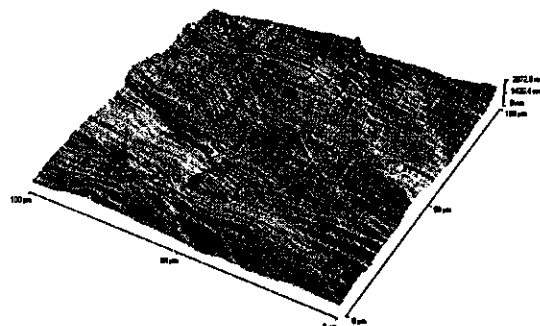


FIG. 1.26 - Visualisation 3D du relief : zone 1

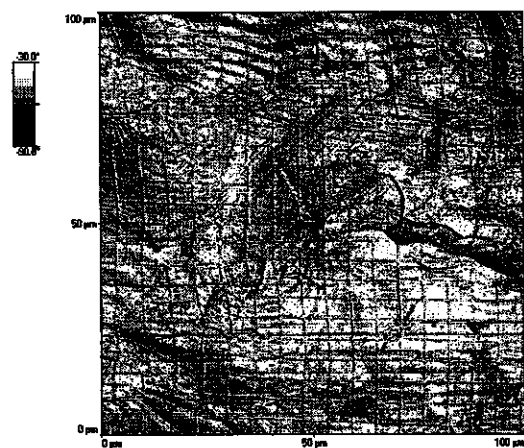


FIG. 1.27 - Visualisation du relief par ombrage : zone 2

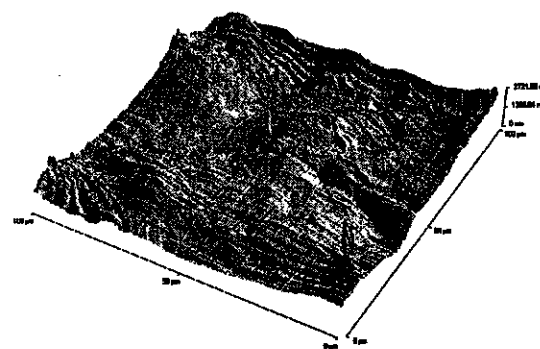


FIG. 1.28 - Visualisation 3D du relief : zone 2

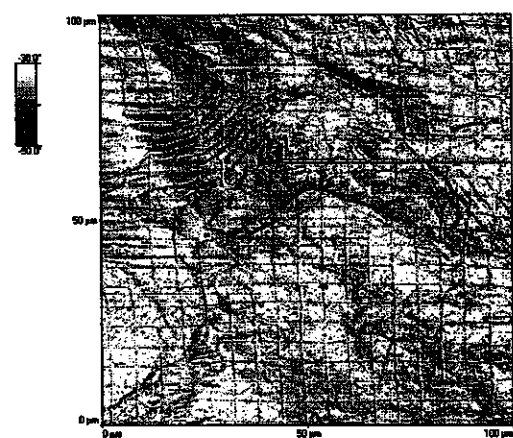


FIG. 1.29 - Visualisation du relief par ombrage : zone 3

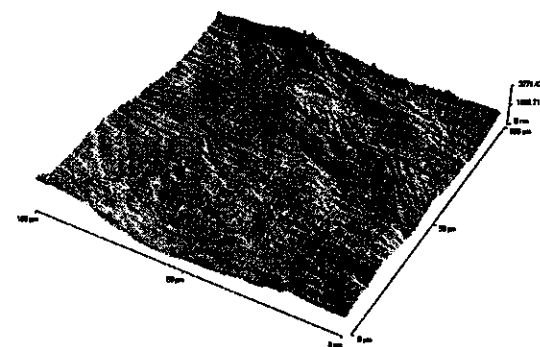


FIG. 1.30 - Visualisation 3D du relief : zone 3

avec

- $N$  le nombre de points sur le contour  $\partial \Sigma$ ,
- $x_i^n$  la composante  $i$  de  $\underline{x}^n$  la position du  $n^{\text{ème}}$  point dans la configuration déformée,
- $X_j^n$  la composante  $j$  de  $\underline{X}^n$  la position du  $n^{\text{ème}}$  point dans la configuration initiale avec les conventions  $\underline{X}^0 = \underline{X}^N$  et  $\underline{X}^{N+1} = \underline{X}^1$ .
- $S_\Sigma = \frac{1}{2} \sum_{n=1}^N \begin{vmatrix} X_1^n & X_1^{n+1} \\ X_2^n & X_2^{n+1} \end{vmatrix}$ .

Ces nouvelles expressions s'uniformisent avec celles connues des composantes planes et suffisent à calculer rigoureusement les composantes planes du tenseur moyen de déformation de Green-Lagrange à partir de l'expression suivante :

$$\mathbb{E} = \frac{1}{2} (\mathbb{F}^T \cdot \mathbb{F} - \mathbb{I}). \quad (1.5)$$

$E_{11}$  s'exprime alors  $F_{11}^2 + F_{21}^2 + F_{31}^2 - 1$  au lieu de  $F_{11}^2 + F_{21}^2 - 1$

Remarquons que l'incertitude de mesure sur la détermination des composantes locales  $F_{31}$  et  $F_{32}$  est du même ordre de grandeur que celle sur la détermination des composantes planes (voir partie 1 chapitre 1 section 1.1.7). Cette incertitude se calcule de la même manière que pour les composantes planes d'après la similitude de leurs expressions (voir annexe A). Pour un domaine d'intégration formé des quatre plus proches points voisins d'une grille d'un pas de  $a = 5\mu m$ , cette erreur est égale à  $\sigma_3/\sqrt{2}a$ . Pour une incertitude sur la mesure du relief  $\sigma_3$  qui est estimée à une dizaine de nanomètres, on obtient une erreur sur la détermination de  $F_{31}$  et  $F_{32}$  de l'ordre de quelques  $10^{-3}$ .

La pertinence de la prise en compte du relief dans le calcul des composantes planes de la déformation est évaluée par comparaison des cartes de déformation avec ou sans relief. Quelques développements informatiques ont été nécessaires à partir des programmes antérieures pour intégrer les expressions précédentes et obtenir un calcul tridimensionnel des composantes planes de la déformation. La comparaison est menée sur la zone 3. Les cartes de déformation des deux situations sont très semblables et les différences sont insignifiantes avec l'échelle de couleur employée. De manière quantitative, la comparaison des deux ensembles de valeurs en chaque point montre que les différences sont très faibles. Par exemple, la figure 1.31 donne l'histogramme des erreurs relatives  $(\Delta\varepsilon/\varepsilon)$  sur les valeurs de la déformation équivalente entre les situations 3D et 2D. Celles-ci sont au maximum égales à 5 % en valeur absolue et la majorité des valeurs a une intensité égale ou inférieure à 2 % en valeur absolue. Ces erreurs sont négligeables par rapport aux valeurs de déformation et aux erreurs de mesure mentionnées dans la partie 1 (voir chapitre 2).

Le relief peut être négligé dans l'étude du comportement de ce biphasé et même pour des déformations moyennes (ici jusqu'à 8,4 %). On rappelle que l'apparition du relief est conditionnée par le niveau de déformation subi : plus l'échantillon est déformé et plus l'amplitude du relief est importante. La comparaison pour ce matériau à 8,4 % de déformation macroscopique constitue une limite qui prouve que le relief est encore plus négligeable à plus faible déformation. Donc le calcul approché des composantes planes de la déformation de Green-Lagrange est suffisant pour une évaluation précise. La mesure expérimentale est simplifiée, en l'absence de l'obligation de mesure de relief, et est limitée à une détermination dans le plan de projection de l'image numérique.

Cette étude sur l'influence du relief pour ce biphasé peut certainement être extrapolée pour l'étude d'autres matériaux hétérogènes ne montrant pas l'apparition d'un relief très important à faibles déformations. Par exemple, le polycristal de zirconium étudié dans le chapitre suivant montre un relief d'amplitude similaire au biphasé Ni/Ag, si bien que la même conclusion sur la prise en compte du relief peut être énoncée. De manière générale, on peut dire en première approche que le relief est négligeable pour une déformation macroscopique qui n'excède pas 10 % ou pour un relief d'amplitude inférieure à 3 à 4  $\mu m$ .

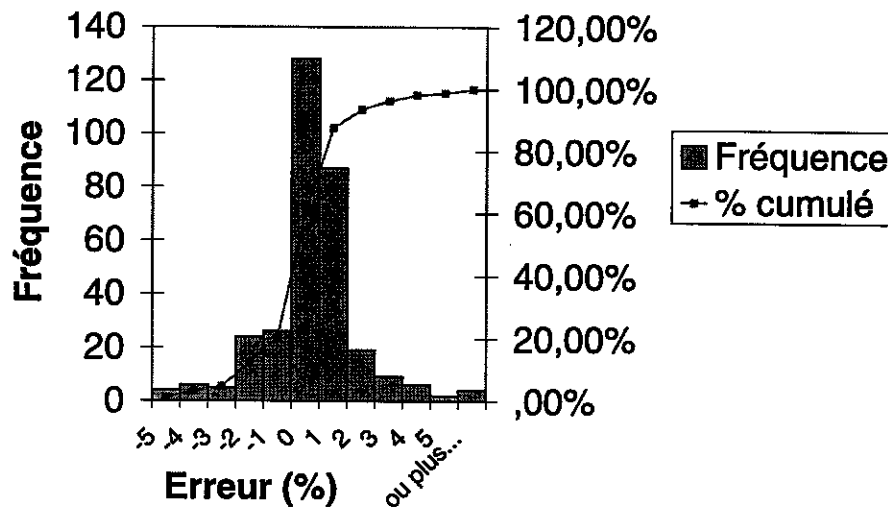


FIG. 1.31 - Comparaison 2D/3D : déformation équivalente

## 1.4 Caractérisation des bandes

Nous venons de mettre en évidence l'apparition de bandes de localisation dans les biphasés Ni/Ag de manière qualitative. Nous avons également recueilli quelques unes de leurs caractéristiques. Dans l'optique d'une démarche scientifique objective, il est nécessaire de définir une stratégie plus rigoureuse de caractérisation de ces bandes.

### 1.4.1 Critère d'existence

Le premier problème à résoudre est celui de leur existence. Afin d'éviter les ambiguïtés, il est nécessaire de définir un critère pour déterminer la présence de ces bandes. A cette fin, on se propose d'utiliser les données quantitatives des cartes de déformation. Les représentations caractérisant le mieux les bandes sont les cartes de la déformation équivalente et de la déformation équivalente normalisée, car elles cumulent en chaque point les effets de chaque direction. On choisit dans la suite de raisonner sur la carte de la déformation équivalente. Prenons l'exemple de la carte à l'état 2 présentée à la figure 1.17. Le problème consiste à trouver un moyen pour extraire l'information des hétérogénéités de déformation et à la traiter pour faire apparaître ses caractéristiques.

La première étape est l'extraction de l'information des hétérogénéités. Il faut isoler les zones les plus déformées du reste de la carte. On doit alors définir un seuil sur les valeurs de déformation équivalente. Pour cela, traçons la fonction de distribution de ces valeurs. Sa représentation sous forme d'histogramme est donnée dans la figure 1.32. Le choix du seuil est difficile et une solution consiste à prendre la valeur de la déformation équivalente qui découpe l'histogramme en deux zones de surfaces égales. Cela revient à séparer la carte en deux zones d'aires égales. Dans notre cas, on obtient un seuil autour de 2,65 %. Un seuillage de la carte de déformation permet d'obtenir une image binaire séparant les bandes du reste. Cette image est ensuite traitée (dilatation et érosion) avec un logiciel de traitement d'images, pour faire disparaître les pixels noirs ou blancs isolés.

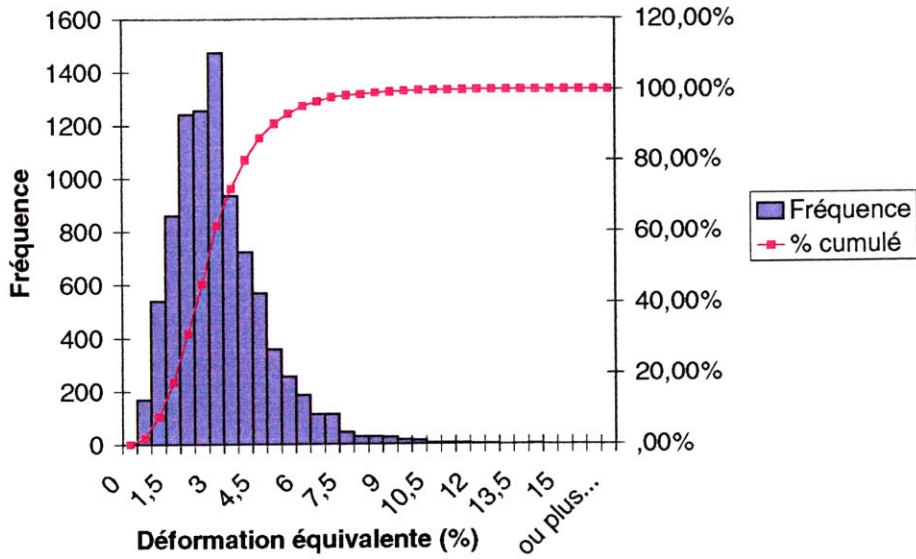


FIG. 1.32 – Histogramme des déformations équivalentes : grille 1, état 2

On présente dans la figure 1.33 cette image traitée. Les pixels blancs correspondent aux bandes de localisation. En extrayant les contours dans cette image et en les superposant à la carte de déformation, on constate que ce critère isole, au moins au premier ordre, le motif des bandes (voir figure 1.34). La définition de ce seuil est simple mais sa validité n'est peut-être pas garantie dans



FIG. 1.33 – Image binaire des bandes

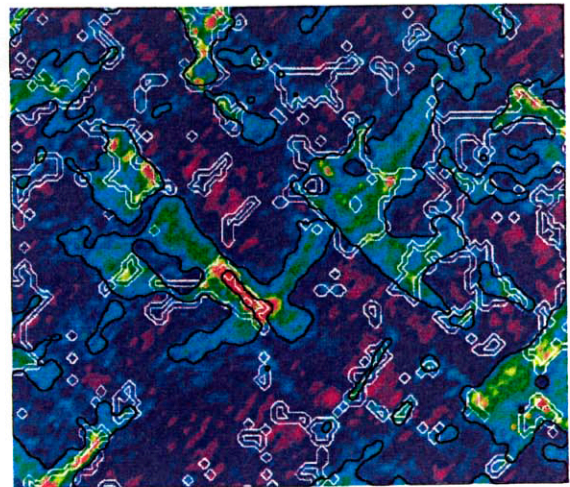


FIG. 1.34 – Superposition des contours

tous les cas. On pense, en particulier, aux situations où les hétérogénéités sont très localisées. La forme de ces bandes est alors très fine et un découpage en deux zones de surfaces égales n'est peut-être pas optimal. On risque de perdre plus que l'information de ces bandes. Un découpage 70 % - 30 % est peut-être plus pertinent. La validité de ce critère reste à définir avec les études futures.

Le deuxième problème consiste à mettre en évidence la répartition particulière de la déformation en bandes. On utilise pour cela l'image binaire obtenue. La covariance à deux points sur cette image permet de mettre en évidence les corrélations à différentes distances, comme pour l'estimation de la taille du volume élémentaire morphologique [21]. On construit la représentation spatiale du covariogramme que l'on donne dans la figure 1.35.

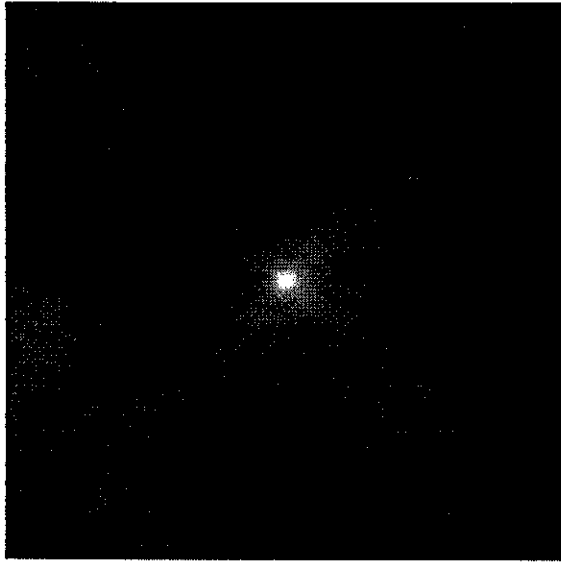


FIG. 1.35 – Représentation spatiale de la covariance ( $\pm 160\mu m$ )

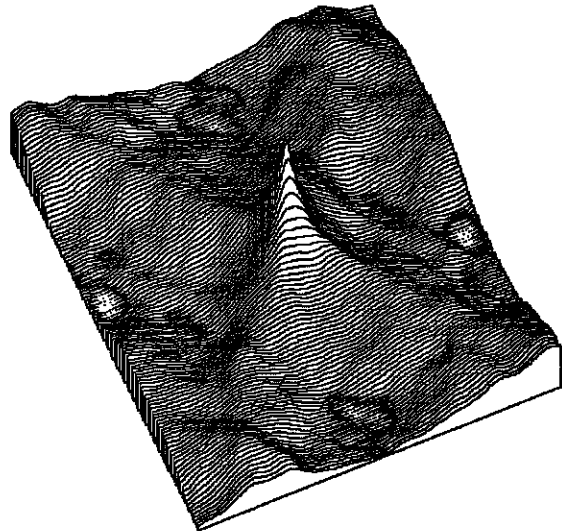


FIG. 1.36 – Profil de la surface

Cette image est obtenue pour une portée de  $\pm 160\mu m$ . Une représentation en faux relief est proposée en figure 1.36.

Cette image fait apparaître un motif qui montre que la déformation ne se répartit pas de manière aléatoire. Ce motif en croix témoigne d'une répartition en bandes suivant deux directions : les corrélations dans ces deux directions sont plus importantes et ceci quelle que soit la distance. Ceci prouve alors objectivement l'existence du phénomène. Il donne également la vision de la géométrie moyenne des bandes dont on peut extraire les caractéristiques.

#### 1.4.2 Caractéristiques géométriques des bandes

Comme on vient de le souligner, l'image précédente fournit les caractéristiques géométriques moyennes des bandes (voir figure 1.35). Remarquons que les valeurs de ces caractéristiques sont tributaires du choix de la valeur du seuil du critère d'existence. Cependant, les différences possibles d'une valeur à une autre sont faibles si l'ensemble de ces critères isole correctement les bandes en première approximation. L'ordre de grandeur des valeurs des caractéristiques est alors conservé dans tous les cas. De plus, comme ces valeurs ont une signification moyenne, il n'est pas utile de les déterminer précisément, leur ordre de grandeur étant suffisant.

Les bandes présentent une géométrie bien rectiligne. Pour le critère considéré ici, leur épaisseur moyenne est de l'ordre de  $20\mu m$ . Remarquons que cette valeur est liée à la taille caractéristique du domaine d'intégration ( $10\mu m$  ici) utilisé pour calculer les déformations. Le phénomène physique observé est alors moyenné sur cette base de mesure. Si son épaisseur est inférieure à cette longueur, son influence s'étale sur deux fois la base de mesure, comme on le remarque ici. Il est alors certain que la taille réelle des bandes est inférieure, elles peuvent même être d'épaisseur nulle si elles

ont pour origine des glissements plastiques. L'exploitation des valeurs avec le plus petit domaine d'intégration ne suffit pas.

Ces bandes semblent relever d'un processus d'une échelle supérieure à la taille de l'image analysée : elles s'alignent suivant deux directions particulières  $\pm 45$  degrés par rapport à la direction de compression qui est verticale. Ces valeurs sont celles classiquement observées dans la littérature [21, 116, 52, 114] pour des déformations macroscopiques plus importantes. De plus, l'analyse des profils de la covariance extraits de l'image de la figure 1.35 montre que les bandes ont une portée supérieure à la taille de l'image analysée. La figure 1.37 donne les quatre profils principaux du motif

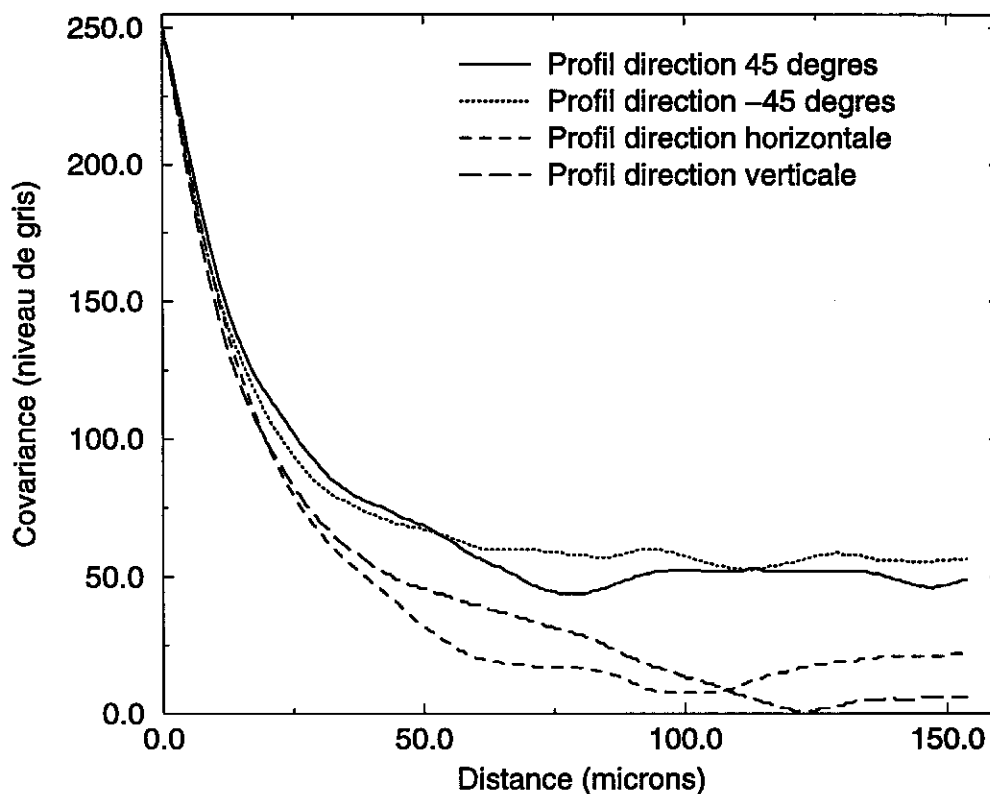


FIG. 1.37 - Comparaison des différents profils

moyen des bandes :

- les profils suivant les bandes, à  $\pm 45$  degrés par rapport à la direction de compression verticale
- les profils horizontal et vertical.

Les profils suivant les bandes présentent, après la décroissance du pic central, un palier plus haut que celui des profils horizontal et vertical. Cela montre l'existence d'une corrélation à longue portée pour ces bandes. Remarquons que le profil horizontal présente une décroissance de la covariance légèrement plus rapide que celle du profil vertical. Cette absence de symétrie entre ces deux directions ne trouve pas d'explication avec les éléments de cette étude. Elle constitue peut-être une particularité non représentative du phénomène physique global étudié. Son existence sera confirmée avec les études futures.

Cette démarche fournit un outil efficace de caractérisation de ces motifs de localisation. Elle met en évidence quantitativement un certain nombre de caractéristiques de ces bandes. Cependant, une investigation sur une portée encore plus grande est nécessaire pour confirmer l'existence de la tendance macroscopique à longue portée. Cette étude est réalisable sur une grille entière en utilisant

quatre images juxtaposées. L'exploitation du deuxième essai n'est pas possible à cause des défauts déjà évoqués.

En conclusion, les bandes de localisation dans les biphasés ont des caractéristiques moyennes bien marquées : une direction particulière à 45 degrés de part et d'autre de la direction de compression, une portée supérieure à la taille caractéristique de la microstructure ( $100\mu m$ ) et une épaisseur inférieure à  $20\mu m$ . Leur orientation semble ignorer la microstructure. Ces bandes semblent être contrôlées par un mécanisme global à l'échelle macroscopique. Leur orientation à 45 degrés est à rapprocher d'un mécanisme de plasticité isotrope pour lequel une sollicitation uniaxiale de compression engendre par cission maximale des bandes infinies à  $\pm 45$  degrés. Avec cette hypothèse, il paraît surprenant que ce phénomène soit indépendant de la microstructure. Dans ce cas, la microstructure devrait fixer au moins la position des bandes aux endroits les moins résistants, comme pour les biphasés. A ce stade, il est indispensable d'établir comment la microstructure agit sur le phénomène de bandes de localisation. Cet aspect constitue le développement de la section 1.5.

### 1.4.3 Répartition de la déformation dans les bandes

A partir des valeurs des déformations locales mesurées, on est capable de quantifier le niveau de répartition de la déformation macroscopique dans les bandes. Cet indicateur permet de savoir si la déformation se concentre au niveau des bandes. S'il en est ainsi, on peut affirmer que ces bandes gouvernent la déformation macroscopique du matériau. Pour calculer cet indicateur, il faut utiliser les données numériques de l'histogramme des déformations équivalentes (figure 1.32). Pour chaque valeur de déformation équivalente  $\epsilon_{eq}$ , on connaît sa proportion surfacique  $f$  pour la zone analysée. On a déterminé pour le critère d'existence un seuil  $\epsilon_0$  qui sépare l'histogramme en deux parties égales, sur la carte de déformation, les bandes de localisation du reste. Si on calcule les deux intégrales de l'équation 1.6, elles donnent la déformation équivalente moyenne pondérée en surface, respectivement pour les parties moins déformées et les bandes.

$$\int_0^{\epsilon_0} f \epsilon d\epsilon \text{ et } \int_{\epsilon_0}^{\infty} f \epsilon d\epsilon \quad (1.6)$$

Leur somme donne la déformation équivalente moyenne soit, pour une surface représentative, la valeur macroscopique. On calcule ces intégrales en les approchant par des sommes finies sur les valeurs moyennes  $\epsilon_i$  de chaque classe (voir équation 1.7), la classe du seuil ayant le numéro  $n_0$ .  $f_i$  correspond à la fréquence de la classe  $i$ .

$$\int_0^{\epsilon_0} f \epsilon d\epsilon = \sum_{i=1}^{n_0} f_i \epsilon_i \text{ et } \int_{\epsilon_0}^{\infty} f \epsilon d\epsilon = \sum_{i=n_0+1}^{n_{max}} f_i \epsilon_i \quad (1.7)$$

Pour le deuxième pas étudié, la déformation équivalente macroscopique est égale à 2,9 % et la contribution des bandes s'élève à 2 %. Ainsi les bandes de localisation représentent 70 % de la déformation macroscopique imposée. Comme le motif de bandes se conserve aux différents états de déformation, cette proportion n'évolue pas. Cela confirme l'idée que ces mécanismes de bandes une fois apparus absorbent la grande majorité de la déformation imposée.

## 1.5 Corrélation avec la microstructure

La mise en évidence des bandes de localisation et leur caractérisation suggèrent que ces bandes relèvent d'un phénomène macroscopique à longue portée semblant ignorer la microstructure. Ce phénomène s'apparente à un mécanisme de plasticité isotrope régi par la cission maximale pour une



compression uniaxiale. Ce critère plastique met en place des lignes de cisaillement à  $\pm 45$  degrés par rapport à la direction de sollicitation. Avec cette hypothèse, la microstructure semble jouer un moindre rôle. Recherchons maintenant s'il en est réellement ainsi, d'une part en corrélant la microstructure avec les cartes de déformation obtenues et d'autre part en discutant les résultats d'un modèle de prévision simple basé sur la répartition morphologique des phases.

### 1.5.1 Les cartes de déformation

Sur les cartes de déformation précédentes, le contour des phases est représenté. La corrélation entre hétérogénéités de déformation et microstructure est immédiate. Les bandes de localisation traversent préférentiellement la phase molle, l'Argent. La microstructure et les bandes semblent liées : leur position est imposée par la microstructure, mais leur direction est *a priori* indépendante.

L'attribution d'une phase à chaque point de mesure permet de calculer les déformations moyennes par phase à partir de leur contour selon les mêmes procédures que pour les déformations moyennes sur la zone analysée. L'analyse de leurs valeurs confirme l'hypothèse que la déformation se localise préférentiellement dans l'Argent pour tous les stades de déformation, comme on peut le voir sur la figure 1.38. Elle présente l'évolution des déformations moyennes longitudinales dans

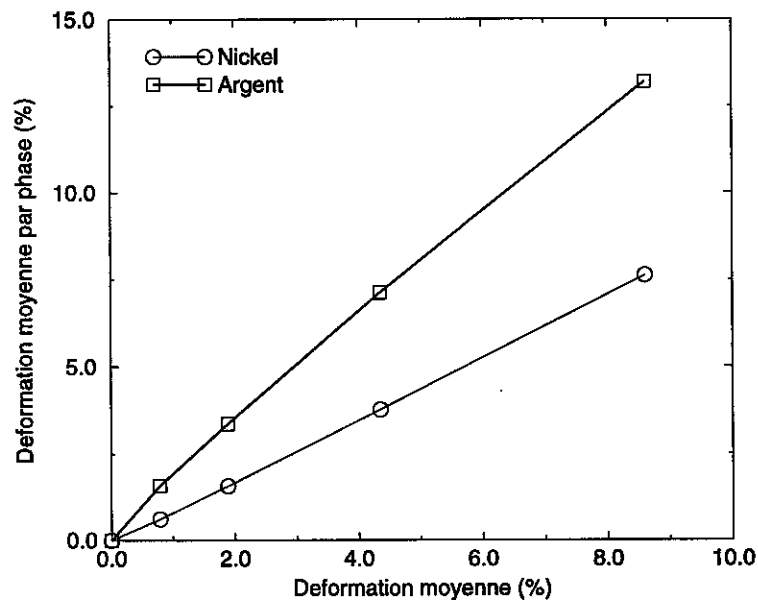


FIG. 1.38 – Evolution de la déformation longitudinale moyenne par phase

chaque phase en fonction de la déformation moyenne sur la zone analysée pour le premier essai. En comparant les pentes de ces deux courbes, on retrouve le taux de localisation de la déformation dans les bandes.

### 1.5.2 Modèle de prévision

Montrons que la morphologie microstructurale guide la position des bandes sur une zone donnée. A cette fin, un critère géométrique est construit, capable à lui seul de prévoir l'existence de ces bandes.

Ce critère s'appuie sur le traitement de l'image binaire de la microstructure de la zone étudiée. On présente ce traitement pour la première microstructure étudiée (voir figure 1.13) dont la carte des

déformations équivalentes est en figure 1.17. Si l'on suppose que les bandes sont liées au phénomène macroscopique énoncé précédemment, elles apparaissent sur des lignes à  $\pm 45$  degrés par rapport à la verticale, la direction de sollicitation. Logiquement, leur position est déterminée par la microstructure aux endroits de plus faible résistance, sur les lignes où la proportion de phase molle (l'argent) traversée est la plus élevée. A partir de ce raisonnement, on peut construire un modèle de prévision des bandes de localisation sur une zone donnée. Il faut évaluer en chaque point de la microstructure la proportion de phase molle traversée suivant deux lignes à 45 degrés. Le caractère infini des bandes est donné par une pondération exponentielle fonction de la distance au point analysé, représentée en figure 1.39.

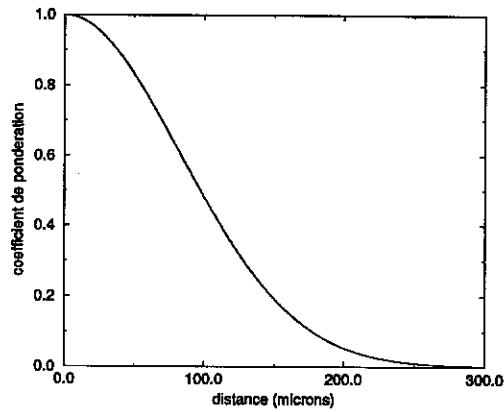


FIG. 1.39 - *Pondération exponentielle*

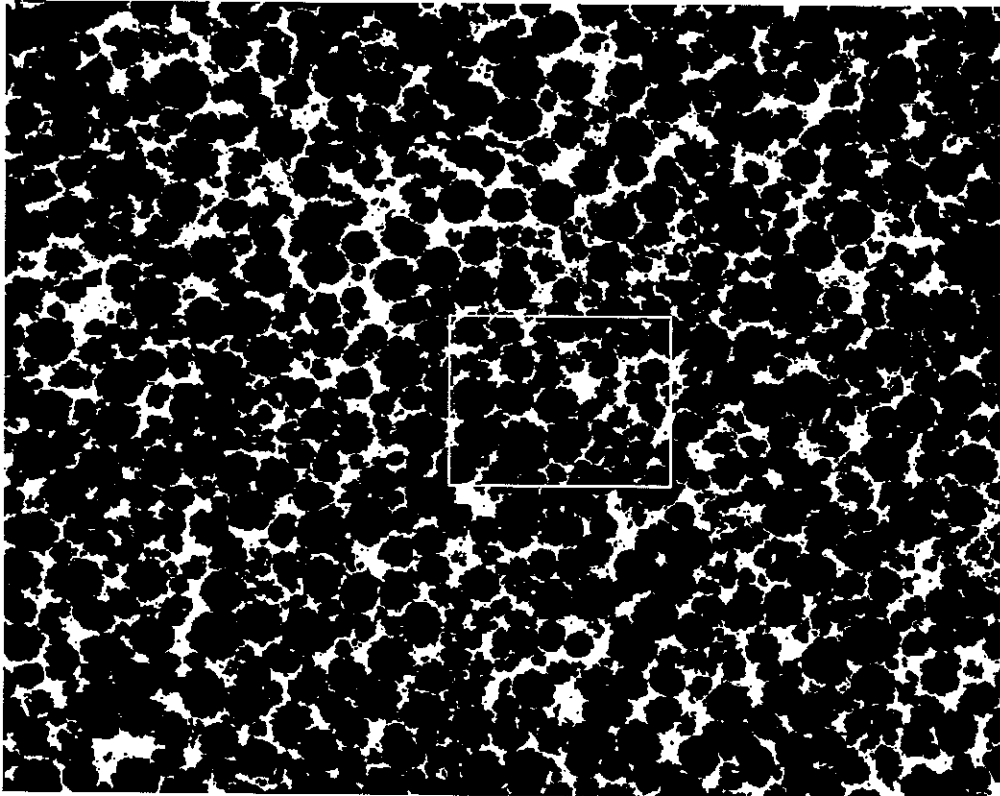


FIG. 1.40 - *Image réellement utilisée : 2mm × 1,5mm*

L'investigation s'effectue sur la plus grande ligne à 45 degrés dans l'image de la microstructure. Remarquons que la portée des bandes dans ce modèle ( $\pm 300\mu m$ ) est supérieure à la taille moyenne des particules de nickel ( $100\mu m$ ) déterminée sur le covariogramme de la figure 1.7. L'investigation est réalisée en chaque point de l'image de la microstructure. Pour éviter les aberrations sur les bords, une image beaucoup plus grande est utilisée. Cette image est donnée en figure 1.40, sur laquelle la zone étudiée est entourée.

Après traitement, on obtient une nouvelle image représentant la proportion de phase molle traversée codée sur 256 niveaux de gris (voir figure 1.41). On superpose, également, les contours des phases sur cette image.

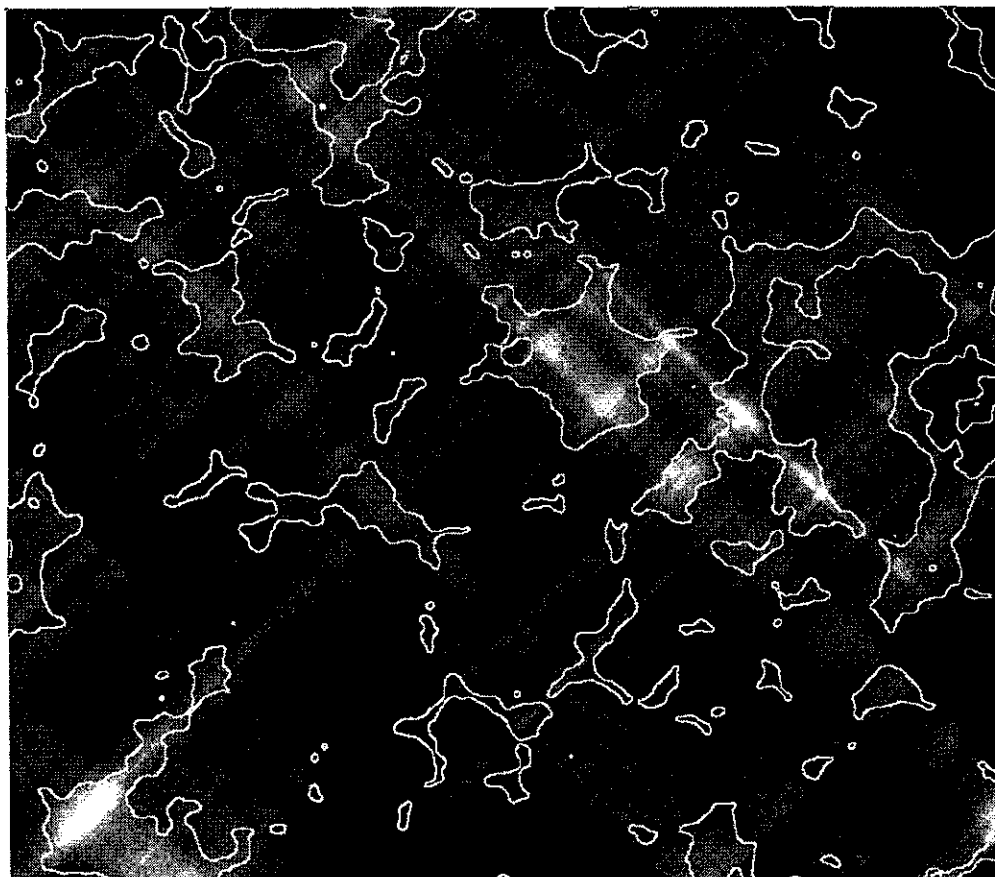


FIG. 1.41 – Image critère

Elle fait apparaître les chemins de plus faible résistance. On s'attend à ce que ces zones soient le lieu d'apparition des bandes de localisation. En comparant cette image avec la carte des déformations équivalentes de la figure 1.17, on constate un bon accord. Les zones de forte intensité de l'image correspondent bien à la présence de bandes de localisation; seules trois ou quatre zones diffèrent. Ce résultat est à nuancer car la zone d'investigation n'est pas représentative. Un test sur une telle zone reste à mener pour confirmer cette tendance. On rappelle que cette investigation n'a pas été possible avec le deuxième essai car la sollicitation réellement appliquée n'est pas une compression pure.

Ce résultat montre, tout d'abord, que la microstructure guide l'apparition des bandes de localisation suivant les chemins rectilignes de plus faible résistance. Ensuite, on peut remarquer que cette investigation purement surfacique restitue bien le phénomène. On en déduit que les effets tri-dimensionnels influent peu sur le phénomène au niveau de cette surface libre. Tout se passe comme

si la surface était soumise à une sollicitation de type contraintes planes.

Cette modélisation géométrique constitue un critère simple d'apparition des bandes sur une zone donnée dont on connaît la microstructure. Il est perfectible pour mieux rendre compte le phénomène de bandes. En effet, on peut intégrer d'autres paramètres comme l'épaisseur de la ligne, qui joue un rôle dans le mécanisme d'apparition de ces bandes. Des simulations numériques sur des composites à fibres [90] ont mis en évidence ce facteur que l'on relie à la nature du comportement des phases.

Cependant, cette analyse est purement géométrique. Le problème mécanique de la répartition du chargement dans la structure hétérogène n'est pas pris en compte. La résolution du problème mécanique complet apporte-t-elle des différences expliquant l'apparition des bandes de localisation? Ce modèle simple est-t-il suffisant? La réponse à cette question est discutée dans la section suivante qui présente les simulations numériques par éléments finis.

## 1.6 Les simulations numériques par éléments finis

La participation au programme de recherche coopérative PROCOPE a permis d'entreprendre des simulations numériques par éléments finis sur la même zone que celle de l'étude géométrique précédente.

Ces calculs ont la particularité de prendre en compte la microstructure exacte de la zone étudiée de manière simple. En effet, la microstructure n'est pas maillée précisément suivant les détails de la morphologie comme pour les applications classiques en calcul de structures, car une telle démarche nécessite un trop grand nombre d'éléments pour une discrétisation précise et l'utilisation d'un mailleur automatique. Pour ces calculs, on a recours à un maillage homogène constitué d'éléments triangulaires à six nœuds. A chaque point de Gauss, on associe la loi de comportement de la phase considérée à cette position, que l'on détermine en analysant une image binaire de la microstructure de la même zone étudiée. Cette technique permet de réduire le nombre d'éléments et le temps de calcul. De plus, les éléments triangulaires assurent la formation d'une matrice de rigidité dont les valeurs s'organisent en bande de largeur minimale. Pour obtenir des résultats comparables à ceux des cartes de déformation, la taille des éléments est choisie égale à deux fois le pas des microgrilles, de telle manière que chaque intersection de grille analysée corresponde à un nœud.

Les moyens informatiques actuels de nos partenaires du MPA ne permettent pas d'effectuer des calculs avec plus de 10 000 nœuds. Ce nombre est insuffisant pour entreprendre une simulation sur une surface représentative de  $1\text{mm}^2$ , nécessitant environ 80 000 nœuds. Les calculs sont menés sur une zone de taille environ quatre fois plus petite. Cette zone est celle du premier essai mécanique réalisé et correspond à celle de l'investigation géométrique précédente. La microstructure est maillée avec  $101 \times 89$  nœuds pour une zone de  $0,22\text{mm}^2$ . Le caractère non représentatif de la zone étudiée ne permet pas d'imposer sur les bords les conditions homogènes relatives au chargement macroscopique. Pour assurer la réalité de ce chargement, les déplacements expérimentalement mesurés sur les bords de cette zone sont imposés comme conditions de chargement. L'influence de ces différentes conditions aux limites sera discutée par la suite.

Ces simulations sont bidimensionnelles et les calculs sont effectués en déformations planes. Ce choix n'est pas le plus réaliste pour la modélisation d'une surface libre mais, actuellement, les calculs ne peuvent pas être effectués en contraintes planes. Les deux phases sont considérées comme homogènes et ont chacune un comportement élastoplastique à écrouissage isotrope dont l'évolution de la limite d'élasticité est donnée par la formule (1.8).

$$\sigma_y = \sigma_{y0} + (\sigma_\infty - \sigma_{y0})(1 - \exp(-\epsilon_{eq}/A)) \quad (1.8)$$

TAB. 1.2 – Paramètres utilisés

	$\sigma_{y0}$ (MPa)	$\sigma_{\infty}$ (MPa)	A (%)
Nickel	158	910	27,5
Argent	73	283	22,8

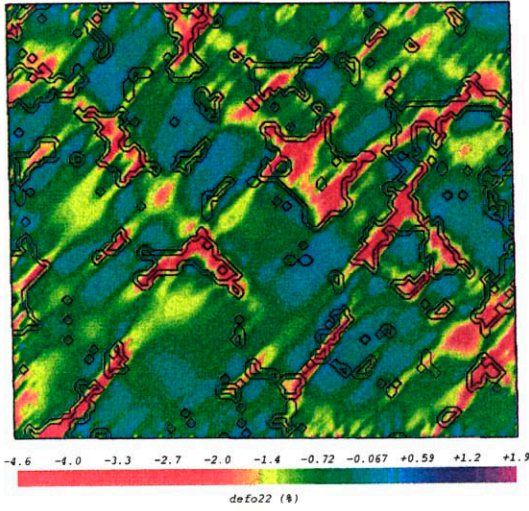


FIG. 1.42 – Calcul à 0,8 %: déformation longitudinale

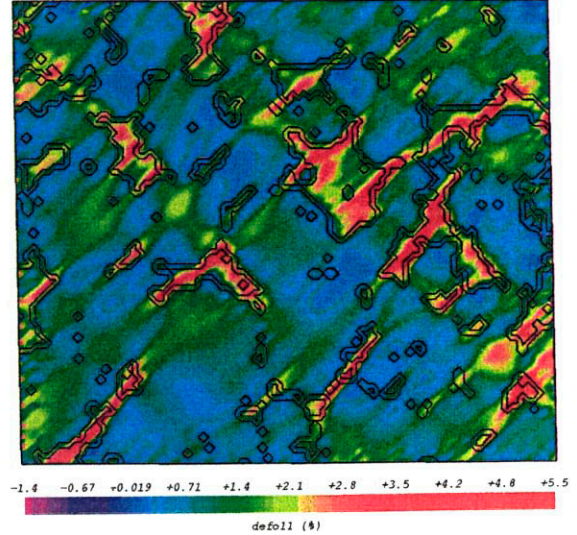


FIG. 1.43 – Calcul à 0,8 %: déformation transverse

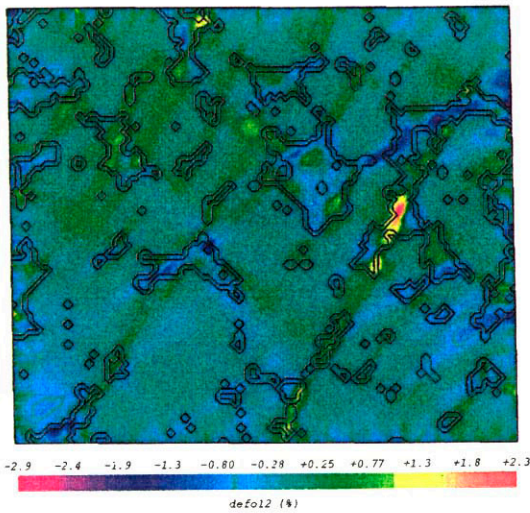


FIG. 1.44 – Calcul à 0,8 %: cisaillement

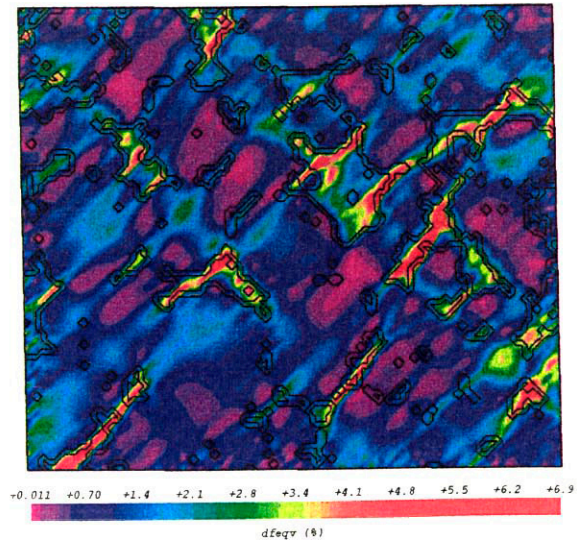


FIG. 1.45 – Calcul à 0,8 %: déformation équivalente

Les valeurs des paramètres utilisés issus de [116] sont données dans le tableau 1.2. Ces comportements ont été identifiés sur des essais macroscopiques de traction.

Les calculs présentés ici ont été réalisés lors d'un séjour au MPA à Suttgart, à l'aide du code de calcul LASTRAN et à ses pré- et post-traitements PATRAN qui servent de base pour développer ces simulations.

Les résultats du premier pas de déformation sont donnés sur les figures 1.42 à 1.45. Remarquons que ces résultats sont donnés suivant le même mode de représentation et de calcul que les cartes de déformation expérimentales. A partir des déplacements simulés que l'on extrait des résultats du calcul par éléments finis, le même logiciel de visualisation (AVS) et les mêmes calculs de déformations locales sont utilisés.

Cette simulation fait apparaître le même phénomène de répartition de la déformation en bandes. Ces résultats sont en accord avec les cartes de déformation expérimentales. Ces bandes apparaissent plus étroites dans la simulation mais avec une intensité plus faible. En calculant les différences entre les valeurs expérimentales et numériques (voir figures 1.46 à 1.49), on remarque que les localisations ne s'opèrent pas exactement aux mêmes endroits. Les valeurs des différences sur chaque composante

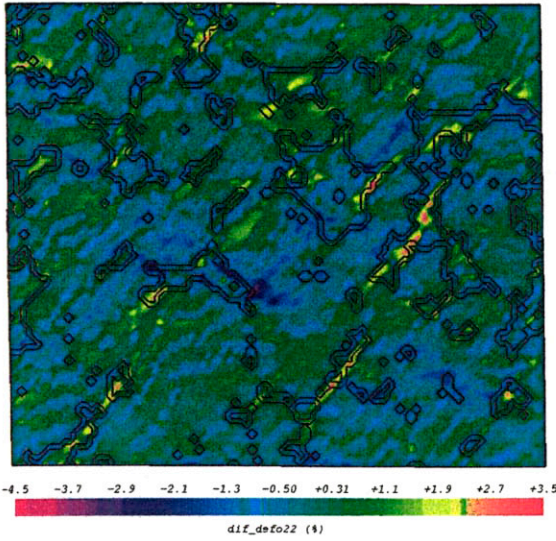


FIG. 1.46 – Différence à 0,8 %: déformation longitudinale

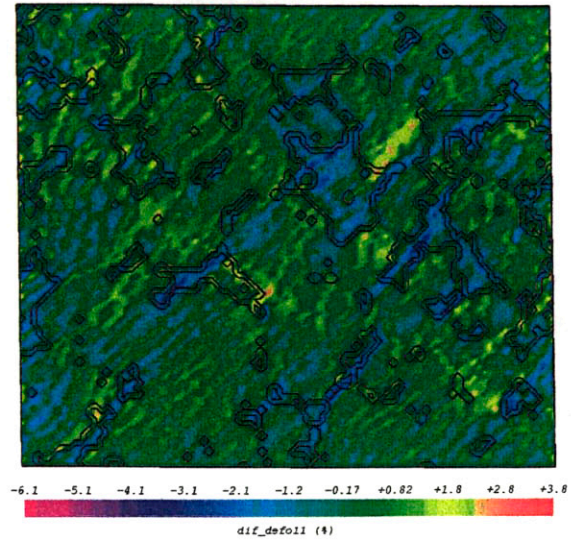


FIG. 1.47 – Différence à 0,8 %: déformation transverse

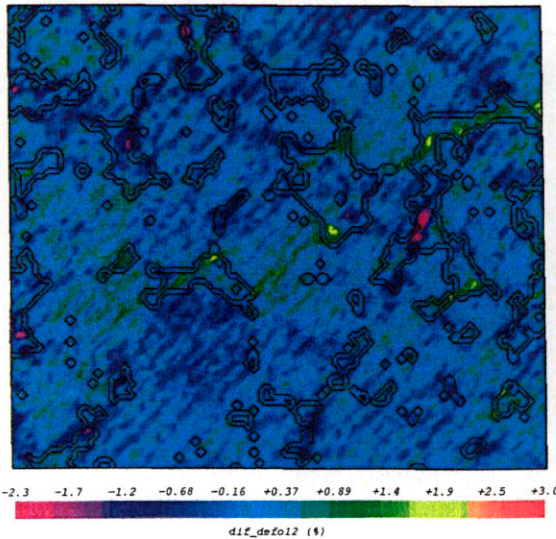


FIG. 1.48 – Différence à 0,8 %: cisaillement

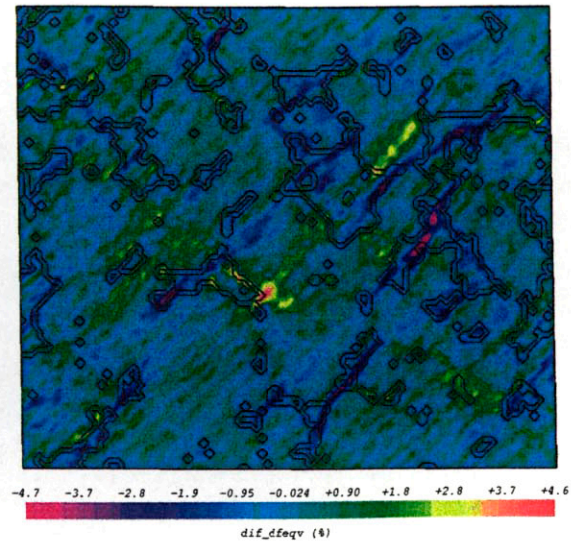


FIG. 1.49 – Différence à 0,8 %: déformation équivalente

s'élèvent au maximum à 3 ou 4 %.

En terme d'hétérogénéités de déformation, les deux approches donnent des résultats semblables comme on peut le voir sur la figure 1.50, qui représente leurs fonctions de distribution. Les différences

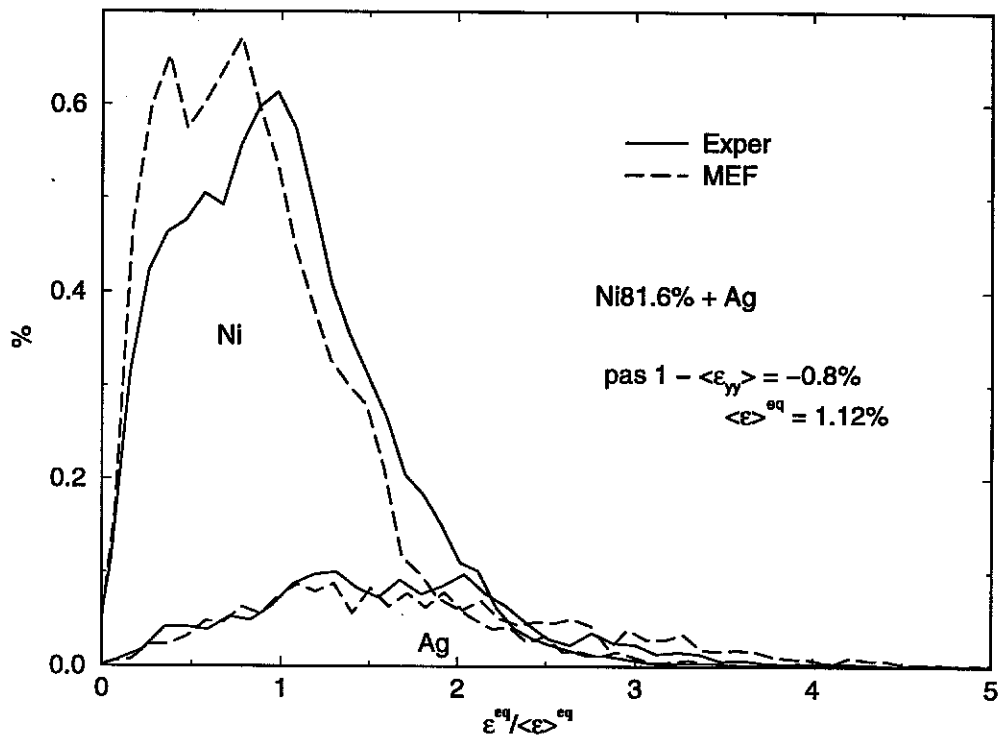


FIG. 1.50 - Distribution des déformations à 0,8 %

observées peuvent s'expliquer de différentes manières. Les simulations numériques ne sont qu'une représentation plane d'un phénomène réel tridimensionnel. La zone simulée est une surface libre qui est connectée dans l'épaisseur au reste du matériau. Ainsi, la sollicitation mécanique imposée à cette surface est également supportée par le reste du matériau. Les déformations engendrées uniquement sur cette surface plane sont plus localisées que celles du cas réel. De plus, la simulation bidimensionnelle est effectuée selon un formalisme de déformations planes qui n'est pas la situation la plus représentative de la réalité d'une surface libre.

Revenons sur l'influence des conditions aux limites imposées sur les résultats du calcul. Les figures 1.51 et 1.52 donnent les cartes de la déformation équivalente simulée respectivement pour les conditions expérimentales et pour les conditions de déformation homogène macroscopique. Leurs différences sont bien marquées et prouvent l'influence non négligeable du chargement. Les conditions homogènes entraînent une localisation plus marquée. Cette observation prouve bien que la zone observée n'est pas représentative. De plus, les conditions expérimentales à la frontière ont une portée non négligeable, de l'ordre de  $30 \mu m$ , sur les phénomènes au milieu de la zone, comme en témoigne la figure 1.53. Elle représente la carte des déformations équivalentes pour le matériau homogène équivalent soumis aux bords aux déplacements expérimentaux.

Pour compléter cette étude, les investigations aux états de déformation suivants restent à mener et constituent la suite du programme d'échange PROCOPE. Un calcul sur une surface représentative permettrait de vérifier les hypothèses énoncées sur l'influence des conditions aux limites. Une extension en contraintes planes permettrait de donner les premiers éléments d'une réflexion sur la représentativité des phénomènes de surface vis-à-vis de ceux à cœur. Mais l'avenir réside plutôt dans les calculs 3D qui doivent permettre d'avancer dans la compréhension de ces

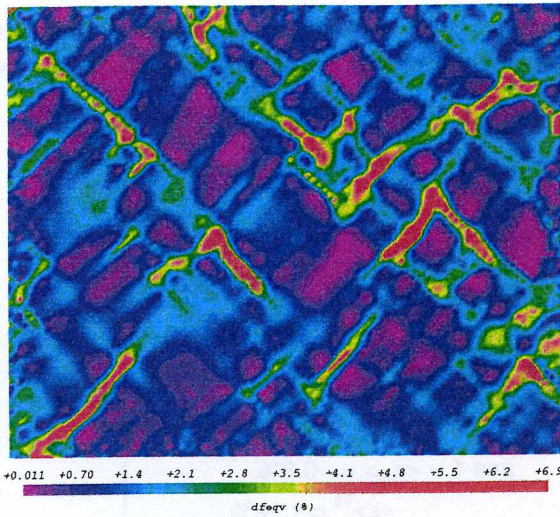


FIG. 1.51 – Conditions expérimentales à 0,8 % : déformation équivalente

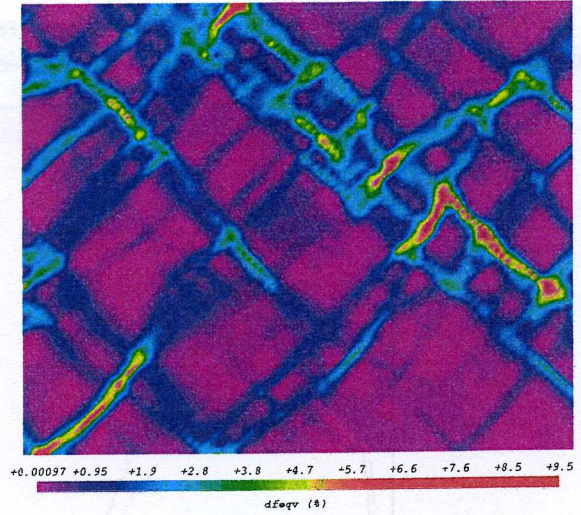


FIG. 1.52 – Conditions homogènes à 0,8 % : déformation équivalente

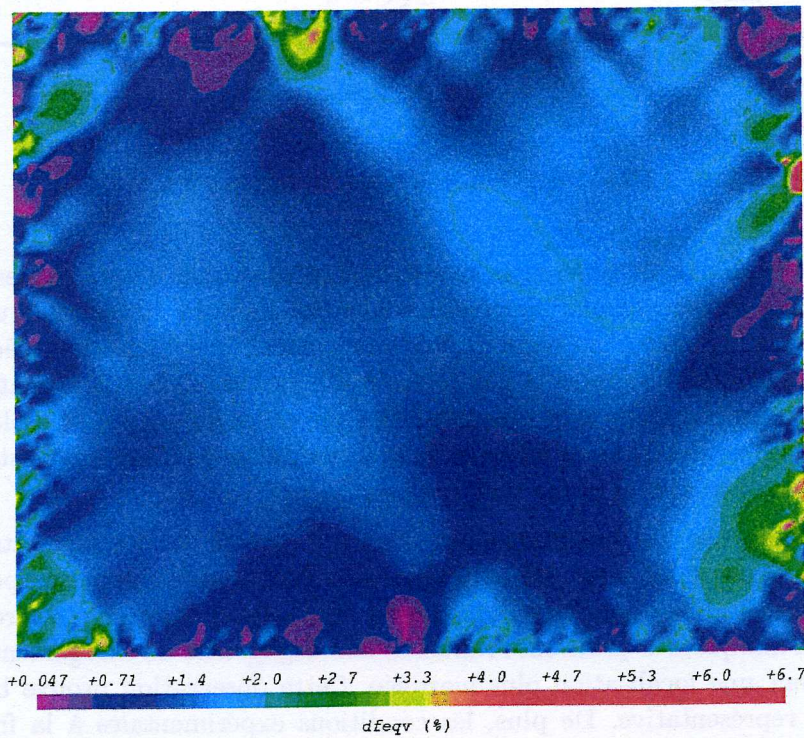


FIG. 1.53 – Conditions expérimentales à 0,8 % : matériau homogène

phénomènes de bandes et de quantifier la pertinence de la mesure 2D par rapport au champ local 3D. Cependant de tels calculs ne seront pas réalisables sans la résolution de différents problèmes préalables.

Le premier problème est celui des capacités informatiques : il est nécessaire de posséder des or-



dinateurs capables d'effectuer des simulations avec beaucoup plus de 10 000 nœuds. Ces nouveaux moyens, qui sont cohérents avec l'évolution informatique actuelle, rendraient possible le maillage d'un volume représentatif. Ensuite, ces simulations sont impossibles sans la connaissance tridimensionnelle de la microstructure. La résolution de ce problème semble plus difficile dans un avenir proche, puisque les techniques adaptées ne sont pas encore au point. La tomographie par rayons X ne possède pas encore une résolution suffisante et ne permet pas des investigations en profondeur sur 1 mm pour les matériaux étudiés. La reconstruction numérique à partir de coupes sérielles *post-mortem* sur l'échantillon étudié pose encore à la fois des problèmes informatiques et pratiques pour la réalisation des coupes.

## 1.7 Conclusion sur l'origine des bandes

L'utilisation de la technique de mesure pour l'étude du comportement de ces matériaux biphasés Ni/Ag de type inclusion/matrice a permis de mettre en évidence la manière dont les déformations locales se répartissent pour des déformations macroscopiques inférieures à 10 %. Les mesures sont effectuées sur une surface représentative de la microstructure de l'ordre de  $1\text{mm}^2$  pour une compression et montrent un phénomène de localisation en bandes. Une procédure de caractérisation de ces bandes est développée à partir des valeurs numériques du tenseur de déformation obtenues en tout point. Un critère d'existence est proposé et la caractérisation géométrique de bandes est menée. L'origine de ces bandes est expliquée au travers de la corrélation avec la microstructure et un modèle de prévision simple construit sur sa morphologie initiale permet de restituer au premier ordre le phénomène observé. Une comparaison avec des simulations plus évoluées, par éléments finis permet d'apprécier la validité de ce modèle simple. L'ensemble de ces résultats nous permet d'énoncer une hypothèse sur la formation de ces bandes.

Les hétérogénéités de déformation en bandes ont une portée supérieure à la taille moyenne des inclusions et à celle de la surface représentative de la microstructure. Elles sont donc à rapprocher d'un phénomène macroscopique agissant à l'échelle de l'échantillon sollicité. L'orientation des bandes à  $\pm 45^\circ$  de la direction de compression évoque le comportement de plasticité isotrope régi par la cisssion maximale. Le caractère isotrope est lié à la répartition spatiale des phases. Selon un tel schéma, la déformation dans le matériau ne peut se produire que suivant des lignes à  $45^\circ$ . Elles ont alors une épaisseur faible qu'il est impossible de mesurer avec une longueur de référence d'une dizaine de micromètres. Comme la microstructure n'est pas homogène, la déformation plastique n'a pas lieu en tout point mais seulement suivant les chemins les plus favorables, c'est-à-dire les lignes qui traversent majoritairement la phase "molle", comme le montre le modèle simple de prévision. La déformation est donc plus marquée dans la phase Argent comme on le constate sur les cartes de déformation qui délimitent également le contour de phase.

Ce phénomène de bandes apparaît au début de l'entrée en plasticité macroscopique (supérieur à 1 % de déformation) et le motif ainsi formé n'évolue pas en fonction de l'état de déformation. Comme la répartition de la déformation macroscopique dans les bandes reste constante (environ 70 % de la déformation totale pour notre cas) pour les pas suivants, le mécanisme est déjà dans une phase établie: l'augmentation de la déformation imposée est absorbée par les bandes. Cette évolution s'explique par la différence de comportement entre les deux phases. Le motif de bandes est certainement figé jusqu'à ce que la contrainte dans l'Argent atteigne la limite d'élasticité du Nickel. Selon la courbe de la figure 1.5, l'évolution doit avoir lieu autour de 20 %, c'est-à-dire peu après le dernier pas acquis (8,6 %). Un nouvel essai avec des états de déformation plus élevés permettrait de confirmer cette hypothèse. Les limites actuelles de la technique de mesure interdisent des investigations inférieures à 1 %. L'origine de leur formation reste donc malheureusement inconnue.

Enfin la comparaison entre l'expérience et les simulations par éléments finis montre de grandes similitudes: les deux motifs de bandes sont proches avec une localisation plus marquée pour le

calcul numérique. Cela signifie que le phénomène de bandes n'est pas très éloigné d'un mécanisme plan en déformations planes, puisque l'information plane de la microstructure est suffisante pour le décrire au premier ordre.

## Chapitre 2

# Etude du zirconium

Les phénomènes de localisation de la déformation en bandes dans les polycristaux sont généralement rattachés à l'étude du comportement en grandes déformations pour la mise en forme ("bandes de cisaillement", ou "shear bands") [66]. Ils sont moins bien connus à faibles déformations. L'intérêt est grand de les étudier à plus faibles niveaux de déformation et de comparer les conclusions de ces études avec celles sur les biphasés.

Plusieurs études antérieures sur le comportement mécanique des polycristaux de zirconium [109, 27, 40, 84] révèlent l'apparition de bandes de concentration de déformation orientées à  $\pm 45$  degrés par rapport à la direction de sollicitation et ayant une portée supérieure à la taille moyenne des grains. Les études sur les mécanismes de déformation à l'échelle du grain [105, 40, 27] fournissent des éléments de réponse quant à leur origine. Cependant, ces explications manquent de représentativité à l'échelle de la microstructure. Les autres études [109, 84] mettent en évidence le phénomène sur une plus grande portée, mais pour des déformations importantes supérieures ou égales à 5 %. Elles ne permettent d'expliquer ni la formation de ces bandes ni leur évolution en fonction du chargement. Enfin, toutes ces études n'apportent que des données qualitatives, excepté l'étude la plus récente [84] qui utilise les premiers développements de la technique de mesure présentée ici. Elles ne permettent donc pas une caractérisation quantitative objective ni même une description cinétique du phénomène.

Ce chapitre complète les informations recueillies et étudie ces phénomènes pour des déformations inférieures à 5 %. On se limite à l'étude de la réponse à une sollicitation uniaxiale de traction à température ambiante. Le matériau étudié est un polycristal de zirconium  $\alpha$  grade 702.

La section 2.1 s'intéresse à la caractérisation de la microstructure du matériau étudié dans l'optique d'une démarche micromécanicienne sur une surface représentative. Ensuite, la section 2.2 met en évidence la localisation de la déformation en bandes sur un essai mécanique *in situ* pour lequel on précise les moyens expérimentaux utilisés. La section 2.3 montre comment l'ensemble des données quantitatives recueillies par la mesure du champ local de déformation permet de mener une caractérisation objective de ces bandes. Un critère d'existence est proposé et quelques caractéristiques de ces bandes sont déterminées. Ensuite, la section 2.4 étudie la corrélation du phénomène avec les informations de la microstructure, en particulier la géométrie des grains et leur orientation cristalline sur lesquelles un critère de prévision simple est construit. Dans la section 2.5, la validité de ce critère est discutée en se fondant sur les observations des régions où les bandes apparaissent. La section 2.6, enfin, conclut sur l'origine de ces bandes de localisation.

Dans ce chapitre ne figurent que les principaux résultats. Les détails de cette étude et l'ensemble des résultats obtenus sont présentés en annexe E. Cette étude suit la même démarche que celle du chapitre précédent. Pour éviter les répétitions sur la description des procédures semblables employées, on présente uniquement les résultats et on renvoie à la lecture du premier chapitre pour le détail opératoire.

## 2.1 Le matériau étudié

Le matériau étudié est un polycristal de zirconium grade 702 de structure hexagonale compacte  $\alpha$  fabriqué par Cézus. C'est le même matériau que celui étudié dans la thèse de S. Caré [27].

Ainsi, pour la caractérisation physique de ce matériau, la détermination de son comportement mécanique macroscopique et l'identification des systèmes de glissement, nous renvoyons à lecture de cette thèse. On ne présente que les points nécessaires à la compréhension de cette étude, en particulier la caractérisation de la microstructure pouvant expliquer les hétérogénéités de déformation observées.

Le matériau est disponible sous forme de tôles laminées d'épaisseur 8 mm. Il présente une anisotropie de fabrication. C'est au cœur d'une de ces tôles que les échantillons sont prélevés parallèlement au plan de la tôle suivant la direction de laminage.

Dans notre cas, la caractérisation de la microstructure se résume à l'étude de la géométrie des grains et de leurs orientations cristallines.

### 2.1.1 Représentativité de la surface étudiée

Pour le matériau étudié, la caractéristique pertinente est l'orientation cristalline des grains plus que le détail de leur morphologie, puisqu'ils peuvent être supposés de même forme en première approximation (voir section 2.1.2). Le problème de la représentativité de la surface étudiée consiste à trouver une méthode simple pour évaluer le nombre de grains à prendre en compte.

Une manière d'aborder le problème consiste à se baser, d'une part, sur la texture macroscopique qui est représentative de l'orientation des grains puisqu'elle est déterminée sur une surface centimétrique. Sa forme définit la tendance moyenne des orientations des grains. D'autre part, en utilisant un système EBSP (Electron Back Scattering Pattern) automatique de mesure d'orientation cristalline, il est possible, à partir d'un balayage d'une surface importante, atteinte en une ou plusieurs fois, de déterminer pour chaque grain son orientation cristalline. Ensuite en partant d'un point, par exemple le centre de la zone analysée, il suffit de construire les figures de pôles grain à grain de proche en proche. Lorsque cette figure ressemble à celle de la texture macroscopique, nous avons un nombre suffisant de grains à étudier et ceux-ci forment une surface représentative au sens des orientations cristallines. Remarquons que l'orientation cristalline est une information de la microstructure au premier ordre comme la fraction volumique dans le cas des matériaux multiphasés. L'évaluation des covariances entre les différentes valeurs d'orientations cristallines permet d'évaluer la représentativité de la surface analysée à l'ordre 2, comme dans le chapitre précédent pour les biphasés Ni/Ag.

Cette méthode est automatisable mais demande des développements informatiques et la définition d'un critère de ressemblance entre les figures de pôles. Une telle mise en place n'a pas été réalisée dans cette thèse puisque le laboratoire ne possède pas actuellement de système EBSP automatique.

Enfin, pour notre étude, nous avons étudié une surface légèrement plus petite que celle présentée en figure 2.1. La texture locale (voir figure 2.34) déterminée par EBSP automatique d'une zone plus petite incluse dans celle-ci a montré un niveau correct de ressemblance. On peut donc considérer que la surface observée est bien représentative en terme d'orientations cristallines.

### 2.1.2 Géométrie des grains

La microstructure est révélée par polissage mécanique suivi d'un polissage électrolytique de la surface d'un échantillon à l'état initial. Le polissage électrolytique sélectif en fonction de l'orientation

crystalline fait apparaître un relief mettant en évidence la forme des grains. L'observation de cette surface au microscope optique (MO) ou au microscope électronique à balayage (MEB) fournit les détails de la microstructure. Ce polycristal présente des grains de petite taille (environ  $25\mu m$ ) comme en témoigne l'image en électrons secondaires obtenue au MEB (figure 2.1). Cette image couvre une zone importante de la microstructure, de l'ordre de  $0,5mm^2$ .

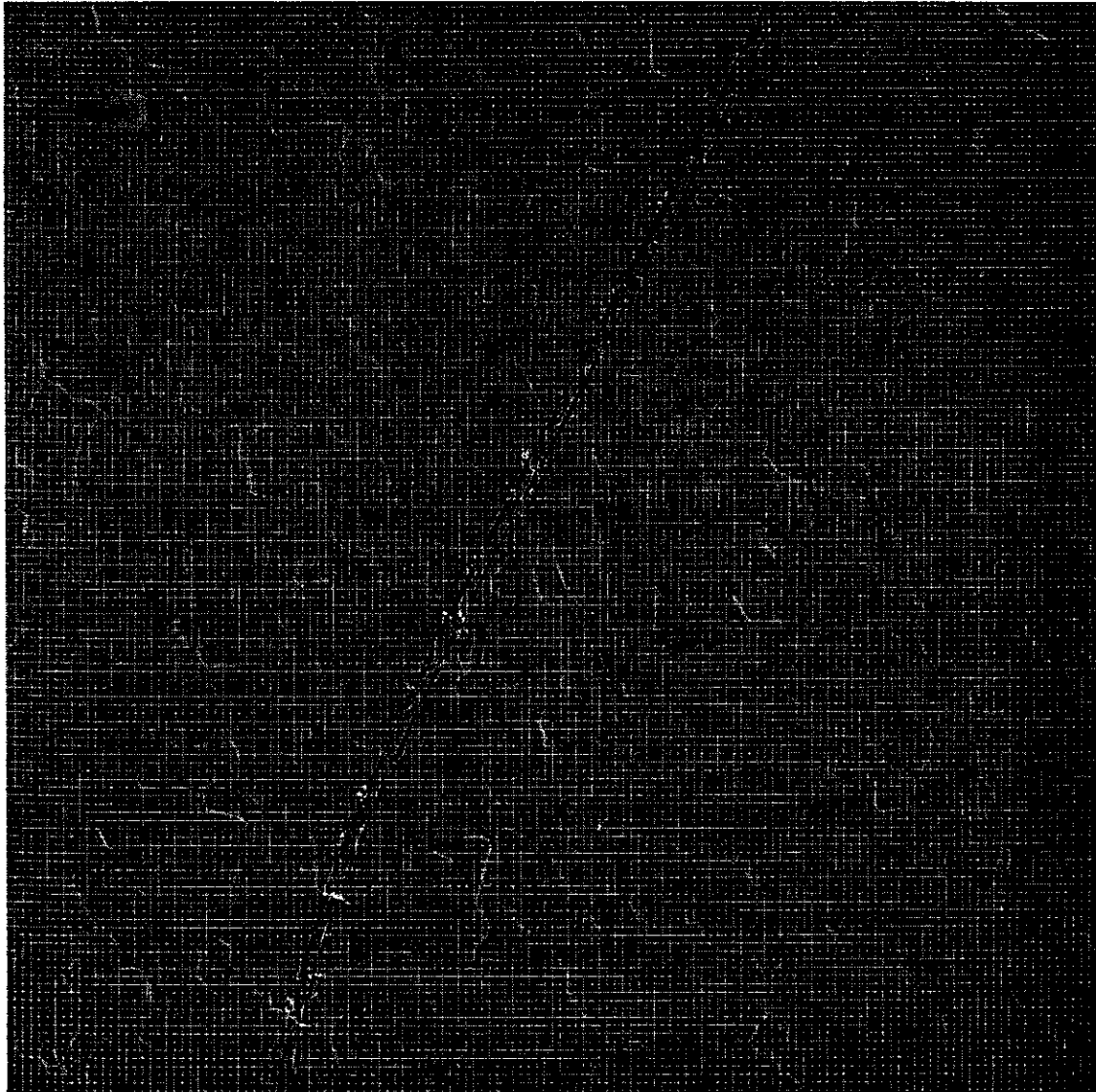


FIG. 2.1 – Image de la microstructure :  $695\mu m \times 670\mu m$

Un zoom de cette zone, présenté en figure 2.2, permet d'apprécier la taille des grains. Cette zone est recouverte d'une microgrille d'or d'un pas de  $5\mu m$ .

Une analyse de cette image fournit les caractéristiques (moyenne et écart-type) de la distribution des tailles de grains. On extrait manuellement de cette image les contours des grains qui sont ensuite numérisés. Cette nouvelle image (figure 2.3), permet d'isoler chaque grain dont la représentation géométrique en pixels est quantifiable avec un logiciel de traitement d'images (NIHImage) qui possède un module d'analyse de particules. Les dimensions caractéristiques des différents éléments définis par les contours sont extraites en rejetant les éléments partiels du bord, comme on peut le voir sur l'image 2.4. Le logiciel mesure les longueurs des axes de l'ellipse qui suit au mieux le

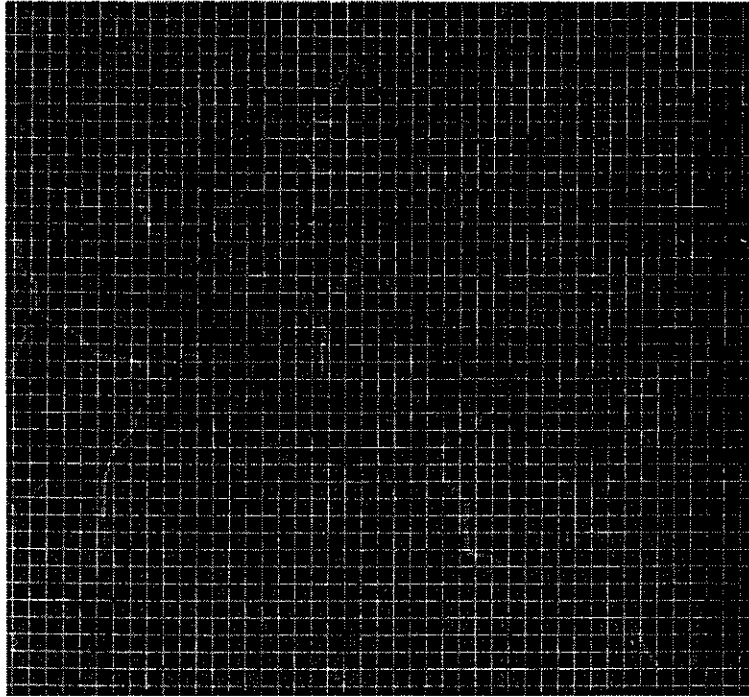


FIG. 2.2 – Zoom d'une zone :  $225\mu\text{m} \times 220\mu\text{m}$

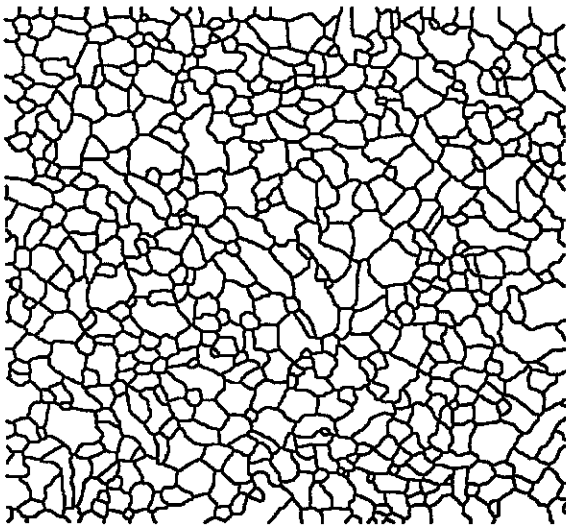


FIG. 2.3 – Contour des grains déterminé manuellement

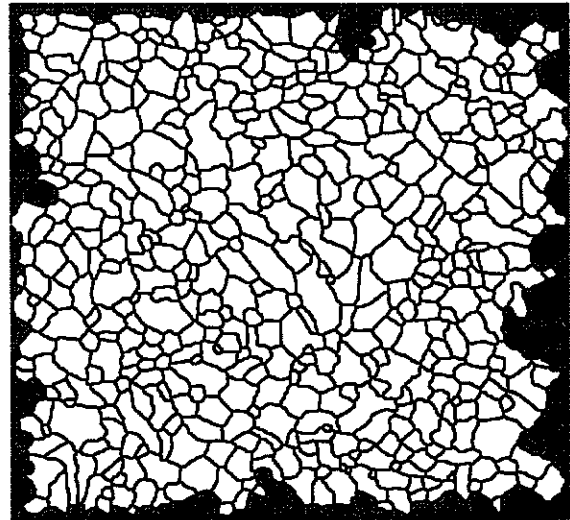


FIG. 2.4 – Analyse des particules par traitement d'images

contour de chaque élément et l'orientation du grand axe par rapport à un axe horizontal. On peut traiter statistiquement l'ensemble de ces données en termes de moyenne et d'écart-type.

Au lieu d'étudier la répartition des longueurs des deux axes de l'ellipse  $a$  et  $b$  séparément, on a choisi d'analyser :

- la répartition de taille moyenne en considérant les grains sphériques, soit la distribution du diamètre  $D$  du cercle de même aire que l'ellipse ( $D = \sqrt{ab}$ )
- la répartition des hétérogénéités de forme par rapport à la forme sphérique, soit la distribution du rapport des longueurs du petit axe au grand axe ( $\frac{b}{a}$ ).

Les histogrammes de ces deux répartitions sont présentés sur les figures 2.5 et 2.6. La figure 2.7

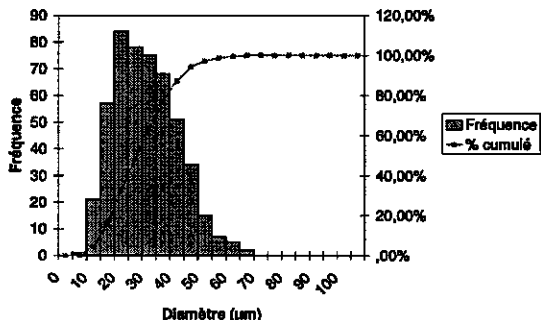


FIG. 2.5 – Répartition de la taille moyenne

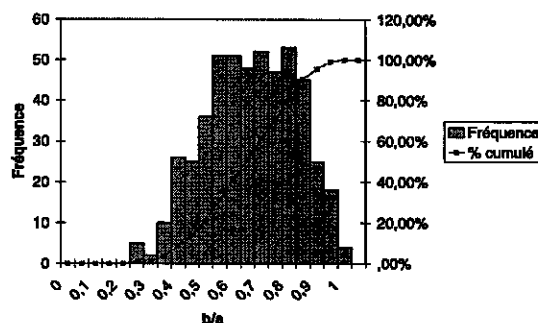


FIG. 2.6 – Répartition des hétérogénéités de forme

donne l'histogramme de répartition de l'orientation des ellipses (angle entre le grand axe  $a$  et un axe horizontal). Les résultats du traitement statistique pour ces trois grandeurs sont fournis dans

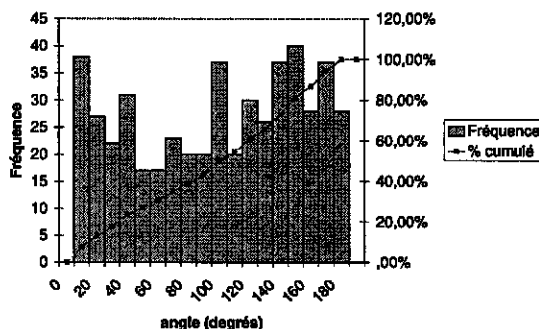


FIG. 2.7 – Répartition des orientations des ellipses

le tableau 2.1. La taille moyenne des grains est de l'ordre de  $25\mu m$  et la plupart possèdent une

TAB. 2.1 – Traitement statistique

Grandeur	moyenne	écart-type
$\sqrt{ab}$ ( $\mu m$ )	26	11
$b/a$	0,63	0,16
angle (degrés)	94	54

taille proche de cette valeur moyenne puisque l'écart-type est faible, une dizaine de microns. Leur forme moyenne est une ellipse légèrement allongée (rapport moyen des longueurs égal à 0,63) et la dispersion de cette forme est faible. Cette légère dissymétrie de la forme des grains a pour origine le moyen d'obtention des tôles, le laminage, qui introduit une anisotropie que le recuit de recristallisation n'a pas complètement effacé. La répartition des orientations des ellipses est quelconque, comme on peut le voir sur l'histogramme de la figure 2.7.

Ces résultats donnent une évaluation de la taille moyenne des grains, mais pas sa valeur exacte. En effet, cette détermination est effectuée sur une coupe plane présentant les sections des grains coupés à différents niveaux et non sur un ensemble de grains pris dans le volume. De plus, elle est réalisée sur une coupe particulière et non sur un ensemble de coupes orientées aléatoires dans l'espace. Cependant, cette évaluation sur cette coupe particulière fournit une bonne estimation de la taille moyenne des grains pour deux raisons :

- premièrement le polycristal considéré présente une répartition spatiale aléatoire des tailles de grains, due à son mode d'élaboration, un laminage croisé suivi d'un recuit de recristallisation qui tend à faire disparaître les fortes hétérogénéités de fabrication. Cette particularité a été vérifiée dans [27]. Ainsi, toute coupe fournit le même résultat si la surface de la coupe est de taille suffisante,
- deuxièmement, on a donc pris soin d'étudier une zone de taille importante, environ 500 grains, de telle manière que la valeur moyenne trouvée soit indépendante de cette zone analysée.

Cette évaluation fournit alors une sous-estimation de la taille réelle. Une démarche plus rigoureuse consiste à utiliser l'analyse morphologique [34] pour déterminer les informations volumiques à partir des précédentes. Une telle approche n'est pas nécessaire pour cette étude, puisque l'ensemble des résultats possèdent un caractère surfacique et que les comparaisons sont effectuées dans ce contexte.

Les grains ont donc une forme moyenne légèrement ovale avec une dispersion faible et leur orientation spatiale est aléatoire. On peut conclure en première approximation que tous les grains ont la même forme et la même taille, environ  $25\mu m$ . On trouve une valeur plus importante que celle déterminée dans la thèse de S. Caré [27] d'environ  $15\mu m$ . Ces différences s'expliquent par la méthode employée (ici un traitement d'images automatique contre la règle de l'intercept) et par une meilleure représentativité de notre mesure puisque la zone couverte est plus importante, environ  $0,3mm^2$ .

### 2.1.3 Texture macroscopique

Le procédé de fabrication de ces tôles par laminage a imposé aux grains une certaine répartition de leurs orientations cristallines comme en témoigne la texture macroscopique (figure 2.8) réalisée au SRMA du CEA de Saclay par Béchade. La direction de laminage est verticale sur cette figure. Les pôles (0002) se localisent préférentiellement le long de la direction transversale et dans deux zones de très forte densité situées à  $\phi = \pm 37^\circ$  du centre de la projection,  $\phi$  étant l'angle entre l'axe  $c$  du prisme hexagonal et la normale à la tôle. La figure des pôles (11 $\bar{2}$ 0) montre une concentration moyenne de ces pôles dans la direction longitudinale. Les autres plans de ce type sont distribués autour de positions plus ou moins bien définies situées à  $\pm 60^\circ$  de la direction de laminage. La périodicité d'ordre 6 n'est pas bien marquée.

## 2.2 Mise en évidence des bandes de localisation

### 2.2.1 L'essai mécanique

L'observation des bandes de localisation est menée pour une sollicitation uniaxiale de traction parallèle à la direction de laminage. Cet essai mécanique est réalisé *in situ* dans la chambre du MEB. Deux microgrilles d'un millimètre carré chacune et de pas  $5\mu m$  sont déposées sur une des faces préalablement préparée de l'éprouvette (voir figure 2.9). Une jauge est collée sur la face opposée pour contrôler les valeurs mesurées avec les microgrilles. Cette jauge est une rosette (superposition de 3 jauges à 45 degrés l'une de l'autre) permettant de déterminer les trois composantes planes du



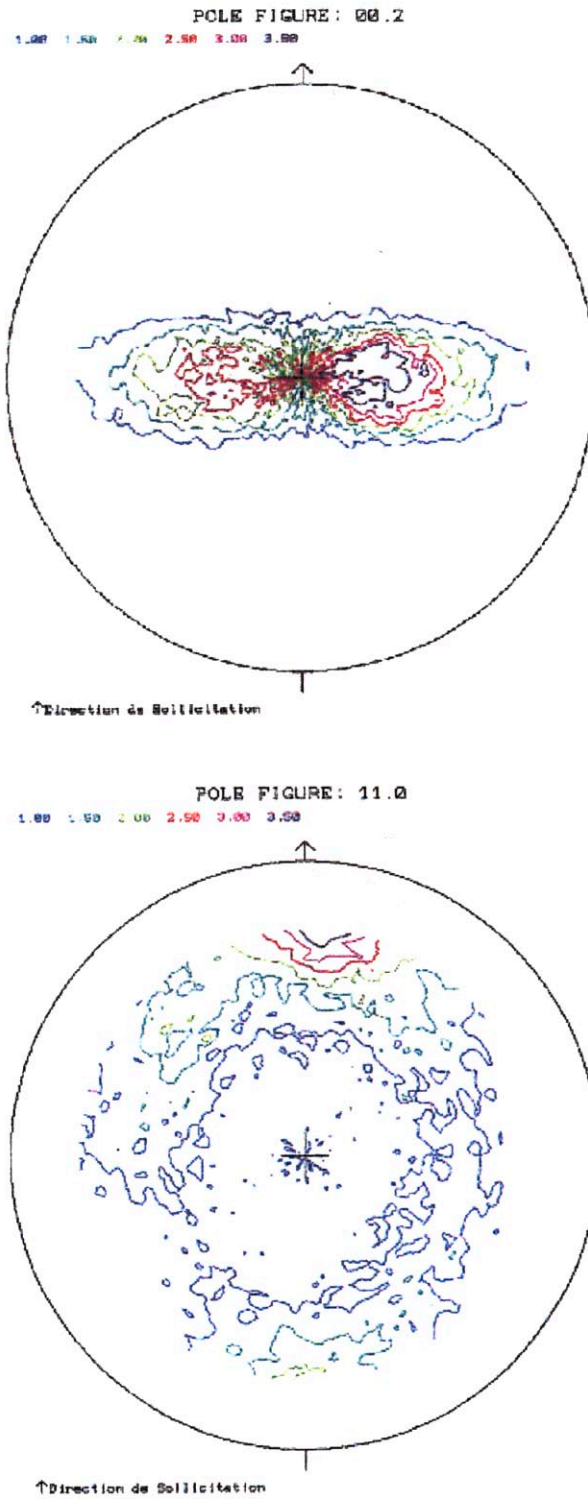


FIG. 2.8 – *Texture macroscopique : CEA, centre de Saclay, J.-L. Béchade*

tenseur de déformation moyen sur la zone de mesure. On fait attention de choisir une jauge dont les dimensions de la surface de mesure sont proches de celles des microgrilles, environ  $2\text{mm} \times 2\text{mm}$ , et

de l'aligner avec les microgrilles. Ces précautions permettent d'obtenir directement des valeurs de déformations moyennes comparables, sur une base de mesure semblable. Un extensomètre est utilisé pour mesurer la déformation longitudinale macroscopique. Il permet d'évaluer la représentativité statistique de la surface étudiée en termes de déformation. La comparaison de ces différents moyens d'extensométrie est présentée dans l'annexe E. Les microgrilles et la jauge donnent les mêmes résultats à  $\pm 0,1\%$  de déformation et l'extensomètre donne une valeur plus faible, ce qui suggère que la zone étudiée n'est pas représentative.

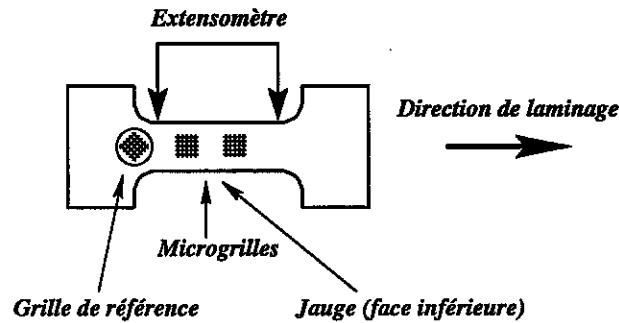


FIG. 2.9 – L'éprouvette de traction

Les mesures sont réalisées à 7 états de chargement, de très faibles déformations jusqu'à un peu plus de 5 % (Voir tableau 2.2). La jauge prévue pour supporter 5 % de déformation s'est

TAB. 2.2 – Pas de chargement

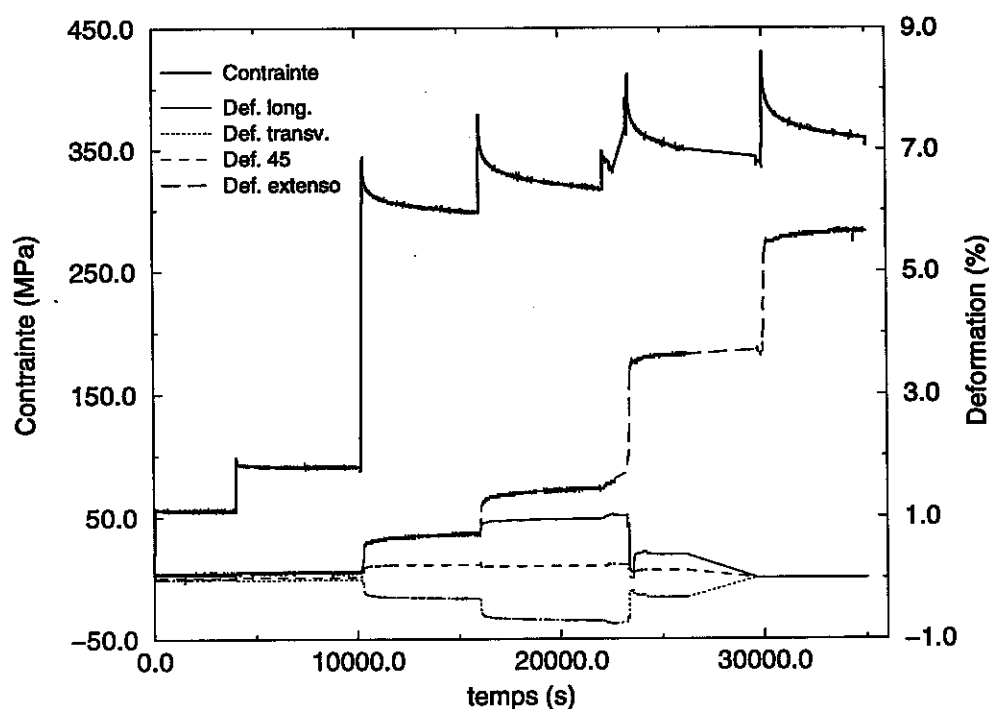
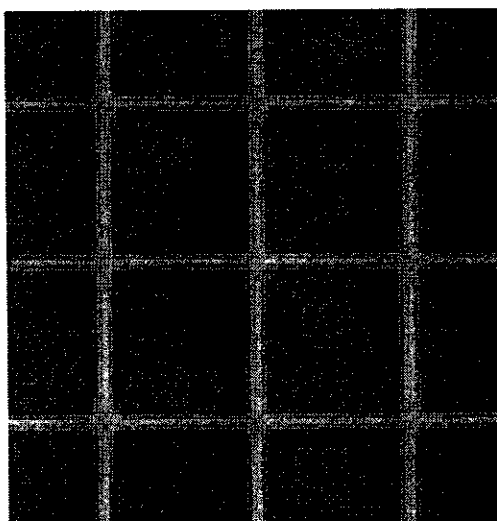
État	Déf. long. de l'extensomètre (%)
1	0,017
2	0,052
3	0,087
4	0,61
5	1,30
6	3,57
7	5,52

décollée entre les états 4 (0,61 %) et 5 (1,3 %). Nous n'avons donc pas de valeurs pour les états finaux. Des précautions particulières sont prises lors des acquisitions d'images à chaque état de déformation pour éviter les effets du fluage et de la relaxation du matériau. Les courbes contrainte et déformation en fonction du temps (figure 2.10) traduisent ce phénomène. Comme les acquisitions des images haute résolution sont longues (un peu plus d'une dizaine de minutes chacune), il est nécessaire d'attendre la stabilisation du phénomène avant de les enregistrer.

L'ensemble des autres paramètres de cet essai mécanique est détaillé dans l'annexe E.

### 2.2.2 Cartes de déformation

Les microgrilles d'or sont numérisées au grandissement 200 avec le mode d'acquisition haute résolution  $4000 \times 4000$  pixels. Un temps de  $50\mu s$  par pixel est choisi comme un bon compromis entre le niveau de bruit dans l'image numérique et son temps d'acquisition (environ 13 minutes). Pour une résolution choisie d'environ 5 pixels par barreau (figure 2.11), une image haute résolution comme celle présentée en figure 2.1 couvre un peu moins d'un quart de la grille et cette zone est représentative d'après la première section. Pour contrôler les variations de grandissement, une grille de référence est également déposée sur la surface de l'éprouvette, selon les modalités définies dans la

FIG. 2.10 – *Contrainte et déformations en fonction du temps*FIG. 2.11 – *Zoom de quelques barreaux*

première partie au chapitre 2 sur le contrôle des distorsions d'images (section 2.2). Elle est acquise avec la même résolution. La taille de sonde est optimisée en accord avec les développements de la section 2.3 de la première partie (chapitre 2). Une image de chaque grille est acquise pour chacun des huit états de déformation. L'essai mécanique dure alors une journée complète.

Le dépouillement de ces images est réalisé avec la méthode subpixel pour laquelle la transformation matérielle, décrivant la déformation du matériau, est approchée par une translation. On choisit d'utiliser une interpolation bilinéaire des niveaux de gris des images déformées. L'appariement des intersections de grilles homologues est effectué en utilisant un voisinage de  $30 \times 30$  pixels

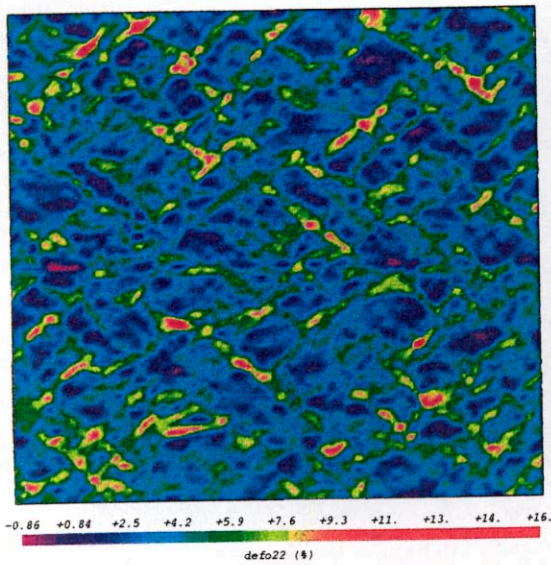


FIG. 2.12 – Carte de déformation à 3,57 % : déformation longitudinale

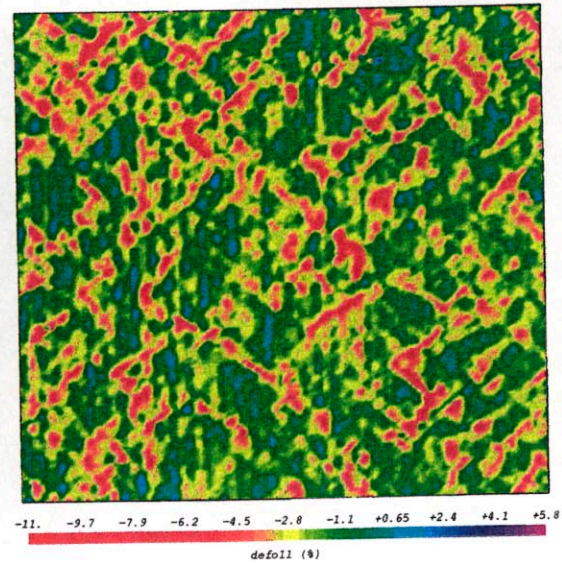


FIG. 2.13 – Carte de déformation à 3,57 % : déformation transverse

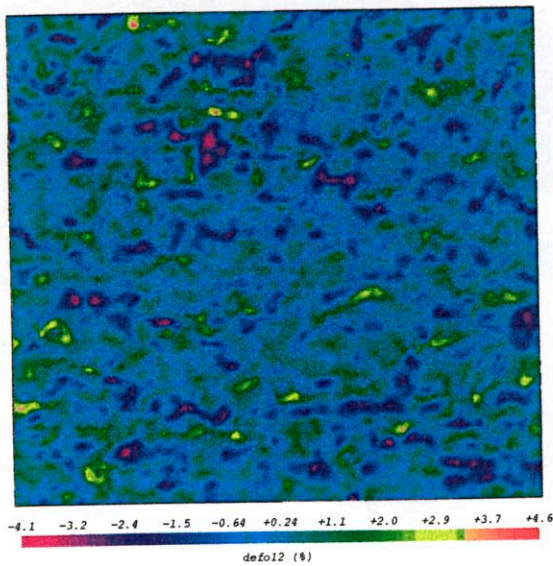


FIG. 2.14 – Carte de déformation à 3,57 % : cisaillement

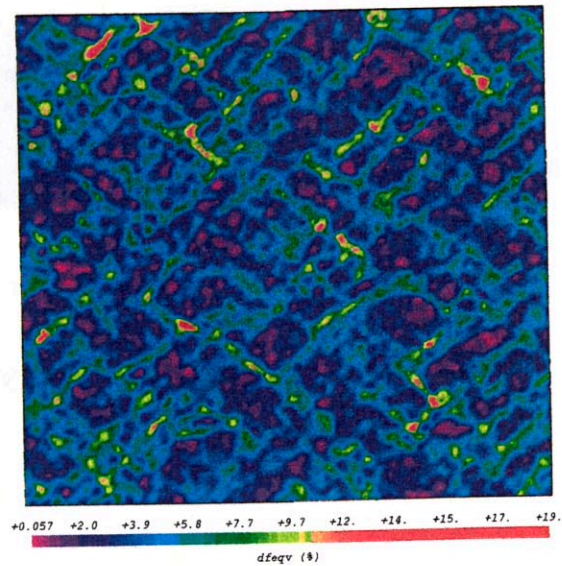


FIG. 2.15 – Carte de déformation à 3,57 % : déformation équivalente

et les déformations locales sont calculées avec un schéma de dérivation discrète utilisant les quatre points plus proches voisins. Les résultats obtenus sont corrigés des défauts géométriques homogènes (rapport de forme et angle de distorsion homogène) et des variations de grandissement.

Les deux microgrilles, situées à des endroits différents, ont donné les mêmes résultats en termes d'hétérogénéité et de valeurs moyennes. Les premiers états de chargement (de 1 à 4 compris) correspondent à de très faibles déformations macroscopiques, de l'ordre de 0,01 % à 0,6 %. Ils n'ont pas donné de résultats fiables en raison des limites actuelles liées à la précision de la technique de mesure. C'est pourquoi, l'analyse porte sur les résultats des pas suivants. On peut malgré tout observer des perturbations (zébrages horizontal et vertical) de même origine mais d'amplitude moindre pour le pas 5 (voir cartes de déformation en annexe E). Elles viennent parasiter la représentation de ces bandes, car l'intensité des plus faibles hétérogénéités est à peine plus importante que celle des

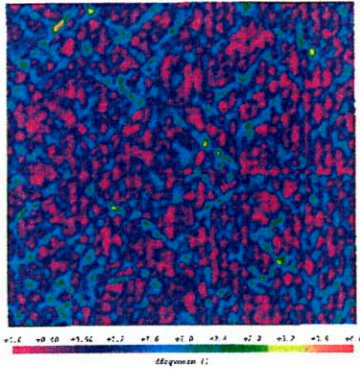


FIG. 2.16 – Carte de déformation équivalente normalisée à 1,37 %

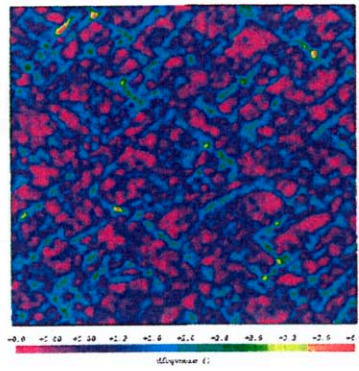


FIG. 2.17 – Carte de déformation équivalente normalisée à 3,57 %

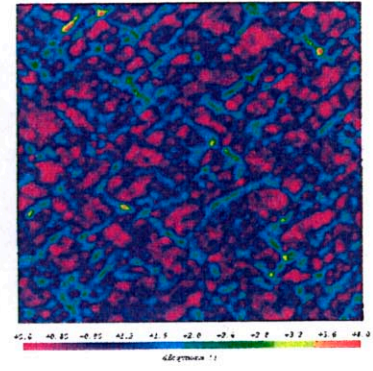


FIG. 2.18 – Carte de déformation équivalente normalisée à 5,52 %

défauts géométriques du système de numérisation.

On présente ici les résultats du pas 6 à 3,57 % de déformation longitudinale macroscopique (information de l'extensomètre) pour la grille 1 : les cartes des trois composantes planes du tenseur des déformations (figures 2.12, 2.13 et 2.14) et celle de la déformation équivalente tridimensionnelle au sens de von Mises (figure 2.15).

Ces quatre cartes de déformation font apparaître le même motif d'hétérogénéité en bandes d'une portée supérieure à la taille moyenne des grains. Ces bandes ont deux directions bien définies, environ  $\pm 45$  degrés par rapport à la direction de chargement. L'observation de l'évolution de ce motif d'hétérogénéité en fonction du chargement montre qu'il est indépendant de ce dernier, comme on peut le voir sur les trois figures suivantes (2.16, 2.17 et 2.18). Elles représentent l'évolution de la déformation équivalente locale normalisée par sa valeur macroscopique.

Pour expliquer ce phénomène, on peut avancer les deux mêmes hypothèses que pour l'étude sur les biphasés : la proportionalité du chargement à l'échelle locale ou l'observation du régime établi des mécanismes de déformation plastique. Cette deuxième hypothèse est la plus probable. Cela signifie que ces observations, même à faibles déformations (autour de 1 % macroscopique), ne sont pas suffisantes pour appréhender la formation de ces bandes qui a lieu plus tôt, au début de l'entrée en plasticité du matériau. Bien que les premières cartes de déformations représentent l'entrée en plasticité macroscopique (voir courbe de comportement macroscopique E.2 en annexe E), les phénomènes à l'échelle locale sont à un stade beaucoup plus avancé et déjà établi.

## 2.3 Caractérisation des bandes

On utilise la même démarche que celle présentée pour les biphasés Ni/Ag (voir section 1.4) pour caractériser de manière quantitative l'existence et la géométrie des bandes.

### 2.3.1 Critère d'existence

La mise en place du critère d'existence est effectuée pour la carte à l'état 6 présentée à la figure 2.15. A partir de l'histogramme des valeurs de déformations équivalentes donné sur la figure 2.19, on détermine le seuil permettant d'extraire les zones les plus déformées du reste de la carte. On choisit de prendre la valeur de la déformation équivalente qui découpe l'histogramme en deux zones

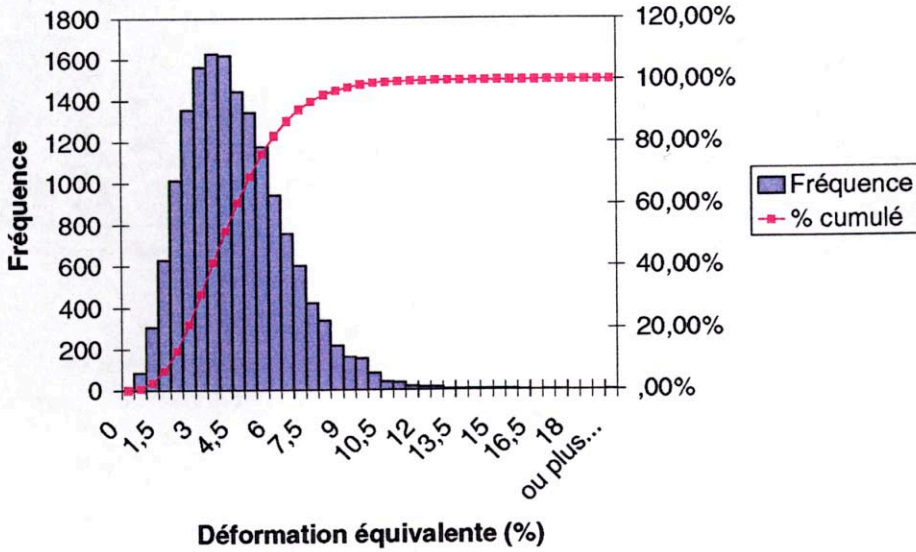


FIG. 2.19 – Histogramme des déformations équivalentes : grille 1, état 6

de surfaces égales. On obtient un seuil autour de 4 %. Le seuillage de la carte de déformation et son traitement (dilatation et érosion) permet d'obtenir l'image binaire de la figure 2.20, isolant les bandes. Les pixels blancs correspondent aux bandes de localisation. En extrayant les contours dans cette image et en les superposant à la carte de déformation, on vérifie que ce critère isole, au moins au premier ordre, le motif des bandes (voir figure 2.21).

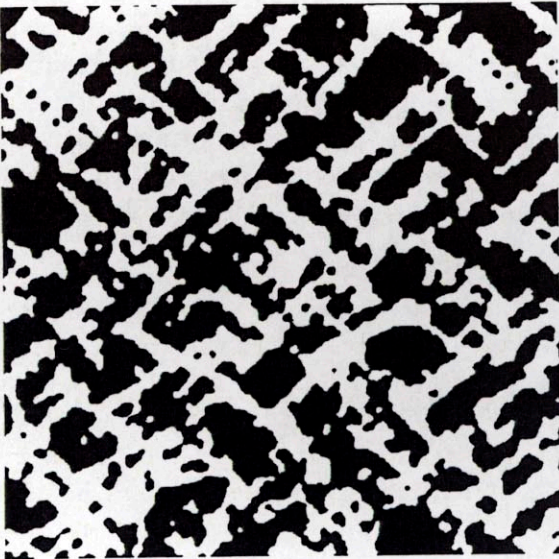


FIG. 2.20 – Image binaire des bandes

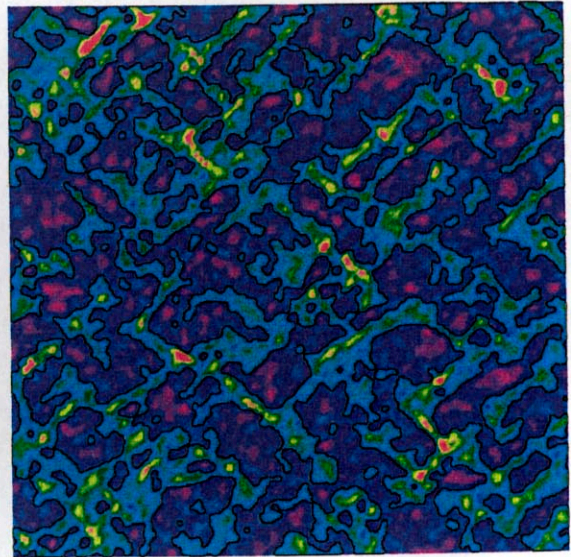


FIG. 2.21 – Superposition des contours

On utilise la covariance à deux points sur cette image pour mettre en évidence les corrélations en fonction de la portée. On construit la représentation spatiale du covariogramme que l'on donne

en figure 2.22. Cette image est obtenue pour une portée de  $\pm 160\mu\text{m}$ . Une représentation en faux

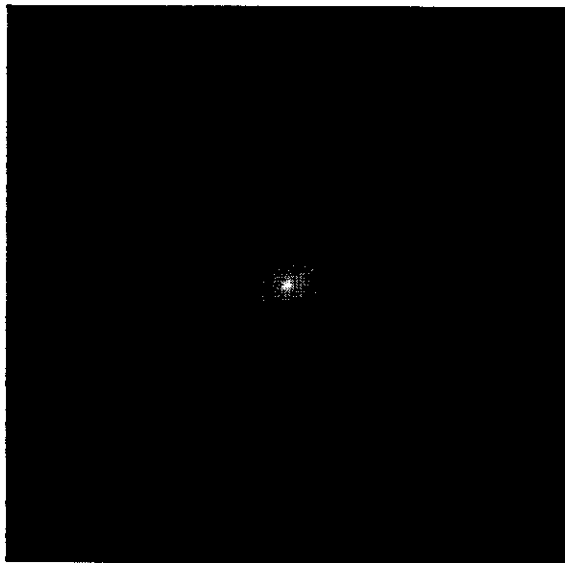


FIG. 2.22 – Représentation spatiale de la covariance : configuration initiale

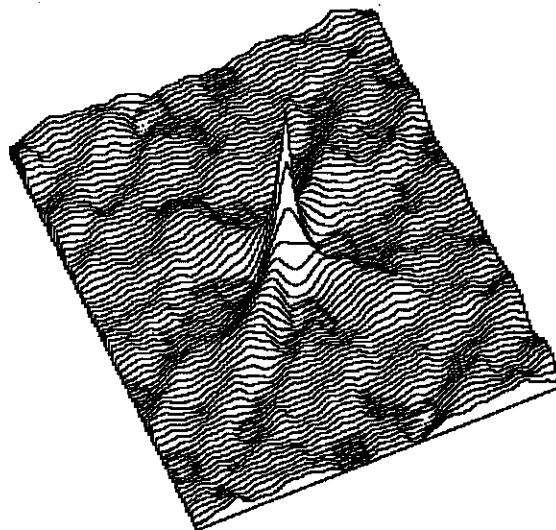


FIG. 2.23 – Profil de la surface : configuration initiale

relief est proposée en figure 2.23.

Cette image fait apparaître un motif particulier en croix qui témoigne d'une répartition en bandes suivant deux directions : les corrélations dans ces deux directions sont plus importantes et ceci quelle que soit la distance. Cela prouve alors objectivement l'existence du phénomène de localisation en bandes dans ce matériau.

### 2.3.2 Caractéristiques géométriques des bandes

On extrait les caractéristiques géométriques moyennes des bandes (voir figure 2.22) de l'image précédente.

Les bandes présentent une géométrie bien rectiligne. Pour le critère considéré ici, leur épaisseur moyenne est de l'ordre de  $20\mu\text{m}$  et est liée de la même manière à la taille caractéristique du domaine d'intégration ( $10\mu\text{m}$  ici) utilisé pour calculer les déformations. Il est certain que la taille réelle des bandes est bien inférieure.

Les bandes s'alignent suivant deux directions particulières par rapport à la direction de traction qui est ici verticale. On mesure un angle de  $\pm 48$  degrés entre ces deux directions. On s'attendait à trouver un angle d'environ 45 degrés observé dans la littérature [27, 84, 109] pour des déformations macroscopiques plus importantes. Cette différence n'est pas due au mode de représentation de la carte de déformation. En effet, les déformations locales de Green-Lagrange sont calculées par rapport à la configuration initiale et représentées dans cette dernière. Ainsi, les motifs réels d'hétérogénéité de la configuration déformée sont vus déformés dans la configuration initiale. Lorsque l'on trace la carte de déformation dans la configuration déformée et que l'on recrée la représentation spatiale de covariance, on obtient le motif de bandes dans son état physique. Dans notre cas, pour la valeur de déformation macroscopique étudiée, la représentation de la carte de déformation dans la configuration déformée n'est pas différente de celle dans la configuration initiale, comme le montrent les figures 2.24 et 2.25. Les différences sont noyées dans le flou du motif et il est difficile de conclure à une modification de l'orientation des bandes.

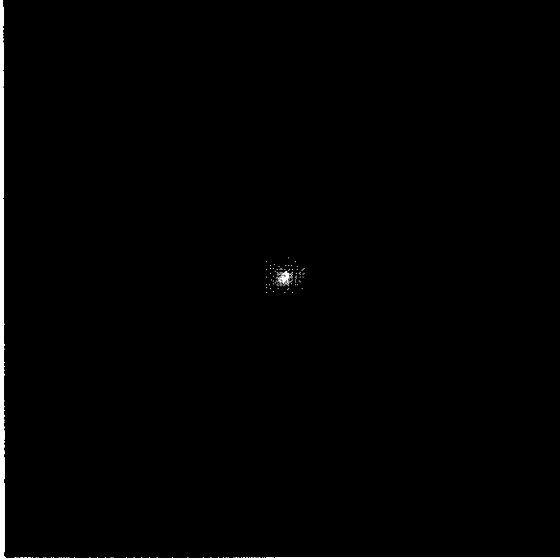


FIG. 2.24 – Représentation spatiale de la covariance : configuration déformée

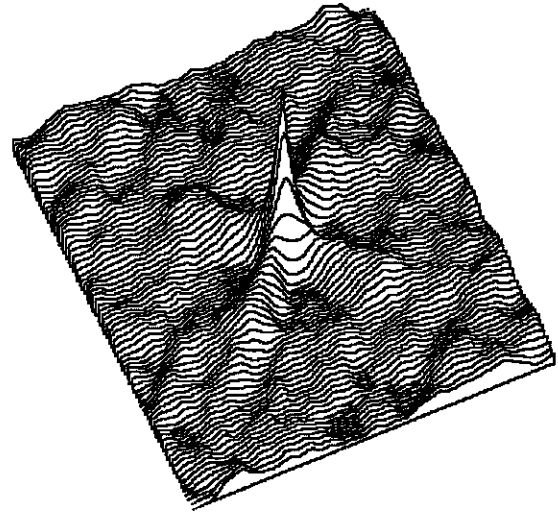


FIG. 2.25 – Profil de la surface : configuration déformée

L'analyse des profils de la covariance extraits de l'image de la figure 2.22 montre que les bandes ont une portée de l'ordre de  $75\mu m$ , soit trois fois la taille moyenne des grains ( $25\mu m$ ). La figure 2.26 donne les quatre profils principaux du motif moyen des bandes :

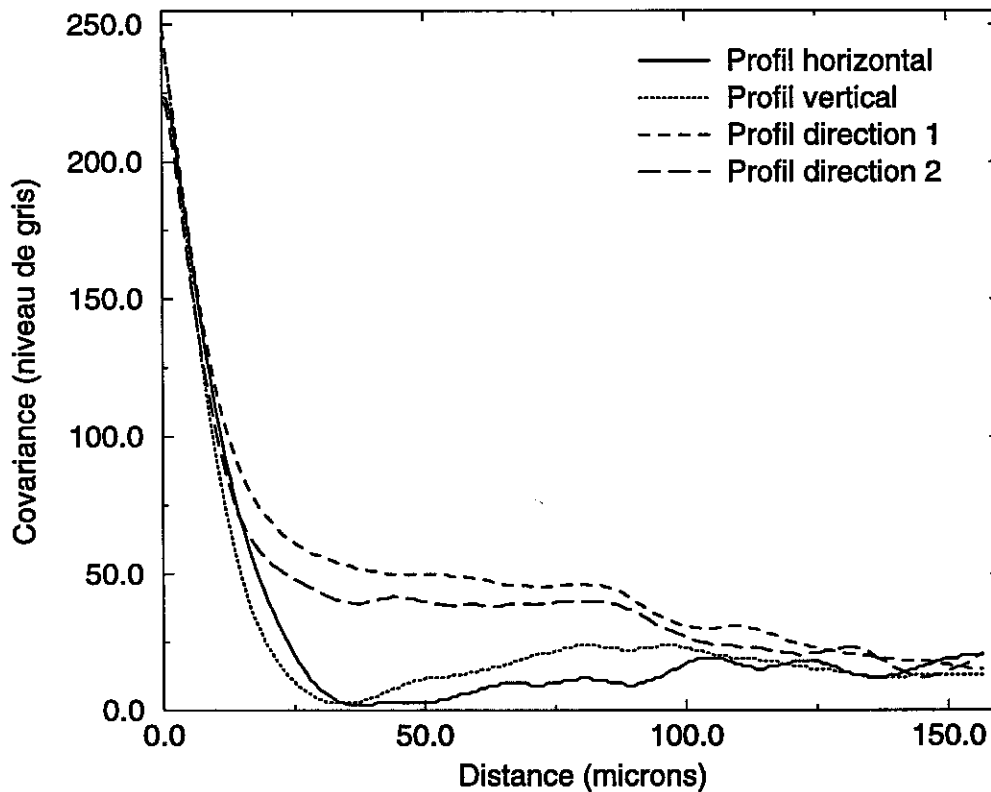


FIG. 2.26 – Comparaison des différents profils

– les profils suivant les bandes, à  $\pm 48$  degrés par rapport à la direction de traction verticale



(direction 1 et direction 2)

– les profils horizontal et vertical.

Les profils suivant les bandes présentent après la décroissance du pic central un palier plus haut que celui des profils horizontal et vertical. Il disparaît au delà d'une distance de  $75\mu m$  et ces profils convergent vers les autres. Cela montre l'existence d'une corrélation à longue portée pour ces bandes. A la différence de l'étude sur les biphasés, la taille de la zone analysée est suffisante pour observer la portée réelle des bandes.

En conclusion, les bandes de localisation dans le zirconium ont des caractéristiques moyennes bien marquées : une direction particulière à 48 degrés de part et d'autre de la direction de traction, une portée supérieure à la taille moyenne des grains et une épaisseur inférieure à  $20\mu m$ . Ces bandes semblent être contrôlées par un mécanisme global à l'échelle macroscopique comme pour les biphasés. Leur orientation proche de 45 degrés évoque un mécanisme de plasticité isotrope pour lequel une sollicitation uniaxiale de traction engendre par cission maximale des bandes infinies à  $\pm 45$  degrés. Avec cette hypothèse, il est surprenant que ce phénomène soit complètement indépendant de la microstructure. En effet, dans ce cas la microstructure devrait fixer au moins la position des bandes aux endroits les moins résistants, comme pour les biphasés. D'autre part, il est également surprenant que, dans cette configuration indépendante de la microstructure, les bandes n'aient pas une portée plus grande. Une autre explication réside dans le fait que la texture associée à cette configuration de traction engendre un glissement facile pour chaque grain. Les hétérogénéités de comportement dans le matériau sont alors faibles et ce dernier peut être considéré comme quasi homogène.

A ce stade, il est indispensable d'établir comment la microstructure agit sur le phénomène de bandes de localisation. Cet aspect constitue le développement de la section 2.4.

### 2.3.3 Répartition de la déformation dans les bandes

A partir des valeurs de déformations locales mesurées, on quantifie le niveau de répartition de la déformation macroscopique dans les bandes. On utilise les données numériques de l'histogramme des déformations équivalentes (figure 2.19) et on calcule les deux sommes de la ligne 2.1

$$\int_0^{\epsilon_0} f \epsilon d\epsilon = \sum_{i=1}^{n_0} f_i \epsilon_i \quad \text{et} \quad \int_{\epsilon_0}^{\infty} f \epsilon d\epsilon = \sum_{i=n_0+1}^{n_{max}} f_i \epsilon_i \quad (2.1)$$

où  $n_0$  est le numéro de la classe du seuil  $\epsilon_0$ ,  $f_i$  la fréquence de la classe  $i$  et  $\epsilon_i$  la valeur moyenne de cette classe.

Pour le pas 6 étudié, la déformation équivalente macroscopique est égale à 4,4 % et la contribution des bandes s'élève à 3,1 %. Ainsi, les bandes de localisation représentent 70 % de la déformation macroscopique imposée. Cela confirme l'idée que ces mécanismes de bandes une fois apparus absorbent la plus grande part de la déformation imposée et gouvernent le comportement moyen.

## 2.4 Corrélation avec la microstructure

L'objectif de cette section est d'établir les liens entre le phénomène de bandes et la microstructure. Comme on l'a vu dans la première section, la microstructure est caractérisée par deux informations, la géométrie des grains et leur orientation cristalline. L'étude de ces deux paramètres constitue deux niveaux d'analyse de la corrélation avec la microstructure que l'on propose de développer dans la suite.

### 2.4.1 Forme des grains

Cette étude correspond au premier niveau d'analyse.

Pour révéler les contours des grains, il faut analyser l'image haute résolution initiale utilisée pour la mesure des déformations, de la même manière que pour l'analyse de la taille des grains. On obtient une image du contour des grains (voir figure 2.3) qu'il faut superposer à la carte de déformations pour établir les corrélations avec les phénomènes physiques observés. On obtient alors une image interprétable (voir figure 2.27). On présente ici le résultat de la grille 1 à l'état 5.

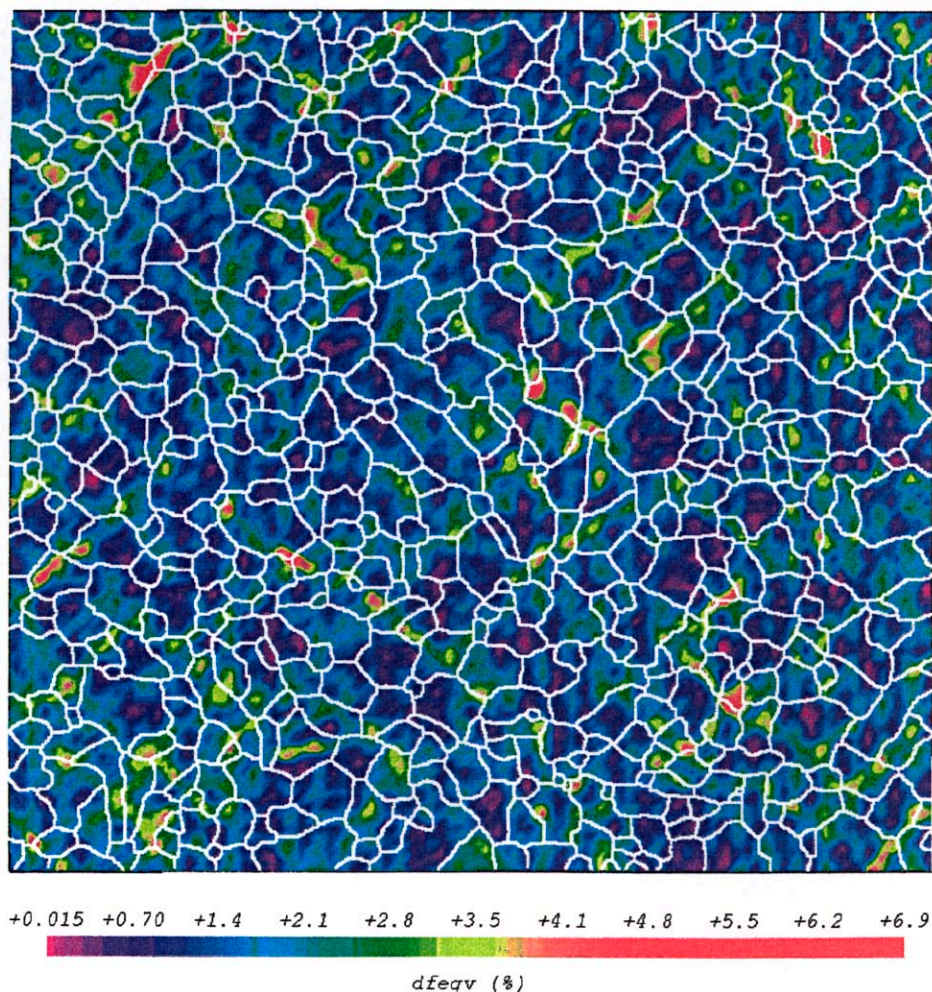


FIG. 2.27 – *Superposition de la microstructure : grille 1, état 5*

L'observation de cette image confirme que les bandes traversent plusieurs grains, comme on l'a déjà mis en évidence dans la section précédente. Elles semblent peu guidées par la microstructure. En regardant plus localement, on s'aperçoit que les bandes sont préférentiellement situées dans des zones proches des joints de grains. Ces zones sont des régions de fortes incompatibilités de déformation, comme on peut le voir sur l'image 2.46 représentant les détails de la microgrille déformée pour une telle région. On remarque, également, que cette configuration fait apparaître des amas de grains qui ne se déforment pas, disposés entre les bandes de localisation.

Ces constatations sont plutôt contradictoires : d'un côté les bandes semblent ignorer la microstructure et de l'autre elles évitent des ensembles de grains pour lesquels le champ local de contrainte

n'entraîne pas de déformation. Il est difficile de conclure sur le lien entre la microstructure et les bandes. Ces observations ne sont pas suffisamment probantes et la comparaison avec l'information des orientations cristallines s'impose pour établir des conclusions plus sûres.

### 2.4.2 Orientation cristalline

Cette étude est plus fine et correspond au deuxième niveau d'analyse.

Le premier problème est de pouvoir comparer le phénomène de bandes avec les données des orientations cristallines, soit de mesurer les orientations cristallines sur la même zone que la carte de déformation. Le problème de recalage est résolu par la présence des microgrilles et des détails de la microstructure. Ensuite, pour effectuer une corrélation pertinente, il est important de disposer d'une mesure précise à la même échelle ( $5\mu m$ ) que les mesures de déformation. Enfin, il est nécessaire de couvrir une zone suffisamment grande, du même ordre de grandeur que celle couverte par les cartes de déformation, pour garantir une représentation statistique des phénomènes observés. Cela suppose d'être capable de réaliser un grand nombre de mesures.

Les orientations de chaque grain sont mesurées à l'aide d'un dispositif d'EBSP (Electron Back Scattering Pattern), et un système de pilotage automatique est utilisé pour couvrir une zone importante. Cette mesure a été effectuée avec un dispositif TSL au LPMTM de Paris XIII par R. Chiron. En raison des capacités actuelles du dispositif, une zone plus petite que celle de l'analyse des déformations a été étudiée (voir figure 2.28). En effet, couvrir une zone plus grande demande un

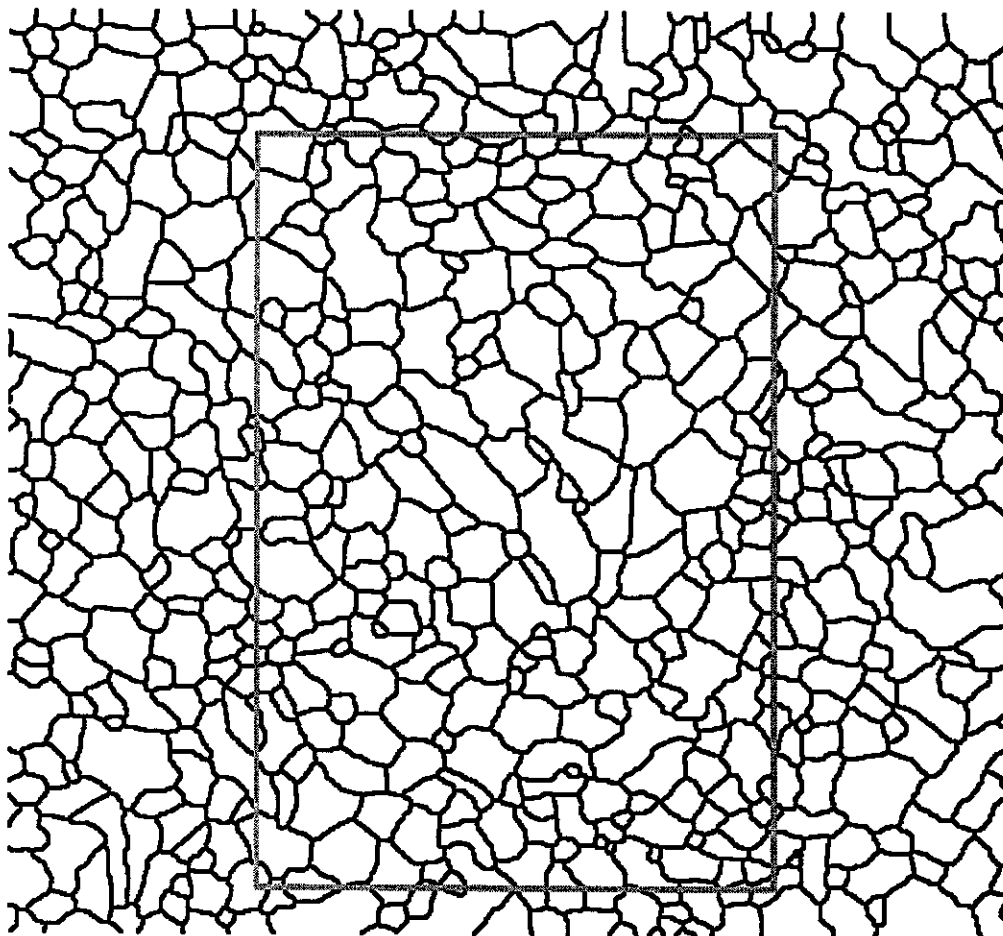


FIG. 2.28 – Zone de mesure des orientations cristallines

temps d'acquisition supérieur à la journée. Or, un tel système nécessite encore une supervision humaine pour quelques recalages, tels que ceux de la mise au point et du positionnement du filament. Ces recalages sont nécessités par les fluctuations physiques et électroniques du MEB qui ne sont pas encore maîtrisées. On s'assure, ainsi, de la qualité de la mesure. Un pas de  $2,5\mu\text{m}$  est choisi pour que plusieurs mesures soient effectuées dans le même grain. La zone analysée couvre  $250\mu\text{m} \times 460\mu\text{m}$ , soit environ 18 500 points analysés. L'acquisition dure plus de 3 heures.

Pour chaque point analysé, le système donne trois angles d'Euler qui permettent de définir l'orientation du grain considéré dans le repère de l'échantillon (voir les figures 2.29 et 2.30). Les cartes d'orientations suivantes 2.31 et 2.32 donnent respectivement l'orientation de l'axe X

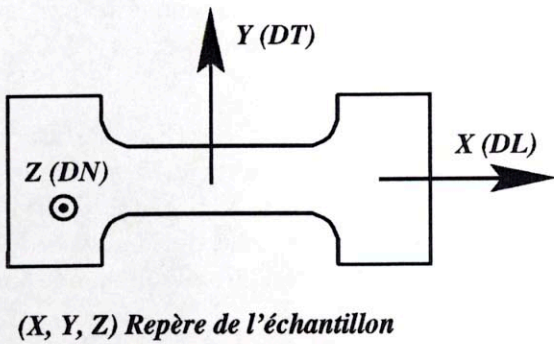


FIG. 2.29 – Les axes de l'éprouvette

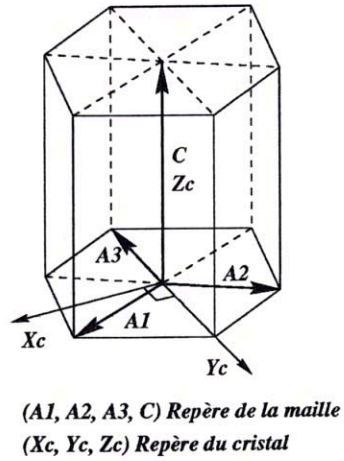


FIG. 2.30 – Les axes de la maille hexagonale

(transverse) et l'axe Y (axe de traction) dans le repère du cristal avec une carte de couleurs définie



FIG. 2.31 – Carte d'orientation : axe X dans le repère du cristal



FIG. 2.32 – Carte d'orientation : axe Z dans le repère du cristal

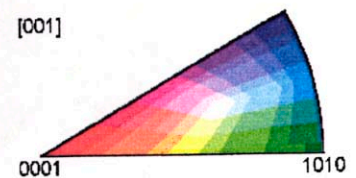


FIG. 2.33 – Triangle standard

dans le triangle standard de la figure 2.33. Les points blancs qui parasitent les cartes d'orientations

sont des évaluations fausses dues à la présence de la microgrille et à des défauts de relief. On obtient la texture locale déterminée à partir de ces mesures (figure 2.34) et on vérifie qu'elle donne les mêmes tendances que celles de la texture macroscopique donnée dans la figure 2.8. Cette nouvelle

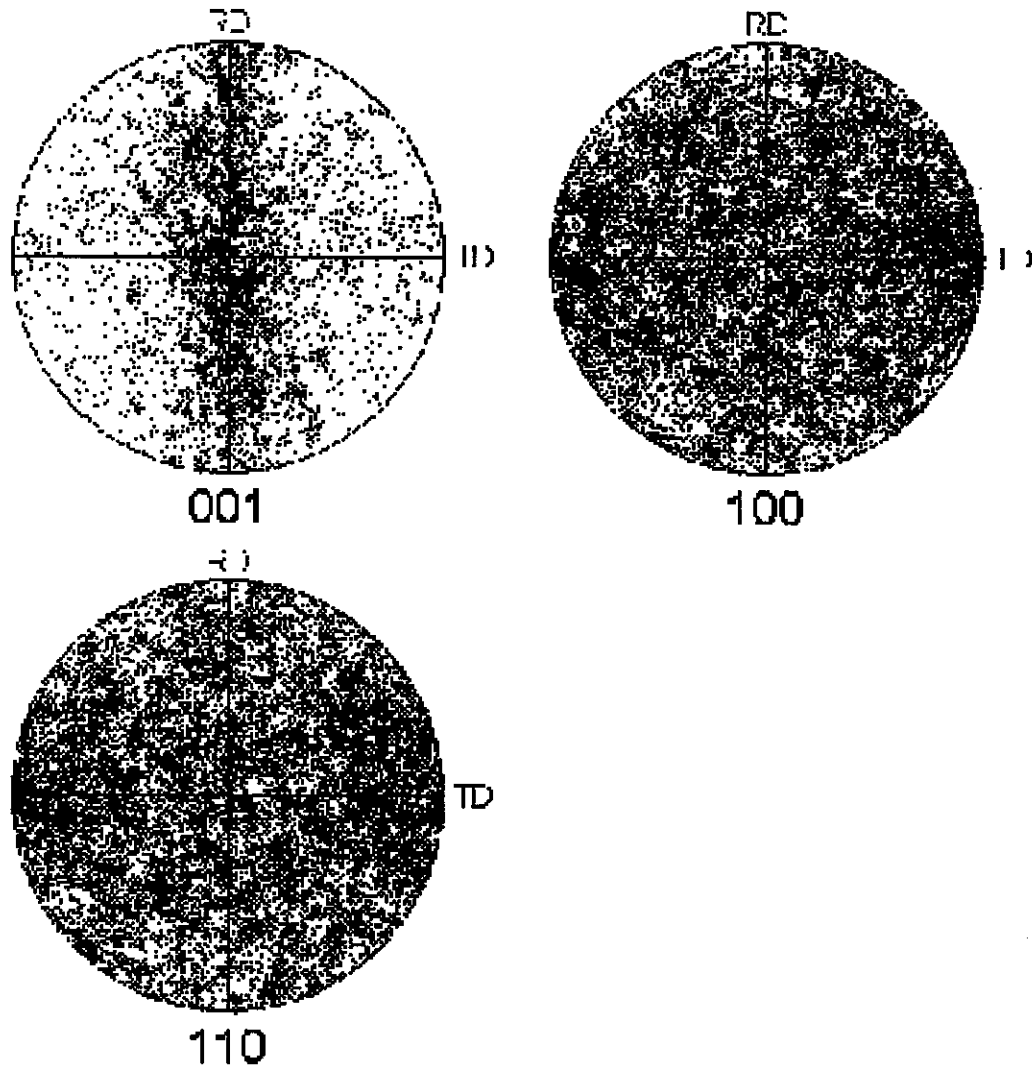


FIG. 2.34 – Figures de poles inverses

zone d'étude est ainsi représentative de la texture du matériau, comme nous l'avons évoqué dans cette même partie. Notons que, dans la représentation des figures de pôles inverses, l'axe de traction est situé suivant l'horizontale (direction TD sur la figure 2.34).

Ces cartes d'orientations définissent les contours des grains de manière plus fiable que ceux déterminés manuellement dans la première section. On remarque en superposant les contours déterminés à partir d'images du MEB que les deux informations sont presque identiques, comme on peut le voir sur la figure 2.35.

L'information de ces cartes d'orientations n'est pas directement exploitable: les corrélations avec les cartes de déformation ne sont ni aisées ni immédiates. Il faut, pour cette analyse, extraire l'information qui nous intéresse. Il s'agit de la capacité d'un grain à se déformer sous une sollicitation uniaxiale de traction de direction donnée plutôt que son orientation cristalline. L'indicateur approprié pour représenter ce caractère est le facteur de Schmid, dans une approche géométrique

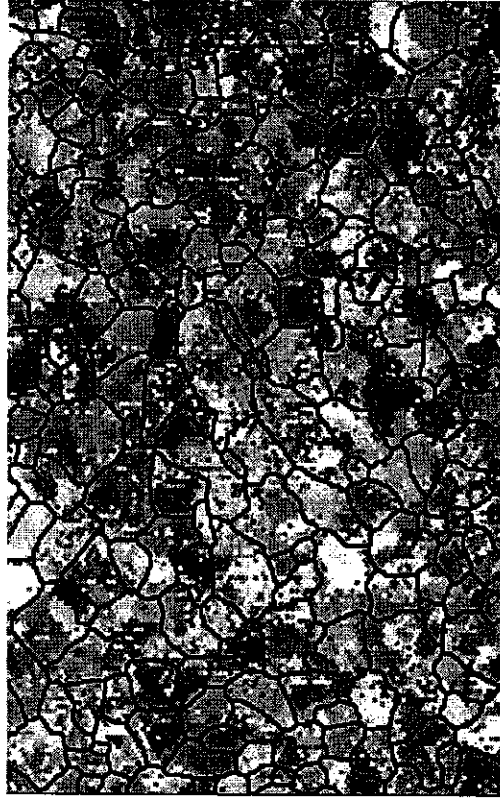


FIG. 2.35 – Carte d'orientation avec microstructure : axe X dans le repère du cristal

où la valeur du chargement local n'est pas prise en compte. La méconnaissance de la contrainte locale amène à supposer un chargement uniforme de traction dans chaque grain. Ce polycristal est alors considéré comme un agglomérat de monocristaux indépendants. Les hétérogénéités prises en compte sont d'ordre purement géométrique, ignorant l'existence d'un chargement complexe. Le facteur de Schmid a alors pour expression :

$$F_S = \cos(\alpha)\cos(\beta) \quad (2.2)$$

où  $\alpha$  et  $\beta$  sont les angles respectivement entre l'effort de traction  $F$  et la normale au plan de

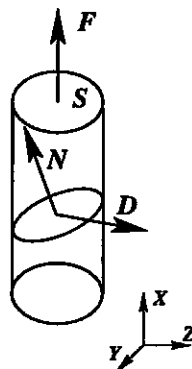


FIG. 2.36 – Loi de Schmid

glissement considéré  $N$  et, entre l'effort de traction  $F$  et la direction de glissement  $D$  dans ce plan (voir figure 2.36).

On veut quantifier la faculté d'un grain à glisser facilement. Les facteurs de Schmid sur les différents plans de glissement possibles pour le cristal de zirconium donnent ces renseignements. La valeur maximale fixe le niveau par grain. Pour ce calcul, on a pris en compte les plans prismatiques de première espèce. Les études antérieures sur les mécanismes de déformation à l'échelle du grain [27, 40] ont en effet montré que les mécanismes activés à température ambiante et pour une traction dans la direction de laminage sont les glissements selon ces plans. Le détail des calculs est présenté dans l'annexe E. Les résultats suivants ont nécessité le développement d'un programme informatique en langage C utilisant la bibliothèque de procédures de manipulations d'images numériques VISTA.

La représentation spatiale de ces facteurs maximaux fournit une carte en niveaux de gris (figure 2.37). Le noir correspond à un grain dans une configuration où le glissement est difficile. Le



FIG. 2.37 - Carte des facteurs de Schmid maximum

blanc représente la situation la plus favorable. Cette carte montre que les hétérogénéités de comportement sur la zone étudiée sont faibles. L'ensemble des grains est dans une situation favorable au glissement. En effet, si l'on trace la fonction de distribution de ces facteurs maximaux (figure 2.38), on constate que 80 % d'entre eux ont une valeur supérieure ou égale à 0,4.

Pour disposer d'une information superposable à la carte des déformations, il est nécessaire de seuiller ces valeurs. On distingue une zone favorable au glissement d'une autre en fixant un seuil de telle manière que l'histogramme soit coupé en deux parties d'aires égales. Ce critère permet d'isoler sur la carte des zones de surface égale, car si une zone est trop petite, les conclusions risquent d'être biaisées par une perte d'information trop importante. Le seuil est égal à environ 0,45. On obtient alors une image seuillée (figure 2.39) que l'on traite (érosion et dilatation) pour éliminer les points aberrants. On obtient une image binaire (figure 2.40) interprétable comme une image de microstructure biphasée avec une phase "dure", la noire, et une phase "molle", la blanche. On extrait les contours que l'on peut superposer à la carte de déformation (voir figure 2.42). On obtient la figure 2.43.

On constate qu'il existe une corrélation entre l'orientation cristalline et les bandes de localisation mais seulement sur quelques zones de cette carte. Certaines bandes de localisation passent à travers

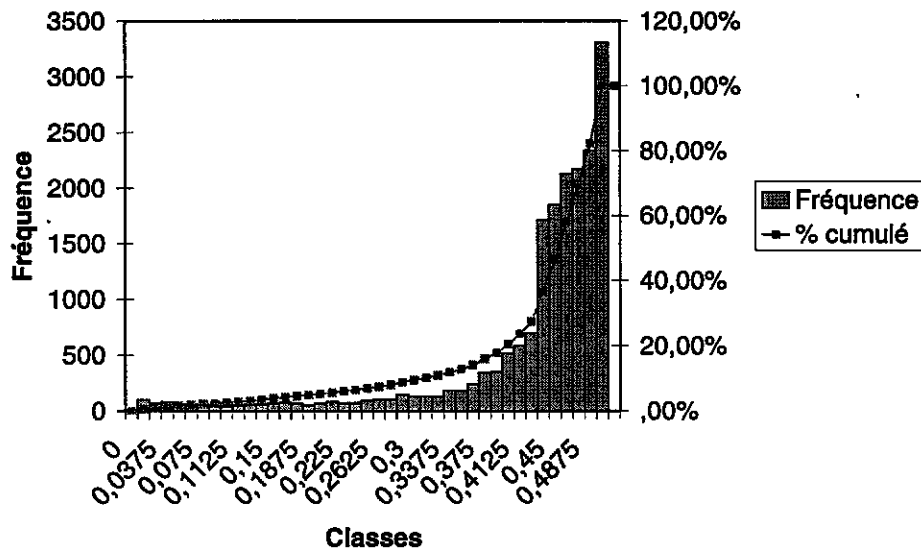
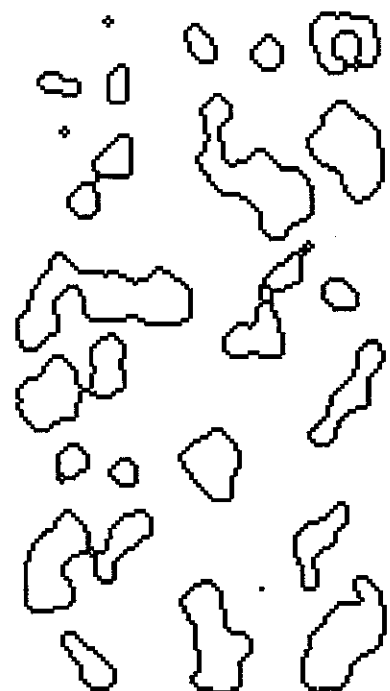


FIG. 2.38 – Histogramme des facteurs de Schmid maximum

FIG. 2.39 – Carte des facteurs  
max seuillés à 0,45FIG. 2.40 – Traitement  
d'images sur la carteFIG. 2.41 – Extraction des  
contours

des zones supposées ne pas se déformer facilement. L'observation au MEB de ces zones montre l'existence de traces de glissement à ces endroits comme sur la figure 2.44.

Les grains considérés se sont déformés alors que les valeurs de leur facteur de Schmid sont



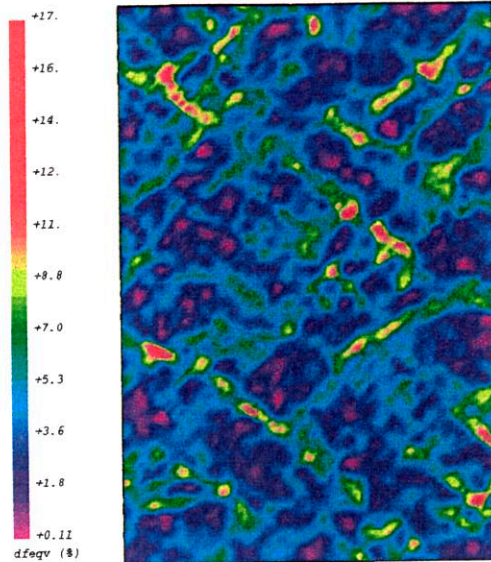


FIG. 2.42 – Carte de déformation à l'état 6 de la zone étudiée : déformation équivalente

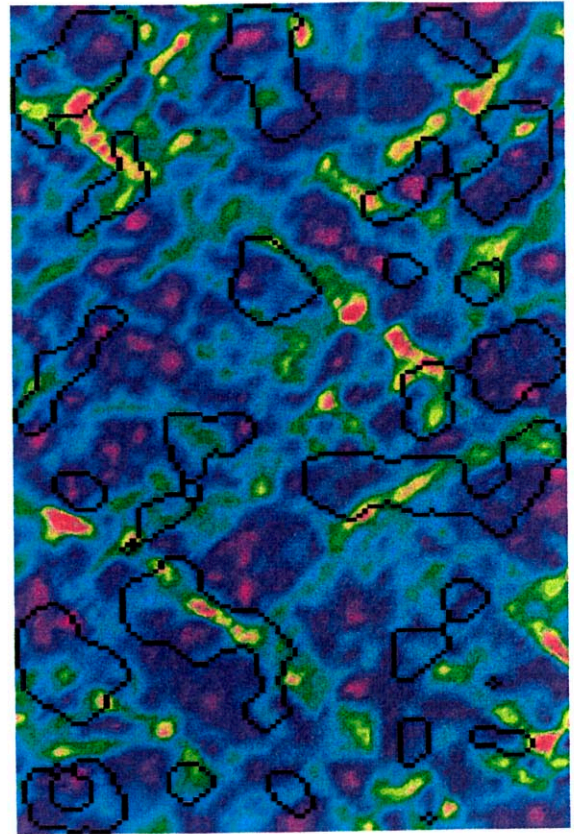


FIG. 2.43 – Carte de déformation avec seuil

faibles. En effet, sur la figure 2.44, la zone délimitée par le contour est supposée ne pas se déformer et pourtant on observe un glissement intragranulaire. On vérifie expérimentalement que son facteur de Schmid (0,41) est bien inférieur au seuil de 0,45. Des études antérieures sur les mécanismes de déformation à l'échelle du grain dans le zirconium [27, 40] ont conclu à la validité de la loi de Schmid pour cette sollicitation de traction dans la direction de laminage. Si l'on considère que cette loi est bien valide, les zones déformées non prévues s'expliquent par le fait que la contrainte locale dans ces zones est plus importante que celle de la traction macroscopique. En effet, pour la détermination des facteurs de Schmid, nous avons supposé par manque d'information que le chargement macroscopique se répartit uniformément dans tout le matériau. Ceci n'est qu'une hypothèse grossière, car pour un matériau hétérogène réel, les différences de comportement dues à la microstructure entraînent un champ local de contrainte complexe. Ce dernier active des glissements non prévus.

Il existe donc une corrélation entre le phénomène de bandes et l'orientation cristalline. Cependant, cette information apparaît comme insuffisante pour décrire à elle seule ce problème. Une question se pose alors : quelles informations supplémentaires sont nécessaires pour décrire ces mécanismes de bandes ? Nous venons de mettre en évidence que le champ local de contrainte est un paramètre supplémentaire, mais est-il le seul ? L'examen de ces questions fait l'objet de la section suivante.

## 2.5 Critère de prévision

La connaissance des orientations cristallines locales n'est pas suffisante pour expliquer et prévoir les mécanismes de bandes. Par ailleurs, la connaissance du champ local de contrainte est nécessaire pour affiner l'estimation des facteurs de Schmid et prévoir la déformation de certains grains non

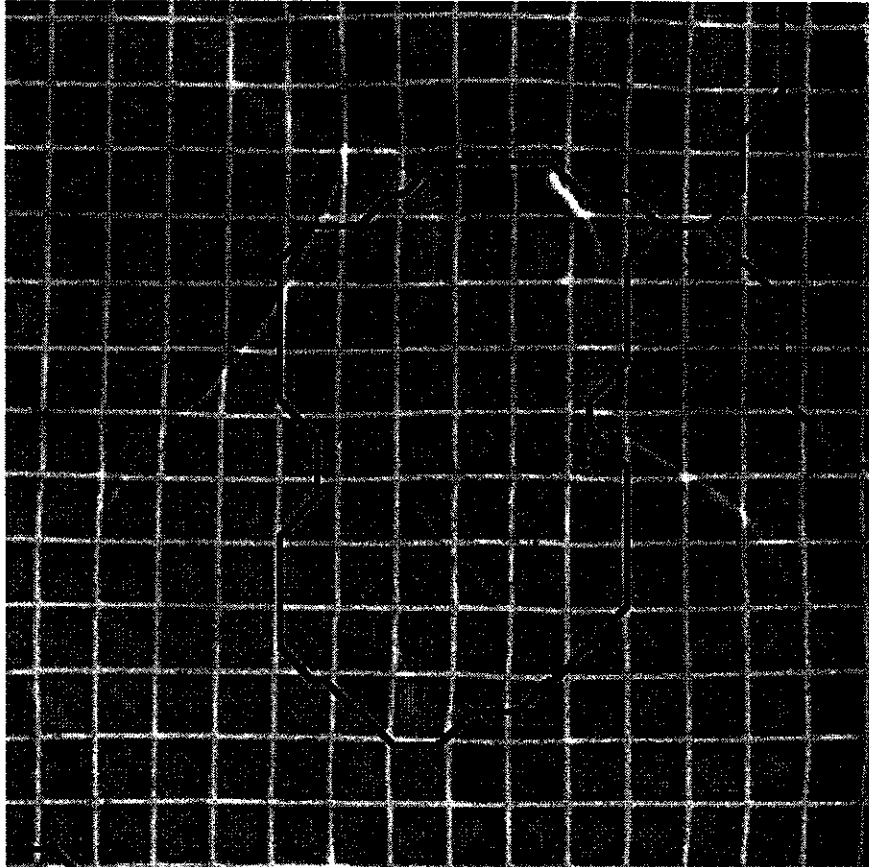


FIG. 2.44 – Zoom d'une partie supposée ne pas se déformer

activés selon la loi simple. Cependant, l'observation des zones les plus déformées nous pousse à dire que la prise en compte de cette information supplémentaire n'est pas suffisante. En effet, les bandes de localisation sont les sièges de fortes incompatibilités géométriques de glissement entre grains voisins, (comme on peut le voir sur l'image 2.45) et se traduisent par de fortes hétérogénéités aux joints de grains. L'information de la direction de glissement dans chaque grain apparaît comme un autre paramètre important pour prévoir ces incompatibilités. De plus, ces dernières entraînent d'autres mécanismes de déformation comme le glissement plus intense près des joints (voir image 2.45) et le maclage lenticulaire (voir image 2.46) non pris en compte dans le critère initial.

La combinaison de ces trois paramètres, l'orientation cristalline, le champ de contrainte locale et la direction de glissement, semble suffisante pour prévoir ces bandes. Cependant, ces trois paramètres ne sont pas indépendants. En effet, le champ local de contraintes détermine l'activité des grains pour une orientation donnée et leurs directions de glissement par la loi de Schmid. Mais les incompatibilités de glissement entre grains voisins modifient le champ de contrainte qui peut faire apparaître d'autres glissements ou d'autres mécanismes. Dans notre cas, le seul mécanisme qui apparaisse est le glissement proche des joints. La méconnaissance du champ local de contrainte rend le problème insoluble.

Il n'est pas possible de mesurer le champ local de contraintes pour une structure à petits grains avec les moyens expérimentaux actuels [49]. En conséquence, le problème n'est pas soluble de manière expérimentale et il n'est pas possible de trouver un critère d'apparition simple. Il faut faire appel aux codes de calcul et aux modélisations plus sophistiquées pour prévoir ce phénomène tels que ceux du mésoscope numérique [65] avec des conditions aux limites homogènes ou des éléments finis cristallins avec des conditions aux limites déduites des conditions aux limites expérimentales

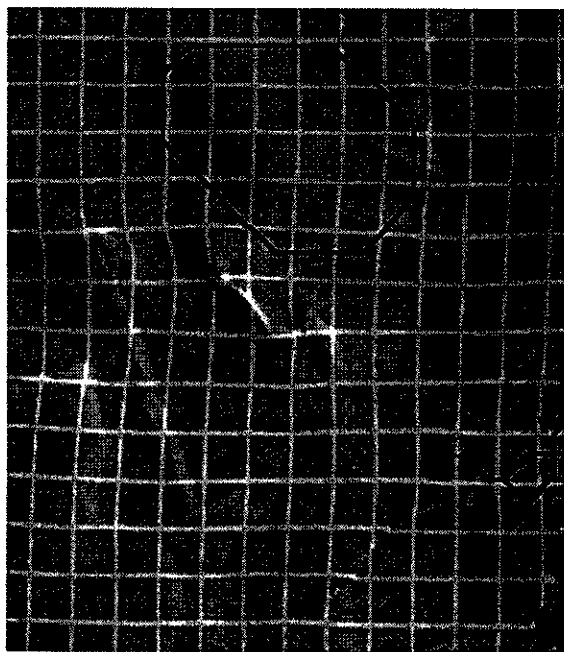


FIG. 2.45 – Zone de fortes incompatibilités : glissement près du joint

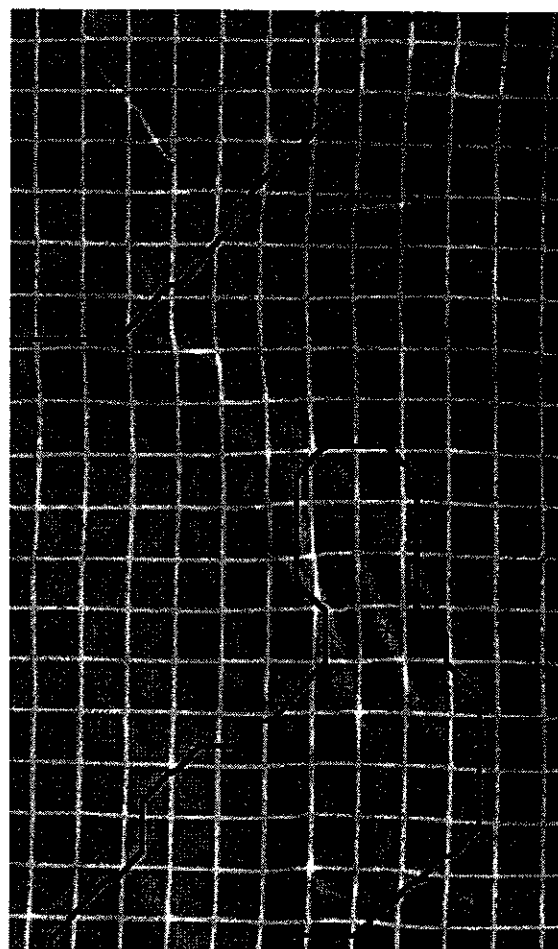


FIG. 2.46 – Zone de fortes incompatibilités : maclage lenticulaire

en déformation comme pour l'étude des biphasés Ni/Ag du chapitre précédent. Ces modélisations doivent être capables de prendre en compte la microstructure avec un très grand nombre de grains.

## 2.6 Conclusion

L'utilisation de la technique de mesure a permis de mettre en évidence les phénomènes de bandes de localisation dans le zirconium pour des déformations inférieures à 5%. Les mesures sont effectuées sur une surface représentative de l'ordre de  $0,5\text{mm}^2$  pour une traction parallèle à direction de laminage. Le caractère quantitatif de la mesure a permis de définir un critère d'apparition de ces bandes et de révéler leurs caractéristiques. Elles ont une portée bien marquée, de l'ordre de  $75\mu\text{m}$ , trois fois la taille moyenne des grains, et une épaisseur inférieure à  $20\mu\text{m}$ . Elles sont orientées à  $\pm 48$  degrés de la direction de traction.

Leur corrélation avec la microstructure est montrée. Les zones de très fortes déformations apparaissent préférentiellement aux joints de grains, où le glissement survient. L'orientation cristalline par le biais de la loi de Schmid permet de prévoir les grains qui se déforment, mais elle n'est pas suffisante pour prévoir l'ensemble des mécanismes. La connaissance du champ local de contraintes et des directions de glissement dans les grains est nécessaire pour affiner le critère géométrique. La répartition de ces bandes semble être due au caractère peu hétérogène du comportement du

matériau, puisque la texture étudiée engendre peu d'hétérogénéités de glissement pour cette sollicitation de traction. L'ensemble des grains est favorable au glissement prismatique.

L'ensemble des informations réunies dans cette étude permet d'expliquer l'origine des bandes de la manière suivante. Ces bandes relèvent d'un phénomène macroscopique de plasticité isotrope. Pour une traction uniaxiale, la cission maximale gouverne la formation de bandes infinies à  $\pm 45$  degrés. Dans le matériau, ces bandes sont guidées par la microstructure et leur caractère infini est moins marqué. Elles passent préférentiellement par des zones où les glissements dans les grains voisins sont compatibles [27]. L'orientation réelle des bandes devient  $\pm 48$  degrés. Par diffusion du glissement, des zones d'incompatibilités géométriques de déformation apparaissent. Elles sont alors la source de fortes contraintes qui entraînent des glissements proches des joints. De plus, les bandes de localisation apparaissent très tôt, avant 1 %. Une fois le phénomène installé, le motif d'hétérogénéités de déformation n'évolue plus en fonction du chargement, comme on a pu le voir sur les trois états de déformation observés. Le chargement local est alors proportionnel et ces bandes gouvernent à elles seules la déformation macroscopique du matériau.

Ce caractère particulier s'explique par la présence d'un seul système de glissement, comme on peut l'observer expérimentalement. Une étude en cours sur des monocristaux de zirconium [38] montre que l'activation d'un système de glissement entraîne un faible écrouissage intragranulaire. Ainsi les bandes apparaissent aux endroits de glissement facile et, comme l'écrouissage est faible, la déformation de ces zones reste facile quel que soit le niveau de chargement. La déformation dans d'autres zones devient difficile. Les observations menées, même à faible déformation (autour de 1 % macroscopique), ne sont pas suffisantes pour appréhender la formation de ces bandes qui a lieu plus tôt, au début de l'entrée en plasticité du matériau. Bien que les premières cartes de déformation représentent l'entrée en plasticité macroscopique d'après la courbe de comportement macroscopique, les phénomènes à l'échelle locale sont à un stade beaucoup plus avancé et déjà établi.

Soulignons que le relief dû à la déformation du matériau est négligeable et ne perturbe pas la mesure des déformations locales. En effet, les trois cartes de déformations donnent le même motif d'hétérogénéités et, pour la configuration la moins déformée à 1 %, l'analyse de la surface montre l'absence de relief observable. L'apparition du relief est progressive en fonction de la valeur de la déformation et biaise la mesure des déformations. La constance du motif en bandes conduit à constater que le relief est négligeable dans notre cas et que sa prise en compte n'est pas nécessaire.

D'autres études, avec une texture différente entraînant des hétérogénéités de comportement plus marquées ou une traction dans la direction perpendiculaire à la direction de laminage, seraient intéressantes pour conforter les résultats et savoir si les conclusions énoncées sont généralisables. Particulièrement, il serait intéressant de savoir si l'orientation cristalline est déterminante pour l'existence et la prévision des bandes de localisation.

## Conclusion

Cette partie illustre les potentialités de la technique de mesure sur deux applications réelles d'étude du comportement local des matériaux. Elle a permis l'étude de la répartition de la déformation dans deux types de matériaux hétérogènes (un biphasé et un polycristal). Ces phénomènes sont assez mal connus à faible niveau de déformation et leur investigation à partir d'environ 1 % est rendue possible par les gains en précision de cette technique. Dans ces matériaux, on a mis en évidence un phénomène particulier de localisation de la déformation en bandes, que l'on est incapable de déceler à l'œil nu pour les plus faibles déformations mais que la représentation spatiale sous forme de cartes du champ local de déformation mesuré fait apparaître. Grâce au caractère automatique et rapide de la technique, la formation des bandes est révélée à la fois avec un pas de discrétisation fin et sur une zone de taille importante, représentative de la microstructure, de telle manière que l'ensemble des mécanismes locaux en jeu soit statistiquement pris en compte. Plusieurs états de déformation peuvent être dépouillés fournissant l'évolution des hétérogénéités au cours du chargement. La cinétique du phénomène peut alors être étudiée.

La représentation sous forme de cartes de déformation superposées à la microstructure de la zone analysée permet une corrélation qualitative du phénomène avec la morphologie (phase, grains...) : le positionnement des bandes peut être rattaché à une phase ou à la proximité d'un joint de grains. Plus quantitativement, la déformation moyenne par phase peut être calculée et sa comparaison avec la valeur macroscopique indique dans quelle phase la déformation se localise. D'une manière plus générale, la technique de mesure fournit un ensemble de données numériques riches (champs de déplacement et de déformation) que l'on peut traiter et combiner pour une évaluation plus objective du phénomène observé. Par exemple, dans cette étude, un critère quantitatif d'existence des bandes est construit à partir des valeurs du champ local de déformation et débouche sur la caractérisation géométrique des bandes, en particulier leur portée moyenne. De même, l'extraction des valeurs attachées aux bandes et le calcul de leur moyenne donne le taux de répartition de la déformation macroscopique dans celles-ci, pouvant expliquer la formation du mécanisme observé.

Pour la première application, grâce à la collaboration avec le MPA de Stuttgart, le relief de la surface observée attaché à la déformation a pu être mesuré sur la même zone que celle des microgrilles. L'influence de sa prise en compte sur la mesure des composantes planes du tenseur de déformation de Green-Lagrange est évaluée. Pour les matériaux et les niveaux de déformation étudiés (inférieurs à 10 %), l'amplitude du relief est trop faible pour qu'elle fournisse des différences significatives entre l'approximation plane et le calcul complet. Sa prise en compte n'est donc pas indispensable pour les deux applications.

L'étude de la localisation de la déformation en bandes dans les biphasés Ni/Ag et le polycristal de zirconium soumis à une compression ou une traction montre de nombreux points communs. Cette localisation s'explique par le même mécanisme macroscopique de plasticité isotrope agissant à l'échelle de l'échantillon. Pour les biphasés, le caractère isotrope a pour origine la répartition particulière des phases alors que pour le zirconium, il est dû à une géométrie de grains presque uniforme et une texture qui engendre peu d'hétérogénéités de comportement entre grains pour la

sollicitation étudiée. Régi par la cission maximale, ce mécanisme entraîne dans les deux cas la formation de bandes à  $\pm 45^\circ$  ou presque de la direction de sollicitation, d'une portée supérieure à la taille caractéristique de la microstructure (taille moyenne des domaines de phase ou des grains) et d'épaisseur plus faible que le double du pas de discrétisation. On n'obtient pas des bandes infinies car les matériaux ne sont pas homogènes. Cependant, on observe, surtout pour le polycristal, un alignement des bandes suivant des directions privilégiées. Une étude sur une zone plus grande que celles étudiées permettrait de confirmer cette tendance. Par ailleurs, on constate que la microstructure impose la position des bandes. Les deux modèles de prévision basés sur l'information primaire de la microstructure (différence de comportement entre les phases ou d'orientations cristallines) et développés en conséquence n'ont pas donné les mêmes résultats. Pour les biphasés, le modèle basé sur les chemins faibles (lignes à  $\pm 45^\circ$  dont la proportion de phase molle traversée est importante) prévoit correctement au premier ordre les bandes constatées expérimentalement. Son homologue axé sur les facteurs de Schmid pour le polycristal n'est pas suffisant. Cette différence s'explique par le niveau d'hétérogénéités lié à la microstructure. Dans le premier cas, les deux phases ont le même comportement élastoplastique à écrouissage isotrope mais leurs paramètres n'ont pas les mêmes niveaux si bien que l'on a une phase dure et une phase molle. Les hétérogénéités microstructurales sont fortes et leur prise en compte unique est suffisante pour décrire le phénomène de bandes. Dans le deuxième cas, les facteurs de Schmid ont des valeurs voisines de 0,5 si bien que la facilité à se déformer est très proche d'un grain à un autre. Cet indicateur n'est pas assez discriminant pour prévoir les bandes. Sa pertinence serait certainement tout autre pour un cas plus hétérogène. Dans notre cas, des informations supplémentaires sont nécessaires pour décrire le phénomène.

La cinétique de localisation en bandes est mal connue car la précision actuelle de la technique de mesure ne permet pas d'étudier leur apparition. On observe uniquement un régime établi qui se traduit par un motif invariable en fonction de la déformation macroscopique pour la plage étudiée. Cette absence d'évolution observée pour les deux matériaux est liée aux comportements respectifs des phases et des grains qui favorisent la stagnation. Pour les biphasés, l'Argent, a une limite d'élasticité bien inférieure au Nickel et sa déformation au tout début du chargement crée le motif. L'évolution de ce motif n'est possible que lorsque le Nickel se déformera plastiquement. Comme l'écrouissage de l'Argent est faible, cette possibilité ne peut intervenir que pour une déformation importante, au-delà de la plage de déformation étudiée. Pour le zirconium, la déformation est la conséquence de l'activation d'un seul système de glissement qui entraîne alors un faible écrouissage intragranulaire, ne favorisant pas les évolutions. Les zones de glissement facile sont activées et le restent quel que soit le niveau de chargement. Pour ces raisons, les bandes absorbent 70 % de la déformation macroscopique et gouvernent l'essentiel du comportement du matériau.

## Conclusion générale

La technique de mesure présentée dans ce travail est une approche quantitative plus fine destinée à l'étude du champ local de déformation dans les matériaux hétérogènes. Basée sur l'analyse des distorsions de grilles utilisées pour l'observation qualitative des mécanismes locaux, elle permet d'améliorer les performances des techniques antérieures. Son développement a consisté d'une part en l'utilisation d'un système de numérisation haute résolution permettant d'observer une zone représentative de la microstructure en un faible nombre d'images, ce qui limite les manipulations de juxtaposition et de regroupement des résultats. On dispose alors facilement d'une mesure englobant statistiquement l'ensemble des phénomènes en jeu. D'autre part, on a adapté les méthodes de corrélation d'images numériques, utilisées depuis plusieurs années en imagerie macroscopique pour déterminer des champs locaux de déformation dans des structures, aux images obtenues à une échelle plus fine par microscopie électronique à balayage. Ces techniques de corrélation fournissent une précision de mesure du déplacement de l'ordre du centième de pixel pour des images obtenues avec des caméras CCD classiques discrétisées sur 256 niveaux de gris et avec un marquage par mouchetis. Cette précision théorique permettait d'espérer un gain important, par exemple la mesure des déformations de quelques centièmes de pour-cent sur une dizaine de micromètres et de rendre possible l'étude de l'apparition des mécanismes de localisation de la déformation dans beaucoup de matériaux hétérogènes, jusqu'alors impossible avec la technique antérieurement utilisée au LMS.

L'implantation de la technique de corrélation a nécessité un développement informatique ainsi que la recherche de procédures particulières en raison de la nature différente des images, du marquage par microgrilles et de l'origine des mécanismes de déformation observés, et pour pouvoir associer à chaque mesure une phase permettant une corrélation directe avec la microstructure. Les premiers tests de validation ont montré la supériorité de l'approche en termes de robustesse et de rapidité, particulièrement par une meilleure gestion des situations d'échec. La méthode obtenue est capable de réaliser automatiquement un grand nombre de mesures et permet de diminuer le temps de dépouillement, de plus d'une semaine à 2 ou 3 jours pour l'investigation d'une zone représentative à plusieurs états de déformation. En revanche, les gains en précision subpixels escomptés n'ont pas pu être obtenus.

La première contribution importante de ce travail a consisté à expliquer pourquoi l'application aveugle des principes utilisés en imagerie optique conventionnelle était vouée à l'échec dans notre cas et à proposer des procédures permettant malgré tout d'atteindre, au moins partiellement, les précisions souhaitées. On s'est attaché premièrement à déterminer correctement la précision de mesure. Son évaluation a nécessité la définition et le développement d'une procédure appropriée à partir de l'analyse des résultats sur des mouvements de corps rigides imposés. Elle a montré d'une part que les erreurs réelles de mesure sont importantes et peuvent s'élever à plusieurs pixels localement, et d'autre part que l'erreur de mesure théorique sur des images simulées de microgrilles est supérieure au centième de pixel. Pour expliquer ces valeurs, on a cherché deuxièmement à analyser les défauts géométriques d'images induits par les imperfections de balayage associées à la carte de pilotage et de numérisation, les variations infimes de grandissement et les dérives du faisceau du MEB dans le temps et à en évaluer les amplitudes. Cette étude a conduit à proposer des

outils de correction de ces aberrations d'images propres aux moyens employés et négligeables avec les caméras CCD. En particulier, la modélisation et la correction des défauts du premier ordre (rapport de forme, angle de distorsion homogène, variation de grandissement) ont été menées, ce qui diminue notablement les erreurs de mesure pour les transformations de grande amplitude et sur les valeurs des grandeurs moyennes sur la zone observée. Malgré ces corrections, des erreurs non négligeables, demeurent dues aux défauts non modélisés de la carte de pilotage et de numérisation et à la dérive du faisceau du MEB. Troisièmement, on s'est intéressé aux conséquences de réglages non optimaux du MEB conduisant à des niveaux de bruit trop élevés et à un balayage partiel de la surface observée, ou encore à l'effet de la forme du repère utilisé pour marquer les échantillons sur la précision locale de la mesure. Cette analyse a été menée sur des images réelles obtenues au MEB, mais aussi, de manière plus originale, sur des images simulées, permettant de clairement séparer les divers paramètres du problème. Elle a permis d'établir une procédure pour mieux choisir les paramètres de réglage et de montrer que l'écart de précision entre ces applications avec des microgrilles et celles présentées dans la littérature pour un mouchetis est liée également à la différence de forme des repères utilisés pour la corrélation. Un motif aussi performant en terme de précision que le mouchetis mais compatible avec l'observation de la microstructure est défini comme étant une croix cerclée. Enfin, une méthodologie partiellement quantitative a été proposée, permettant à l'utilisateur de choisir l'ensemble des paramètres de la procédure de mesure, liés aussi bien aux microgrilles et à l'acquisition des images qu'au dépouillement numérique, et des procédures de contrôle en fonction de l'objectif visé, exprimé en termes de précision et de représentativité statistique de mesure au moindre coût.

Grâce à ses développements et surtout à la démarche de choix de ses paramètres, cette technique de mesure tend à se répandre et devient un moyen incontournable d'investigation : par exemple, aujourd'hui, il n'est plus guère d'étude expérimentale micromécanique au LMS qui ne soit entreprise sans que ces outils de microextensométrie ne soient mis en œuvre. Actuellement, on est capable de mesurer typiquement le champ local de déformation sur une zone d'environ  $0,4\text{mm}^2$  en une seule fois (avec une image  $4000 \times 4000$  pixels) avec une précision locale de l'ordre de 1 % de déformation sur une base de mesure de  $10\mu\text{m}$ .

Les améliorations futures de cette technique de microextensométrie résident principalement dans la recherche d'une meilleure précision locale. La représentativité de mesure est directement liée au nombre maximal de pixels du système de numérisation et  $4096 \times 4096$  pixels semble être un maximum aujourd'hui. Ces possibilités sont suffisantes pour les applications actuelles de la micromécanique pour lesquelles un maximum de quatre images est utile pour couvrir une zone représentative. La rapidité d'exécution de cette technique de mesure reste faible pour les images haute résolution à cause d'un temps d'acquisition par pixel long mais nécessaire pour éliminer le bruit. Cette durée est liée aux fluctuations de l'interaction électron/matière et aux performances des capteurs utilisés sur lesquelles nous ne pouvons pas agir. L'utilisation de traitements de filtrage sur des images acquises plus rapidement est envisageable mais, comme on s'intéresse à des précisions subpixel, il est obligatoire d'évaluer au préalable les aberrations que de tels traitements peuvent générer. Les procédures de simulation développées ici sont encore d'une grande utilité. Un gain sur le temps de la recherche des points homologues peut être réalisé en optimisant les procédures de calcul, mais son influence sur le temps total de dépouillement restera limité et faible.

A la différence de la représentativité et de la rapidité, des gains de précision peuvent encore être réalisés et passent avant tout par un meilleur contrôle des défauts géométriques des images. Pour cela, il faut tout d'abord intégrer les corrections relatives à la dérive moyenne du faisceau du MEB. Leur développement ne pose pas *a priori* de difficultés et les validations doivent être rapides. Ce point fera l'objet d'une nouvelle version de la technique dans un avenir proche. Ensuite, il est nécessaire de corriger les défauts de la carte de pilotage et de numérisation non pris en compte actuellement. Leur modélisation est plus difficile car leurs effets ne peuvent pas s'écrire comme



un gradient de transformation homogène sur l'image, ni même par une expression mathématique simple. Etant donnée la complexité du problème, la recherche d'un nouveau système de numérisation présentant des défauts plus faibles est une solution à envisager.

Enfin l'amélioration de la précision des valeurs de déformation passe également par l'accroissement des possibilités du marquage. Une meilleure discrétisation du phénomène observé (plus de points de mesure évalués) affine le caractère local de la mesure, entraînant une meilleure estimation des phénomènes locaux. Pour cela, on doit pouvoir disposer de grilles de pas et d'épaisseur variables adaptables aux différentes investigations micromécaniques. L'emploi d'un motif plus sophistiqué comme une croix cerclée permet d'accroître la précision locale d'un facteur 4. Avec les moyens actuels dont nous disposons, les possibilités de la microélectrolithographie associées aux matériaux observés sont limitées : il est difficile de réaliser des grilles couvrant une zone de taille importante, de plusieurs millimètres carrés, ou encore avec une épaisseur de ligne inférieure à  $0,2\mu m$ , et des motifs plus complexes qu'une croix ou un point. Le premier aspect est en partie résolu par le développement en cours d'une procédure automatique de pavage d'une zone de taille centimétrique avec des grilles de plus petites tailles. La résolution des deux autres points nécessite l'emploi d'une autre technique, par exemple la lithographie optique, et requiert un investissement en matériel.

Malgré tout, la technique développée possède des limites incontournables. La première est un temps d'acquisition des images numériques important : actuellement plus d'une dizaine de minutes sont nécessaires pour enregistrer une image haute résolution  $4000 \times 4000$  pixels avec un niveau de bruit acceptable. Cette contrainte rend impossible l'étude de matériaux visqueux dont les évolutions sont importantes sur cette échelle de temps. La seconde concerne la limite aux investigations des grandes déformations. A des niveaux importants de déformations locales, à partir de 20 %, des dégradations de la grille et la manifestation de l'activation des mécanismes locaux se traduisent par une modification du contraste local, biaisant la détermination des points homologues par corrélation. La dernière limite est liée à la nature discrète de la mesure. Comme la mesure du champ de déplacement n'a lieu qu'aux intersections de grilles, la déformation est déterminée comme une valeur moyenne sur un domaine défini à partir des intersections voisines, limitant de ce fait le caractère local de la mesure. Cette limite peut être repoussée en utilisant à la suite des mesures par corrélation des techniques plus complexes comme celles du flux optique permettant de reconstruire le champ de déplacement en chaque pixel. Toutefois, ces niveaux de raffinement pourront être intégrés uniquement lorsque les erreurs des défauts géométriques existants seront corrigées.

Cette technique de mesure a été développée dans un contexte particulier, celui de la micromécanique des matériaux hétérogènes utilisant le MEB comme moyen d'observation, pour des zones analysées millimétriques et une échelle locale de l'ordre du micromètre. Remarquons qu'elle est bien plus générale. Elle peut s'appliquer à n'importe quelle échelle, à partir de l'instant où l'on dispose d'un moyen de marquage et d'un système d'observation adaptés à l'échelle locale du problème, comme en témoignent les développements de la littérature pour les applications optiques macroscopiques et ceux de cette étude. Ainsi, elle peut couvrir l'étude d'un grand nombre de matériaux et de structures, même pour des sollicitations particulières comme les sollicitations thermomécaniques. Si l'on reste dans le cadre restreint de la micromécanique, il est préférable d'utiliser des grilles, car elles permettent, à la différence du mouchetis, une observation plus aisée de la microstructure et des mécanismes locaux survenant au cours de la déformation. Les démarches d'évaluation de la précision de mesure, de contrôle et de correction des défauts des images, et d'optimisation des paramètres d'acquisition sont entièrement transposables aux autres extensions.

La deuxième partie de cette thèse porte sur l'application de la technique de mesure. Elle a servi à l'investigation des champs locaux de déformation dans des matériaux hétérogènes soumis à une sollicitation de traction ou de compression et, plus précisément, à la mise en évidence, la caractérisation, la quantification et la modélisation du phénomène de localisation de la déformation sous forme de

bandes dans des matériaux élastoplastiques, en particulier dans des matériaux biphasés, dans lesquels ce phénomène avait été observé, mais aussi dans des matériaux polycristallins monophasés. Cette localisation est observée sur une zone représentative de la microstructure et pour de faibles déformations (de 1 % à 10 %) au tout premier stade de l'écoulement plastique. A partir du champ de déformation, on a proposé un moyen original de caractérisation du motif des hétérogénéités en lui appliquant les méthodes statistiques classiquement utilisées pour caractériser la distribution des phases. Il a conduit à la définition d'un critère d'existence des bandes et à leur caractérisation géométrique, en particulier leur portée statistique qui est supérieure à la taille caractéristique de la microstructure. Pour expliquer le phénomène de localisation, l'étude de la corrélation entre les bandes et la microstructure est menée avec deux niveaux d'analyse, premièrement de manière qualitative à partir des cartes de déformation sur lesquelles la morphologie microstructurale est superposée, et deuxièmement de manière quantitative à partir de la construction de modèles de prévision simples à caractère purement morphologique intégrant l'information primaire de la microstructure (différence de comportement entre les phases ou d'orientations cristallines).

Les bandes sont le résultat de la manifestation d'un phénomène macroscopique de plasticité isotrope agissant à l'échelle de l'échantillon. Régi par la cission maximale, ce mécanisme entraîne la déformation du matériau suivant des lignes infinies à  $\pm 45^\circ$  ou presque de la direction de sollicitation macroscopique. Comme le matériau n'est pas homogène, cette déformation est dirigée suivant des bandes d'une portée supérieure à la taille caractéristique de la microstructure et d'une épaisseur faible. Le lieu d'apparition de ces bandes est imposé par la microstructure: les chemins faibles (lignes qui traversent majoritairement la phase molle) ou les grains dont la facilité à se déformer est importante. Pour les biphasés étudiés, dont les deux phases présentent de fortes hétérogénéités de comportement, le motif réel des bandes est correctement restitué au premier ordre à partir de la modélisation des chemins faibles. Ce modèle simple fondé sur un traitement d'images permet de retrouver les traits majeurs du champ local de déformation à un coût numérique considérablement moindre que celui d'un calcul par éléments finis complet. Par contre pour le polycristal où les facteurs de Schmid qualifiant l'aptitude à la déformation ont des valeurs proches, la prévision des bandes est moins précise. Dans ce matériau, le comportement local est si peu contrasté que la seule information des hétérogénéités de facteurs de Schmid n'est pas suffisante pour décrire complètement le phénomène. Pour les deux cas étudiés, le motif de bandes reste invariable en fonction de la déformation macroscopique pour la plage étudiée et s'explique par le comportement des phases ou des grains qui favorise la stagnation du phénomène. Les bandes où la déformation se concentre gouvernent à elles seules le comportement du matériau en absorbant 70 % de la déformation macroscopique.

L'étude actuelle du phénomène de localisation de la déformation en bandes dans ces matériaux avec les possibilités de la technique de mesure ouvre les portes à de nouvelles perspectives et divers développements peuvent être menés pour la compléter et améliorer la compréhension de ces phénomènes. On peut citer quelques pistes d'études complémentaires et d'améliorations. La première concerne l'apparition des bandes qui ne peut pas être observée à cause de la limite actuelle en précision de la technique de mesure. La quantification de déformations locales inférieures à 1 % n'est pas possible. On constate cependant que le phénomène de localisation est déjà bien établi bien que le matériau soit au début de son entrée en plasticité. Les corrections futures des défauts géométriques des images associées à l'emploi du motif en cercle devraient rendre possible la mesure de déformations locales inférieures à 0,1 % et l'étude de la formation des bandes.

Comme on a pu le mettre en évidence, cette localisation est associée aux mécanismes locaux de plasticité se manifestant par un cisaillement suivant des lignes. Avec les développements actuels de la technique de corrélation, les discontinuités ainsi créées sont mal évaluées puisqu'elles sont interprétées comme le résultat d'une déformation homogène. La définition d'une approximation de la transformation matérielle prenant en compte ces discontinuités permettrait une meilleure évaluation et quantification des phénomènes observés, en particulier l'épaisseur des bandes.

Le moyen original de caractérisation du motif d'hétérogénéités présenté ici est perfectible pour le rendre plus général. En effet, actuellement, son principe consiste à interpréter la carte de déformation comme l'image de la microstructure d'un biphase constitué des zones déformées et du reste, et à la traiter en appliquant les méthodes statistiques utilisées pour caractériser la distribution des phases. La séparation des deux phases nécessite la définition d'un seuil de déformation qu'il est difficile d'établir de manière pertinente pour tous les cas. L'amélioration consiste à s'en affranchir à une redéfinition de la fonction de covariance statistique utilisant directement avec les valeurs réelles des déformations mesurées. Ce développement permet également d'envisager d'étendre l'estimation de la taille du volume élémentaire représentatif à des aspects plus mécaniques par le biais du champ local de déformation. Actuellement, cette taille est déterminée à partir de l'analyse de la morphologie microstructurale mais rien ne garantit que cette taille correspond à celle du domaine élémentaire représentatif en terme de mécanismes de déformation.

L'étude de la localisation de la déformation en bandes dans les deux types de matériaux hétérogènes étudiés peut se poursuivre en analysant l'influence de la microstructure sur le phénomène. Dans un premier développement, l'effet de la morphologie (taille de grains, concentration des différentes phases...) peut être établi. Dans un second temps, l'influence des hétérogénéités de comportement (variation du comportement des phases ou de la texture) devrait permettre de confirmer l'idée selon laquelle l'information primaire du comportement de la microstructure (morphologie ou texture) est suffisante pour prévoir la position des bandes sur une zone connue, ou d'expliquer la valeur de l'angle d'orientation des bandes de  $\pm 48^\circ$  par rapport à la direction de sollicitation pour le polycristal étudié ici. De la même façon, l'effet du type de sollicitation peut être analysé.

Le phénomène de localisation est étudié à partir d'une mesure en surface, en projection dans le plan d'observation et constitue une vision restrictive de la situation réelle tridimensionnelle. Nous avons montré que l'amplitude du relief est faible pour les matériaux et les niveaux de déformation (inférieurs à 10 %) étudiés et qu'elle peut être négligée pour la détermination des composantes planes de la déformation de Green-Lagrange. Le calcul uniquement à partir des composantes planes du déplacement constitue une très bonne approximation. La modélisation de l'apparition des bandes en surface, particulièrement avec un calcul par éléments finis bidimensionnel et le modèle de prévision purement morphologique pour les biphases, tend à prouver que la prise en compte de la microstructure à la surface est suffisante pour décrire dans son ensemble le phénomène, excepté le fait que les bandes soient plus localisées et affichent des valeurs de déformation légèrement inférieures. Cependant, pour une évaluation et une compréhension complète de cette localisation, il est nécessaire de conduire une étude sur la représentativité des phénomènes en surface vis-à-vis de leurs homologues au cœur du matériau. Etant donnés les moyens actuels expérimentaux d'investigation dans le volume, cette étude ne peut être menée que grâce à la puissance des modélisations de type éléments finis, mais celles-ci doivent intégrer la morphologie microstructurale tridimensionnelle que l'on se doit de déterminer avec les moyens expérimentaux adaptés (coupes sérielles et reconstruction numérique).

En conclusion, les illustrations des potentialités de la technique de mesure développée au cours de ce travail la rendent indispensable pour toute étude du comportement local des matériaux et lui assurent un long avenir, ceci pour plusieurs raisons. Tout d'abord, elle assure de manière rapide la détection et la mise en évidence statistique des phénomènes de déformation dans les matériaux que les techniques d'identification des mécanismes locaux ne peuvent pas assurer. Cependant elle ne se substitue pas à ces techniques. Elle les complète en précédant et en guidant leur intervention sur les zones intéressantes pour la détermination précise des mécanismes locaux de déformation en jeu, utile pour expliquer le comportement local. Ensuite la technique de mesure ne fournit pas uniquement une représentation spatiale. Les grandeurs mécaniques mesurées (déplacement et déformation) permettent une caractérisation quantitative et riche des mécanismes observés comme la définition

de critères locaux d'apparition de phénomènes ou une corrélation quantitative avec la microstructure. Enfin sur un autre aspect, les valeurs quantitatives du champ local de déformation fournissent les données indispensables pour une confrontation modèle/expérience à l'échelle locale. Cette technique est alors un outil incontournable d'aide à la validation et à l'amélioration des modèles. Ces trois aspects montrent à quel point cette technique de mesure sert la meilleure compréhension du comportement des matériaux et le rêve du mécanicien réside dans son extension aux investigations en volume. Il n'est pas utopique d'y penser comme en témoigne une application récente originale dans la littérature [12] sur l'étude du comportement mécanique des os. Il faut malgré tout attendre les progrès des moyens d'investigation, comme la tomographie aux rayons X pour l'observation des matériaux métalliques.

# Annexes



## Annexe A

# Détermination du tenseur de déformation

### A.1 Définition du problème

Soit  $\phi$  la transformation matérielle lagrangienne donnant la position  $\underline{x}$  dans la configuration actuelle  $\Omega$  à la position  $\underline{X}$  dans la configuration de référence  $\Omega_0$  :

$$\underline{x} = \phi(\underline{X}). \quad (\text{A.1})$$

Le gradient au point  $\underline{X}$  de cette transformation est le tenseur défini par :

$$\mathbb{F}(\underline{X}) = \frac{\partial \phi}{\partial \underline{X}}(\underline{X}) = \mathbb{I} + \frac{\partial \underline{u}}{\partial \underline{X}}(\underline{X}), \quad (\text{A.2})$$

où  $\underline{u} = \phi(\underline{X}) - \underline{X}$  est le déplacement et  $\mathbb{I}$  le tenseur unitaire d'ordre 2. Si l'espace est rapporté à une base orthonormée  $(\underline{e}_1, \underline{e}_2, \underline{e}_3)$ , ses composantes sont :

$$F_{ij} = \frac{\partial \phi_i}{\partial X_j}. \quad (\text{A.3})$$

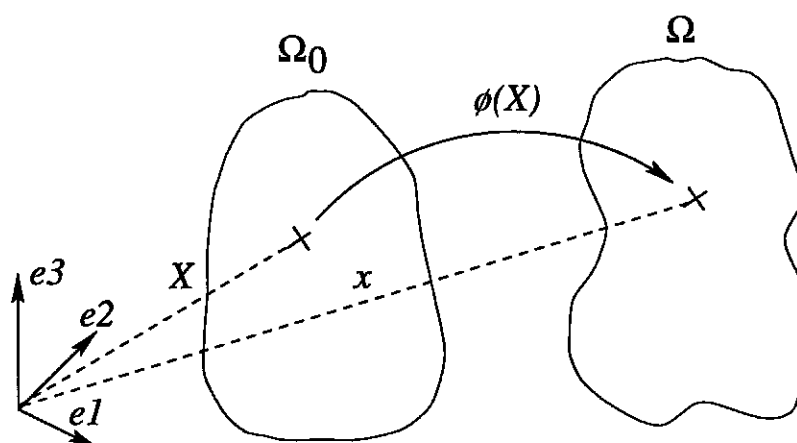


FIG. A.1 - Définition du problème

$\mathbb{F}$  peut être décomposé sous la forme du produit d'une rotation de corps rigide  $\mathbb{R}$  et d'une distorsion  $\mathbb{U}$  :

$$\mathbb{F} = \mathbb{R}\mathbb{U} \text{ avec } \mathbb{R}^T \cdot \mathbb{R} = \mathbb{I}, \det(\mathbb{R}) = 1 \text{ et } \mathbb{U} \text{ symétrique.} \quad (\text{A.4})$$

$\mathbf{U}$  peut être diagonalisé dans la base orthonormée :

$$\mathbf{U} = \mathbf{Q}^T \cdot \mathbf{D} \cdot \mathbf{Q} \text{ avec } \mathbf{Q}^T \cdot \mathbf{Q} = \mathbf{I}, \det(\mathbf{Q}) = 1 \text{ et } \mathbf{D} \text{ diagonale.} \quad (\text{A.5})$$

A partir de ces grandeurs, on peut définir les déformations au point  $\underline{X}$ . Le tenseur de déformations de Green-Lagrange est défini par :

$$\mathbb{E} = \frac{1}{2} (\mathbf{F}^T \cdot \mathbf{F} - \mathbf{I}). \quad (\text{A.6})$$

On utilise aussi le tenseur de déformations linéarisées quand le gradient des déplacements est petit devant l'unité :

$$\left\| \frac{\partial \underline{u}}{\partial \underline{X}} \right\| \ll 1. \quad (\text{A.7})$$

Ce tenseur est alors une approximation du tenseur de Green-lagrange dans le cas des petites perturbations et est défini par :

$$\varepsilon = \frac{1}{2} (\mathbf{F}^T + \mathbf{F}) - \mathbf{I} = \frac{1}{2} \left( \left[ \frac{\partial \underline{u}}{\partial \underline{X}} \right]^T + \left[ \frac{\partial \underline{u}}{\partial \underline{X}} \right] \right). \quad (\text{A.8})$$

## A.2 Détermination du tenseur de déformation

La technique employée effectue des mesures à la surface d'un échantillon et détermine les déplacements dans le plan d'observation  $(\underline{e}_1, \underline{e}_2)$ , la composante hors plan restant indéterminée. Il s'agit de la mesure de la projection des déplacements dans le plan d'observation. Soit

$$\underline{u} \begin{pmatrix} u_1 \\ u_2 \\ ? \end{pmatrix} \quad (\text{A.9})$$

Ceci nous conduit à une détermination partielle du tenseur gradient de la transformation. En effet, toutes les variations dans la direction hors plan  $\frac{\partial}{\partial X_3}$  ne peuvent pas être évaluées en plus de la composante hors plan du déplacement.

$$\frac{\partial \underline{u}}{\partial \underline{X}} = \begin{pmatrix} \frac{\partial u_1}{\partial X_1} & \frac{\partial u_1}{\partial X_2} & ? \\ \frac{\partial u_2}{\partial X_1} & \frac{\partial u_2}{\partial X_2} & ? \\ ? & ? & ? \end{pmatrix} \quad (\text{A.10})$$

C'est-à-dire :

$$\mathbf{F} = \begin{pmatrix} F_{11} & F_{12} & ? \\ F_{21} & F_{22} & ? \\ ? & ? & ? \end{pmatrix} \quad (\text{A.11})$$

Cette détermination partielle de  $\mathbf{F}$  ne permet pas de calculer le tenseur de déformations de Green-Lagrange, ni ses composantes planes.

$$\mathbb{E} = \frac{1}{2} (\mathbf{F}^T \cdot \mathbf{F} - \mathbf{I}) = \begin{pmatrix} ? & ? & ? \\ ? & ? & ? \\ ? & ? & ? \end{pmatrix} \quad (\text{A.12})$$



Seules les composantes planes du tenseur de déformations linéarisées peuvent être évaluées en toute rigueur.

$$\varepsilon = \frac{1}{2}(\mathbb{F}^T + \mathbb{F}) - \mathbb{I} = \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} & \varepsilon_{12} & ? \\ \varepsilon_{21} & \varepsilon_{22} & ? \\ ? & ? & ? \end{pmatrix} \quad (\text{A.13})$$

Pour déterminer les composantes planes du tenseur de déformation de Green-Lagrange, il faut faire des hypothèses quant à la forme de la transformation matérielle régissant la déformation du matériau. Les hypothèses utilisées dans cette étude pour une sollicitation de traction ou de compression plane macroscopique sont les suivantes. On suppose que la rotation de corps rigide est d'axe  $\underline{e}_3$  (direction perpendiculaire au plan  $(\underline{e}_1, \underline{e}_2)$  de la surface observée) et que la distorsion est plane dans ce même plan si bien que  $\mathbb{Q}$  est aussi une rotation d'axe  $\underline{e}_3$ .

On a alors :

$$\mathbb{Q} = \begin{pmatrix} \cos(\theta) & \sin(\theta) & 0 \\ -\sin(\theta) & \cos(\theta) & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \text{ et } \mathbb{D} = \begin{pmatrix} 1 + \varepsilon_1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 + \varepsilon_2 & 0 \\ 0 & 0 & ? \end{pmatrix} \quad (\text{A.14})$$

$$\mathbb{R} = \begin{pmatrix} \cos(\phi) & -\sin(\phi) & 0 \\ \sin(\phi) & \cos(\phi) & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \quad (\text{A.15})$$

$\theta$  est l'angle polaire de la distorsion principale  $1 + \varepsilon_2$ , mesuré dans le sens trigonométrique par rapport à l'axe  $\underline{e}_2$ ; il donne la direction de la traction simple.  $\phi$  est l'angle de la rotation de corps rigide dans le plan  $(\underline{e}_1, \underline{e}_2)$ , également mesuré dans le sens trigonométrique.

Le tenseur gradient de transformation s'écrit :

$$\mathbb{F} = \begin{pmatrix} F_{11} & F_{12} & 0 \\ F_{21} & F_{22} & 0 \\ 0 & 0 & ? \end{pmatrix} \quad (\text{A.16})$$

Ces hypothèses permettent de déterminer les composantes planes du tenseur de Green-Lagrange et celles du tenseur linéarisé.

$$\mathbb{E} = \frac{1}{2}(\mathbb{F}^T \cdot \mathbb{F} - \mathbb{I}) = \begin{pmatrix} E_{11} & E_{12} & 0 \\ E_{21} & E_{22} & 0 \\ 0 & 0 & ? \end{pmatrix} \quad (\text{A.17})$$

$$\varepsilon = \frac{1}{2}(\mathbb{F}^T + \mathbb{F}) - \mathbb{I} = \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} & \varepsilon_{12} & 0 \\ \varepsilon_{21} & \varepsilon_{22} & 0 \\ 0 & 0 & ? \end{pmatrix} \quad (\text{A.18})$$

### A.3 Apport de la mesure du relief

La stéréoscopie ou toute autre technique de mesure de relief permet de déterminer les déplacements perpendiculaires au plan de la surface de l'échantillon. On détermine alors complètement le déplacement.

$$\underline{u} \begin{pmatrix} u_1 \\ u_2 \\ u_3 \end{pmatrix} \quad (\text{A.19})$$

Cependant, cette technique ne conduit pas à une évaluation complète du tenseur de déformation de Green-Lagrange, car elle demeure une mesure de surface qui ne permet pas de déterminer les variations des déplacements dans la direction perpendiculaire au plan  $\left(\frac{\partial}{\partial X_3}\right)$ , c'est-à-dire suivant la profondeur de l'éprouvette.

$$\frac{\partial \underline{u}}{\partial \underline{X}} = \begin{pmatrix} \frac{\partial u_1}{\partial X_1} & \frac{\partial u_1}{\partial X_2} & ? \\ \frac{\partial u_2}{\partial X_1} & \frac{\partial u_2}{\partial X_2} & ? \\ \frac{\partial u_3}{\partial X_1} & \frac{\partial u_3}{\partial X_2} & ? \end{pmatrix} \quad (\text{A.20})$$

D'où la forme du tenseur gradient de transformation :

$$\mathbb{F} = \begin{pmatrix} F_{11} & F_{12} & ? \\ F_{21} & F_{22} & ? \\ F_{31} & F_{32} & ? \end{pmatrix} \quad (\text{A.21})$$

La mesure du relief permet de déterminer les composantes planes de la déformation sans hypothèse sur la forme de la transformation matérielle. La connaissance des 2 composantes supplémentaires de  $\mathbb{F}$ ,  $F_{31}$  et  $F_{32}$  ne permet pas de compléter l'évaluation du tenseur de déformation de Green-Lagrange, mais simplement l'évaluation linéarisée.

$$\mathbb{E} = \frac{1}{2} (\mathbb{F}^T \cdot \mathbb{F} - \mathbb{I}) = \begin{pmatrix} E_{11} & E_{12} & ? \\ E_{21} & E_{22} & ? \\ ? & ? & ? \end{pmatrix} \quad (\text{A.22})$$

$$\varepsilon = \frac{1}{2} (\mathbb{F}^T + \mathbb{F}) - \mathbb{I} = \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} & \varepsilon_{12} & ? \\ \varepsilon_{21} & \varepsilon_{22} & ? \\ \varepsilon_{31} & \varepsilon_{32} & ? \end{pmatrix} \quad (\text{A.23})$$

#### A.4 Détermination expérimentale du tenseur de déformation

On rappelle ici les principales étapes du calcul du tenseur local de déformation. Pour plus de détails, on renvoie à la lecture des références [3, 21]. La démarche est présentée dans un cadre plus général intégrant la connaissance du relief.

Les développements théoriques précédents supposent que la transformation matérielle  $\phi$  est connue en tout point. Dans la réalité, elle est déterminée de manière discrète en des points isolés correspondant aux intersections de grille. Le gradient local en un de ces points (le point P) est estimé par le gradient moyen sur un petit domaine  $\Omega^P$  de la configuration initiale autour de ce point :

$$\mathbb{F}^P \approx \langle \mathbb{F} \rangle_{\Omega^P} = \frac{1}{|\Omega^P|} \int_{\Omega^P} \mathbb{F} d\omega, \quad (\text{A.24})$$

où  $|\Omega^P|$  représente le volume de  $\Omega^P$ . En utilisant la formule de Green, on montre que cette approximation du gradient se calcule à partir des informations de la frontière (position  $\underline{x}$  dans la configuration déformée et normale sortante  $\underline{\nu}$  dans la configuration initiale) :

$$\mathbb{F}^P = \frac{1}{|\Omega^P|} \int_{\partial\Omega^P} \underline{x} \otimes \underline{\nu} ds, \quad (\text{A.25})$$

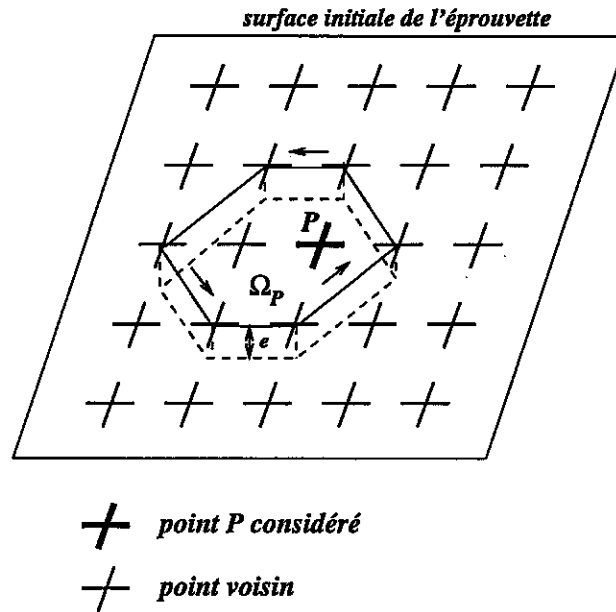


FIG. A.2 – Volume d'intégration du gradient local

où  $\partial\Omega^P$  est la frontière de  $\Omega^P$  et  $\otimes$  le produit tensoriel. Le petit domaine  $\Omega^P$  est choisi comme étant un cylindre d'axe perpendiculaire à la surface initiale de l'éprouvette, d'épaisseur petite  $e$  et avec une base polygonale  $\Sigma^P$  dont les sommets sont les points voisins (voir figure A.4). En supposant que la surface initiale de l'éprouvette est parfaitement plane et perpendiculaire à l'axe optique  $Z$  (indice 3) du MEB et en faisant tendre  $e$  vers 0, les composantes du tenseur gradient de transformation sont données par l'expression suivante :

$$F_{ij}^P = \frac{1}{S_{\Sigma^P}} \left( \int_{\partial\Sigma^P} x_i \nu_j dl + \frac{\partial \int_{\Sigma^P} x_i ds}{\partial Z} (e_z)_j \right) \quad (\text{A.26})$$

où  $S_{\Sigma^P}$  et  $\partial\Sigma^P$  sont respectivement l'aire et la frontière de  $\Sigma^P$

Le terme  $\frac{\partial \int_{\Sigma^P} x_i ds}{\partial Z}$  est indéterminé puisqu'il nécessite une mesure dans la profondeur de l'éprouvette. Les composantes  $F_{i3}$  sont alors inconnues ( $(e_z)_j \neq 0$  pour  $j = 3$ ).

La mesure des composantes planes du déplacement (projection du déplacement sur la surface d'observation) permet d'obtenir les composantes planes du gradient moyen  $F_{11}^P, F_{12}^P, F_{21}^P$  et  $F_{22}^P$  :

$$F_{ij}^P = \frac{1}{S_{\Sigma^P}} \int_{\partial\Sigma^P} x_i \nu_j dl \text{ pour } i \text{ et } j = 1 \text{ ou } 2. \quad (\text{A.27})$$

La connaissance du relief (la composante hors plan du déplacement) permet de calculer les deux composantes supplémentaires  $F_{31}$  et  $F_{32}$  (les variations de cette composante dans le plan) à partir d'une expression similaire à celle du calcul des composantes planes :

$$F_{3j}^P = \frac{1}{S_{\Sigma^P}} \int_{\partial\Sigma^P} x_3 \nu_j dl \text{ pour } j = 1 \text{ ou } 2. \quad (\text{A.28})$$

Pour la forme polygonale du domaine d'intégration, on calcule ces six composantes, en supposant que le déplacement varie linéairement entre deux points adjacents formant le contour du domaine

et en choisissant de numérotter les points dans le sens trigonométrique :

$$F_{i1}^P = \frac{1}{2S_{\Sigma^P}} \sum_{n=1}^N x_i^n (X_2^{n+1} - X_2^{n-1}) \quad \forall i = 1, 2, \text{ ou } 3 \quad (\text{A.29})$$

$$F_{i2}^P = \frac{1}{2S_{\Sigma^P}} \sum_{n=1}^N -x_i^n (X_1^{n+1} - X_1^{n-1}) \quad \forall i = 1, 2, \text{ ou } 3 \quad (\text{A.30})$$

avec

- $N$  le nombre de points sur le contour  $\partial \Sigma^P$ ,
- $x_i$  la composante  $i$  de  $\underline{x}$  la position du  $n^{\text{ème}}$  point dans la configuration déformée,
- $X_j$  la composante  $j$  de  $\underline{X}$  la position du  $n^{\text{ème}}$  point dans la configuration initiale avec les conventions  $\underline{X}^0 = \underline{X}^N$  et  $\underline{X}^{N+1} = \underline{X}^1$ .
- $S_{\Sigma^P} = \frac{1}{2} \sum_{n=1}^N \begin{vmatrix} X_1^n & X_1^{n+1} \\ X_2^n & X_2^{n+1} \end{vmatrix}$ .

Le gradient moyen ainsi déterminé permet de définir la déformation moyenne de Green-Lagrange :

$$\mathbb{E}^P = \frac{1}{2} \left( \langle \mathbb{F} \rangle_{\Omega^P}^T \cdot \langle \mathbb{F} \rangle_{\Omega^P} - \mathbb{I} \right) \quad (\text{A.31})$$

De même, on obtient la déformation linéarisée moyenne comme une approximation au premier ordre de la déformation de Green-Lagrange :

$$\varepsilon^P = \frac{1}{2} \left( \langle \mathbb{F} \rangle_{\Omega^P}^T + \langle \mathbb{F} \rangle_{\Omega^P} \right) - \mathbb{I} \quad (\text{A.32})$$

Comme on l'a démontré précédemment, seules les composantes planes de la déformation de Green-Lagrange sont calculables en toute rigueur (par exemple  $E_{11}^P = \frac{1}{2}(F_{11}^{P2} + F_{21}^{P2} + F_{31}^{P2} - 1)$ ), et sont approximées si le relief n'est pas connu ( $E_{11}^P \approx \frac{1}{2}(F_{11}^{P2} + F_{21}^{P2} - 1)$ ).

Le choix du domaine d'intégration  $\Sigma^P$  permet de calculer la déformation locale, s'il est pris de petite taille, la déformation moyenne par phase, s'il couvre une phase donnée, ou encore la déformation macroscopique sur une surface représentative. Plusieurs schémas du domaine d'intégration sont utilisés. La figure A.4 donne leur représentation et leur désignation. Le schéma 0 et ses symétriques représentent le domaine le plus petit. Le schéma 1 est le plus petit schéma symétrique par rapport au point considéré.

L'incertitude sur les valeurs de déformation est fonction de celle sur les valeurs du gradient moyen. L'incertitude sur chaque composante se calcule en fonction de l'incertitude sur la détermination des positions des points formant le schéma d'intégration utilisé dans leur état déformé. En supposant que cette incertitude est aléatoire, on obtient les relations suivantes :

$$\sigma(F_{i1}^P) = \frac{\sigma_i}{2S_{\Sigma^P}} \sqrt{\sum_{n=1}^N (X_2^{n+1} - X_2^{n-1})^2} \quad \forall i = 1, 2, \text{ ou } 3 \quad (\text{A.33})$$

$$\sigma(F_{i2}^P) = \frac{\sigma_i}{2S_{\Sigma^P}} \sqrt{\sum_{n=1}^N (X_1^{n+1} - X_1^{n-1})^2} \quad \forall i = 1, 2, \text{ ou } 3 \quad (\text{A.34})$$

$\sigma_1$  et  $\sigma_2$  représentent les erreurs de positionnement des points dans le plan d'observation et  $\sigma_3$  l'incertitude sur la mesure du relief.

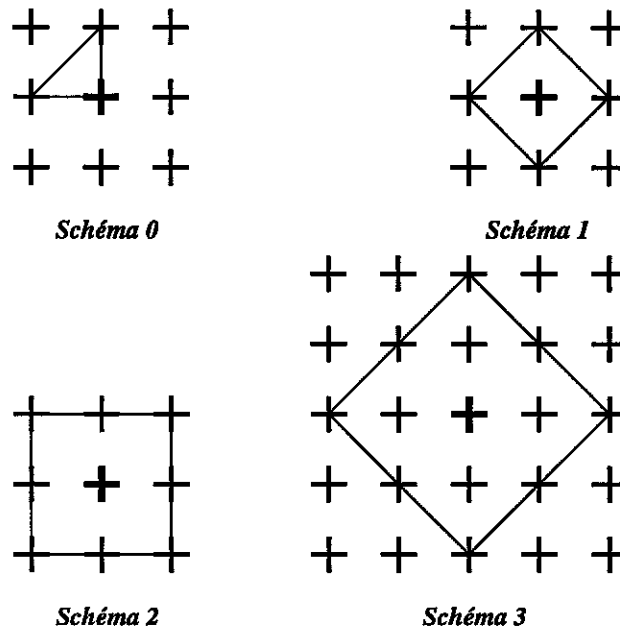


FIG. A.3 – Schémas d'intégration utilisés

TAB. A.1 – Incertitudes pour les différents schémas

Schéma d'intégration	0	1	2	3
$\sigma(F_{i1})$	$\frac{\sqrt{2}\sigma_i}{a}$	$\frac{\sigma_i}{\sqrt{2}a}$	$\frac{\sqrt{3}\sigma_i}{4a}$	$\frac{\sqrt{6}\sigma_i}{8a}$
$\sigma(F_{i2})$	$\frac{\sqrt{2}\sigma_i}{b}$	$\frac{\sigma_i}{\sqrt{2}b}$	$\frac{\sqrt{3}\sigma_i}{4b}$	$\frac{\sqrt{6}\sigma_i}{8b}$
Gain de précision	1	2	3,26	4,61
Perte du caractère local	1	1/4	1/8	1/16

Remarquons que l'incertitude sur les dérivées par rapport à 2 dépend de l'espacement horizontal entre deux points adjacents et celui sur les dérivées par rapport à 1 de l'espacement vertical. Le tableau A.1 donne les expressions des incertitudes pour les différents schémas d'intégration, où  $a$  et  $b$  sont respectivement les valeurs du pas horizontal et du pas vertical. Il fournit également le gain de précision et la perte du caractère local de la mesure par rapport au schéma d'intégration 0. Ce dernier paramètre correspond à l'accroissement de la taille du domaine : le calcul prend davantage de points de mesure, répartis sur une plus grande zone. Les fluctuations locales sont alors moyennées. Ce paramètre s'exprime comme l'inverse de l'accroissement de surface entre les schémas.



## Annexe B

# Méthodes d'interpolation

Cette annexe présente les différentes méthodes d'interpolation utilisées pour obtenir une précision subpixel.

### B.1 Interpolation bipolarabolique du coefficient de corrélation

Cette technique consiste à approximer le coefficient de corrélation par une fonction parabolique au voisinage du maximum approché déterminé par la méthode de corrélation au pixel près. Le minimum est déterminé analytiquement avec une précision subpixel.

L'approximation parabolique du coefficient de corrélation s'écrit :

$$C(x,y) = a + bx + cy + dx^2 + exy + fy^2. \quad (\text{B.1})$$

Les coordonnées du minimum sont déterminées en résolvant le système des 2 équations linéaires :

$$\frac{\partial C(x,y)}{\partial x} = 0 \quad (\text{B.2})$$

et

$$\frac{\partial C(x,y)}{\partial y} = 0. \quad (\text{B.3})$$

Ces coordonnées sont égales à :

$$x_{min} = \frac{2fb - ce}{e^2 - 4fd} \text{ et } y_{min} = \frac{-be + 2dc}{e^2 - 4fd}. \quad (\text{B.4})$$

Les coefficients  $(a,b,c,d,e,f)$  de l'approximation sont déterminés par la technique des Moindres Carrés en utilisant les valeurs du coefficient de corrélation pour le pixel correspondant à la position au pixel près du minimum et pour ces huit plus proches pixels voisins (voir figure 2.37).

La somme des écarts s'écrit :

$$E = \sum_{k=1}^9 (a + bx_k + cy_k + dx_k^2 + ex_ky_k + fy_k^2 - C(x_k,y_k))^2 \quad (\text{B.5})$$

avec  $(x_k,y_k)$  les coordonnées des 9 pixels concernés.

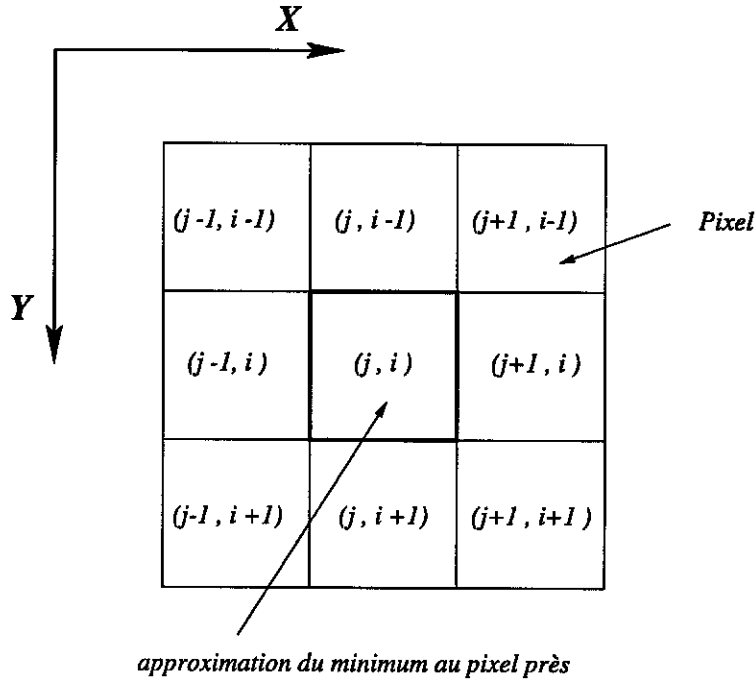


FIG. B.1 - Interpolation biparabolique du coefficient de corrélation

Minimiser  $E$  par rapport aux six variables  $(a, b, c, d, e, f)$  revient à résoudre le système linéaire :

$$AX = B \tag{B.6}$$

où

$$X = \begin{pmatrix} a \\ b \\ c \\ d \\ e \\ f \end{pmatrix} \tag{B.7}$$

- la matrice symétrique

$$A = \begin{pmatrix} 9 & \sum_{k=1}^9 x_k & \sum_{k=1}^9 y_k & \sum_{k=1}^9 x_k^2 & \sum_{k=1}^9 x_k y_k & \sum_{k=1}^9 y_k^2 \\ \dots & \sum_{k=1}^9 x_k^2 & \sum_{k=1}^9 x_k y_k & \sum_{k=1}^9 x_k^3 & \sum_{k=1}^9 x_k^2 y_k & \sum_{k=1}^9 x_k y_k^2 \\ \dots & \dots & \sum_{k=1}^9 y_k^2 & \sum_{k=1}^9 x_k^2 y_k & \sum_{k=1}^9 x_k y_k^2 & \sum_{k=1}^9 y_k^3 \\ \dots & \dots & \dots & \sum_{k=1}^9 x_k^4 & \sum_{k=1}^9 x_k^3 y_k & \sum_{k=1}^9 x_k^2 y_k^2 \\ \dots & \dots & \dots & \dots & \sum_{k=1}^9 x_k^2 y_k^2 & \sum_{k=1}^9 x_k y_k^3 \\ \dots & \dots & \dots & \dots & \dots & \sum_{k=1}^9 y_k^4 \end{pmatrix} \tag{B.8}$$

- le vecteur

$$B = \begin{pmatrix} \sum_{k=1}^9 C(x_k, y_k) \\ \sum_{k=1}^9 x_k C(x_k, y_k) \\ \sum_{k=1}^9 y_k C(x_k, y_k) \\ \sum_{k=1}^9 x_k^2 C(x_k, y_k) \\ \sum_{k=1}^9 x_k y_k C(x_k, y_k) \\ \sum_{k=1}^9 y_k^2 C(x_k, y_k) \end{pmatrix} \tag{B.9}$$



## B.2 Interpolation des niveaux de gris

### B.2.1 Interpolation bilinéaire

L'interpolation bilinéaire est la plus simple et est calculée d'après les formules suivantes.

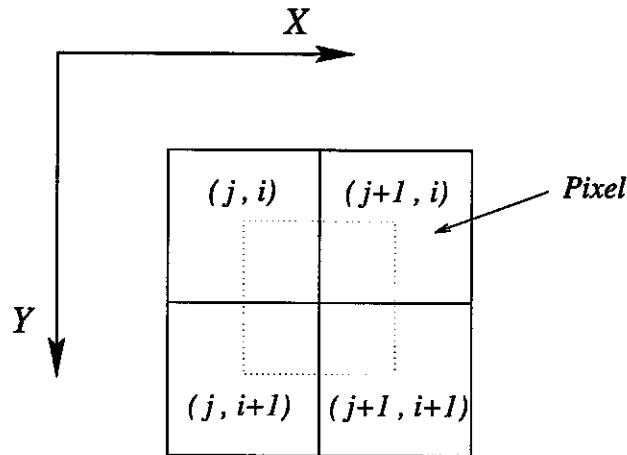


FIG. B.2 - Interpolation bilinéaire des niveaux de gris

Pour  $j < x < j + 1$  et  $i < y < i + 1$ , le niveau de gris en  $(x, y)$  est calculé par :

$$g_{ij}(x, y) = a + b \cdot (x - j) + c \cdot (y - i) + d \cdot (x - j) \cdot (y - i) \quad (\text{B.10})$$

avec :

$$\begin{aligned} a &= g(i, j) \\ b &= g(i, j + 1) - g(i, j) \\ c &= g(i + 1, j) - g(i, j) \\ d &= g(i + 1, j + 1) - g(i, j + 1) - g(i + 1, j) + g(i, j) \end{aligned} \quad (\text{B.11})$$

où  $g(i, j)$  est le niveau de gris du pixel de la  $i^{\text{ème}}$  ligne et de la  $j^{\text{ème}}$  colonne de l'image numérique.

### B.2.2 Interpolation bicubique

L'interpolation bicubique est plus compliquée et demande davantage de calcul et de mémoire de stockage.

Pour  $j < x < j + 1$  et  $i < y < i + 1$ , le niveau de gris en  $(x, y)$  est calculé par :

$$\begin{aligned} g_{ij}(x, y) = & a_{00} + a_{10} \cdot (x - j) + a_{20} \cdot (x - j)^2 + a_{30} \cdot (x - j)^3 \\ & + a_{01} \cdot (y - i) + a_{02} \cdot (y - i)^2 + a_{03} \cdot (y - i)^3 \\ & + a_{11} \cdot (x - j) \cdot (y - i) + a_{21} \cdot (x - j)^2 \cdot (y - i) + a_{31} \cdot (x - j)^3 \cdot (y - i) \\ & + a_{12} \cdot (x - j) \cdot (y - i)^2 + a_{22} \cdot (x - j)^2 \cdot (y - i)^2 + a_{32} \cdot (x - j)^3 \cdot (y - i)^2 \\ & + a_{13} \cdot (x - j) \cdot (y - i)^3 + a_{23} \cdot (x - j)^2 \cdot (y - i)^3 + a_{33} \cdot (x - j)^3 \cdot (y - i)^3 \end{aligned} \quad (\text{B.12})$$

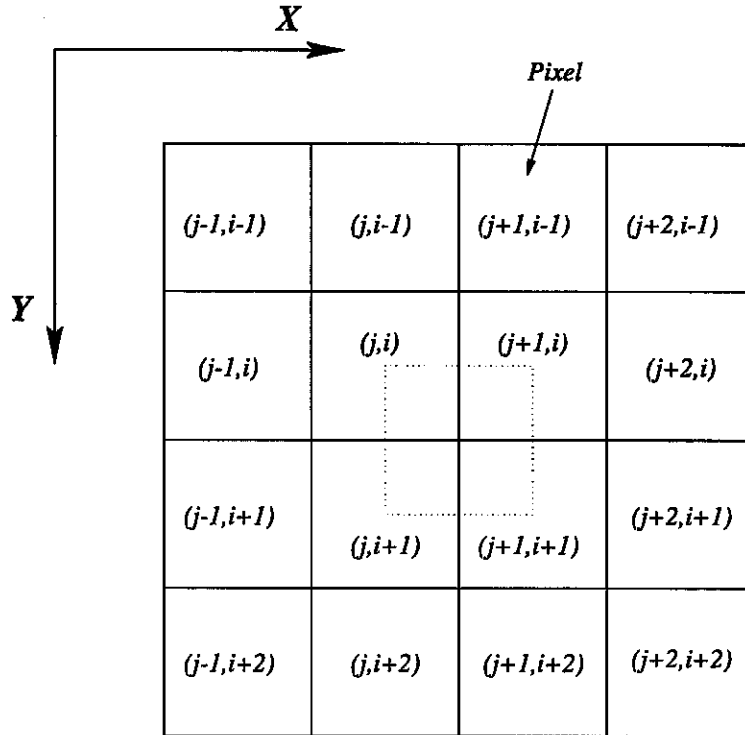


FIG. B.3 – Interpolation bicubique des niveaux de gris

Les 16 coefficients  $a_{r,s}$  sont calculés en imposant différentes conditions. Les 4 premières comme pour l'interpolation bilinéaire consistent à imposer à la fonction d'interpolation de passer par les quatre pixels extrêmes définissant la zone de validité de cette fonction.

$$\begin{aligned}
 g_{ij}(j, i) &= g(i, j) \\
 g_{ij}(j+1, i) &= g(i, j+1) \\
 g_{ij}(j, i+1) &= g(i+1, j) \\
 g_{ij}(j+1, i+1) &= g(i+1, j+1)
 \end{aligned}
 \tag{B.13}$$

$g(i, j)$  est le niveau de gris du pixel de la  $i^{\text{ème}}$  ligne et de la  $j^{\text{ème}}$  colonne de l'image numérique.

Les 8 suivantes consistent à imposer la continuité des pentes des niveaux de gris en ces mêmes points.

$$\begin{aligned}
 \frac{\partial g_{ij}(j, i)}{\partial x} &= g(i, j+1) - g(i, j-1) \\
 \frac{\partial g_{ij}(j, i)}{\partial y} &= g(i+1, j) - g(i-1, j) \\
 \frac{\partial g_{ij}(j+1, i)}{\partial x} &= g(i, j+2) - g(i, j) \\
 \frac{\partial g_{ij}(j+1, i)}{\partial y} &= g(i+1, j+1) - g(i-1, j+1) \\
 \frac{\partial g_{ij}(j, i+1)}{\partial x} &= g(i+1, j+1) - g(i+1, j-1) \\
 \frac{\partial g_{ij}(j, i+1)}{\partial y} &= g(i+2, j) - g(i, j) \\
 \frac{\partial g_{ij}(j+1, i+1)}{\partial x} &= g(i+1, j+2) - g(i+1, j) \\
 \frac{\partial g_{ij}(j+1, i+1)}{\partial y} &= g(i+2, j+1) - g(i, j+1)
 \end{aligned}
 \tag{B.14}$$

Les 4 dernières conditions consistent à imposer la continuité des dérivées croisées toujours en ces

quatre pixels, en utilisant la formule du terme du second ordre de l'interpolation bilinéaire.

$$\begin{aligned}
\frac{\partial^2 g_{i,j}(j,i)}{\partial y \partial x} &= g(i+1,j+1) - g(i+1,j-1) - g(i-1,j+1) + g(i-1,j-1) \\
\frac{\partial^2 g_{i,j}(j+1,i)}{\partial y \partial x} &= g(i+1,j+2) - g(i+1,j) - g(i-1,j+2) + g(i-1,j) \\
\frac{\partial^2 g_{i,j}(j,i+1)}{\partial y \partial x} &= g(i+2,j+1) - g(i+2,j-1) - g(i,j+1) + g(i,j-1) \\
\frac{\partial^2 g_{i,j}(j+1,i+1)}{\partial y \partial x} &= g(i+2,j+2) - g(i+2,j) - g(i,j+2) + g(i,j)
\end{aligned} \tag{B.15}$$

D'où les expressions des différents coefficients :

$$\begin{aligned}
a_{00} &= g(i,j) \\
a_{10} &= g(i,j+1) - g(i,j-1) \\
a_{01} &= g(i+1,j) - g(i-1,j) \\
a_{11} &= g(i+1,j+1) - g(i+1,j-1) - g(i-1,j+1) + g(i-1,j-1) \\
a_{30} &= g(i,j+2) - g(i,j+1) + g(i,j) - g(i,j-1) \\
a_{03} &= g(i+2,j) - g(i+1,j) + g(i,j) - g(i-1,j) \\
a_{20} &= -g(i,j+2) + g(i,j+1) - 2g(i,j) + 2g(i,j-1) \\
a_{02} &= -g(i+2,j) + g(i+1,j) - 2g(i,j) - 2g(i-1,j) \\
a_{31} &= g(i+1,j+2) - g(i-1,j+2) - g(i+1,j+1) + g(i-1,j+1) + g(i+1,j) \\
&\quad - g(i-1,j) - g(i+1,j-1) - g(i-1,j-1) \\
a_{13} &= g(i+2,j+1) - g(i+2,j-1) - g(i+1,j+1) + g(i+1,j-1) + g(i,j+1) \\
&\quad - g(i,j-1) - g(i-1,j+1) - g(i-1,j-1) \\
a_{21} &= -g(i+1,j+2) + g(i-1,j+2) + g(i+1,j+1) - 2g(i+1,j) + 2 \\
&\quad g(i+1,j-1) + 2g(i-1,j) - g(i-1,j+1) - 2g(i-1,j-1) \\
a_{12} &= -g(i+2,j+1) + g(i+2,j-1) + g(i+1,j+1) - g(i+1,j-1) - 2 \\
&\quad g(i,j+1) + 2g(i,j-1) + 2g(i-1,j+1) - 2g(i-1,j-1) \\
a_{32} &= a_1 + a_2 + 2a_3 - 2a_4 \\
a_{23} &= a_1 + 2a_2 + a_3 - 2a_4 \\
a_{33} &= -a_1 - a_2 - a_3 + a_4 \\
a_{22} &= -a_1 - 2a_2 - 2a_3 + 4a_4
\end{aligned} \tag{B.16}$$

avec :

$$\begin{aligned}
a_1 &= -g(i+2,j+2) + g(i+2,j+1) + g(i+1,j+2) - g(i+1,j+1) \\
a_2 &= -g(i+2,j) + g(i+2,j-1) + g(i+1,j) - g(i+1,j-1) \\
a_3 &= -g(i,j+2) + g(i,j+1) + g(i-1,j+2) - g(i-1,j+1) \\
a_4 &= g(i,j) - g(i,j-1) - g(i-1,j) + g(i-1,j-1)
\end{aligned} \tag{B.17}$$



## Annexe C

# Procédure de minimisation

On présente la démarche pour établir les équations de l'algorithme de minimisation du premier gradient.

Soit  $C(\underline{x})$  le coefficient de corrélation défini par un ensemble de paramètres représenté par le vecteur  $\underline{x}$ . Le problème consiste à minimiser  $C(\underline{x})$  par rapport à  $\underline{x}$ . Pour cela, on construit une suite  $\underline{x}_n$  convergente vers les coordonnées du minimum. Partant de  $\underline{x}_n$ , on détermine le terme suivant à partir d'un développement limité  $C(\underline{x})$  au premier ordre au voisinage de ce point :

$$C(\underline{x}) \approx C(\underline{x}_n) + \frac{\partial C}{\partial \underline{x}}(\underline{x}_n) \cdot (\underline{x} - \underline{x}_n) \quad (\text{C.1})$$

La recherche du minimum de  $C(\underline{x})$  consiste alors à minimiser son approximation en imposant que  $\underline{x}$  reste dans le voisinage de  $\underline{x}_n$  défini par la longueur  $a$  :

$$\min_{\underline{x}} C(\underline{x}) \approx \min_{\underline{x}, \|\underline{x} - \underline{x}_n\| \leq a} \left( C(\underline{x}_n) + \frac{\partial C}{\partial \underline{x}}(\underline{x}_n) \cdot (\underline{x} - \underline{x}_n) \right) \quad (\text{C.2})$$

On transforme la minimisation avec contrainte en une minimisation simple en intégrant un multiplicateur de Lagrange  $\lambda$  et le problème s'écrit alors :

$$\min_{\underline{x}} C(\underline{x}) \approx \min_{\underline{x}, \lambda} \left( C(\underline{x}_n) + \frac{\partial C}{\partial \underline{x}}(\underline{x}_n) \cdot (\underline{x} - \underline{x}_n) - \lambda \cdot (\|\underline{x} - \underline{x}_n\|^2 - a^2) \right) \quad (\text{C.3})$$

La stationarité de la fonctionnelle par rapport à  $\underline{x}$  et  $\lambda$  permet de trouver l'expression de  $\underline{x}_{n+1}$  en fonction de  $\underline{x}_n$  :

$$\underline{x}_{n+1} = \underline{x}_n + a\xi \frac{\frac{\partial C}{\partial \underline{x}}(\underline{x}_n)}{\left\| \frac{\partial C}{\partial \underline{x}}(\underline{x}_n) \right\|} \quad (\text{C.4})$$

où  $\xi$  vaut 1 ou -1 et  $\left\| \frac{\partial C}{\partial \underline{x}}(\underline{x}_n) \right\|$  est non nul. La détermination de  $\xi$  s'effectue en réinjectant l'expression précédente dans l'équation C.1.

$$C(\underline{x}_{n+1}) = C(\underline{x}_n) + a\xi \left\| \frac{\partial C}{\partial \underline{x}}(\underline{x}_n) \right\| \quad (\text{C.5})$$

Comme  $\underline{x}_{n+1}$  doit s'approcher du minimum, il faut obligatoirement que  $C(\underline{x}_{n+1})$  soit inférieur à  $C(\underline{x}_n)$  et donc que  $\xi$  soit égal à -1. On obtient l'expression de la suite :

$$\underline{x}_{n+1} = \underline{x}_n - a \frac{\frac{\partial C}{\partial \underline{x}}(\underline{x}_n)}{\left\| \frac{\partial C}{\partial \underline{x}}(\underline{x}_n) \right\|} \quad (\text{C.6})$$

Remarquons que  $a$  est un paramètre à imposer. Sa valeur est initialisée au départ mais il est nécessaire de la réajuster lorsque l'on s'approche du minimum pour éviter de le dépasser. Par exemple, on peut diviser sa valeur par deux dès que  $C(\underline{x}_{n+1}) \geq C(\underline{x}_n)$ .



## Annexe D

# Étude des biphasés Ni/Ag

Cette annexe présente les informations et les résultats complémentaires des différentes investigations menées dans le cadre de l'étude des bandes de localisation dans les biphasés Ni/Ag sous une sollicitation de compression uniaxiale.

### D.1 Préparation de surface

Préparation de surface pour révéler la microstructure

- polissage mécanique avec papier abrasif de 800 à 1200
- polissage mécanique à la pâte diamantée de 6, 3 et 1  $\mu m$ .

### D.2 Première étude

#### D.2.1 Caractérisation de la microstructure

- Ni/Ag 70/30 (voir figure D.1)
- Microstructure de type inclusion/matrice: inclusions de Nickel dans une matrice d'Argent (Caractérisation par analyse stéréologique comme dans [2] et [21]).
- Détermination de la surface élémentaire représentative par analyse du covariogramme d'après [21] (voir figure D.2).
- Caractère isotrope de la répartition spatiale des phases d'après [21].

#### D.2.2 Essai de compression *in situ* dans le MEB

##### Géométrie de l'éprouvette

voir figure 1.11 dans le chapitre 2 de la deuxième partie.

##### Paramètres de l'essai

- section  $14mm^2$
- vitesse de chargement (traverse)  $2 \cdot 10^{-4}s^{-1}$
- pas de chargement (voir tableau D.1)

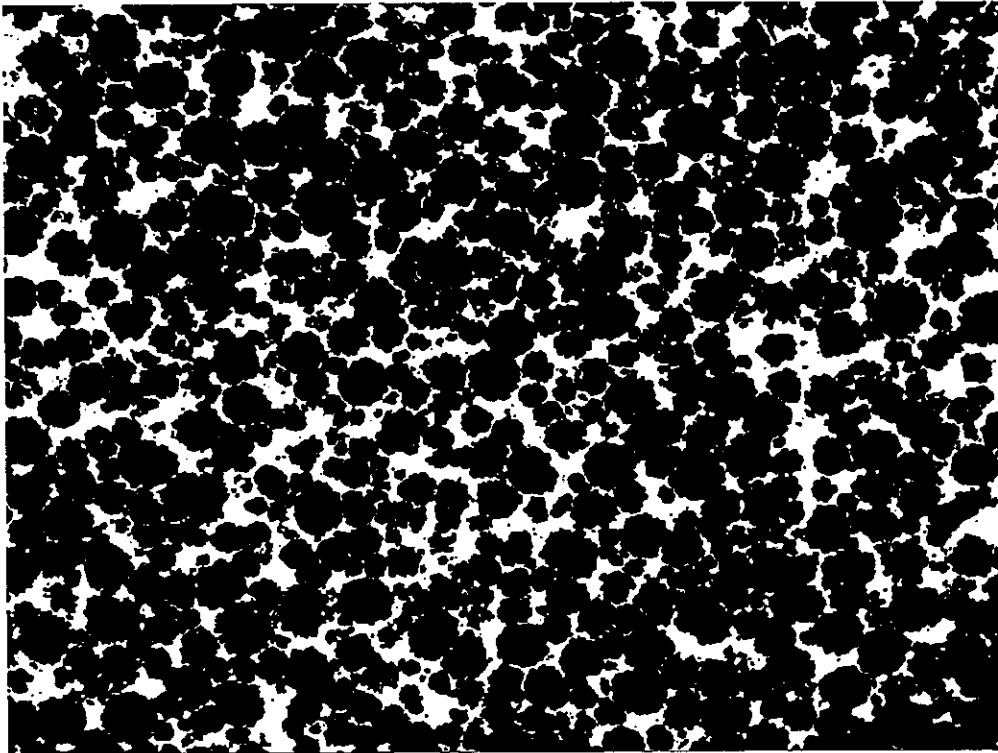


FIG. D.1 – Microstructure d'un biphasé 70% Nickel 30% Argent : 2mm × 1,5mm

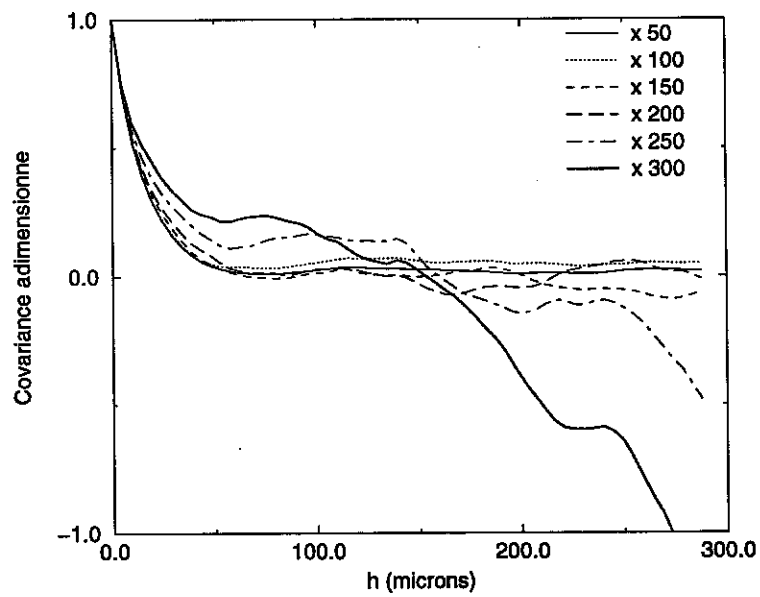


FIG. D.2 – Covariogramme adimensionné Nickel/Nickel

TAB. D.1 – Pas de chargement

Etat	Contrainte (MPa)
1	178
2	200
3	232
4	307



## Cartes de déformation

- Paramètres d'acquisition des images :
  - $I = 3 \cdot 10^{-10} A$
  - $WD = 34 \text{ mm}$
  - $U = 20 \text{ kV}$
  - $G = 200$
  - Diaphragme 3
  - Électrons secondaires
  - Mode de numérisation  $2960 \times 2220 \text{ pixels}$
- Paramètres du dépouillement :
  - méthode subpixel
  - approximation de  $\phi$  par une translation
  - interpolation bilinéaire
  - taille du domaine de corrélation  $30 \times 30$
  - schéma de dérivation discrète 1 : utilisation des 4 plus proches voisins
  - rapport de forme 1,0483
  - angle de distorsion  $-0,58933^\circ$
- Contrôle du grandissement

TAB. D.2 – Variation du grandissement par rapport à l'état initial

Etat	Variation(%) $\pm$ erreur(%)
1	0,201 $\pm$ 0,020
2	0,296 $\pm$ 0,201
3	0,356 $\pm$ 0,203
4	0,518 $\pm$ 0,207

Remarque: Les cartes de déformations suivantes n'ont pas été corrigées de ces variations de grandissement en raison du manque de fiabilité dans leur détermination pour ces essais de compression. La grille de référence n'est pas restée dans le plan d'observation à cause d'une variation importante de la géométrie de l'éprouvette. Celle-ci est passée d'une forme parallélépipédique à une forme en tonneau. La grille de référence disposée sur un bord de l'éprouvette a subi une rotation d'axe perpendiculaire à l'axe optique du MEB et d'un angle que l'on peut estimer à quelques degrés. Les erreurs dans l'évaluation de ces variations de grandissement à partir des images de cette grille sont visibles sur la courbe D.3, et sont dues à un brusque changement de pente dans l'évolution de la rotation de corps solide associée à la variation de grandissement et à l'évolution dissymétrique des composantes  $F_{11}$  et  $F_{22}$  en fonction de la variation de grandissement estimée. Toutefois, ces erreurs restent faibles et raisonnables mais ne permettent pas une évaluation fiable surtout pour les deux derniers pas à déformations importantes. Le champ de déplacement relatif est alors déterminé à une faible dilatation homogène près.

- Les différentes cartes de déformation
  - Direction de compression : verticale
  - Direction 11 : sens transverse
  - Taille de la zone d'investigation  $500\mu m \times 440\mu m$
  - Zone analysée

Remarque: Les erreurs sur les valeurs de déformations sont calculées pour une erreur de  $\pm 1$  pixel sur la détermination des déplacements. Les erreurs réelles sont plus faibles

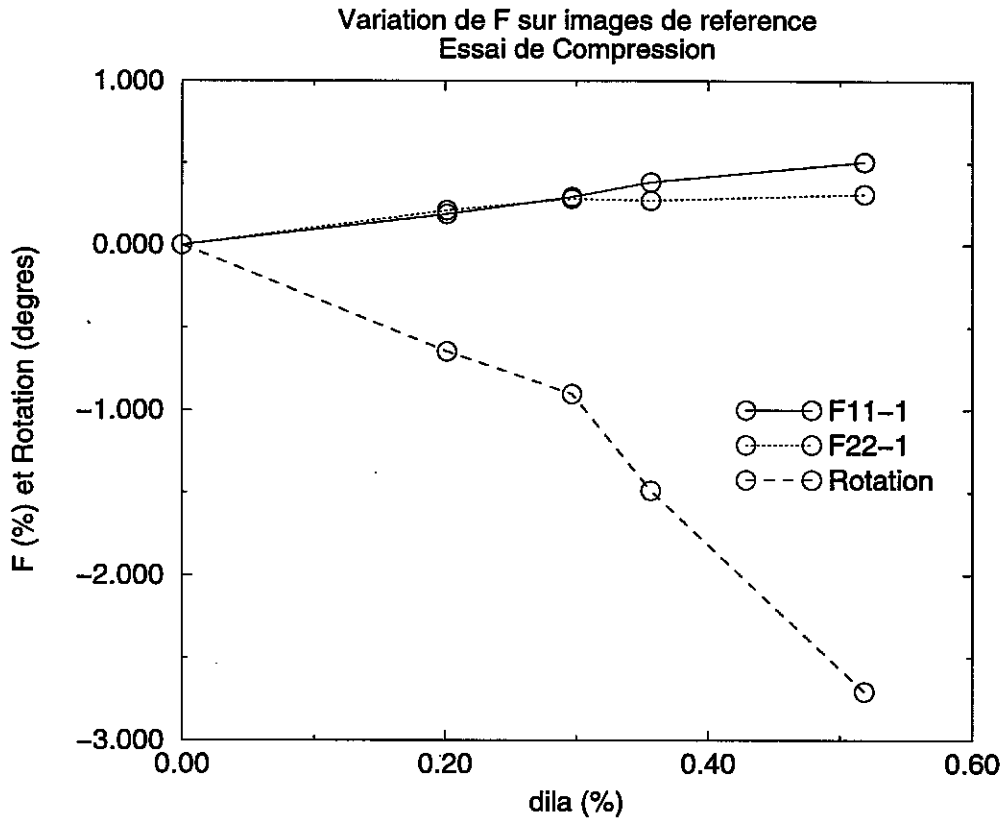


FIG. D.3 – Variation du grandissement

TAB. D.3 – Déformations moyennes sur la zone

Etat	$E_{11}(\%) \pm \Delta E_{11}(\%)$	$E_{22}(\%) \pm \Delta E_{22}(\%)$	$E_{12}(\%) \pm \Delta E_{12}(\%)$
1	$1,129 \pm 6,056 \cdot 10^{-3}$	$-0,798 \pm 6,401 \cdot 10^{-3}$	$-0,040 \pm 6,236 \cdot 10^{-3}$
2	$2,108 \pm 6,129 \cdot 10^{-3}$	$-1,893 \pm 6,328 \cdot 10^{-3}$	$0,780 \pm 6,242 \cdot 10^{-3}$
3	$4,454 \pm 6,288 \cdot 10^{-3}$	$-4,352 \pm 6,181 \cdot 10^{-3}$	$0,396 \pm 6,261 \cdot 10^{-3}$
4	$9,273 \pm 6,600 \cdot 10^{-3}$	$-8,613 \pm 5,936 \cdot 10^{-3}$	$1,118 \pm 6,317 \cdot 10^{-3}$

puisque l'erreur sur la détermination des déplacements en accord avec les corrections des défauts géométriques (voir chapitre 2 partie 1) s'élève à 0,7 pixels.

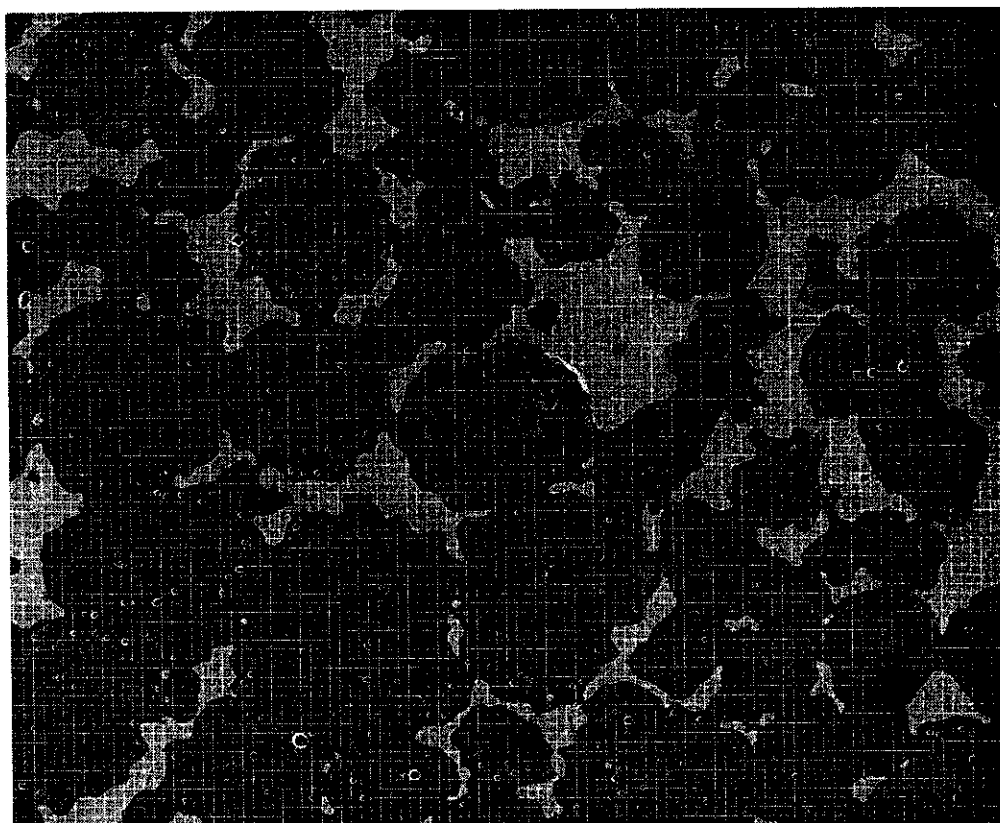


FIG. D.4 – Zone analysée  $500\mu\text{m} \times 440\mu\text{m}$  : état non déformé

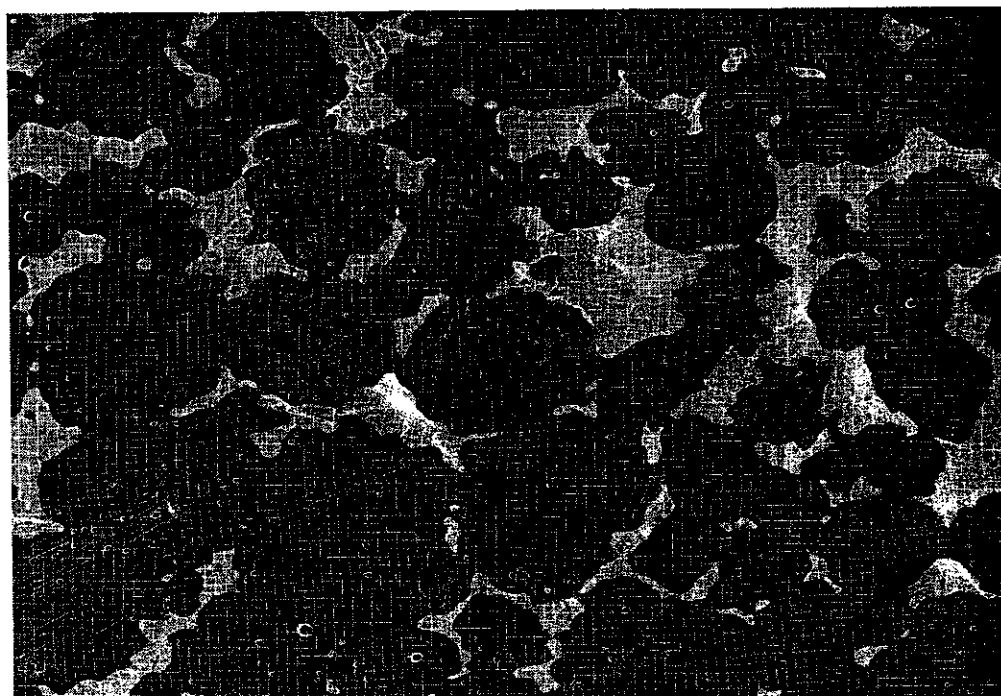


FIG. D.5 – Zone analysée : état déformé à 9 %

– Premier pas

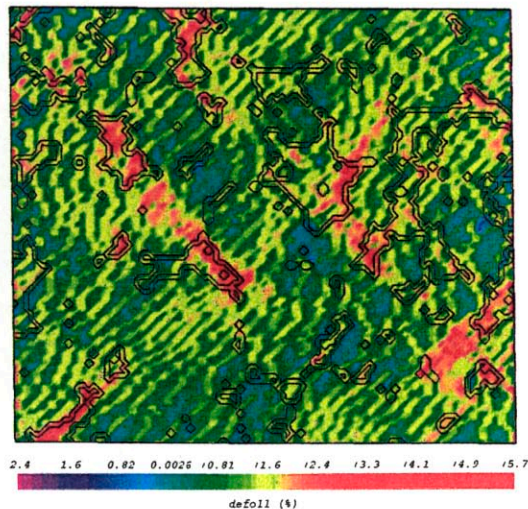
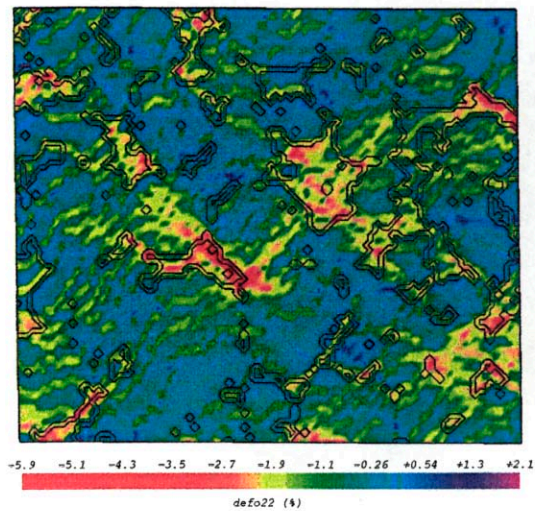


FIG. D.6 – Carte de déformation à 0,8 %: déformation longitudinale

FIG. D.7 – Carte de déformation à 0,8 %: déformation transverse

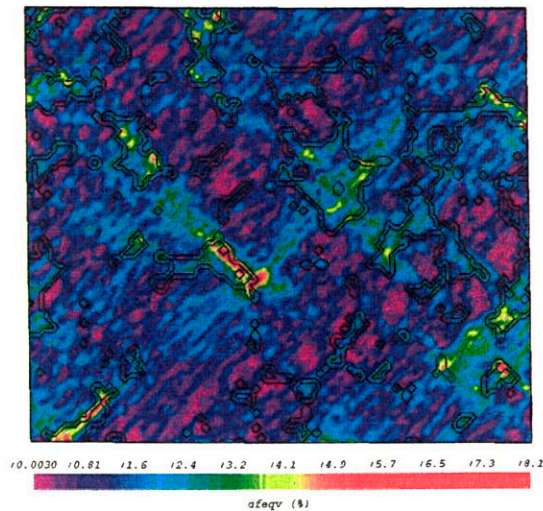
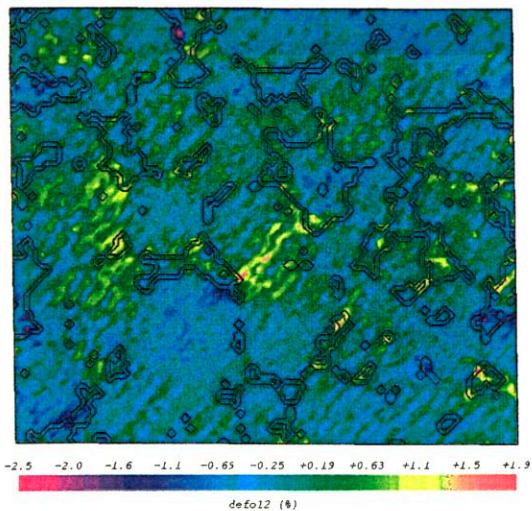


FIG. D.8 – Carte de déformation à 0,8 %: cisaillement

FIG. D.9 – Carte de déformation à 0,8 %: déformation équivalente

– Second pas

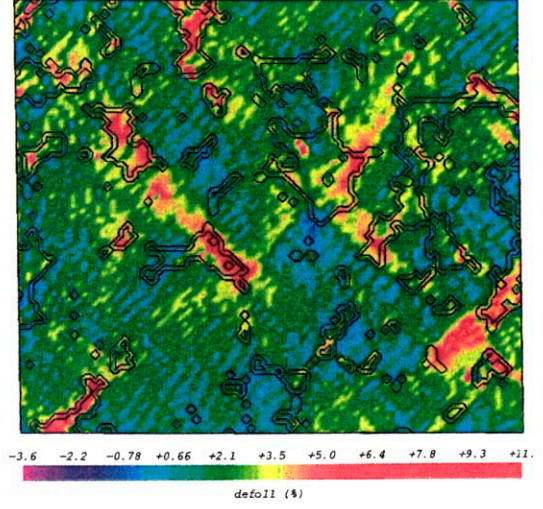
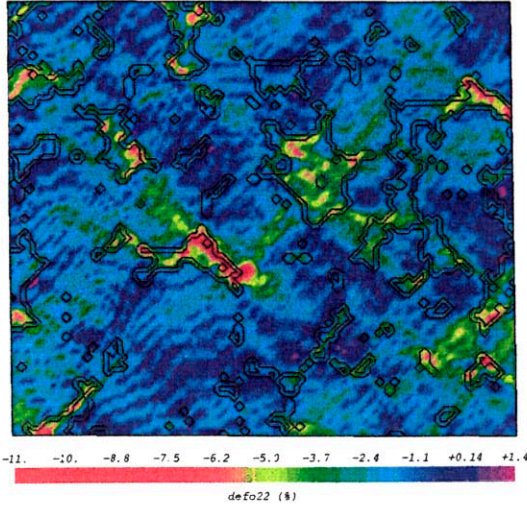


FIG. D.10 – Carte de déformation à 1,9 %: déformation longitudinale

FIG. D.11 – Carte de déformation à 1,9 %: déformation transverse

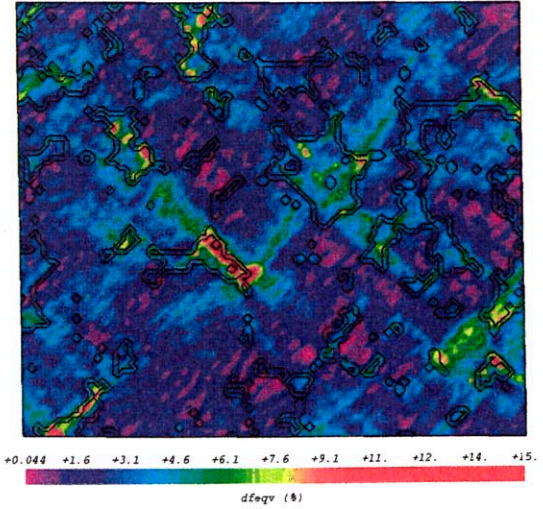
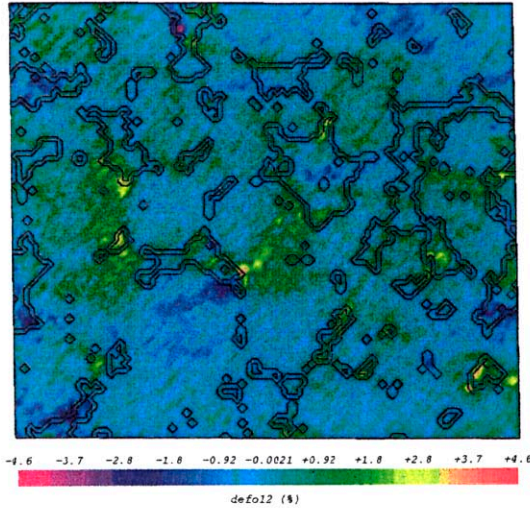


FIG. D.12 – Carte de déformation à 1,9 %: cisaillement

FIG. D.13 – Carte de déformation à 1,9 %: déformation équivalente

– Troisième pas

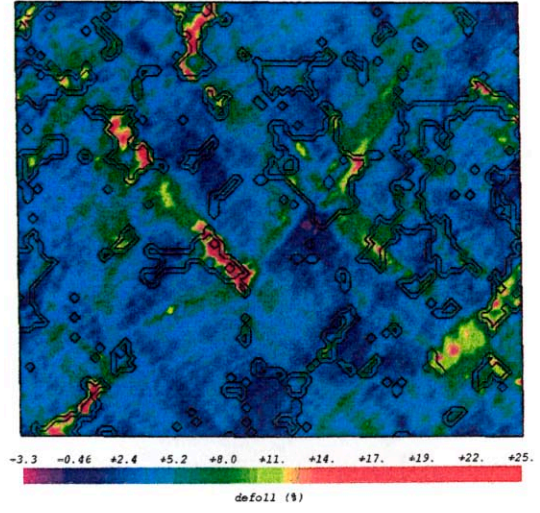
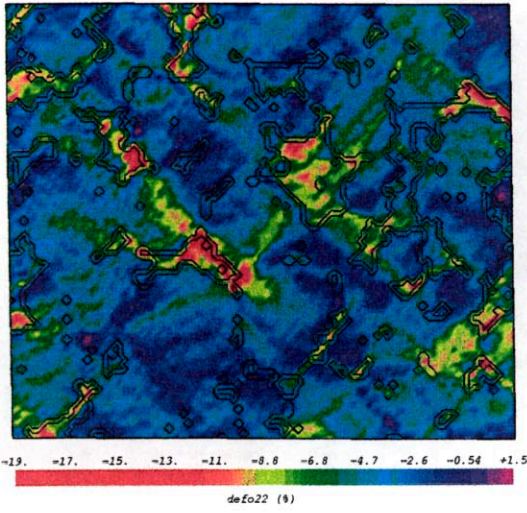


FIG. D.14 – Carte de déformation à 4,3 % : déformation longitudinale

FIG. D.15 – Carte de déformation à 4,3 % : déformation transverse

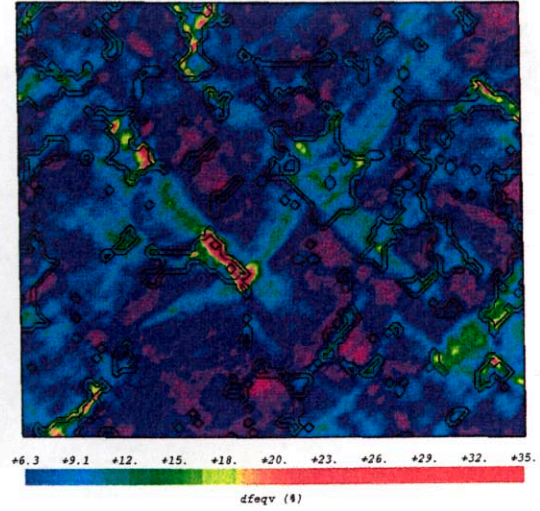
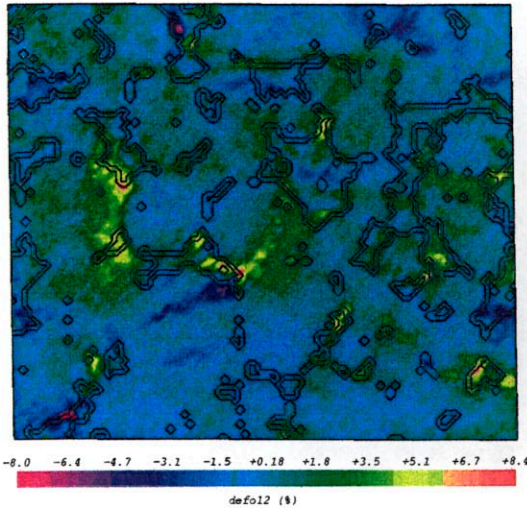


FIG. D.16 – Carte de déformation à 4,3 % : cisaillement

FIG. D.17 – Carte de déformation à 4,3 % : déformation équivalente

– Quatrième pas

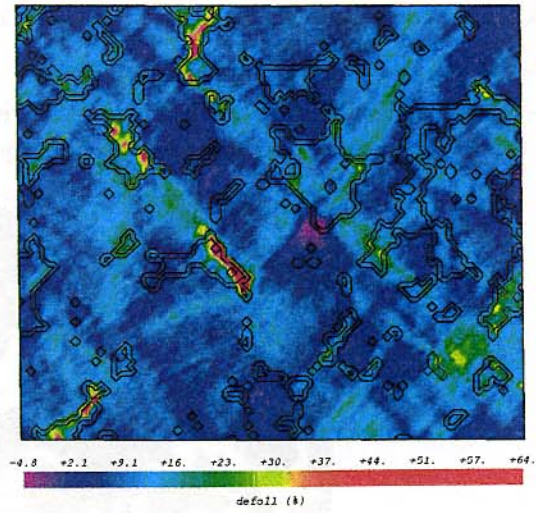
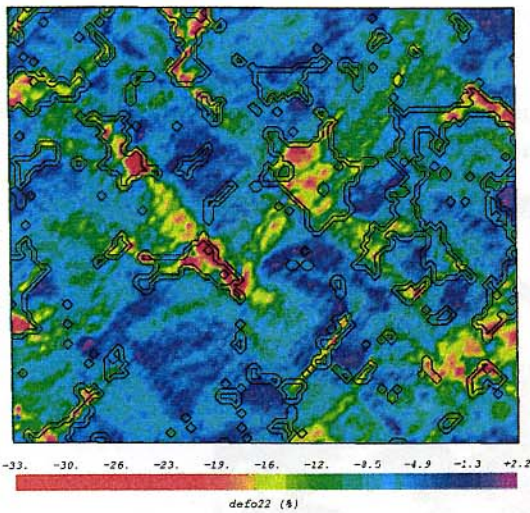


FIG. D.18 – Carte de déformation à 8,6 % : déformation longitudinale

FIG. D.19 – Carte de déformation à 8,6 % : déformation transverse

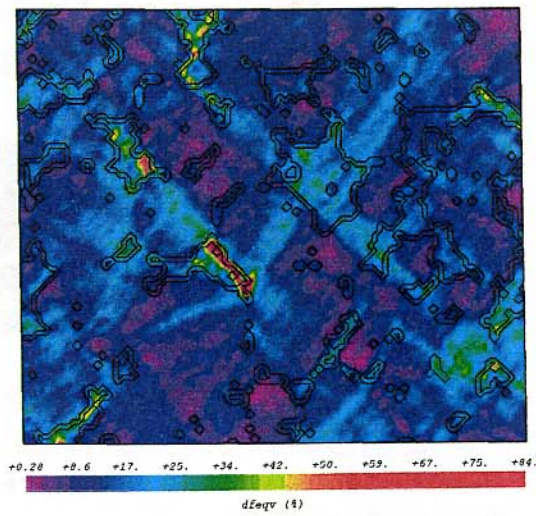
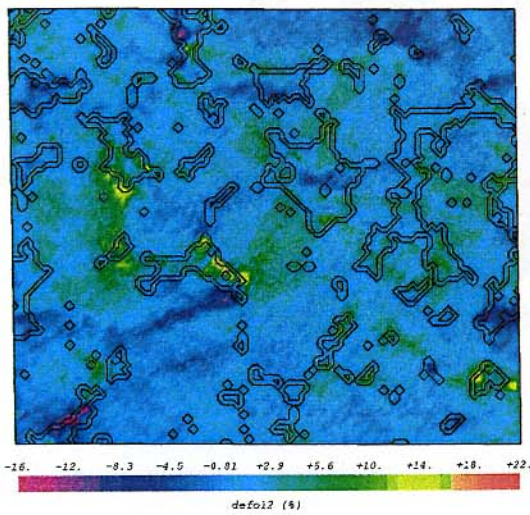


FIG. D.20 – Carte de déformations à 8,6 % : cisaillement

FIG. D.21 – Carte de déformations à 8,6 % : déformation équivalente

### D.3 Deuxième étude

#### D.3.1 Caractérisation de la microstructure

- Ni/Ag 50/50 (voir figure D.22)
- Microstructure de type inclusion/matrice: inclusions de Nickel dans une matrice d'Argent (Caractérisation par analyse stéréologique comme dans [2] et [21]).

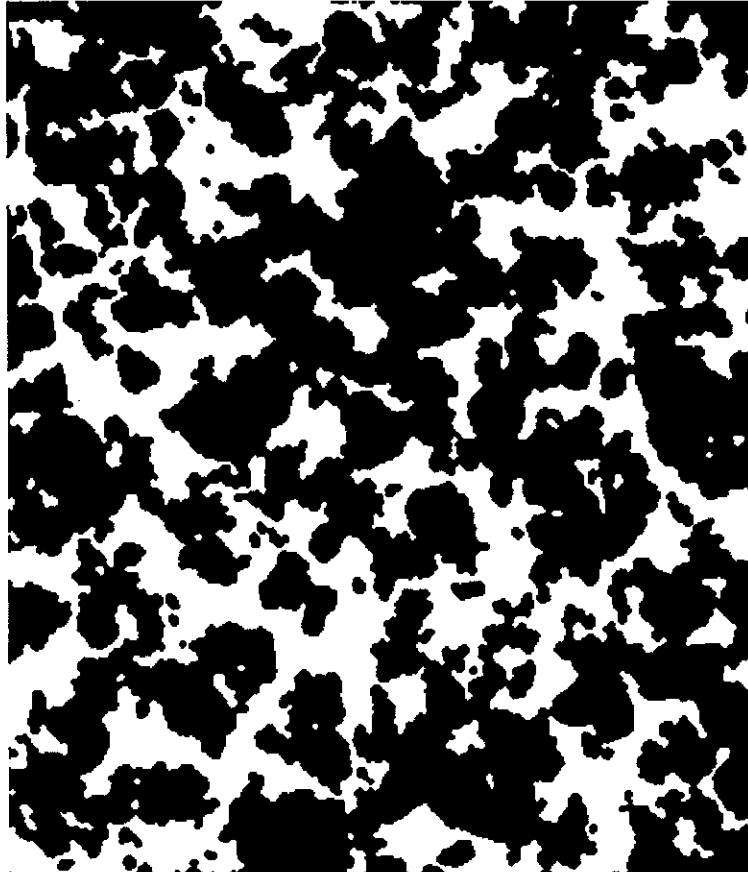


FIG. D.22 - Microstructure d'un biphase 50 % Nickel 50 % Argent :  $680\mu\text{m} \times 770\mu\text{m}$

- Détermination de la surface élémentaire représentative par analyse du covariogramme d'après [21] (voir figure D.23).
- Caractère isotrope de la répartition spatiale des phases d'après [21].

#### D.3.2 Essai de compression *in situ* dans le MEB

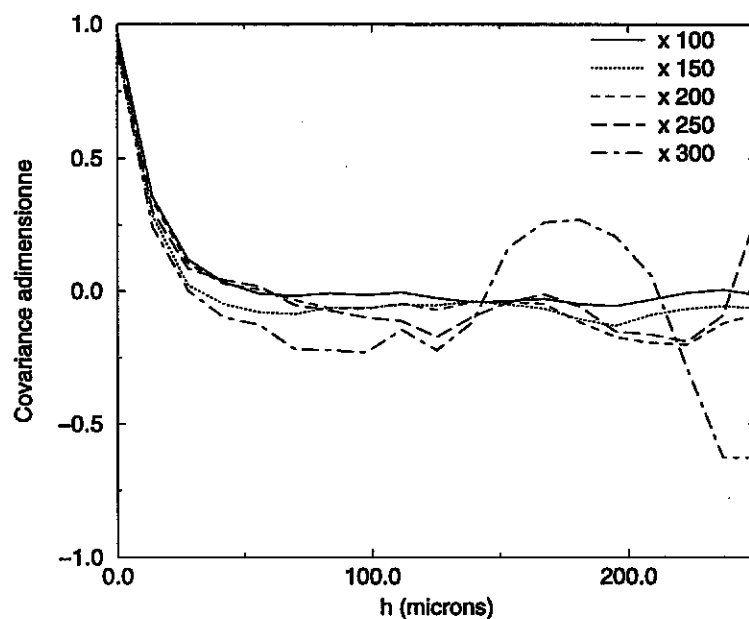
##### Géométrie de l'éprouvette

voir figure 1.12 dans le chapitre 2 de la deuxième partie.

##### Paramètres de l'essai

- section  $20\text{mm}^2$
- vitesse de chargement (traverse)  $2 \cdot 10^{-4}\text{s}^{-1}$
- pas de chargement (voir tableau D.4)



FIG. D.23 – *Covariogramme adimensionné*TAB. D.4 – *Pas de chargement*

Etat	Contrainte(MPa)
1	120
2	185
3	259

### Cartes de déformation

– Paramètres d'acquisition des images :

- $I = 3 \cdot 10^{-10} \text{ A}$
- $WD = 34 \text{ mm}$
- $U = 20 \text{ kV}$
- $G = 200$
- Diaphragme 3
- Électrons secondaires
- Mode de numérisation  $4096 \times 3328 \text{ pixels}$

– Paramètres du dépouillement :

- méthode subpixel
- approximation de  $\phi$  par une translation
- interpolation bilinéaire
- taille du domaine de corrélation  $30 \times 30$
- schéma de dérivation discrète 1 : utilisation des 4 plus proches voisins
- rapport de forme 0,923469
- angle de distorsion  $-0,384685^\circ$

– Contrôle du grandissement

Les cartes de déformations suivantes n'ont pas été corrigées des variations de grandissement en raison du manque d'une fuite de graisse qui est venue recouvrir la grille de référence.

- Les différentes cartes de déformation

- Direction de compression : verticale
- Direction 11 : sens transverse
- Taille de la zone d'investigation  $915\mu m \times 705\mu m$ , 4 images sont nécessaires pour couvrir la zone.

TAB. D.5 - Déformations moyennes sur la zone

Etat	$E_{11}(\%) \pm \Delta E_{11}(\%)$	$E_{22}(\%) \pm \Delta E_{22}(\%)$	$E_{12}(\%) \pm \Delta E_{12}(\%)$
1	-	-	-
2	$1,065 \pm 0,019 \cdot 10^{-3}$	$-2,381 \pm 0,022 \cdot 10^{-3}$	$1,640 \pm 0,020 \cdot 10^{-3}$
3	$1,464 \pm 0,019 \cdot 10^{-3}$	$-8,326 \pm 0,020 \cdot 10^{-3}$	$1,902 \pm 0,020 \cdot 10^{-3}$

Remarque : Les erreurs sur les valeurs de déformations sont calculées pour une erreur de  $\pm 1$  pixel sur la détermination des déplacements. Les erreurs réelles sont plus faibles puisque l'erreur sur la détermination des déplacements en accord avec les corrections des défauts géométriques (voir chapitre 2 partie 1) s'élève à 0,7 pixels.

- Premier pas

Le premier pas n'est pas exploitable à cause d'un saut de ligne dans une image due à la pollution de colonne du MEB avec la graisse.

– Second pas

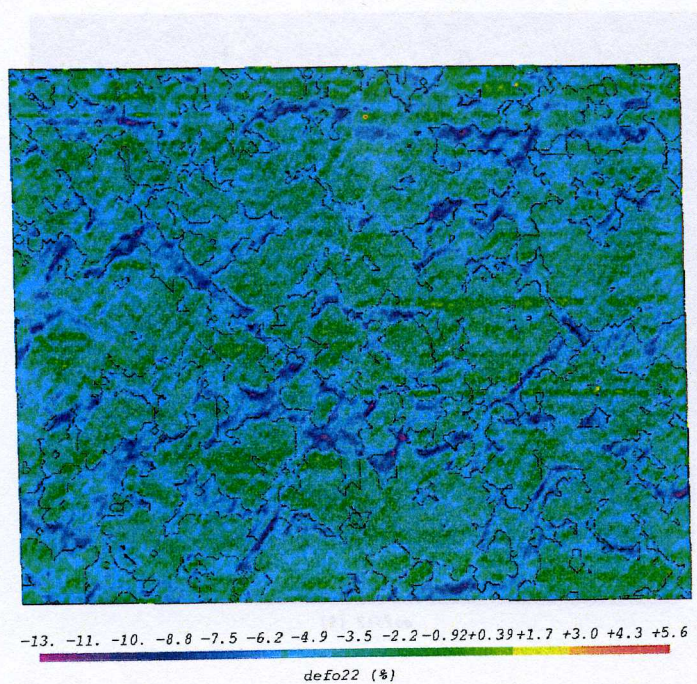


FIG. D.24 – Carte de déformation à 2,3 %: déformation longitudinale

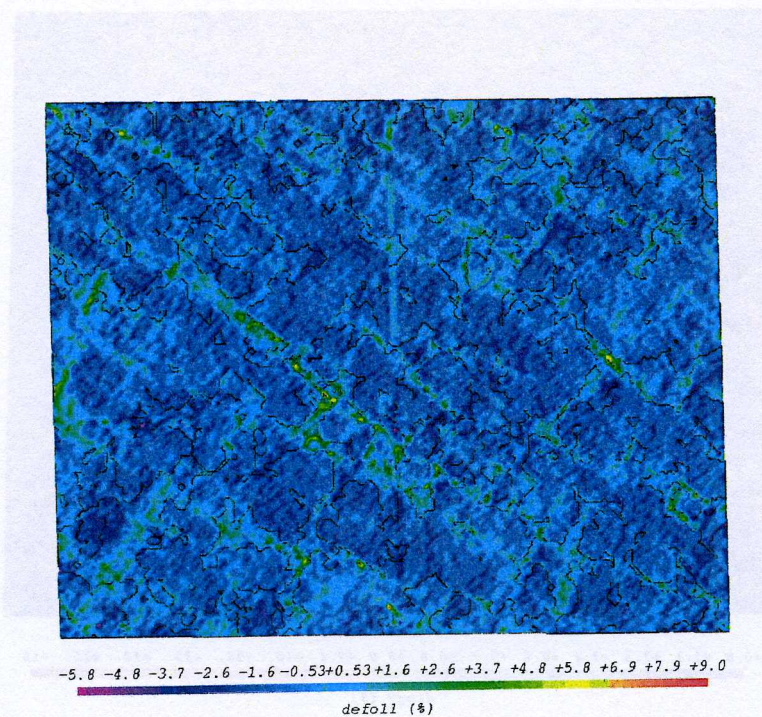


FIG. D.25 – Carte de déformation à 2,3 %: déformation transverse

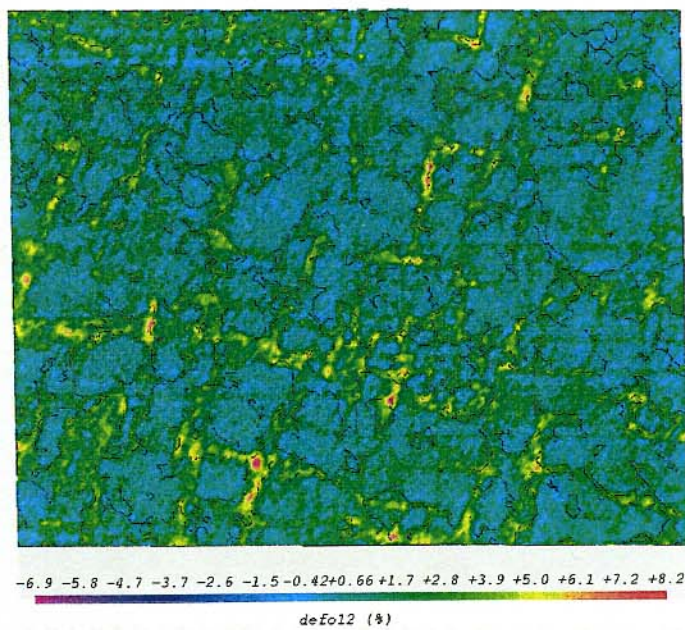


FIG. D.26 – Carte de déformations à 2,3 %: cisaillement

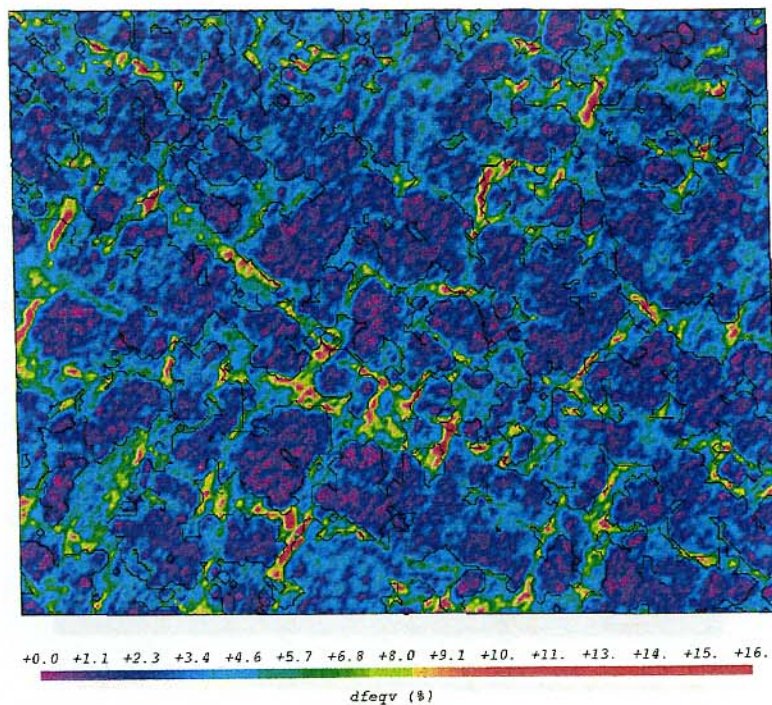


FIG. D.27 – Carte de déformations à 2,3 %: déformation équivalente

– Troisième pas

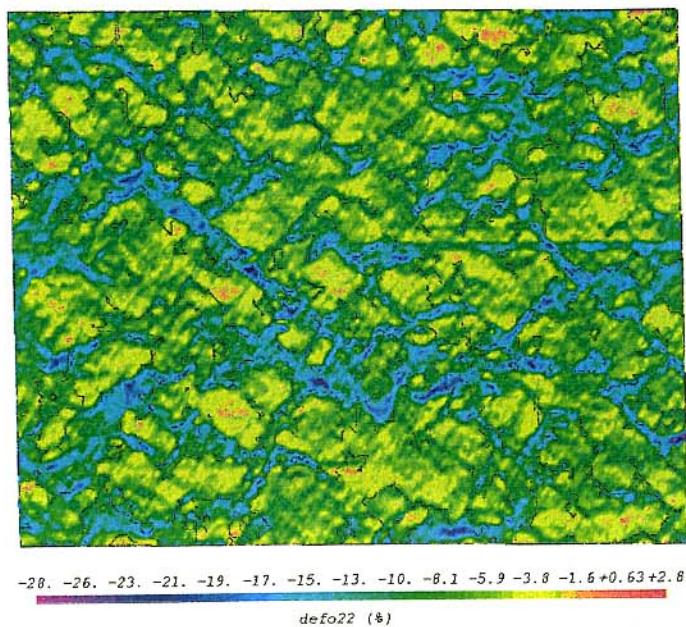


FIG. D.28 – Carte de déformation à 2,3 %: déformation longitudinale

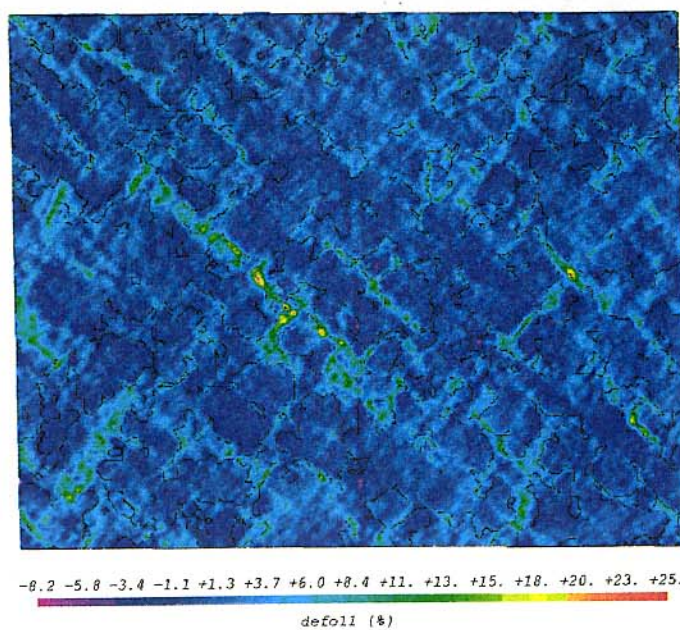


FIG. D.29 – Carte de déformation à 2,3 %: déformation transverse

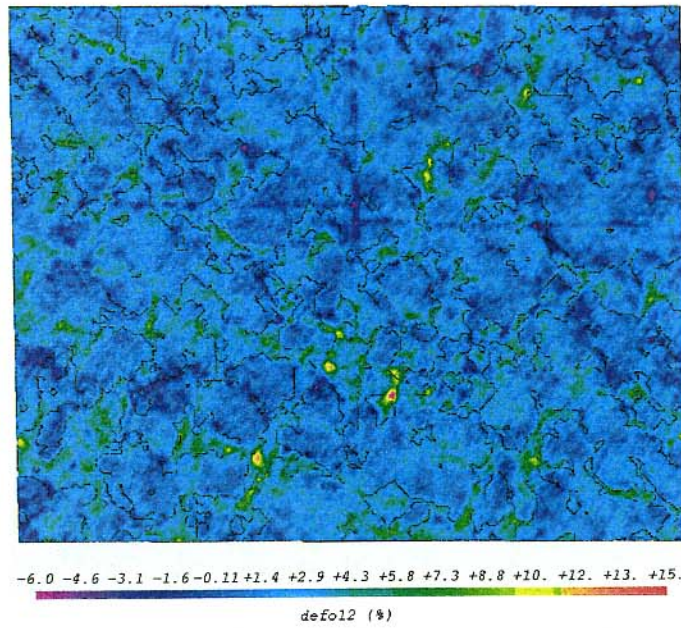


FIG. D.30 – Carte de déformations à 2,3 %: cisaillement

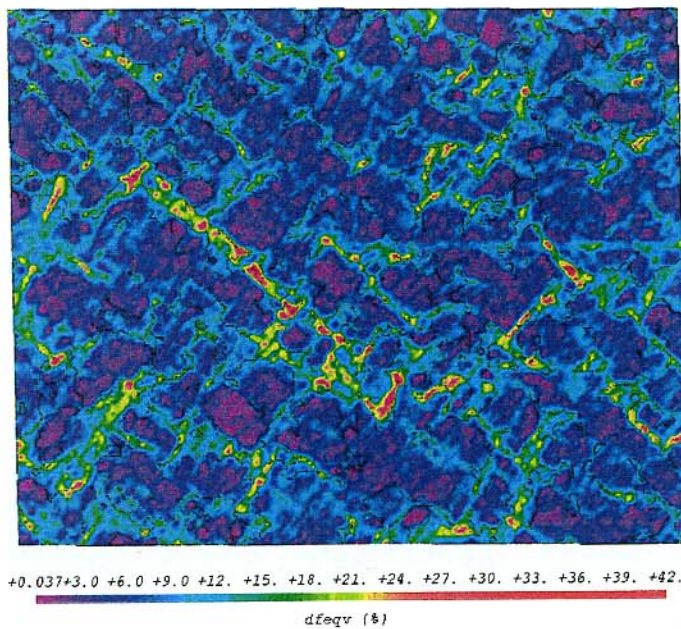


FIG. D.31 – Carte de déformations à 2,3 %: déformation équivalente

## Annexe E

# Étude du zirconium

Cette annexe présente les informations et les résultats complémentaires des différentes investigations menées dans le cadre de l'étude des bandes de localisation dans le zirconium  $\alpha$  grade 702 recristallisé.

### E.1 Préparation de surface

Préparation de surface pour révéler la microstructure

- polissage mécanique avec papier abrasif jusqu'à 4000 ou 2400
- polissage électrolytique avec 80 % d'acide acétique et 20 % d'acide perchlorique pendant deux minutes ( $U=24V$  à 20 degrés).

Remarque: le polissage électrolytique n'est pas une attaque préférentielle des joints de grains. Il est sélectif en fonction de l'orientation cristalline. La forme des grains est révélée à partir du relief ainsi créé.

### E.2 Essai macroscopique de traction

#### E.2.1 Géométrie des éprouvettes

#### E.2.2 Paramètres de l'essai

- section  $10mm^2$
- vitesse de chargement (traverse) :  $4 \cdot 10^{-4} s^{-1}$

#### E.2.3 Comportement macroscopique

### E.3 Essai de traction *in situ* dans le MEB

#### E.3.1 Géométrie des éprouvettes

Idem que pour l'essai macroscopique.

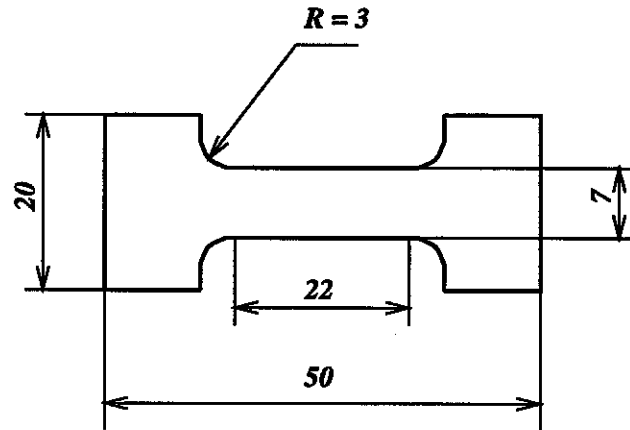


FIG. E.1 - Géométrie des éprouvettes de traction

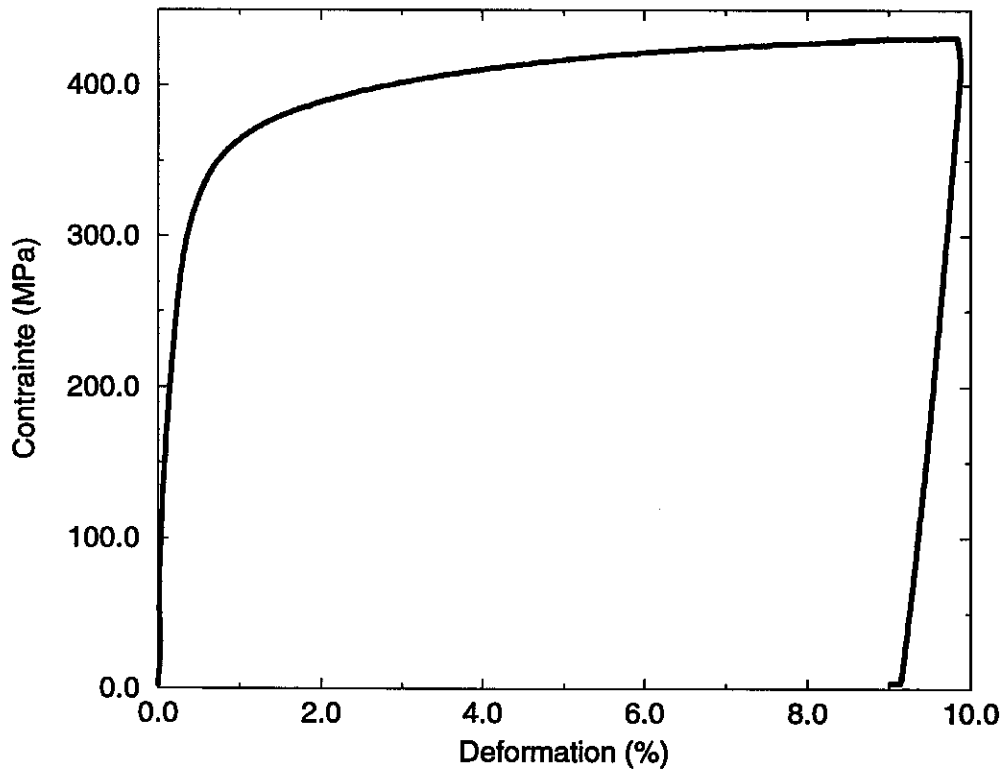


FIG. E.2 - Courbe contrainte/déformation

### E.3.2 Paramètres de l'essai

- section  $10\text{mm}^2$
- vitesse de chargement (traverse) :  $8 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$
- moyens d'extensométrie
  - Extensomètre : base de mesure 14 mm
  - Jauge : une rosette, mesure des déformations longitudinales, transversales et à 45 degrés, surface de la zone utile de mesure  $2\text{mm} \times 2\text{mm}$ .
  - Microgrilles : surface couverte environ  $1\text{mm}^2$



## E.3.3 Données de l'extensomètre et de la jauge

TAB. E.1 – Différentes valeurs de déformations mesurées en %

Etat	Extens.	Jauge		
	déf. long.	déf. long.	déf. transv.	déf. 45
1	0,017	0,0067	-0,0043	-0,0018
2	0,052	0,0525	-0,0165	0,0067
3	0,087	0,085	-0,0345	0,0160
4	0,61	0,638	-0,296	0,200
5	1,30	—	—	—
6	3,57	—	—	—
7	5,52	—	—	—

Remarque:

1. La jauge s'est décollée lors du chargement entre les états 4 et 5.
2. La valeur de déformation mesurée à 45 degrés sur la jauge ne correspond pas à la valeur du cisaillement (Voir dans la section E.4 sur la comparaison des moyens d'extensométrie).

## E.3.4 Courbes de comportement

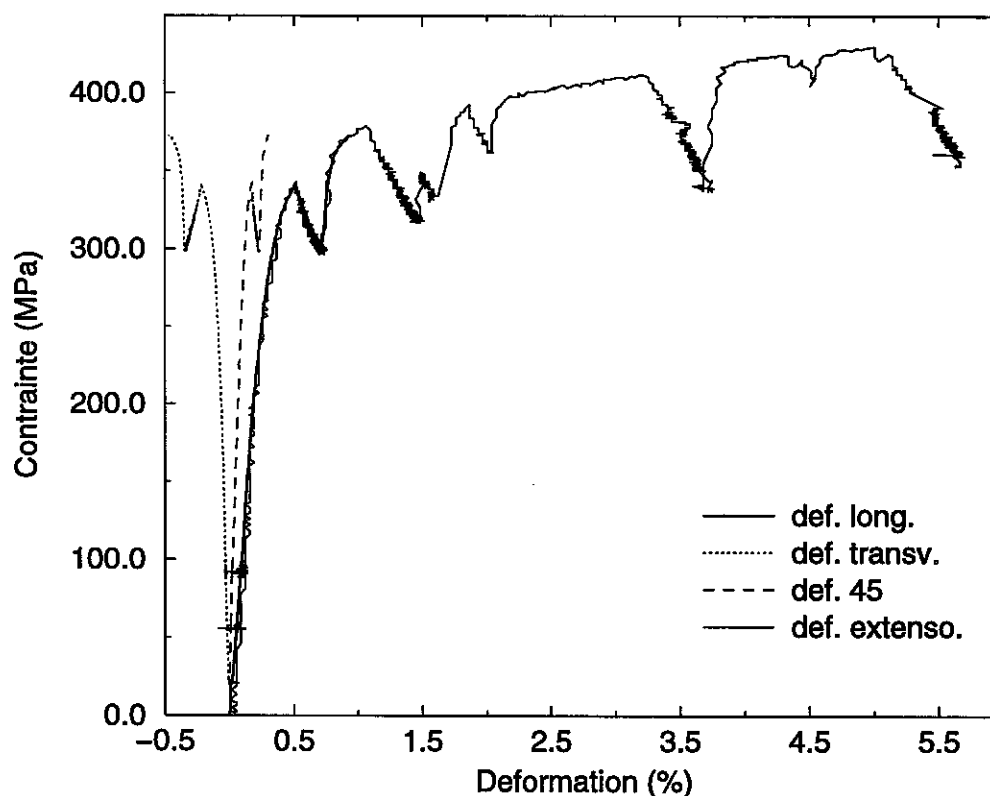


FIG. E.3 – Courbes de comportement

### E.3.5 Cartes de déformation

#### Paramètres d'acquisition des images

- $I = 3 \cdot 10^{-9} \text{ A}$
- $WD = 30 \text{ mm}$
- $U = 20 \text{ kV}$
- $G = 200$
- Diaphragme 2
- Électrons secondaires
- Mode de numérisation  $4000 \times 4000$  pixels avec  $50 \mu\text{s}$  par pixel

#### Paramètres du dépouillement

- méthode subpixel
- approximation de  $\phi$  par une translation
- interpolation bilinéaire
- taille du domaine de corrélation  $30 \times 30$
- schéma de dérivation discrète 1 : utilisation des 4 plus proches voisins
- rapport de forme  $0,9597 \pm 7,16 \cdot 10^{-5}$
- angle de distorsion  $-0,594^\circ \pm 4,26 \cdot 10^{-3^\circ}$

#### Contrôle du grandissement

TAB. E.2 – Variation du grandissement

Etat	Variation(%) $\pm$ erreur(%)
1	-0,0531 $\pm$ 0,0084
2	-0,0974 $\pm$ 0,0084
3	-0,0651 $\pm$ 0,0084
4	-0,2367 $\pm$ 0,0084
5	-0,3265 $\pm$ 0,0084
6	-0,3853 $\pm$ 0,0084
7	-0,3911 $\pm$ 0,0084

Remarque : Ces valeurs de variations de grandissement sont calculées par rapport à l'état initial. Elles correspondent aux variations de grandissement subies par les microgrilles et sont égales à celles déterminées avec la grille de référence. En effet, les variations d'altitude entre la grille de référence et les microgrilles sont restées constantes pendant tout l'essai mécanique et la variation initiale est inférieure à 0,056 mm (1/2 tour du potentiomètre de réglage de la focalisation).

#### Grille 1

- Taille de la zone d'investigation  $655 \mu\text{m} \times 610 \mu\text{m}$

Remarque : Les erreurs sur les valeurs de déformations sont calculées pour une erreur de  $\pm 1$  pixel sur la détermination des déplacements. Les erreurs réelles sont plus faibles, puisque l'erreur sur la détermination des déplacements en accord avec les corrections des défauts géométriques (voir chapitre 2 partie 1) s'élève à 0,7 pixel.

- Direction de traction : verticale

TAB. E.3 – Déformations moyennes

Etat	$E_{11}(\%) \pm \Delta E_{11}(\%)$	$E_{22}(\%) \pm \Delta E_{22}(\%)$	$E_{12}(\%) \pm \Delta E_{12}(\%)$
1	$-0,067 \pm 3,405 \cdot 10^{-3}$	$-0,064 \pm 3,542 \cdot 10^{-3}$	$-0,023 \pm 3,474 \cdot 10^{-3}$
2	$-0,060 \pm 3,404 \cdot 10^{-3}$	$-0,029 \pm 3,544 \cdot 10^{-3}$	$-0,022 \pm 3,474 \cdot 10^{-3}$
3	$-0,140 \pm 3,400 \cdot 10^{-3}$	$-0,283 \pm 3,546 \cdot 10^{-3}$	$-0,005 \pm 3,473 \cdot 10^{-3}$
4	$-0,423 \pm 3,374 \cdot 10^{-3}$	$0,723 \pm 3,591 \cdot 10^{-3}$	$0,013 \pm 3,418 \cdot 10^{-3}$
5	$-0,810 \pm 3,355 \cdot 10^{-3}$	$1,529 \pm 3,623 \cdot 10^{-3}$	$-0,019 \pm 3,487 \cdot 10^{-3}$
6	$-2,061 \pm 3,309 \cdot 10^{-3}$	$3,925 \pm 3,708 \cdot 10^{-3}$	$-0,043 \pm 3,503 \cdot 10^{-3}$
7	$-3,045 \pm 3,269 \cdot 10^{-3}$	$5,888 \pm 3,779 \cdot 10^{-3}$	$-0,077 \pm 3,517 \cdot 10^{-3}$

– Direction 11 : sens transverse

Remarque: La mesure des déformations locales pour les premiers pas (de 1 à 4 compris) correspondant à de très faibles déformations est altérée par les défauts géométriques des images. L'amplitude de ces défauts est du même ordre de grandeur que les plus faibles valeurs de déformations à mesurer. Nous présentons uniquement les résultats probants, c'est-à-dire les cartes de déformation à partir du cinquième pas.

- Pas 5

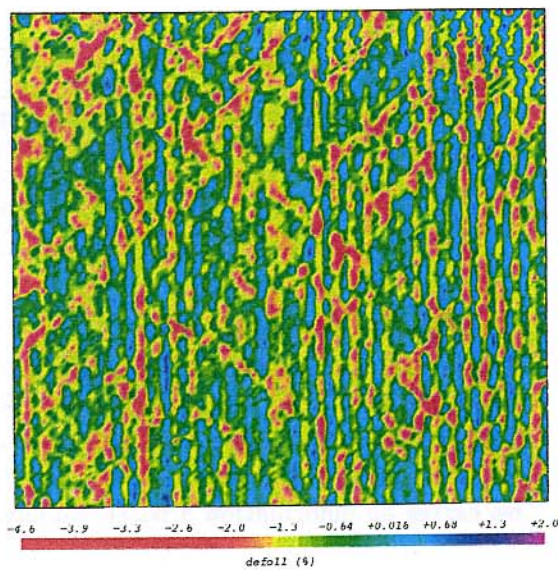
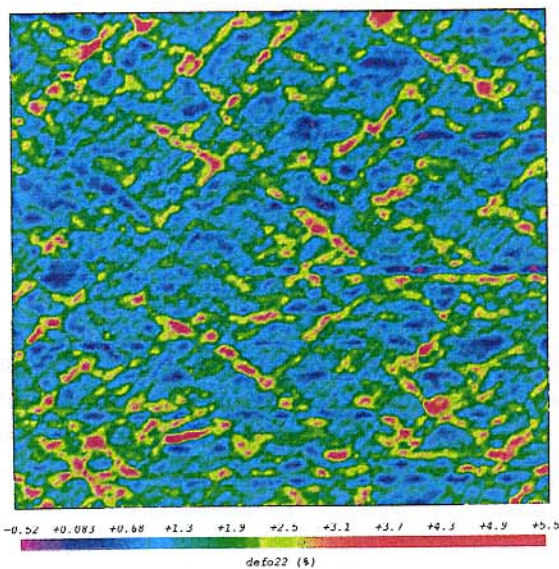


FIG. E.4 - Carte de déformations à 1,37 %: déformation longitudinale

FIG. E.5 - Carte de déformations à 1,37 %: déformation transverse

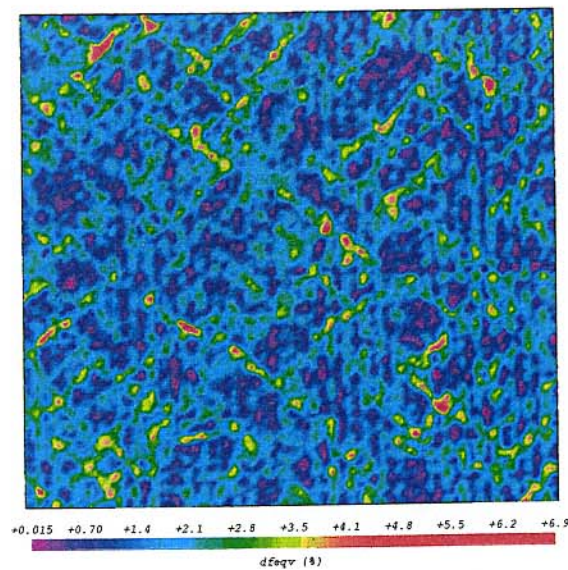
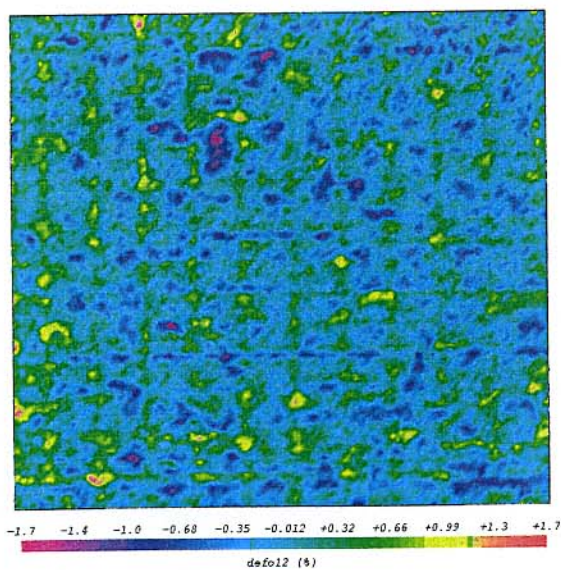


FIG. E.6 - Carte de déformations à 1,37 %: cisaillement

FIG. E.7 - Carte de déformations à 1,37 %: déformation équivalente

– Pas 6

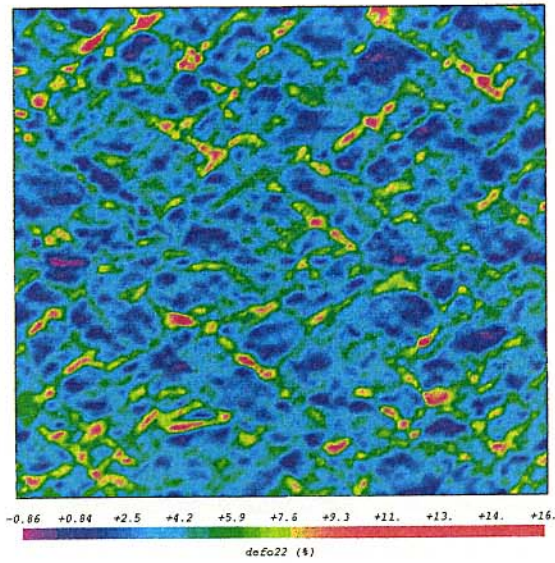


FIG. E.8 – Carte de déformations à 3,57 % : déformation longitudinale

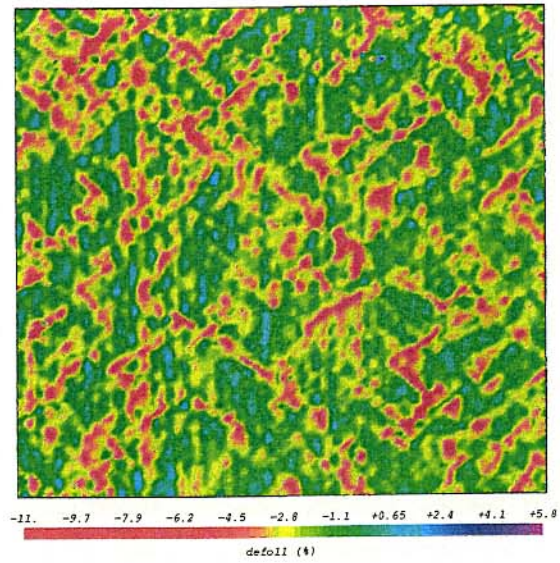


FIG. E.9 – Carte de déformations à 3,57 % : déformation transverse

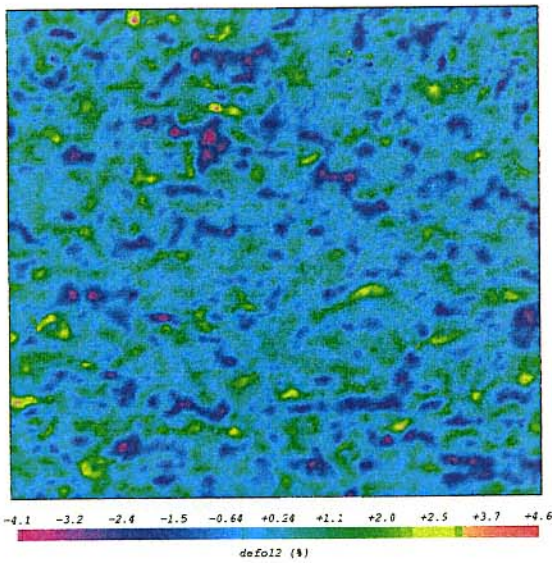


FIG. E.10 – Carte de déformations à 3,57 % : cisaillement

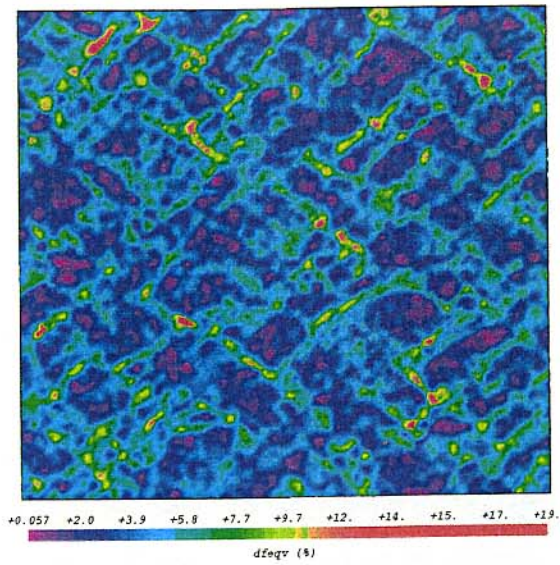


FIG. E.11 – Carte de déformations à 3,57 % : déformation équivalente

- Pas 7

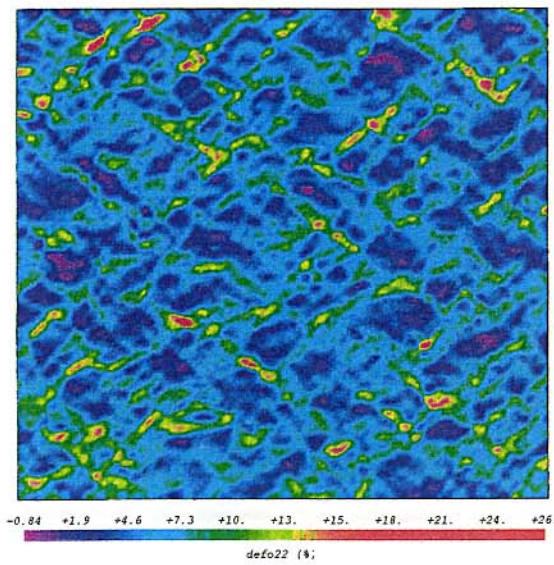


FIG. E.12 - Carte de déformations à 5,52 % :  
déformation longitudinale

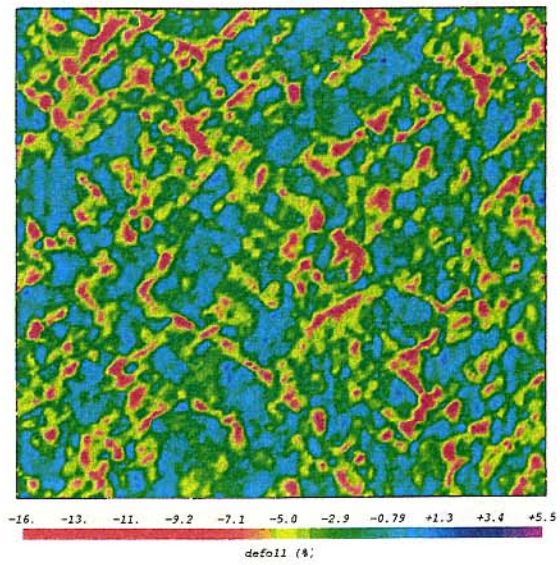


FIG. E.13 - Carte de déformations à 5,52 % :  
déformation transverse

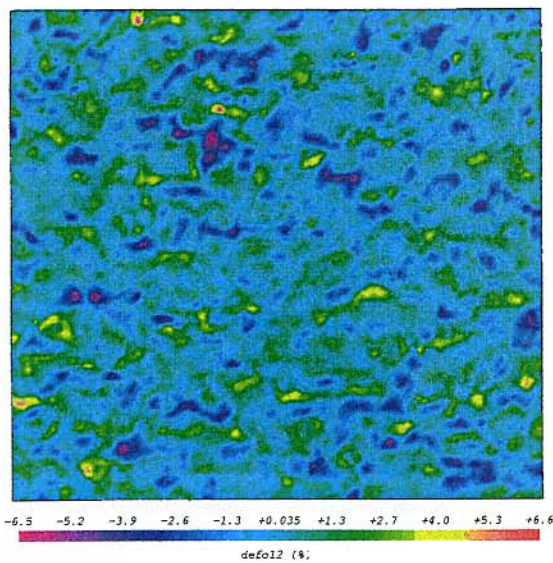


FIG. E.14 - Carte de déformations à 5,52 % :  
cisaillement

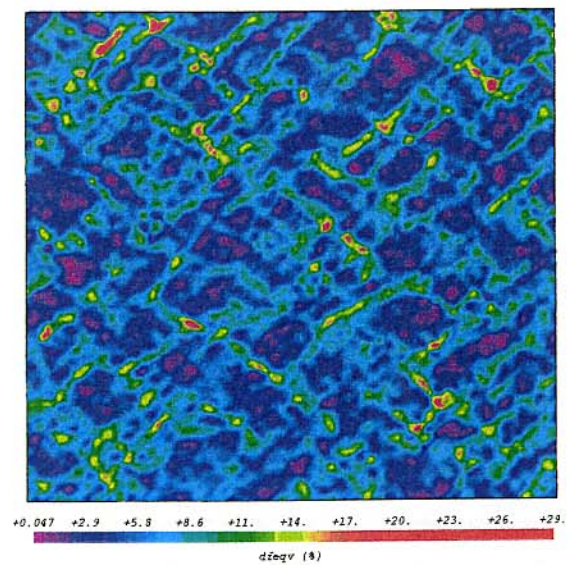


FIG. E.15 - Carte de déformations à 5,52 % :  
déformation équivalente

## Grille 2

- Taille de la zone d'investigation 665  $\mu m$  x 610  $\mu m$

TAB. E.4 - Déformations moyennes sur la zone

Etat	$E_{11}(\%) \pm \Delta E_{11}(\%)$	$E_{22}(\%) \pm \Delta E_{22}(\%)$	$E_{12}(\%) \pm \Delta E_{12}(\%)$
1	$0,015 \pm 3,353 \cdot 10^{-3}$	$0,020 \pm 3,524 \cdot 10^{-3}$	$-0,024 \pm 3,439 \cdot 10^{-3}$
2	$0,022 \pm 3,351 \cdot 10^{-3}$	$0,043 \pm 3,526 \cdot 10^{-3}$	$-0,039 \pm 3,438 \cdot 10^{-3}$
3	$-0,047 \pm 3,348 \cdot 10^{-3}$	$0,039 \pm 3,527 \cdot 10^{-3}$	$-0,043 \pm 3,437 \cdot 10^{-3}$
4	$-0,367 \pm 3,321 \cdot 10^{-3}$	$0,750 \pm 3,571 \cdot 10^{-3}$	$0,008 \pm 3,444 \cdot 10^{-3}$
5	$-0,757 \pm 3,303 \cdot 10^{-3}$	$1,602 \pm 3,605 \cdot 10^{-3}$	$-0,025 \pm 3,451 \cdot 10^{-3}$
6	$-1,923 \pm 3,263 \cdot 10^{-3}$	$3,917 \pm 3,681 \cdot 10^{-3}$	$-0,057 \pm 3,467 \cdot 10^{-3}$
7	$-2,911 \pm 3,229 \cdot 10^{-3}$	$5,929 \pm 3,756 \cdot 10^{-3}$	$-0,005 \pm 3,484 \cdot 10^{-3}$

Remarque : Les erreurs sur les valeurs de déformations sont calculées pour une erreur de  $\pm 1$  pixel sur la détermination des déplacements.

- Pas 5

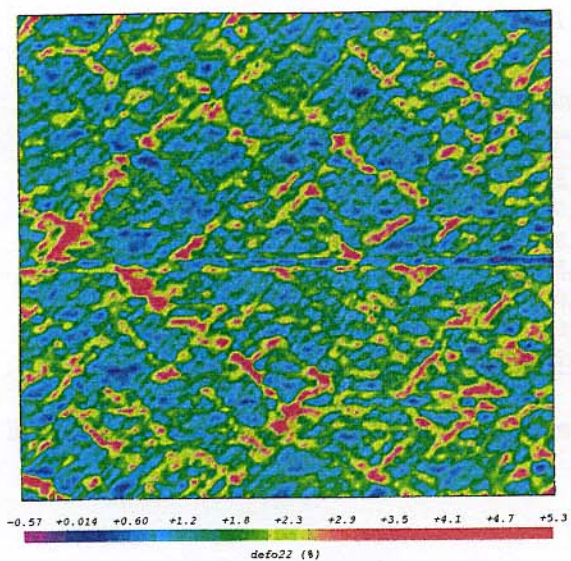


FIG. E.16 - Carte de déformations à 1,37 % :  
déformation longitudinale

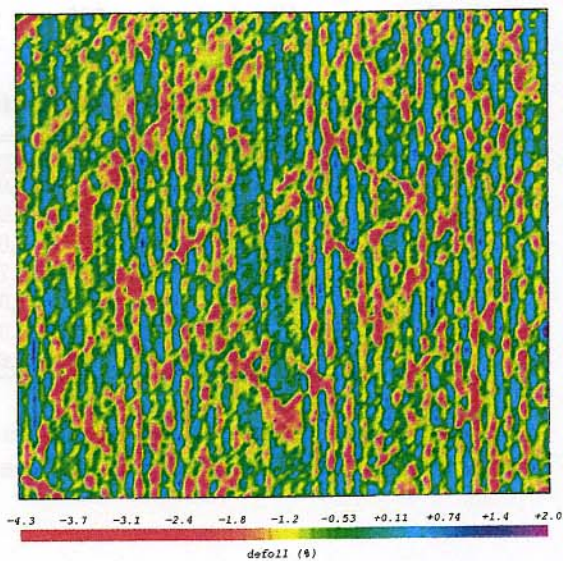


FIG. E.17 - Carte de déformations à 1,37 % :  
déformation transverse

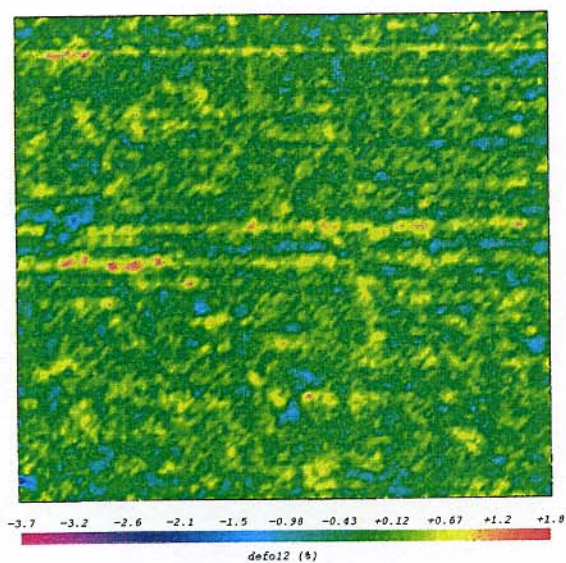


FIG. E.18 - Carte de déformations à 1,37 % :  
cisaillement

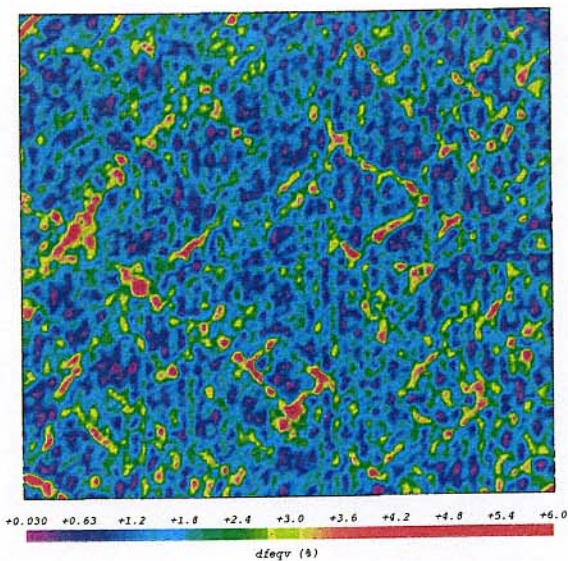
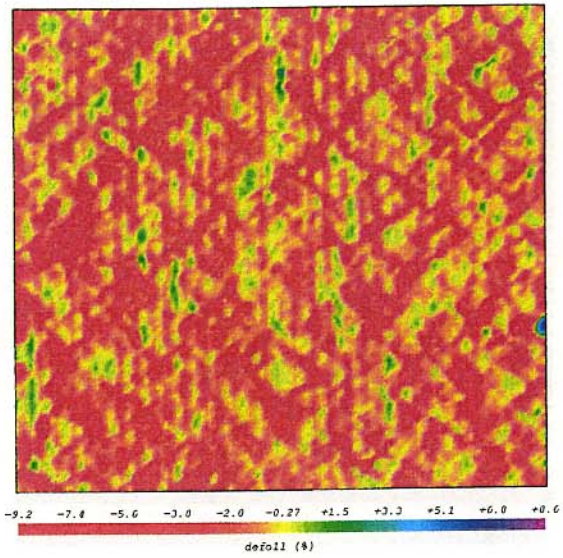
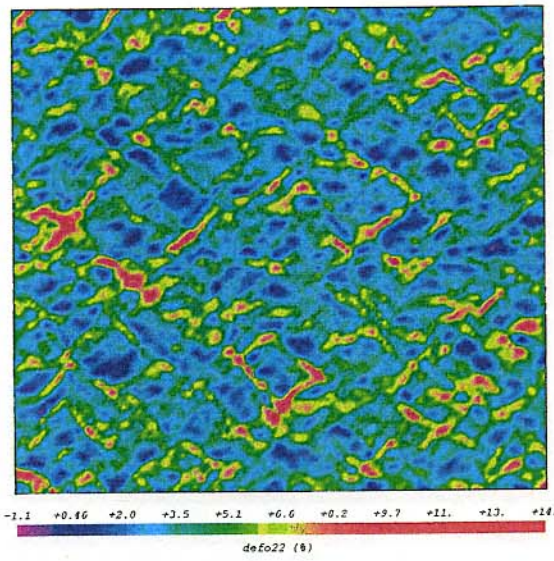
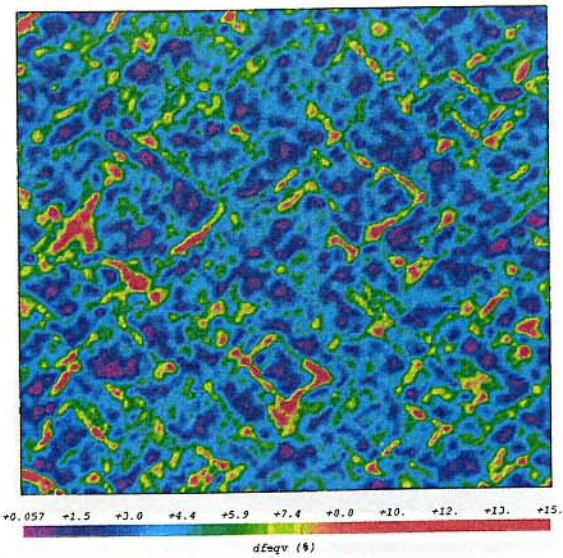
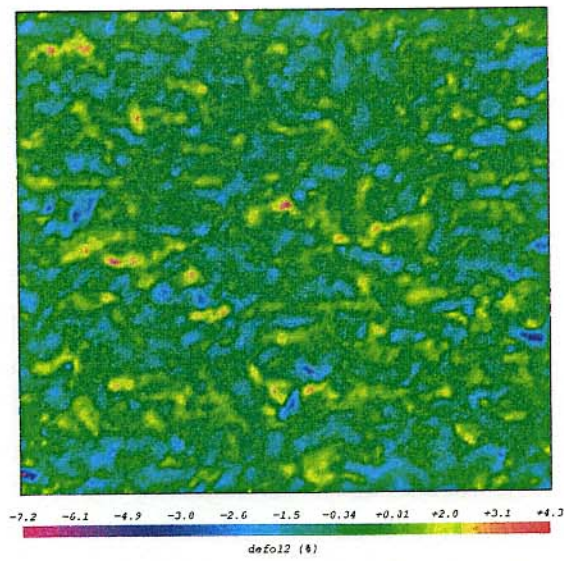


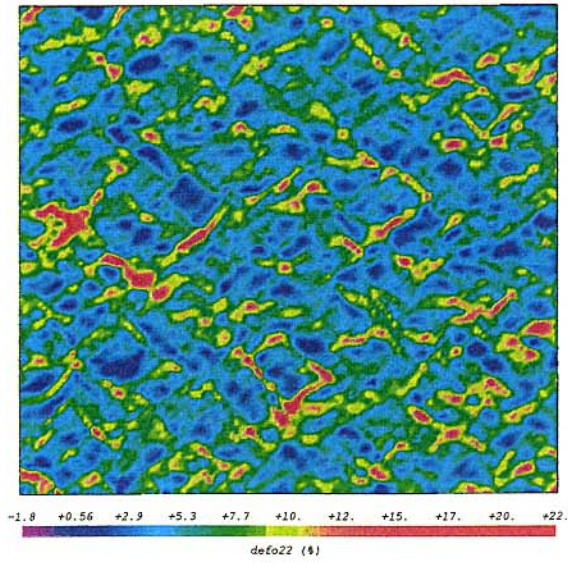
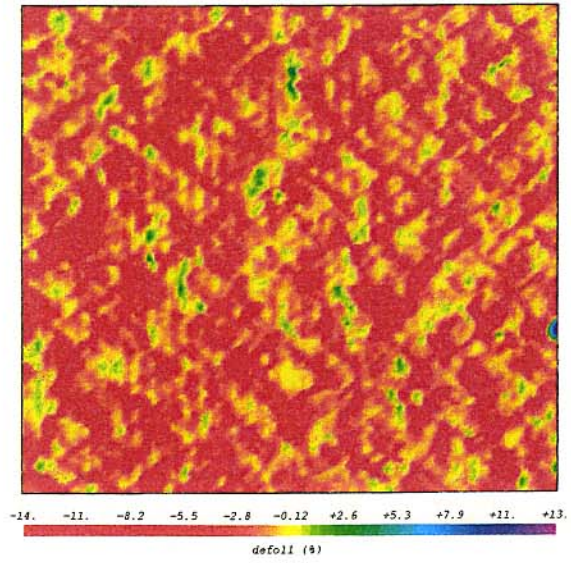
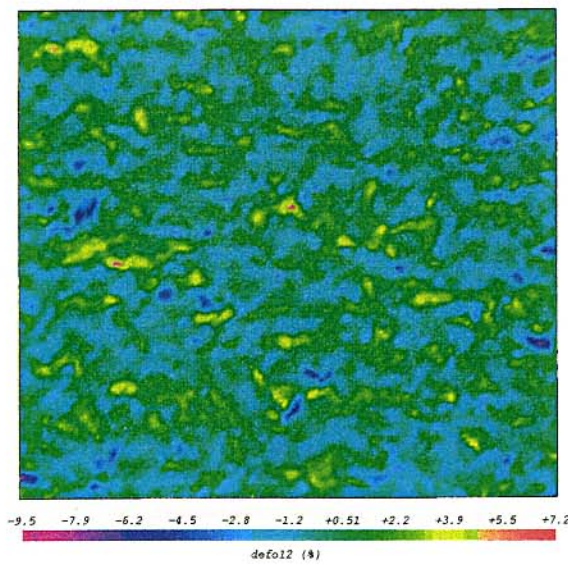
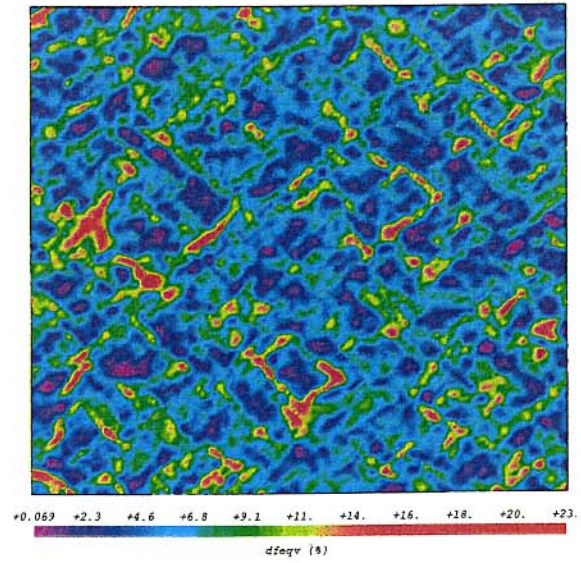
FIG. E.19 - Carte de déformations à 1,37 % :  
déformation équivalente



- Pas 6

FIG. E.20 - Carte de déformations à 3,57 % :  
déformation longitudinaleFIG. E.21 - Carte de déformations à 3,57 % :  
déformation transverseFIG. E.22 - Carte de déformations à 3,57 % :  
cisaillementFIG. E.23 - Carte de déformations à 3,57 % :  
déformation équivalente

- Pas 7

FIG. E.24 – Carte de déformations à 5,52 % :  
déformation longitudinaleFIG. E.25 – Carte de déformations à 5,52 % :  
déformation transverseFIG. E.26 – Carte de déformations à 5,52 % :  
cisaillementFIG. E.27 – Carte de déformations à 5,52 % :  
déformation équivalente

## E.4 Comparaison des moyens d'extensométrie

TAB. E.5 – Différentes valeurs de déformations mesurées : extensomètre et jauge

Etat	Extensom.	Jauge				
	$\epsilon_L$	$\epsilon_L$	$\epsilon_T$	$\epsilon_{TL}$	$\epsilon_1$	$\epsilon_2$
1	0,017	0,0067	-0,0043	-0,0030	0,0065	-0,0041
2	0,052	0,0525	-0,0165	0,0049	0,0529	-0,0164
3	0,087	0,083	-0,0345	0,0092	0,0833	-0,0343
4	0,61	0,690	-0,296	0,029	0,689	-0,327
5	1,30	—	—	—	—	—
6	3,57	—	—	—	—	—
7	5,52	—	—	—	—	—

TAB. E.6 – Différentes valeurs de déformations mesurées : extensomètre et grilles

Etat	Extensom.	Grille1					Grille2				
	$\epsilon_L$	$\epsilon_L$	$\epsilon_T$	$\epsilon_{TL}$	$\epsilon_1$	$\epsilon_2$	$\epsilon_L$	$\epsilon_T$	$\epsilon_{TL}$	$\epsilon_1$	$\epsilon_2$
1	0,017	-0,064	-0,067	-0,023	-0,063	-0,068	0,020	0,015	-0,024	0,042	-0,006
2	0,052	-0,029	-0,060	-0,022	-0,017	-0,072	0,043	0,022	-0,039	0,074	-0,008
3	0,087	-0,283	-0,140	-0,005	-0,280	-0,140	0,039	-0,047	-0,043	0,057	-0,065
4	0,61	0,723	-0,423	0,013	0,723	-0,424	0,750	-0,367	-0,008	0,750	-0,367
5	1,30	1,529	-0,810	-0,019	1,529	-0,810	1,602	-0,757	-0,025	1,590	-0,757
6	3,57	3,925	-2,061	-0,043	3,925	-2,061	3,917	-1,923	-0,057	3,918	-1,923
7	5,52	5,888	-3,045	-0,077	5,888	-3,046	5,929	-2,911	0,005	5,929	-2,911

Calcul de la composante de déformation de cisaillement de la jauge à partir des valeurs mesurées

Soit  $\mathbb{E}$  les composantes planes du tenseur des déformations :

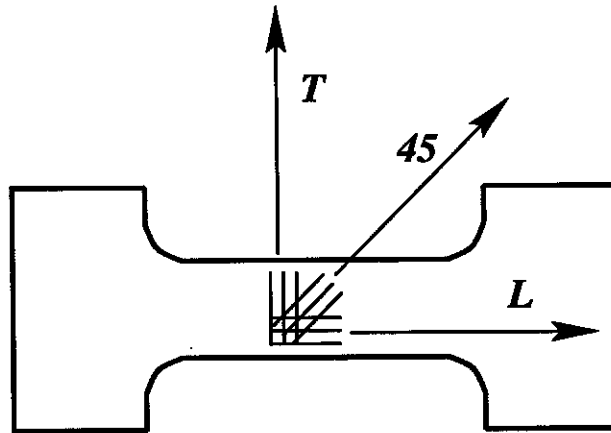


FIG. E.28 – Axes de la jauge

$$\mathbb{E} = \begin{pmatrix} E_T & E_{TL} \\ E_{TL} & E_L \end{pmatrix} \quad (\text{E.1})$$

On a directement les valeurs des déformations longitudinales et transversales à partir des valeurs mesurées :

$$(\underline{\mathbb{E}x}) \cdot \underline{x} = E_T \text{ et } (\underline{\mathbb{E}y}) \cdot \underline{y} = E_L \quad (\text{E.2})$$

et indirectement la composante de cisaillement :

$$\left( \mathbb{E} \left( \frac{x+y}{\sqrt{2}} \right) \right) \cdot \left( \frac{x+y}{\sqrt{2}} \right) = \frac{E_T + E_L + 2.E_{TL}}{2} = E_{45} \quad (\text{E.3})$$

D'où l'expression de la composante de cisaillement :

$$E_{TL} = \frac{2.E_{45} - E_T - E_L}{2} \quad (\text{E.4})$$

TAB. E.7 – Comparaison des différentes valeurs de déformations longitudinales

Etat	Extensio.	Jauge			Grille1			Grille2		
	$\epsilon_L$	$\epsilon_L$	$\Delta\epsilon_L$	$E_r$ (%)	$\epsilon_L$	$\Delta\epsilon_L$	$E_r$ (%)	$\epsilon_L$	$\Delta\epsilon_L$	$E_r$ (%)
1	0,017	0,006	-0,011	64	-0,064	-0,081	476	0,020	0,003	17
2	0,052	0,053	0,001	2	-0,029	-0,081	155	0,043	-0,009	17
3	0,087	0,083	-0,004	8	-0,283	-0,37	425	0,039	-0,048	55
4	0,61	0,69	0,08	13	0,72	0,11	18	0,75	0,14	22
5	1,30	—	—	—	1,52	0,22	17	1,60	0,30	23
6	3,57	—	—	—	3,92	0,35	10	3,91	0,36	10
7	5,52	—	—	—	5,88	0,36	7	5,93	0,41	7

TAB. E.8 – Comparaison Jauge Microgrilles

Etat	Déf.	Jauge	Grille 1			Grille 2		
		$\epsilon$	$\epsilon$	$\Delta\epsilon$	$E_r$ (%)	$\epsilon$	$\Delta\epsilon$	$E_r$ (%)
1	$\epsilon_L$	0,067	-0,064	-0,131	195	0,020	-0,047	70
	$\epsilon_T$	-0,043	-0,067	-0,024	56	0,015	-0,058	135
	$\epsilon_{TL}$	-0,030	-0,023	0,007	24	-0,024	0,006	20
	$\epsilon_1$	0,065	-0,063	0,128	197	0,042	-0,023	35
	$\epsilon_2$	-0,041	-0,068	-0,027	66	-0,006	0,035	85
2	$\epsilon_L$	0,053	-0,029	-0,082	155	0,043	0,010	18
	$\epsilon_T$	-0,016	-0,060	0,044	275	0,022	0,038	237
	$\epsilon_{TL}$	0,005	-0,022	-0,027	540	-0,039	0,526	108
	$\epsilon_1$	0,053	-0,017	0,070	132	0,074	0,021	39
	$\epsilon_2$	-0,016	-0,072	0,056	350	-0,008	0,008	50
3	$\epsilon_L$	0,083	-0,283	-0,366	440	0,039	-0,044	53
	$\epsilon_T$	-0,034	-0,140	-0,106	311	-0,047	0,013	38
	$\epsilon_{TL}$	0,008	-0,005	-0,013	162	-0,043	-0,053	662
	$\epsilon_1$	0,083	-0,28	-0,363	437	0,057	-0,026	31
	$\epsilon_2$	-0,034	-0,14	-0,106	311	-0,065	0,031	91
4	$\epsilon_L$	0,690	0,723	0,033	4	0,750	0,060	8
	$\epsilon_T$	-0,328	-0,423	-0,095	29	-0,367	0,039	11
	$\epsilon_{TL}$	0,029	0,014	-0,015	52	-0,008	-0,037	127
	$\epsilon_1$	0,689	0,723	0,034	5	0,750	0,061	9
	$\epsilon_2$	-0,327	-0,424	-0,097	30	-0,367	0,040	12

Remarque : Dans les tableaux précédents,  $\epsilon_1$  et  $\epsilon_2$  sont les déformations principales,  $\Delta\epsilon$  l'erreur absolue et  $E_r$  l'erreur relative.

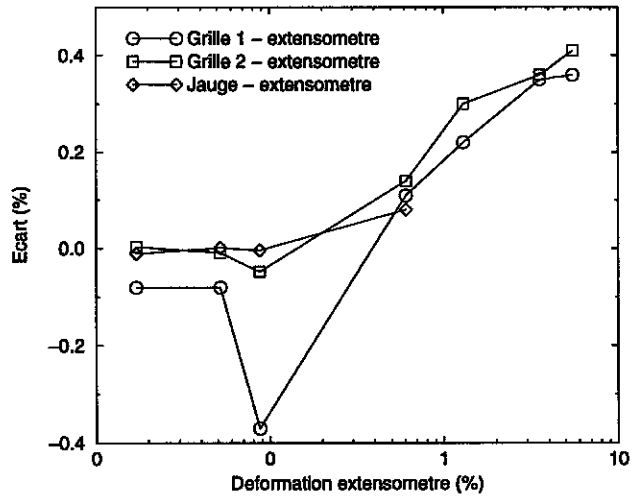


FIG. E.29 - Comparaison des valeurs de la déformation longitudinale

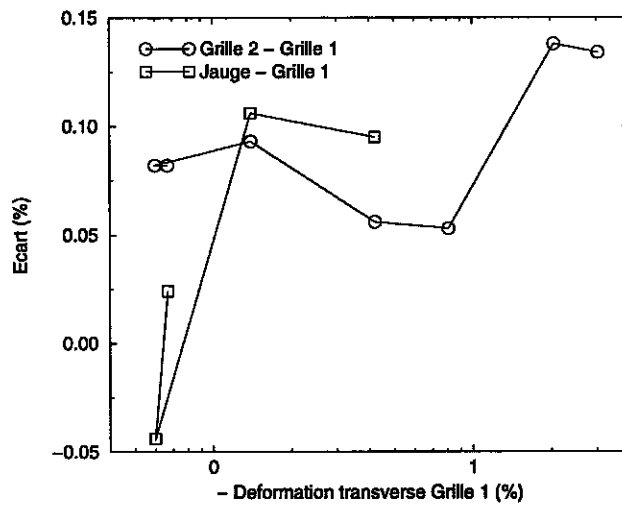


FIG. E.30 - Comparaison des valeurs de la déformation transversale

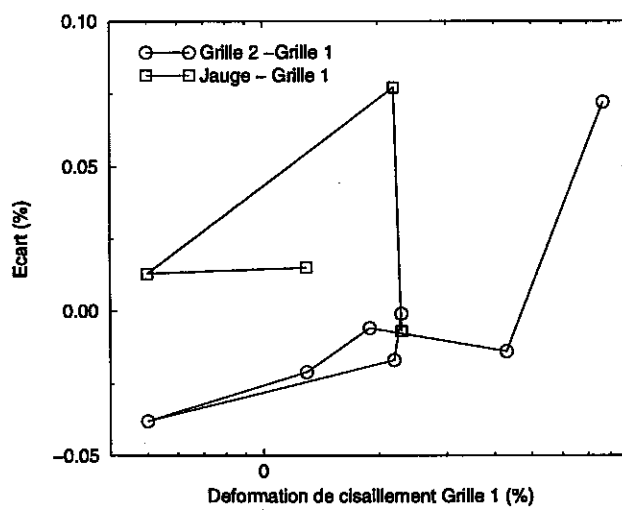


FIG. E.31 - Comparaison des valeurs de la déformation de cisaillement

## E.5 Cartes des orientations cristallines locales

Mesure de la texture locale par EBSD automatique effectuée au LPMTM de l'Université Paris XIII par CHIRON.

Caractéristiques de cette mesure :

- taille de la zone analysée  $250\mu m \times 460\mu m$
- pas des mesures  $2,5\mu m$
- nombre de points 18593
- temps de la mesure 3 à 4 heures



62.50  $\mu m$  = 25 steps

FIG. E.32 - Carte d'orientation : axe X dans le repère cristallin



62.50  $\mu m$  = 25 steps

FIG. E.33 - Carte d'orientation : axe Y dans le repère cristallin



62.50  $\mu m$  = 25 steps

FIG. E.34 - Carte d'orientation : axe Z dans le repère cristallin

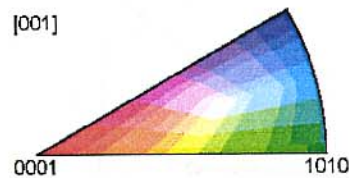


FIG. E.35 - Triangle standard

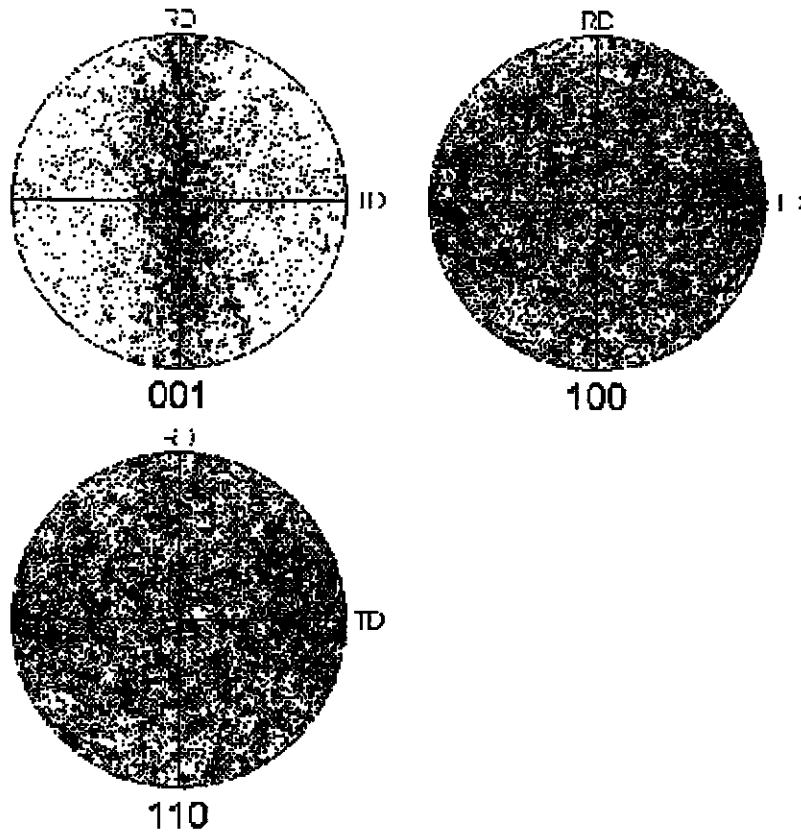


FIG. E.36 - *Figures de pôles inverses*

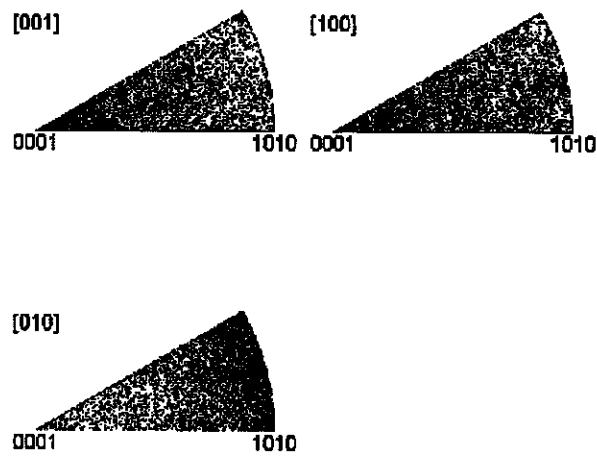


FIG. E.37 - *Triangles standards*

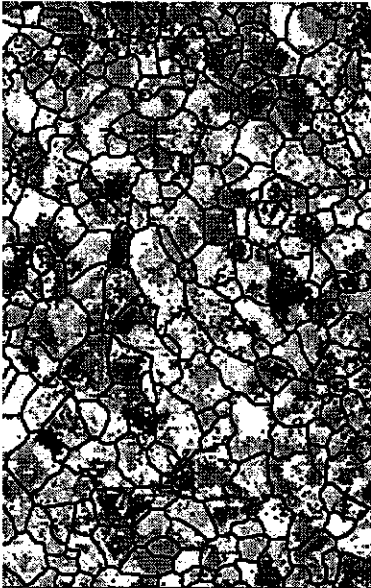


FIG. E.38 - *Carte d'orientation avec microstructure : axe X dans le repère cristal*



FIG. E.39 - *Carte d'orientation avec microstructure : axe Y dans le repère cristal*



FIG. E.40 - *Carte d'orientation avec microstructure : axe Z dans le repère cristal*



### E.6 Calcul des facteurs de Schmid

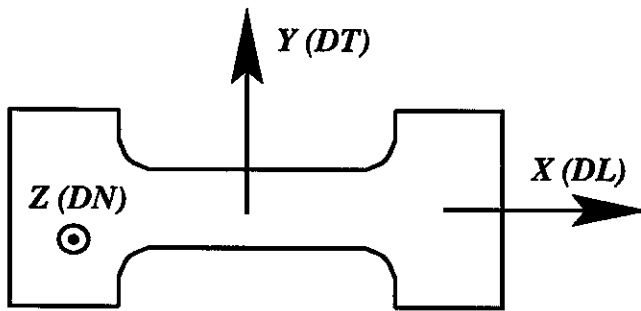
On se place dans le cas d'une sollicitation uniaxiale de traction.

Soit  $F_S$  le facteur de Schmid géométrique du plan de normale unitaire  $\underline{D}_g$  et de direction de glissement unitaire  $\underline{N}_g$  sollicité dans la direction unitaire  $\underline{T}$ .

$$F_S = (\underline{T} \cdot \underline{D}_g) \cdot (\underline{T} \cdot \underline{N}_g) \tag{E.5}$$

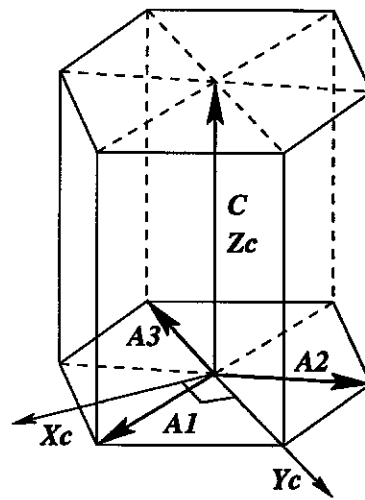
Hypothèse: On ne prend en compte que les plans prismatiques de première espèce.

Dans le tableau E.9, on donne les deux composantes (normale et direction de glissement unitaires) des plans prismatiques exprimées dans le repère orthonormé  $(\underline{x}_c, \underline{y}_c, \underline{z}_c)$  lié au cristal hexagonal, dont les axes sont définis sur la figure E.42.



$(X, Y, Z)$  Repère de l'échantillon

FIG. E.41 - Axes de l'échantillon



$(A_1, A_2, A_3, C)$  Repère de la maille

$(X_c, Y_c, Z_c)$  Repère du cristal

FIG. E.42 - Axes du cristal

TAB. E.9 - Plans prismatiques de première espèce

Plan	Normale	Direction de Glissement
$(\bar{1}100)$	$\underline{N}_1 \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix}$	$\underline{D}_1 \begin{pmatrix} 0 \\ -1 \\ 0 \end{pmatrix}$
$(10\bar{1}0)$	$\underline{N}_2 \begin{pmatrix} \frac{1}{2} \\ \frac{\sqrt{3}}{2} \\ 0 \end{pmatrix}$	$\underline{D}_2 \begin{pmatrix} -\frac{\sqrt{3}}{2} \\ \frac{1}{2} \\ 0 \end{pmatrix}$
$(01\bar{1}0)$	$\underline{N}_3 \begin{pmatrix} -\frac{1}{2} \\ \frac{\sqrt{3}}{2} \\ 0 \end{pmatrix}$	$\underline{D}_3 \begin{pmatrix} \frac{\sqrt{3}}{2} \\ \frac{1}{2} \\ 0 \end{pmatrix}$

Le système d'EBSP automatique donne l'orientation du repère du cristal  $(\underline{x}_c, \underline{y}_c, \underline{z}_c)$  dans le repère de l'échantillon  $(\underline{x}, \underline{y}, \underline{z})$  par trois angles d'Euler  $(\psi_1, \phi, \psi_2)$  définis dans le tableau E.10. La représentation adoptée utilise les notations de Bunge.

La matrice de changement de base du repère échantillon au repère cristal P se calcule à partir des différentes matrices de changement de base du tableau E.10.

TAB. E.10 - Définition des angles d'Euler

Angle d'Euler	Rotation	Matrice de passage
$\psi_1$	Rotation d'axe $\underline{z}$	$\begin{pmatrix} \underline{x} \\ \underline{y} \\ \underline{z} \end{pmatrix} = P_1 \begin{pmatrix} \underline{x}_1 \\ \underline{y}_1 \\ \underline{z}_1 \end{pmatrix}$ avec $P_1 = \begin{pmatrix} \cos(\psi_1) & -\sin(\psi_1) & 0 \\ \sin(\psi_1) & \cos(\psi_1) & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$
$\phi$	Rotation d'axe $\underline{x}_1$	$\begin{pmatrix} \underline{x}_1 \\ \underline{y}_1 \\ \underline{z}_1 \end{pmatrix} = P_2 \begin{pmatrix} \underline{x}_2 \\ \underline{y}_2 \\ \underline{z}_2 \end{pmatrix}$ avec $P_2 = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos(\phi) & -\sin(\phi) \\ 0 & \sin(\phi) & \cos(\phi) \end{pmatrix}$
$\psi_2$	Rotation d'axe $\underline{z}_2$	$\begin{pmatrix} \underline{x}_2 \\ \underline{y}_2 \\ \underline{z}_2 \end{pmatrix} = P_3 \begin{pmatrix} \underline{x}_c \\ \underline{y}_c \\ \underline{z}_c \end{pmatrix}$ avec $P_3 = \begin{pmatrix} \cos(\psi_2) & -\sin(\psi_2) & 0 \\ \sin(\psi_2) & \cos(\psi_2) & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$

$$\begin{pmatrix} \underline{x}_c \\ \underline{y}_c \\ \underline{z}_c \end{pmatrix} = P \begin{pmatrix} \underline{x} \\ \underline{y} \\ \underline{z} \end{pmatrix} \quad (\text{E.6})$$

$$P = (P_1 P_2 P_3)^T \quad (\text{E.7})$$

$$P = \begin{pmatrix} \cos\psi_1 \cos\psi_2 - \sin\psi_1 \sin\psi_2 \cos\phi & \sin\psi_1 \cos\psi_2 + \cos\psi_1 \sin\psi_2 \cos\phi & \sin\psi_2 \sin\phi \\ -\cos\psi_1 \sin\psi_2 - \sin\psi_1 \cos\psi_2 \cos\phi & -\sin\psi_1 \sin\psi_2 + \cos\psi_1 \cos\psi_2 \cos\phi & \cos\psi_2 \sin\phi \\ \sin\psi_1 \sin\phi & -\cos\psi_1 \sin\phi & \cos\phi \end{pmatrix} \quad (\text{E.8})$$

Si les vecteurs normaux et les directions de glissement des différents plans s'expriment dans la base  $(\underline{x}_c, \underline{y}_c, \underline{z}_c)$  comme ci-dessous :

$$\underline{N}_g \begin{pmatrix} N_x \\ N_y \\ N_z \end{pmatrix} \quad (\text{E.9})$$

$$\underline{D}_g \begin{pmatrix} D_x \\ D_y \\ D_z \end{pmatrix} \quad (\text{E.10})$$

et le vecteur unitaire colinéaire à la direction de traction dans la base de l'échantillon :

$$\underline{T} \begin{pmatrix} T_x \\ T_y \\ T_z \end{pmatrix} \quad (\text{E.11})$$

alors le facteur de Schmid correspondant s'exprime ainsi :

$$F_s = \left( P^T \begin{pmatrix} N_x \\ N_y \\ N_z \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} T_x \\ T_y \\ T_z \end{pmatrix} \right) \cdot \left( P^T \begin{pmatrix} D_x \\ D_y \\ D_z \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} T_x \\ T_y \\ T_z \end{pmatrix} \right) \quad (\text{E.12})$$

# Bibliographie

- [1] Y. Adda, J.M. Dupouy, J. Philibert, and Y. Quéré. *Techniques du laboratoire de science des matériaux*. CEA, INSTN, collection enseignement, 1993.
- [2] Lucien Allais. *Effet de la morphologie et de la répartition spatiale des phases sur le comportement mécanique des matériaux biphasés*. PhD thesis, Université de Paris XIII, 11 1991.
- [3] Lucien Allais, Michel Bornert, Thierry Bretheau, and Daniel Caldemaison. Experimental characterization of local strain field in a heterogeneous elastoplastic material. *Acta. Metall. Mater.*, 42(11):3865–3880, 1994.
- [4] Michel Ammou. *Microcaractérisation des solides ; méthodes d'observation et d'analyse (cours de l'Ecole CRAM-CNRS 89 à Sophia Antipolis)*. CRAM-LPSES-CNRS, 1989.
- [5] K. Andresen. Strain tensor for large three-dimensional surface deformation of sheet metal from an object grating. *Experimental Mechanics*, 39(1):30–35, 1999.
- [6] K. Andresen and B. Hübner. Calculation of strain from an object grating on a reseau film. *Experimental Mechanics*, 32(2):96–101, 1992.
- [7] D. G. Attwood and P. M. Hazzledine. A fiducial microgrid for high-resolution metallography. *Metals*, 9:483–501, 1976.
- [8] L. Barham, C. Baher, and E. Conley. Speckle-photography study of nuclear-waste vault deformations. *Experimental Mechanics*, 36(1):42–48, 1996.
- [9] J. L. Barron, D. J. Fleet, and S. S. Beauchemin. Performance of optical flow techniques. *International Journal of Computer Vision*, 12(1):43–77, 1994.
- [10] A. Bastawros and R. McManuis. Case study : use of digital image analysis software to measure non-uniform deformation in cellular aluminium alloys. *Experimental Techniques*, March-April:35–37, 1998.
- [11] P. C. Bastias, S. M. Kulkarni, Kim K.-Y., and J. Gargas. Speckle-photography study of nuclear-waste vault deformations. *Experimental Mechanics*, 36(1):78–83, 1996.
- [12] B. K. Bay, T. S. Smith, D. P. Fyhrie, and M. Saad. Digital volume correlation: three-dimensional strain mapping using x-ray tomography. *Experimental mechanics*, 39(3):217–226, 1999.
- [13] T. Beak, M. Kim, J. Rhee, and R. E. Rowlands. Hybrid full-field stress analysis of perforated plate by photoelasticity and conformal mapping. In *Proceedings of the international conference on advanced technology in experimental mechanics at Ube (Japan)*, pages 641–646, 1999.
- [14] N. Ben Amar, P. Viaris de Lesegno, and A. Beghdadi. Automatic determination of displacement fields using image analysis techniques. In *Local strain and temperature measurements in non-uniform fields at elevated temperatures*, Ziebs, J. and Bressers, J. Eds., Woodhead, pages 138–148, 1996.
- [15] P. Bénédicte and J. P. Boehler. The application of stereophotogrammetry to the analysis of displacement fields in solid mechanics. In *Proceedings of the I.U.T.A.M symposium on optical methods in mechanics of solids*, pages 657–668, Poitiers 1979.

- [16] L. Berka, M. Sova, and G. Fischer. Residual stress evaluation by microscopic strain measurement. *Experimental Techniques*, May-June:22–25, 1998.
- [17] Y. Berthaud, J. Scholz, and J. Thesing. Méthodes optiques et acoustiques de mesure des caractéristiques mécaniques. In *Proceedings of MécaMat at Aussois (France)*, pages 77–80, 1997.
- [18] Y. Berthaud, J. M. Torrenti, and C. Fond. Analysis of localization in brittle materials through optical techniques. *Experimental Mechanics*, 37(2):216–220, 1997.
- [19] M. Bornert. Etude de faisabilité de mesures de déplacements. *Publication restreinte*, 1998.
- [20] M. Bornert, E. Hervé, C. Stolz, and A. Zaoui. Self-consistent approaches and strain heterogeneities in two-phase elastoplastic materials. *Applied Mechanics Review*, 47(1):66–76, 1994.
- [21] Michel Bornert. *Morphologie microstructurale et comportement mécanique; caractérisations expérimentales, approches par bornes et estimations autocohérentes généralisées*. PhD thesis, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 11 1996.
- [22] T. Bretheau, M. Bornert, and D. Caldemaison. A mesoscale experimental approach of plasticity and damage. In *Local strain and temperature measurements in non-uniform fields at elevated temperatures*, Ziebs, J. and Bressers, J. Eds., Woodhead, pages 13–19, 1996.
- [23] T. Bretheau, P. Mussot, and C. Rey. Microscale plastic inhomogeneities and macroscopic behavior of single and multiphase materials. *J. Engng. Mat. Tech.*, pages 1–7, 1985.
- [24] H. A. Bruck, S. R. McNeill, M. A. Sutton, and W. H. Peters. Digital image correlation using newton-raphson method of partial differential correction. *Experimental mechanics*, 29(3):261–267, 1989.
- [25] J.-Y. Buffière, E. Maire, C. Verdu, P. Cloetens, M. Pateyron, G. Peix, and J. Baruchel. Damage assessment in an al/sic composite during monotonic tensile tests using synchrotron x-ray microtomography. *Materials science and engineering*, A234-236:633–635, 1997.
- [26] J. Canny. A computational approach to edge detection. *IEEE transactions on pattern analysis and machine intelligence*, PAMI-8(6):679–698, 1986.
- [27] Sabine Caré. *Plasticité et endommagement du zirconium alpha polycristallin déformé en traction à température ambiante*. PhD thesis, Ecole Polytechnique, 1 1995.
- [28] Nicolas Carrère. *Thèse dirigée par Th. Bretheau en cours*. PhD thesis, Organisme National des Etudes et des Recherches Aéronautiques.
- [29] J. P. Chambard and M. Nivoit. Détermination de contraintes par interférométrie de speckle. In *Proceedings of Photomechanics conference at Cachan (France)*, GAMAC, pages 55–66, 1995.
- [30] Y. J. Chao, P. F. Luo, and J. F. Kalthoff. An experimental study of the deformation fields around a propagating crack tip. *Experimental Mechanics*, 37(4):452–459, 1997.
- [31] F. Charnoz. Etat de l'art des techniques holographiques interférométriques. In *Proceedings of Photomechanics conference at Champs sur Marne (France)*, GAMAC, pages 157–164, 1998.
- [32] D. J. Chen and F. P. Chiang. Optimal sampling and range of measurement in displacement-only laser-speckle correlation. *Experimental Mechanics*, 32(2):145–153, 1992.
- [33] D. J. Chen, F. P. Chiang, Y. S. Tan, and H. S. Don. Digital speckle-displacement measurement using a complex spectrum method. *Applied optics*, 32(11):1839–1849, 1993.
- [34] Jean-Louis Chermant and Michel Coster. *Précis d'analyse d'images*. Presses du CNRS, 1989.
- [35] S. Choi and S. P. Shah. Measurement of deformations on concrete subjected to compression using image correlation. *Experimental Mechanics*, 37(3):307–313, 1997.
- [36] T. C. Chu, W. F. Ranson, M. A. Sutton, and W. H. Peters. Applications of digital-image-correlation techniques to experimental mechanics. *Experimental Mechanics*, 25(3):232–244, 1985.

- [37] F. Collin, F. Hild, and Y. Berthaud. Visualisation par analyse d'images de la répartition des déformations de l'amorçage dans un matériau composite. In *Proceedings of Photomechanics conference at Champs sur Marne (France)*, GAMAC, pages 241–248, 1998.
- [38] J. Crépin. Etude micromécanique de monocristaux de zirconium. *Publication privée*, 1999.
- [39] J. Crépin, T. Bretheau, and D. Caldemaison. Plastic deformation mechanics of  $\beta$  treated zirconium. *Acta Metall. Mater.*, 43(10), 1992.
- [40] Jérôme Crépin. *Étude des mécanismes de déformation et d'endommagement du zirconium grade 702 traité  $\beta$ ; application aux cordons de soudure*. PhD thesis, École Polytechnique, 6 1995.
- [41] I. M. Daniel. Experimental methods in applied mechanics. *Experimental Mechanics*, 50:963–976, 1983.
- [42] D. L. Davidson, D. R. Williams, and J.E. Buckingham. Crack-tip stresses as computed from strains determined by stereoimaging. *Experimental mechanics*, 23(2):242–248, 1983.
- [43] D. S. Dawicke and M. A. Sutton. Ctoa and crack-tunneling measurements in thin sheet 2024-t3 aluminum alloy. *Experimental Mechanics*, 34(4):357–368, 1994.
- [44] Ch. Denoual and C. Cottenot. Visualisation de l'endommagement et du moiré en photographie ultra-rapide; application à l'impact sur céramique. In *Proceedings of Photomechanics conference at Champs sur Marne (France)*, GAMAC, pages 183–190, 1998.
- [45] J. Desrues. Sur l'application de la stéréophotogrammétrie à la mesure des grandes déformation. *Revue Française de Mécanique*, 3:55–63, 1983.
- [46] J. Desrues. Analyse stéréophotogrammétrique de la fissuration progressive. In *Proceedings of Photomechanics conference at Cachan (France)*, GAMAC, pages 149–162, 1995.
- [47] P. Doumalin, M. Bornert, and D. Caldemaison. Caractérisation expérimentale du champ local de déformation dans les matériaux hétérogènes par technique de corrélation d'images numériques. In *Proceedings of Photomechanics conference at Champs sur Marne (France)*, GAMAC, pages 29–36, 1998.
- [48] P. Doumalin, M. Bornert, and D. Caldemaison. Microextensometry by image correlation applied to micromechanical studies using the scanning electron microscopy. In *Proceedings of the international conference on advanced technology in experimental mechanics at Ube (Japan)*, pages 81–86, 1999.
- [49] Frank Eberl. *Second order heterogeneities in a multicristal: experimental developments using X-ray diffraction and comparison with a finite element model*. PhD thesis, Ecole Nationale Supérieure des Arts et Métiers de Paris, 12 1999.
- [50] R.W. Fail and C. E. Taylor. An application of pattern mapping to plane motion. *Experimental mechanics*, 30(4):404–410, 1990.
- [51] Franck Ferrer. *Etude des mécanismes de déformation du zirconium entre 25° C et 400° C; influence d'une faible teneur en soufre*. PhD thesis, Ecole Polytechnique, 2 2000.
- [52] G. Fischer, E. Soppa, S. Schmauder, and Y.-L. Liu. Modelling of strain localization in real microstructural areas of the particle reinforced metal-matrix composite al 6061- 10%  $al_2o_3$ . In *Proceedings of the 19th Risø International Symposium on Materials Science: Modelling of Structure and Mechanics of Materials from Microscale to Product*, pages 261–266, Denmark 1998.
- [53] D. François, A. Pineau, and A. Zaoui. *Comportement mécanique des matériaux*. Hermes, 1991.
- [54] E. A. Franke, D. J. Wenzel, and D. L. Davidson. Measurement of microdisplacements by machine vision photogrammetry (dismap). *Rev. Sci. Instrum.*, 62(5):1270–1279, 1991.
- [55] N. Fujimori. Microcomputer-aided analytic method for vtr images of two dimensional plastic deformation. In *Proceedings of SPIE-the international society for optical engineering - Application of digital image processing VII*, pages 64–69, 1984.

- [56] W. Funk. Reference grids produced by exposure of the photoresist polymer to an electron beam: application to microdeformation measurements. *R. Mech.*, 4:175–190, 1982.
- [57] T. Ganne, J. Crépin, P. Doumalin, A. Zaoui, and R.M. Pradeilles-Duval. Influence des contraintes résiduelles sur le comportement à la fissuration de dépôts de chrome élaborés par pvd. In *Proceedings of MécaMat at Aussois (France)*, 1999.
- [58] Th. Ganne. Etude des alliages de tial. *Stage de DEA Mécanique et Matériaux*, 1998.
- [59] Th. Ganne. Etude des mécanismes de fissuration dans les dépôts de chrome électrolyte pour les tubes d'armes. *Stage d'ingénieur FSIM Paris XIII, publication privée*, 1998.
- [60] S. J. Haake and E. A. Patterson. Nouveaux développements en photoélastimétrie automatisée. In *Proceedings of Photomechanics conference at Cachan (France), GAMAC*, pages 113–119, 1995.
- [61] B. Han. Micromechanical deformation analysis of beta alloy titanium in elastic and elastic/plastic tension. *Experimental Mechanics*, (-):120–126, 1996.
- [62] B. Han and D. Post. Immersion interferometer for microscopic moiré interferometry. *Experimental Mechanics*, 32(1):38–41, 1992.
- [63] G. Han, M. A. Sutton, and Y. J. Chao. A study of stationary crack-tip deformation fields in thin sheets by computer vision. *Experimental mechanics*, 34(2):125–140, 1994.
- [64] K. Hatanaka, T. Fujimitsu, and H. Inoue. A measurement of three-dimensional strains around a creep-crack tip. *Experimental Mechanics*, 32(3):211–217, 1992.
- [65] Stéphane Héraud. *Du polycristal au multicristal : élaboration d'un mésoscope numérique pour une analyse locale en élastoviscoplasticité*. PhD thesis, Ecole Polytechnique, 12 1998.
- [66] Thierry Hoc. *Etudes expérimentale et numérique de la localisation lors de changements de trajets dans un acier doux*. PhD thesis, Ecole Centrale de Paris, 9 1999.
- [67] H. Hongo, H. Masuda, and M. Yamazaki. Application of moiré interferometry to creep strain distribution of weldment using ccd camera. In *Proceedings of the international conference on advanced technology in experimental mechanics at Ube (Japan)*, pages 93–98, 1999.
- [68] K. P. Horn and B. G. Schunck. Determining optical flow. *Artificial intelligence*, 17:185–203, 1981.
- [69] Bernd Jähne. *Digital image processing*. Springer, 1997.
- [70] M. R. James, W. L. Morris, and B. N. Cox. A high accuracy automated strain-field mapper. *Experimental Mechanics*, 30(1):60–67, 1990.
- [71] M. R. James, W. L. Morris, B. N. Cox, and M. S. Dadkhah. Description and application of displacement measurements based on digital image processing. In *Micromechanics: experimental techniques*, pages 89–99, 1989.
- [72] Z. Jia and S. P. Shah. Two-dimensional electronic-speckle-pattern interferometry and concrete-fracture processes. *Experimental Mechanics*, 94(3):262–270, 1994.
- [73] Z. L. Kahn-Jetter and T.C. Chu. Three-dimensional displacement measurements using digital image correlation and photogrammic analysis. *Experimental Mechanics*, 30(1):10–16, 1990.
- [74] S. Kishimoto, X. Huimin, and N. Shinya. Measurement of micro-deformation using electron moiré method. In *Proceedings of the international conference on advanced technology in experimental mechanics at Ube (Japan)*, pages 99–104, 1999.
- [75] S. Kobayashi, N. Takeda, and O. Shinji. Strain analysis of damaged cfrp laminated with moiré interferometry. In *Proceedings of the international conference on advanced technology in experimental mechanics at Ube (Japan)*, pages 105–110, 1999.
- [76] F. Lagattu, S. Villain, M.C. Lafarie-Frenot, and J. Brillaud. Caractérisation du comportement en fissuration de deux polymères amorphes: Pmma et pc. In *Proceedings of Photomechanics conference at Champs sur Marne (France), GAMAC*, pages 105–113, 1998.
- [77] L. Lam Than. Etude des alliages de tial. *Stage de DEA Mécanique et Matériaux*, 1999.

- [78] C. Lee, Y. J. Chao, M. A. Sutton, W. H. Peters, and W. F. Ranson. Determination of plastic strains at notches by image-processing methods. *Experimental Mechanics*, 29(2):214–220, 1989.
- [79] C. Lineau, P. Viaris de Lesegno, C. Rey, and T. Chauveau. Evolution of the local strain field and local crystallographic rotation field in grains of steel polycrystals. In *Local strain and temperature measurements in non-uniform fields at elevated temperatures*, Ziebs, J. and Bressers, J. Eds., Woodhead, pages 159–167, 1996.
- [80] H. Lu, G. Vendroux, and W. G. Knauss. Surface deformation measurements of cylindrical specimen by digital image correlation. *Experimental Mechanics*, 37(4):433–439, 1997.
- [81] P. F. Luo, Y. J. Chao, M. A. Sutton, and W. H. Peters. Accurate measurement of three-dimensional deformable and rigid bodies using computer vision. *Experimental mechanics*, 33(2):123–132, 1993.
- [82] J. S. Lyons, J. Liu, and M. A. Sutton. High-temperature deformation measurements using digital-image correlation. *Experimental Mechanics*, 36(2):64–70, 1996.
- [83] A. K. Maji, D. Satpathi, and S. Zawaydeh. Assessment of electronic shearography for structural inspection. *Experimental Mechanics*, 37(2):197–204, 1997.
- [84] Renaud Masson. *Estimations non linéaires du comportement global de matériaux hétérogènes en formulation affine ; application aux alliages de zirconium*. PhD thesis, Ecole Polytechnique, 7 1998.
- [85] J. McKelvie and C. A. Walker. Moiré interferometry: a review and update on principles and applications. In *Proceedings of Photomechanics conference at Cachan (France), GAMAC*, pages 13–28, 1995.
- [86] S. R. McNeill, W. H. Peters, and M. A. Sutton. Estimation of stress intensity factor by digital image correlation. *Engineering Fracture Mechanics*, 28(1):101–112, 1987.
- [87] S. Mguil, F. Morestin, and M. Brunet. Mesure des déformations par corrélation directe d'images digitales : Détermination expérimentale et théorique de courbes limites de formage. In *Proceedings of Photomechanics conference at Champs sur Marne (France), GAMAC*, pages 361–368, 1998.
- [88] S. Mguil, F. Morestin, and M. Brunet. Mesure de champs de déformations par une méthode optique de corrélation directe d'images digitales. In *Proceedings of MécaMat: Interactions entre procédés, microstructure et propriétés des matériaux*, pages 179–182, Aussois 1996.
- [89] Jérôme Monteil. *Traitement et analyse par une technique adaptée de flux optique du champ de déformation de matériaux à partir de séquence d'images de microscopie*. PhD thesis, Université Denis Diderot Paris VII, 3 1998.
- [90] H. Moulinec and P. Suquet. A fast numerical method for computing the linear and nonlinear mechanical properties of composites. *C. R. Acad. Sci. Paris*, 318(II):1417–1423, 1994.
- [91] Daniel R. Mumm, Winfried L. Morris, Mahyar S. Dadkhah, and Brian N. Cox. Subcritical crack growth in ceramic composites at high temperature measured using digital image correlation. In *Thermal and mechanical test methods and behavior of continuous-fiber ceramic composites*, 1996.
- [92] T. Nishioka, J. Yao, and K. Sakakura. Measurements of displacement fields and separated  $j$  integrals for interfacial cracks by using phase shifting method of moiré interferometry. In *Proceedings of the international conference on advanced technology in experimental mechanics at Ube (Japan)*, pages 438–443, 1999.
- [93] M. Obata, H. Shimada, and A. Kawasaki. Fine-grid method for large-strain analysis near a notch tip. *Experimental Mechanics*, 23:146–151, 1983.
- [94] T.F. Oberländer. *Ermittlung der Fließkurven und der Anisotropie-Eigenschaften metallischer Werkstoffe im Rastegaev-Stauchversuch*. PhD thesis, Institut für Umformtechnik der Universität, Stuttgart, 1990.

- [95] E. O'Brien. A review of current research in photoelasticity. In *Proceedings of Photomechanics conference at Champs sur Marne (France)*, GAMAC, pages 49–55, 1998.
- [96] J.-J. Orteu, H. Al-Haddad, and S. Lacroix. Mesure de déformations 3d par stéréocorrélation. In *Proceedings of Photomechanics conference at Champs sur Marne (France)*, GAMAC, pages 13–20, 1998.
- [97] D. Paraskevas. Photoélasticimétrie 3d complète: un nouveau appareil pour la pratique industrielle. In *Proceedings of Photomechanics conference at Cachan (France)*, GAMAC, pages 137–148, 1995.
- [98] E. A. Patterson and Z. Wang. Nouveaux développements en photoélastimétrie automatisée. In *Proceedings of Photomechanics conference at Cachan (France)*, GAMAC, pages 105–112, 1995.
- [99] E. A. Patterson and Z. Wang. Un nouvel instrument pour la photoélasticité de réflexion. In *Proceedings of Photomechanics conference at Champs sur Marne (France)*, GAMAC, pages 37–47, 1998.
- [100] W. H. Peters and W. F. Ranson. Digital imaging techniques in experimental stress analysis. *Optical Engineering*, 21(3):427–431, 1982.
- [101] W. H. Peters, W. F. Ranson, M. A. Sutton, T. C. Chu, and J. Anderson. Application of digital correlation methods to rigid body mechanics. *Optical Engineering*, 22(6):738–742, 1983.
- [102] D. Post. Moiré interferometry: advances and applications. *Experimental Mechanics*, 31(3):276–280, 1991.
- [103] J.-L. Pouchou. Prise de vues stéréographiques au meb: difficultés pratiques, sources d'erreurs. In *Proceedings of third microscopy conference at Palaiseau (France)*, Société française de microscopie, pages 34–35, 1999.
- [104] William K. Pratt. *Digital image processing*. A Wiley-interscience publication, 1991.
- [105] C. Pujol. *Étude des mécanismes de déformation en traction et fluage du zirconium  $\alpha$  entre 20°C et 300°C traité  $\beta$ ; application aux cordons de soudure*. PhD thesis, Ecole des Mines de Paris, 1994.
- [106] D. T. Read, J. W. Sally, and M. Szanto. Scanning moiré at high magnification using optical methods. *Experimental Mechanics*, 33:110–116, 1993.
- [107] C. Rey, P. Viaris de Lesegno, and R. Chiron. Analysis of shear localization in iron single crystals by local strain field and lattice rotation field measurements. In *Local strain and temperature measurements in non-uniform fields at elevated temperatures*, Ziebs, J. and Bressers, J. Eds., Woodhead, pages 30–39, 1996.
- [108] R. Ritter. Strain measurement in material testing by optical field methods. In *Local strain and temperature measurements in non-uniform fields at elevated temperatures*, Ziebs, J. and Bressers, J. Eds., Woodhead, pages 1–12, 1996.
- [109] Yves Rougier. *Étude du comportement sous irradiation: modélisation micromécanique de l'élastoviscoplasticité*. PhD thesis, Ecole Polytechnique, 7 1994.
- [110] J. S. Sirkis. System response to automated grid methods. *Optical engineering*, 29(12):1485–1493, 1990.
- [111] J. S. Sirkis and T. J. Lim. Displacement and strain measurement with automated grid methods. *Experimental Mechanics*, 31(4):382–388, 1991.
- [112] J. S. Sirkis and C. E. Taylor. Displacement pattern matching and boundary-element methods for elastic-plastic stress analysis. *Experimental Mechanics*, 30(1):26–33, 1990.
- [113] B. W. Smith, X. Li, and W. Tong. Error assessment for strain mapping by digital image correlation. *Experimental Techniques*, July/August:19–21, 1998.



- [114] E. Soppa, D. Amos, S. Schmauder, and E. Bischoff. The influence of second phase and/or grain orientations on deformation patterns in a ag polycrystal and in ag/ni composites. *Computational Materials Science*, 13:168–176, 1998.
- [115] E. Soppa, P. Doumalin, M. Bornert, and Schmauder S. Numerische und experimentelle untersuchungen der lokalen verformungen in einem ag/ni-verbundwerkstoff. In *Proceedings of XXVI FEM-Kongress in Baden-Baden (Allemagne)*, pages 29–36, 1999.
- [116] Ewa Soppa. *Experimentelle Untersuchung des Verformungsverhaltens zweiphasiger Werkstoffe*. PhD thesis, Max-Planck-Institut für Metallforschung, Stuttgart, 1995.
- [117] W. Steinchen, L. X. Yang, and G. Kupper. Measurement of local strain by means of digital shearography. In *Local strain and temperature measurements in non-uniform fields at elevated temperatures*, Ziebs, J. and Bressers, J. Eds., Woodhead, pages 67–76, 1996.
- [118] M. A. Sutton, Mingqi Cheng, W. H. Peters, Y. J. Chao, and S. R. McNeill. Application of an optimized digital correlation method to planar deformation analysis. *Image and vision computing*, 4(3):143–150, 1986.
- [119] M. A. Sutton, J. D. McNeill, S. R. and Helm, and H. Schreier. Full-field non-contacting measurement of surface deformations on planar or curved surfaces using advanced vision systems. In *Proceedings of the international conference on advanced technology in experimental mechanics at Ube (Japan)*, pages 145–151, 1999.
- [120] M. A. Sutton, S. R. McNeill, J. Jang, and M. Babai. Effects of subpixel image restoration on digital correlation error estimates. *Optical Engineering*, 27(10):870–877, 1988.
- [121] M. A. Sutton, J. L. Turner, Y. J. Chao, H. A. Bruck, and T. L. Chae. Experimental investigations of the three-dimensional effects near a crack tip using computer vision. *International Journal of Fracture*, 53:201–228, 1992.
- [122] M. A. Sutton, W. J. Wolters, W. H. Peters, W. F. Ranson, and S. R. McNeill. Determination of displacements using an improved digital correlation method. *Image and vision computing*, 1(3):133–139, 1983.
- [123] Nobukatsu Takai and Toshimitsu Asakura. Vectorial measurements of speckle displacement by the 2-d electronic correlation method. *Applied Optics*, 3(3):232–244, 1985.
- [124] N. Takeda, H. Niizuma, Ogihara S., and Kobayashi A. Application of microline microscopic deformation and damage in cfrp laminates. *Experimental Mechanics*, 37(2):182–187, 1997.
- [125] W. Tong. Detection of plastic deformation patterns in a binary aluminium alloy. *Experimental Mechanics*, 37(4):452–459, 1997.
- [126] M. Tu, P. J. Gielisse, and W. Xu. Grating holographic interferometry. *Experimental Mechanics*, 37(2):188–196, 1997.
- [127] G. Vendroux and W. G. Knauss. Submicron deformation field measurements: Part 1. developing a digital scanning tunneling microscope. *Experimental Mechanics*, 38(1):18–23, 1998.
- [128] G. Vendroux and W. G. Knauss. Submicron deformation field measurements: Part 2. improved digital image correlation. *Experimental Mechanics*, 38(2):86–92, 1998.
- [129] G. Vendroux, N. Schmidt, and W. G. Knauss. Submicron deformation field measurements: Part 3. demonstration of deformation determinations. *Experimental Mechanics*, 38(3):154–160, 1998.
- [130] B. Wattrisse, M. Némès-Gaillard, A. Chrysochoos, and J.-M. Muracciole. Evaluation des performances d'algorithmes de traitement d'images: application à l'étude du comportement élasto-plastique d'un acier. In *Proceedings of MécaMat at Aussois (France)*, pages 134–137, 1997.
- [131] B. Wattrisse, J.-M. Saurel, J.-L. and Muracciole, M. Némès-Gaillard, and A. Chrysochoos. Etude expérimentale du comportement local de 2 polyamides soumis a un essai de traction: approche cinématique des phénomènes de striction. In *Proceedings du Colloque francophone sur la déformation plastique des polymères solides à Antrons (France)*, 1998.

- [132] T. Wiesendanger. Charakterisierung des rauigkeitsprofils von verformten ag/ni-verbundwerkstoffproben durch fraktale dimensionen. *Rapport de stage, Université de Stuttgart*, 1999.
- [133] D. J. Wissuchek, T. J Mackin, M. DeGraef, G. E. Lucas, and A. G. Evans. A simple method for measuring surface strains around cracks. *Experimental Mechanics*, 36(2):173–179, 1996.
- [134] Y. Yang. *Mesure du champ de déplacement des matériaux sous charge mécanique par analyse d'images*. PhD thesis, École Nationale des Ponts et Chaussées, 9 1992.
- [135] S. Yongqi, C. Corletto, W. L. Bradley, and J. Tian. Direct measurement of microscopic strain distribution near a crack tip. *Experimental Mechanics*, 36(3):193–198, 1996.
- [136] A. Zenina, J.-C. Dupré, and A. Lagarde. Schématisation d'un milieu photoélastique tridimensionnel. In *Proceedings of Photomechanics conference at Champs sur Marne (France), GAMAC*, pages 57–64, 1998.
- [137] D. Zhang, X. Zhang, and G. Cheng. Compression strain measurement by digital speckle correlation. *Experimental Mechanics*, 39(1):62–65, 1999.

# Table des matières

<b>Remerciements</b>	<b>3</b>
<b>Introduction générale</b>	<b>5</b>
<b>I Microextensométrie par technique de corrélation</b>	<b>9</b>
<b>1 La technique de mesure</b>	<b>11</b>
1.1 Contexte et positionnement du problème . . . . .	11
1.1.1 Contexte de l'étude . . . . .	11
1.1.2 Spécifications de la mesure . . . . .	13
1.1.3 Revue des techniques existantes . . . . .	14
1.1.4 Inventaire des méthodes d'analyse d'image . . . . .	17
1.1.5 Choix de la technique retenue . . . . .	22
1.1.6 Les images numériques et le marquage . . . . .	24
1.1.7 Calcul des déformations . . . . .	31
1.2 Technique de corrélation d'images numériques . . . . .	33
1.2.1 Principe et hypothèses de base . . . . .	33
1.2.2 Le coefficient de corrélation . . . . .	34
1.2.3 La précision subpixel . . . . .	37
1.2.4 L'approximation de la transformation matérielle . . . . .	38
1.2.5 Les variantes étudiées . . . . .	39
1.2.6 Procédure de minimisation . . . . .	40
1.2.7 Algorithme de recherche et particularités . . . . .	42
1.2.8 Aspects informatiques . . . . .	46
1.3 Conclusion . . . . .	47

<b>2</b>	<b>Évaluation et amélioration de la précision</b>	<b>49</b>
2.1	Évaluation de la précision de la mesure . . . . .	49
2.1.1	Détermination de la précision pour une translation . . . . .	50
2.1.2	Pertinence de l'approximation de $\phi$ . . . . .	55
2.2	Contrôle des distorsions d'images . . . . .	58
2.2.1	Modélisation du problème . . . . .	59
2.2.2	Procédure d'identification des défauts géométriques . . . . .	60
2.2.3	Contrôle des variations de grandissement du MEB . . . . .	64
2.2.4	Implantation de la correction . . . . .	82
2.2.5	Conclusion : gain en précision et défauts non corrigés . . . . .	82
2.3	Influence des paramètres d'acquisition . . . . .	90
2.3.1	Influence du bruit de fond . . . . .	90
2.3.2	Influence de la taille de sonde . . . . .	99
2.4	Optimisation de la forme du repère . . . . .	102
2.4.1	Notion d'information subpixel . . . . .	102
2.4.2	Influence de la forme du motif sur la précision . . . . .	106
2.4.3	Conclusion et définition d'un motif optimal . . . . .	109
2.5	Conclusion . . . . .	111
<b>3</b>	<b>Optimisation pour une précision donnée</b>	<b>113</b>
3.1	Le cahier des charges . . . . .	114
3.2	Recensement des différents paramètres . . . . .	114
3.3	Classement par importance . . . . .	115
3.4	La démarche de choix . . . . .	119
<b>II Applications à l'étude micromécanique de quelques matériaux hétérogènes : les bandes de localisation</b>		<b>125</b>
<b>Introduction</b>		<b>127</b>
<b>1</b>	<b>Etude des biphasés Ni/Ag</b>	<b>129</b>
1.1	Les biphasés Ni/Ag . . . . .	130
1.1.1	Représentativité de la surface étudiée . . . . .	132
1.1.2	Caractérisation morphologique . . . . .	133
1.2	Mise en évidence des bandes de localisation . . . . .	134
1.2.1	Les essais mécaniques <i>in situ</i> . . . . .	134
1.2.2	Les cartes de déformation . . . . .	136

<b>2</b>	<b>Évaluation et amélioration de la précision</b>	<b>49</b>
2.1	Évaluation de la précision de la mesure . . . . .	49
2.1.1	Détermination de la précision pour une translation . . . . .	50
2.1.2	Pertinence de l'approximation de $\phi$ . . . . .	55
2.2	Contrôle des distorsions d'images . . . . .	58
2.2.1	Modélisation du problème . . . . .	59
2.2.2	Procédure d'identification des défauts géométriques . . . . .	60
2.2.3	Contrôle des variations de grandissement du MEB . . . . .	64
2.2.4	Implantation de la correction . . . . .	82
2.2.5	Conclusion : gain en précision et défauts non corrigés . . . . .	82
2.3	Influence des paramètres d'acquisition . . . . .	90
2.3.1	Influence du bruit de fond . . . . .	90
2.3.2	Influence de la taille de sonde . . . . .	99
2.4	Optimisation de la forme du repère . . . . .	102
2.4.1	Notion d'information subpixel . . . . .	102
2.4.2	Influence de la forme du motif sur la précision . . . . .	106
2.4.3	Conclusion et définition d'un motif optimal . . . . .	109
2.5	Conclusion . . . . .	111
<b>3</b>	<b>Optimisation pour une précision donnée</b>	<b>113</b>
3.1	Le cahier des charges . . . . .	114
3.2	Recensement des différents paramètres . . . . .	114
3.3	Classement par importance . . . . .	115
3.4	La démarche de choix . . . . .	119
<b>II Applications à l'étude micromécanique de quelques matériaux hétérogènes : les bandes de localisation</b>		<b>125</b>
<b>Introduction</b>		<b>127</b>
<b>1</b>	<b>Etude des biphasés Ni/Ag</b>	<b>129</b>
1.1	Les biphasés Ni/Ag . . . . .	130
1.1.1	Représentativité de la surface étudiée . . . . .	132
1.1.2	Caractérisation morphologique . . . . .	133
1.2	Mise en évidence des bandes de localisation . . . . .	134
1.2.1	Les essais mécaniques <i>in situ</i> . . . . .	134
1.2.2	Les cartes de déformation . . . . .	136

<b>2</b>	<b>Évaluation et amélioration de la précision</b>	<b>49</b>
2.1	Évaluation de la précision de la mesure . . . . .	49
2.1.1	Détermination de la précision pour une translation . . . . .	50
2.1.2	Pertinence de l'approximation de $\phi$ . . . . .	55
2.2	Contrôle des distorsions d'images . . . . .	58
2.2.1	Modélisation du problème . . . . .	59
2.2.2	Procédure d'identification des défauts géométriques . . . . .	60
2.2.3	Contrôle des variations de grandissement du MEB . . . . .	64
2.2.4	Implantation de la correction . . . . .	82
2.2.5	Conclusion : gain en précision et défauts non corrigés . . . . .	82
2.3	Influence des paramètres d'acquisition . . . . .	90
2.3.1	Influence du bruit de fond . . . . .	90
2.3.2	Influence de la taille de sonde . . . . .	99
2.4	Optimisation de la forme du repère . . . . .	102
2.4.1	Notion d'information subpixel . . . . .	102
2.4.2	Influence de la forme du motif sur la précision . . . . .	106
2.4.3	Conclusion et définition d'un motif optimal . . . . .	109
2.5	Conclusion . . . . .	111
<b>3</b>	<b>Optimisation pour une précision donnée</b>	<b>113</b>
3.1	Le cahier des charges . . . . .	114
3.2	Recensement des différents paramètres . . . . .	114
3.3	Classement par importance . . . . .	115
3.4	La démarche de choix . . . . .	119
<b>II Applications à l'étude micromécanique de quelques matériaux hétérogènes : les bandes de localisation</b>		<b>125</b>
<b>Introduction</b>		<b>127</b>
<b>1</b>	<b>Etude des biphasés Ni/Ag</b>	<b>129</b>
1.1	Les biphasés Ni/Ag . . . . .	130
1.1.1	Représentativité de la surface étudiée . . . . .	132
1.1.2	Caractérisation morphologique . . . . .	133
1.2	Mise en évidence des bandes de localisation . . . . .	134
1.2.1	Les essais mécaniques <i>in situ</i> . . . . .	134
1.2.2	Les cartes de déformation . . . . .	136

1.3	Influence du relief . . . . .	141
1.4	Caractérisation des bandes . . . . .	146
1.4.1	Critère d'existence . . . . .	146
1.4.2	Caractéristiques géométriques des bandes . . . . .	148
1.4.3	Répartition de la déformation dans les bandes . . . . .	150
1.5	Corrélation avec la microstructure . . . . .	150
1.5.1	Les cartes de déformation . . . . .	151
1.5.2	Modèle de prévision . . . . .	151
1.6	Les simulations numériques par éléments finis . . . . .	154
1.7	Conclusion sur l'origine des bandes . . . . .	159
<b>2</b>	<b>Etude du zirconium</b>	<b>161</b>
2.1	Le matériau étudié . . . . .	162
2.1.1	Représentativité de la surface étudiée . . . . .	162
2.1.2	Géométrie des grains . . . . .	162
2.1.3	Texture macroscopique . . . . .	166
2.2	Mise en évidence des bandes de localisation . . . . .	166
2.2.1	L'essai mécanique . . . . .	166
2.2.2	Cartes de déformation . . . . .	168
2.3	Caractérisation des bandes . . . . .	171
2.3.1	Critère d'existence . . . . .	171
2.3.2	Caractéristiques géométriques des bandes . . . . .	173
2.3.3	Répartition de la déformation dans les bandes . . . . .	175
2.4	Corrélation avec la microstructure . . . . .	175
2.4.1	Forme des grains . . . . .	176
2.4.2	Orientation cristalline . . . . .	177
2.5	Critère de prévision . . . . .	183
2.6	Conclusion . . . . .	185
	<b>Conclusion</b>	<b>187</b>
	<b>Conclusion générale</b>	<b>189</b>
	<b>Annexes</b>	<b>197</b>
<b>A</b>	<b>Détermination du tenseur de déformation</b>	<b>197</b>
A.1	Définition du problème . . . . .	197
A.2	Détermination du tenseur de déformation . . . . .	198
A.3	Apport de la mesure du relief . . . . .	199
A.4	Détermination expérimentale du tenseur de déformation . . . . .	200