

Physique de la déformation : les polycristaux

Sébastien Merkel
 Professeur, département de Physique
 Laboratoire UMET (Unité Matériaux et Transformations)
 sebastien.merkel@univ-lille.fr

3- Orientations du polycristal

Objectifs

Comment représenter et traiter les orientations de grains dans un polycristal ?

- Figure de pôle :
 - Présentation ;
 - Mesure par diffraction des rayons X ;
 - Mesure par EBSD.
- Représentation mathématique :
 - Fonction de distribution de orientations ;
 - Définition – propriétés ;
 - Lien avec les figures de pôle ;
 - Unités.
- Représentation graphique :
 - Figures de pôle ;
 - Figures de pôle inverses.

3- Orientations du polycristal

a- Figures de pôle

Un polycristal contient des milliers de grains.

On trace des figures de pôle en plaçant les pôles de tous les grains au sein de l'échantillon.

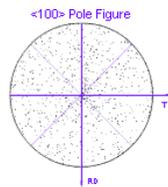


Figure de pôle <100> d'un polycristal aléatoire

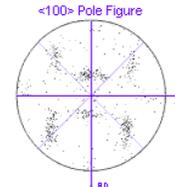
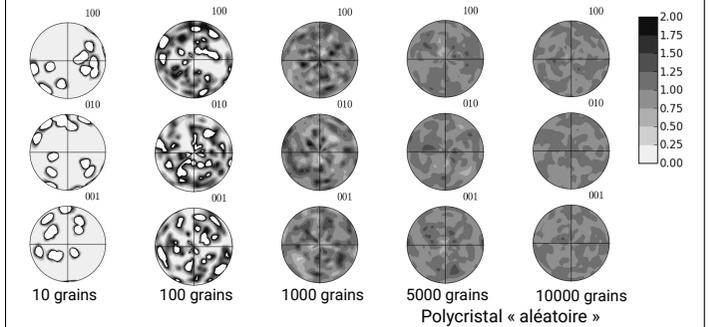


Figure de pôle <100> d'un polycristal orienté

Figures de pôle

Attention à la statistique !

Il faut un minimum de grains pour représenter les statistiques d'orientations dans un polycristal de manière significative !



Méthodes de mesure de texture

Diffraction des rayons X : mesure la texture en surface ou dans la masse pour les petits échantillons (épaisseur de pénétration, moins de 1mm), mesure une projection de la texture (2 angles).

Diffraction des neutrons : texture dans la masse (épaisseur de pénétration ~cm), mesure une projection de la texture (2 angles).

EBS (Electron BackScattered Diffraction) : mesure la texture en surface (épaisseur de pénétration ~nm), orientation complète (3 angles).

Microscopie optique : application limitée (1 angle), dépend des propriétés optiques du matériau.

Physique de la déformation : les polycristaux

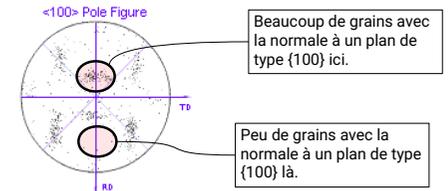
3- Orientations du polycristal b- Mesure par diffraction

Mesure par diffraction de rayons X

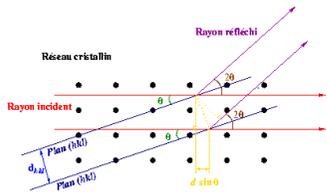
On mesure des figures de pôle :

- Variation d'intensités de diffraction en fonction de l'orientation par rapport au spécimen ;
- Plus il y a de grains en conditions de réflexion, plus l'intensité est importante ;
- Représentation : carte d'intensités de diffraction.

Figure de pôle <100> d'un polycristal orienté



Rappels sur la diffraction



Loi de Bragg :
 $n \lambda = 2d \sin \theta$

Avec :

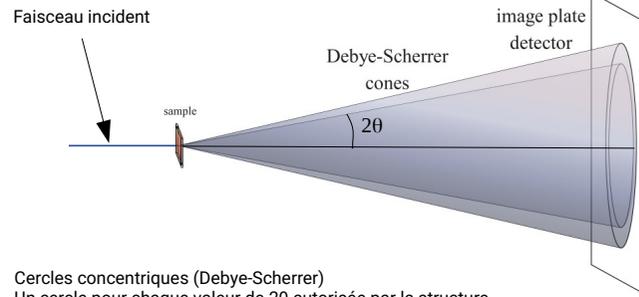
- n : entier ;
- λ : longueur d'onde
- d : distance entre deux plans de la même famille ;
- 2θ : angle de diffraction

Si on éclaire un échantillon polycristallin avec un longueur d'onde fixe λ , on obtient un pic de diffraction pour chaque valeur de 2θ correspondant à une famille de plans de cristal.

Pour un système cubique

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}$$

Exemple de géométrie



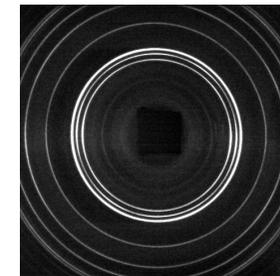
Cercles concentriques (Debye-Scherrer)

Un cercle pour chaque valeur de 2θ autorisée par la structure

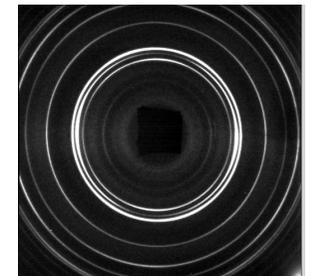
Pics de diffraction classiques dans la structure cubique : 100, 110, 111...

Image Wikipedia

Exemples de figures de diffraction



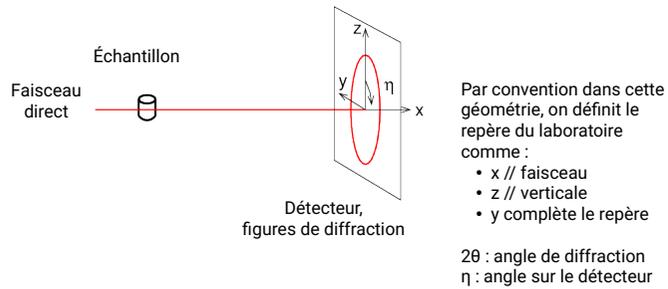
Polycristal (presque) aléatoire



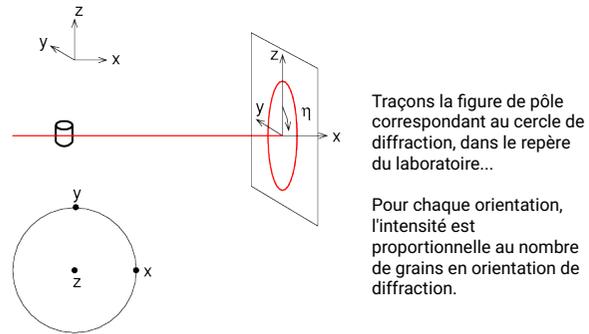
Polycristal orienté

Échantillon : fer ϵ en compression axiale à haute pression.

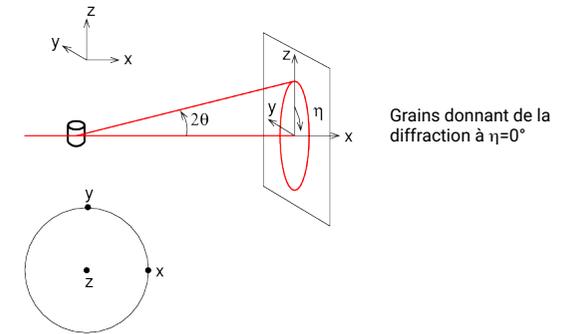
Construction d'une figure de pôle



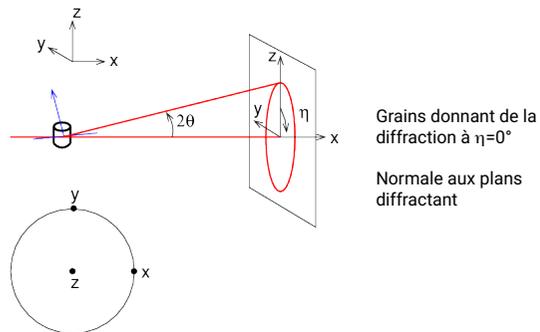
Construction d'une figure de pôle



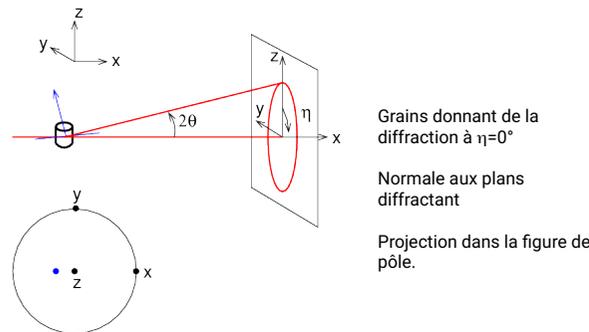
Construction d'une figure de pôle



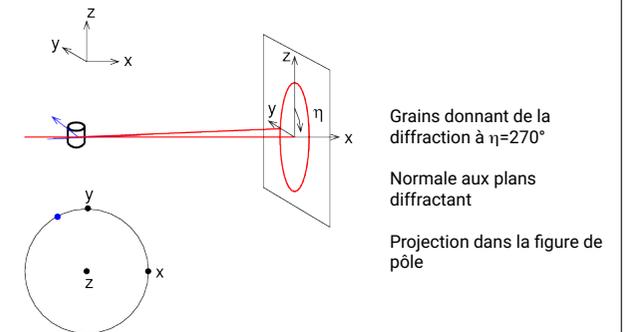
Construction d'une figure de pôle



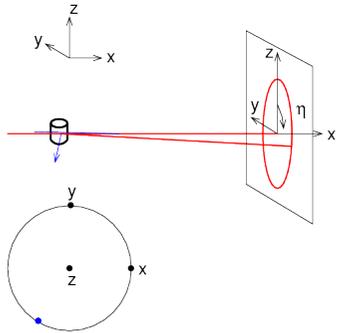
Construction d'une figure de pôle



Construction d'une figure de pôle



Construction d'une figure de pôle

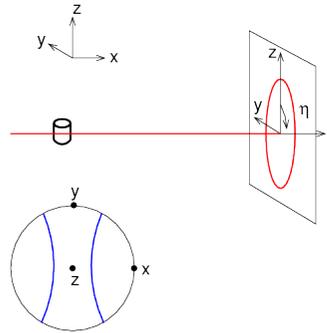


Grains donnant de la diffraction à $\eta=90^\circ$

Normale aux plans diffractant

Projection dans la figure de pôle

Construction d'une figure de pôle



Couverture complète

A chaque position, on reporte l'intensité de diffraction avec un code couleur

On complète la figure

- Par des opérations de symétrie (si connues)
- En faisant tourner l'échantillon

Quelques remarques

Ceci n'était qu'un exemple simplifié.

On mesure 1 figure de pôle par pic de diffraction (1 figure pour le pic 100, 1 figure pour le pic 110, 1 figure pour le pic 111...)

Sans opération de symétrie connue, il faut au moins 2 figures de pôle pour reconstituer une texture complète d'un matériau cubique, plus pour des matériaux de plus basse symétrie.

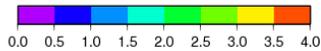
Il existe des centaines de techniques pour mesurer expérimentalement une figure de pôle par diffraction.

Des corrections sur les intensités mesurées sont à prendre en compte.

Se référer à des ouvrages ou des articles spécifiques...

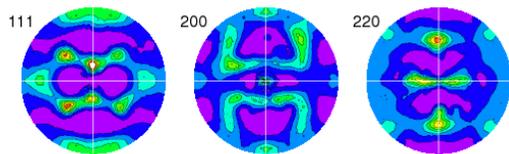
Exemple de figures de pôle

Filename root: demo_ful



Stereographic

Multiples of Random



Cuivre, déformé par laminage
Image A. Rollett
Exercice : décrire cette texture

Physique de la déformation : les polycristaux

3- Orientations du polycristal c- Mesure par EBSD

EBSD

EBSD : Electron BackScattered Diffraction

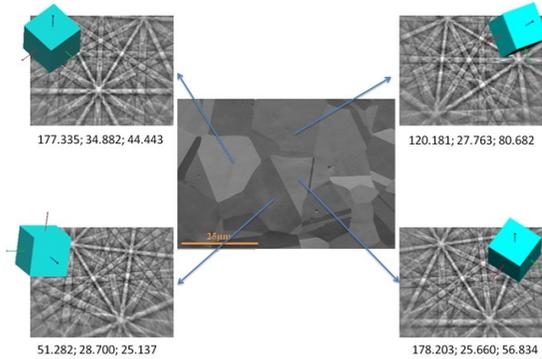
Technique de microscopie électronique à balayage

Analyse de surface

Principe :

- on se déplace sur tout l'échantillon, point par point ;
- à chaque point, on mesure l'orientation correspondante ;
- on reconstruit les grains en identifiant les zones contiguës ayant la même orientation ;
- pour chaque grain, on identifie sa taille et sa matrice d'orientation.

EBSD : principe



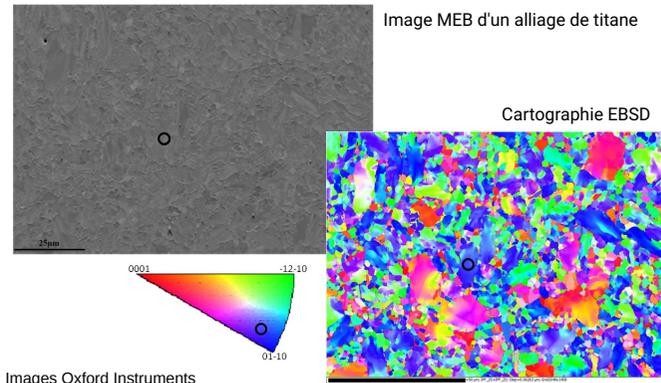
Images Oxford Instruments



© S. Merkel
Département de Physique
Unité Matériaux et Transformations

76

EBSD : illustration



Images Oxford Instruments



© S. Merkel
Département de Physique
Unité Matériaux et Transformations

77

Physique de la déformation : les polycristaux

3- Orientations du polycristal d- Représentation mathématique



© S. Merkel
Département de Physique
Unité Matériaux et Transformations

78

Fonction de distribution des orientations

- Approche statistique des orientations au sein d'un polycristal.
- On parle de distributions d'orientations (OD – Orientation Distribution).
- On génère une fonction, la fonction de distribution des orientations (ODF – Orientation Distribution Function), notée f , qui dépend des trois angles d'Euler φ_1 , ϕ et φ_2 : $f(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$
- $f(g)$ où g est une rotation dans l'espace des rotations à trois dimensions.
- Approche probabiliste : f est une densité de probabilité.
- Unité : MRD (Multiples of a Random Distribution).
- Polycristal aléatoire : l'ODF vaut 1, quelle que soit la combinaison d'angles d'Euler.
- Polycristal orienté : certaines orientations ont une probabilité supérieure à 1, d'autres inférieure à 1.



© S. Merkel
Département de Physique
Unité Matériaux et Transformations

79

Pourquoi définir une ODF ?

- Permet une représentation mathématique de la texture.
- Les propriétés d'un polycristal dépendent de la distribution d'orientations des grains qui le constituent.
- Les figures de pôle sont des projections de l'ODF. Elles permettent de visualiser la texture, mais ne donnent pas une information statistique complète.
- L'ODF peut être utilisée pour analyser la texture (sous-espace des orientations où il n'y a aucun grain, par exemple).
- L'ODF peut être utilisée pour calculer les propriétés du polycristal.



© S. Merkel
Département de Physique
Unité Matériaux et Transformations

80

Densité de probabilité ???

Soit une fonction représentant une densité de probabilité sur l'intervalle $[-\infty; +\infty]$

On a alors

$$f(x) \geq 0, \forall x$$

(la probabilité peut être nulle, mais pas négative)

On a aussi

$$\int_{-\infty}^{+\infty} f(x) dx = 1$$

Enfin

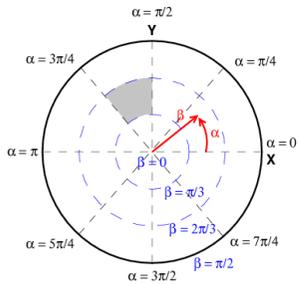
$$\mathcal{P}(a \leq x \leq b) = \int_a^b f(x) dx$$



© S. Merkel
Département de Physique
Unité Matériaux et Transformations

81

Intégration sur l'espace des rotations : 2D



Imaginer un espace des rotations à deux dimensions.

Représentation stéréographique.

Rotation définie par deux rotations successives : α (autour de z), β (autour de y)

$$0 \leq \beta \leq \pi/2$$

$$0 \leq \alpha \leq 2\pi$$

Taille d'un domaine d'intégration : $\sin \beta d\alpha d\beta$

$$\int_{\alpha=0}^{\alpha=2\pi} \int_{\beta=0}^{\beta=\pi/2} \sin \beta d\alpha d\beta = 2\pi$$

Propriétés de l'ODF

Domaine de définition des angles d'Euler

$$0 \leq \varphi_1 \leq 2\pi; 0 \leq \phi \leq \pi; 0 \leq \varphi_2 \leq 2\pi$$

Élément de volume

$$dg = 1/8\pi^2 \sin \phi d\varphi_1 d\phi d\varphi_2$$

L'ODF est normalisée pour que son intégrale sur tout l'espace des orientations soit 1.

Le facteur en $8\pi^2$ prend en compte le volume de l'espace des orientations (angles mesurés en radians).

En degrés, cet espace a pour volume $360^\circ * 2 * 360^\circ = 259200^\circ$.

$$\frac{1}{8\pi^2} \int \int \int f(\varphi_1, \phi, \varphi_2) \sin \phi d\varphi_1 d\phi d\varphi_2 = 1$$

Exemple d'ODF aléatoire

Remarquez la faible densité de points proches de $\phi=0^\circ$

Sur une image de diffraction, on aurait la même intensité partout (du fait du facteur en $\sin \phi$).

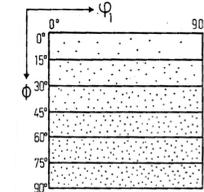


Figure 2.25 On the definition of the invariant measures by a random distribution in the EULER space φ_1, φ_2

Projection d'une ODF aléatoire dans le plan (ϕ, φ_2)
Image extraite du livre de Bunge 1982

Représentation discrète ou continue

- Une ODF peut être décrite sous forme *discrète* ou *continue* ;
- Forme continue : décomposition en harmoniques sphériques ;
- Forme discrète : on discrétise l'espace des orientations (en boîtes de $5^\circ \times 5^\circ \times 5^\circ$, par ex) et on assigne un coefficient à chaque boîte ;
- Représentation harmonique :
 - Pour : efficace pour de faibles textures (peu de coefficients), lissage automatique des données expérimentales ;
 - Contre : peu adaptée aux textures très marquées, au monocristaux...
- Représentation discrète :
 - Pour : efficace pour tout type de texture, surtout quand le nombre de grains est faible ;
 - Contre : beaucoup de coefficients (186624 pour une décomposition en boîtes de $5^\circ \times 5^\circ \times 5^\circ$)

Figure de pôle vs. ODF

Une figure de pôle est une projection de l'information contenue dans une ODF.

Plusieurs points d'une ODF contribuent à un point d'une figure de pôle.

Il faut intégrer l'ODF sur tous les points correspondant à l'orientation voulue pour obtenir l'intensité correspondante dans la figure de pôle.

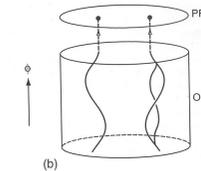
Le chemin d'intégration dans l'espace d'Euler est toujours compliqué.

D'autres représentations (espace de Rodrigues par exemple) permettent de simplifier l'intégration.

Intensité de la figure de pôle hkl dans la direction y

$$P_{hkl}(y) = \frac{1}{2\pi} \int_{hkl||y} f(g) dg$$

Intégrale de l'ODF sur toutes les orientations où $y // hkl$



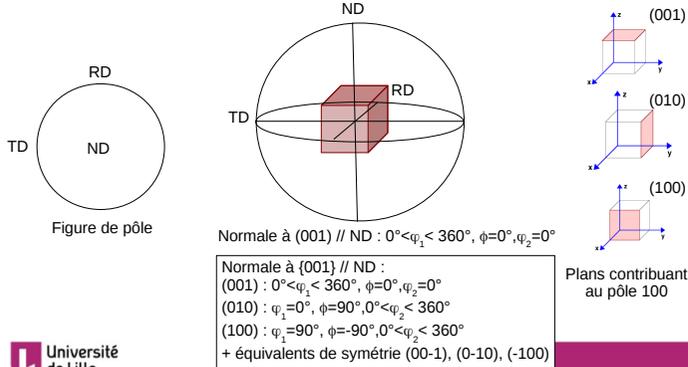
(b) Image extraite du livre de Kocks, Tomé, Wenk, 1998

Illustration

Donner les domaines d'angles d'Euler des orientations de grains qui contribuent à l'intensité au centre d'une figure de pôle 100 pour un cristal cubique.

Illustration

Donner les domaines d'angles d'Euler des orientations de grains qui contribuent à l'intensité au centre d'une figure de pôle 100 pour un cristal cubique.



Unité et mesure

Les coefficients de l'ODF ou d'une figure de pôle sont mesurés en mrd : « *Multiples of a Random Distribution* »

- Une ODF aléatoire vaut 1 partout ;
- Une ODF d'un polycristal orienté vaut moins de 1 par endroit, plus de 1 à d'autres endroits, mais son intégrale vaut 1 ;
- Une ODF correspondant à un monocristal est un dirac dans l'orientation exacte du monocristal, elle vaut 0 ailleurs.
- Idem pour les intensités dans les figures de pôle.

L'intensité d'une texture se mesure par l'indice de texture F_2 :

$$F_2 = \frac{1}{8\pi^2} \iiint [f(\varphi_1, \phi, \varphi_2)]^2 \sin \phi d\varphi_1 d\phi d\varphi_2$$

$$= \frac{1}{8\pi^2} \int_G [f(g)]^2 dg$$

- Pour un polycristal aléatoire : $F_2 = 1$;
- Pour un polycristal orienté : $F_2 > 1$;
- Pour un monocristal : $F_2 = +\infty$.

Physique de la déformation : les polycristaux

3- Orientations du polycristal d- Représentation graphique

En un mot...

C'est difficile !

- Fonction continue, dans un espace d'angles d'Euler à 3 dimensions ;
- Problèmes de projection dans un espace cartésien : certains domaines d'angles, ϕ entre 0° et 5° moins importants statistiquement que ϕ entre 85° et 90° .

Représentations classiques :

- Sections : on représente des tranches d'ODF ;
- Figures de pôle ;
- Figures de pôle inverses.

Figure de pôle/ figure de pôle inverse

Figure de pôle : orientations des grains dans le polycristal projetés dans le repère de l'échantillon.

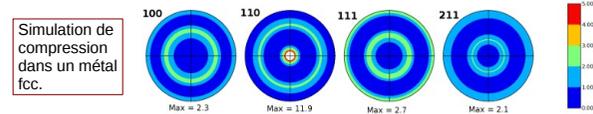
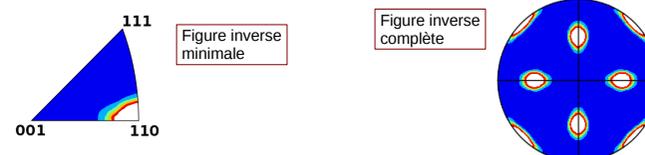


Figure de pôle inverse : projections des directions de l'échantillon dans le repère du cristal.



Projection stéréographique

La projection stéréographique est beaucoup utilisée en cristallographie et microscopie électronique.

En gros : revient à une représentation de pôle d'une structure cristallographique donnée, dans le repère de cristal.

Exercice : construire une projection stéréographique d'un cristal cubique en y indiquant les plans des familles usuelles : {100}, {110}, {111}...

Projection stéréographique

La projection stéréographique est beaucoup utilisée en cristallographie et microscopie électronique.

En gros : revient à une représentation de pôle d'une structure cristallographique donnée, dans le repère de cristal.

Exercice : construire une projection stéréographique d'un cristal donné en y indiquant les plans des familles usuelles : {100}, {110}, {111}...

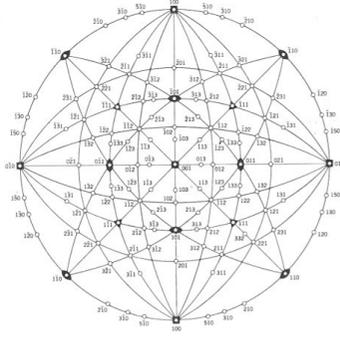


Fig. 2-9 Standard (001) stereographic projection of poles and zone circles for cubic crystals. (After E. A. Wood, "Crystal Orientation Manual," Columbia, New York, 1963.)

Figure de pôle inverse

Représente la densité de distribution d'une direction de l'échantillon, projetée dans le repère du cristal.

Intéressant pour des géométries simples avec une direction particulière : traction, tréfilage, compression...

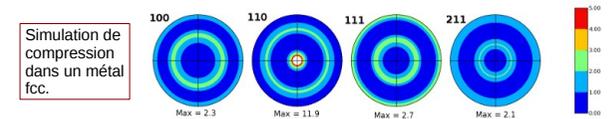
Une figure de pôle inverse de la direction de compression, par exemple, donne la probabilité qu'un pôle particulier soit parallèle à la direction de compression (ou que le plan correspondant soit perpendiculaire à cette même direction).

Moins pertinent pour des géométries plus compliquées (ex : laminage).

Information projetée dans le repère de cristal (~ projection stéréographique).

Exercice 1

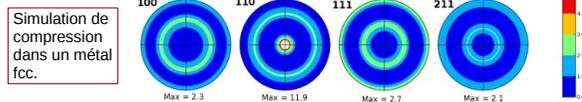
Figure de pôle : orientations des grains dans le polycristal projetés dans le repère de l'échantillon. Direction de compression au centre.



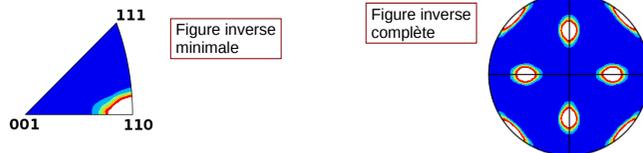
Exercice : tracer la figure de pôle inverse de la direction de compression.

Exercice 1

Figure de pôle : orientations des grains dans le polycristal projetés dans le repère de l'échantillon. Direction de compression au centre.



Exercice : tracer la figure de pôle inverse de la direction de compression.



Projection cristal cubique

Projection stéréographique pour un cristal cubique.

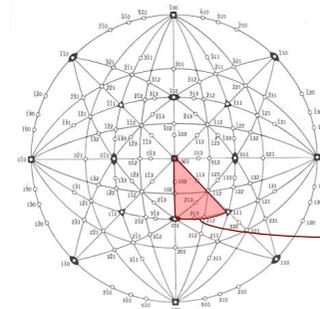
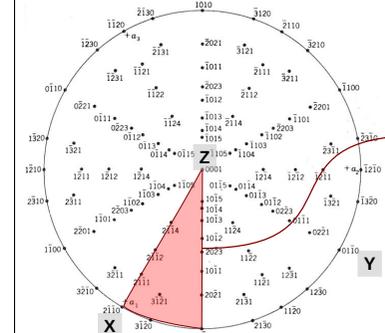


Fig. 2-9 Standard (001) stereographic projection of poles and zone circles for cubic crystals. (After E. A. Wood, "Crystal Orientation Manual," Columbia, New York, 1963.)

Secteur « cubique » : suffisant pour la représentation de l'IPF cristal cubique

Projection cristal hexagonal

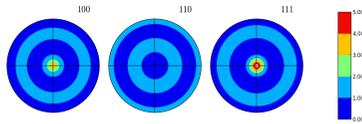
Projection stéréographique pour un matériau à structure hexagonale compact (Zn)



Exercice 2

Figure de pôle : orientations des grains dans le polycristal projetés dans le repère de l'échantillon. Direction de traction au centre.

Simulation de traction dans un métal fcc.

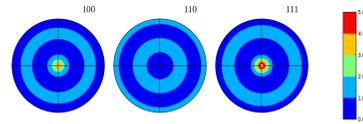


Exercice : tracer la figure de pôle inverse de la direction de traction.

Exercice 2

Figure de pôle : orientations des grains dans le polycristal projetés dans le repère de l'échantillon. Direction de traction au centre.

Simulation de traction dans un métal fcc.



Exercice : tracer la figure de pôle inverse de la direction de traction.

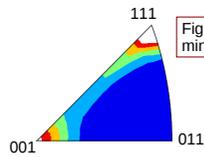


Figure inverse minimale

Figure inverse complète

