



Mémoire

présenté en vue de l'obtention de

l'Habilitation à Diriger des Recherches

École Doctorale : Chimie – Mécanique – Matériaux – Physique (C2MP)

présenté par

Dr. Antoine GUITTON

**Approches expérimentales, mésoscopiques et statistiques
de la plasticité dans les polycristaux**

*Experimental, mesoscopic and statistical approaches of
plasticity in polycrystals*

Soutenance publique prévue le 30 mars 2022

Composition du jury

Dr. Samuel FOREST	Directeur de Recherches CNRS, CDM, FR	<i>Rapporteur</i>
Prof. Sandra KORTE-KERZEL	Professeure, RWTH Aachen University, DE	<i>Rapporteuse</i>
Prof. Terry C. LOWE	Professeur, Colorado School of Mines, USA	<i>Rapporteur</i>
Prof. Nathalie ALLAIN	Professeure, UL – LEM3, FR	<i>Examinatrice</i>
Prof. Emmanuel BOUZY	Professeur, UL – LEM3, FR	<i>Examineur</i>
Prof. Thierry GROSDIDIER	Professeur, UL – LEM3, FR	<i>Examineur</i>
Dr. Nabila MALOUFI	Maître de Conférences HDR, UL – LEM3, FR	<i>Examinatrice</i>
Prof. Anthony D. ROLLETT	Professeur, Carnegie Mellon University, USA	<i>Examineur</i>
Prof. Ludovic THILLY	Professeur, Université de Poitiers, FR	<i>Invité</i>

Contents

Introduction	1
I Microstructure: a major and complex role in polycrystalline plasticity	5
I.1 From one interface to polycrystals with grain boundaries	5
I.1.1 Plasticity of monocrystal	5
I.1.1.1 Slip systems and SCHMID-BOAS law in a monocrystal	5
I.1.1.2 Dislocations	7
I.1.2 Plasticity of polycrystal	8
I.1.2.1 Grain boundaries	8
I.1.2.2 Interactions between dislocations and GB	10
I.1.2.3 Micromechanical modeling	12
I.2 Effect of microstructure anisotropy on deformation mechanisms: case of MAX phases	15
I.2.1 Presentation of MAX phases	15
I.2.2 Overview of deformation mechanisms of MAX phases	17
I.3 Towards the influence of strain-path changes on metal plasticity . . .	22
I.3.1 Strain-path changes	22
I.3.2 Development of a novel biaxial machine	22

II Contribution of electron microscopy	27
II.1 Overview of electron microscopes	27
II.1.1 Transmission Electron Microscope	27
II.1.2 Scanning Electron Microscope	29
II.1.2.1 SEM imaging	29
II.1.2.2 Electron backscatter diffraction	29
II.2 From electron channeling contrast imaging to accurate electron chan- neling contrast imaging	31
III Physics of ECCI and optimization of experimental conditions	37
III.1 Perfect crystal	38
III.2 Imperfect crystal	41
III.2.1 Planar defects	41
III.2.1.1 Theoretical approach	41
III.2.1.2 Confrontation with experiment in the case of a twin boundary	45
III.2.2 Dislocations and their configurations	45
III.2.2.1 Screw dislocation	47
III.2.2.2 Edge dislocation	49
III.2.2.3 Extinction conditions	49
IV Evolution of crystalline defects close to a real interface	51
IV.1 Procedure of a localized deformation test by instrumented nanoin- dentation	52
IV.1.1 Instrumented nanoindentation testing	52
IV.1.2 Procedure for studying deformation mechanisms in the vicin- ity of a real GB	54
IV.2 Deformation mechanisms near a twin boundary in a TiAl alloy	55
IV.2.1 Presentation of TiAl alloys	55
IV.2.2 Deformation mechanisms of TiAl based alloys	57
IV.2.3 Evolution of microstructures near a twin boundary	58

IV.3 Study of fundamental deformation mechanisms near a low-angle grain boundary in a medium entropy alloy	61
IV.3.1 Presentation of high and medium entropy alloys	61
IV.3.2 Links between mechanical response and microstructure	62
IV.3.2.1 Pop-in load variations with distance from a LAGB	62
IV.3.2.2 Evolution of microstructures	63
V Mesoscale and statistical confrontation between polycrystalline plas- ticity models and experiments	69
V.1 Development of <i>in-situ</i> deformation testing coupled with ECCI	70
V.1.1 Specimen geometry	70
V.1.2 Testing procedure	71
V.2 Statistical comparison between models and experiments	74
V.2.1 Few words on the atypical plasticity of BCC metals	75
V.2.2 Feature engineering from <i>in-situ</i> ECC micrographs	76
V.2.3 Comparison with micromechanical modeling	77
V.2.4 Dimensionality reduction to classify different GB slip transfer regimes	79
VI On the importance of popularization	83
VI.1 Popularization for participating to scientific progress and their benefits	83
VI.2 Popularization for arousing interest for scientific careers	85
Conclusions	87
Résumés en français	95
Curriculum vitae and teaching	111
Bibliography	125

Résumé : Les travaux de recherche présentés ici portent sur des méthodologies expérimentales et mésoscopiques permettant d'établir statistiquement les liens entre les mécanismes opérant à l'échelle des dislocations et ceux opérant à l'échelle du polycristal. L'hypothèse sous-jacente de ce travail est la mise en œuvre de procédures expérimentales, qui permettent d'une part d'observer et d'autre part, de caractériser les défauts cristallins sur un échantillon polycristallin massif. Ainsi, les résultats obtenus peuvent être confrontés de manière pertinente aux modèles micromécaniques. Le premier chapitre de ce mémoire se concentre à rappeler l'importance du rôle des microstructures dans les mécanismes de déformation. L'exemple des phases MAX, dont la microstructure est très anisotrope, est donné. Une ouverture vers l'influence des changements de chemins de déformation sur la plasticité est également faite. Ensuite le second chapitre résume l'apport de la microscopie électronique, et notamment de la Microscopie Électronique à Balayage (MEB) pour la caractérisation fine des microstructures. L'accent est mis, dans le troisième chapitre, sur la physique et l'optimisation de la technique MEB d'imagerie par contraste de canalisation des électrons (Electron Channeling Contrast Imaging : ECCI) dans le but de suivre l'évolution des microstructures avec la déformation. Le chapitre 4, quant à lui, souligne le potentiel de l'ECCI pour le suivi de l'évolution des défauts cristallins au voisinage d'une seule interface localement déformée par nanoindentation. L'illustration est donnée en s'appuyant sur un alliage d'aluminium de titane et un alliage à médium-entropie. Enfin quelques modèles de plasticité cristalline sont confrontés statistiquement et de manière *in-situ* avec l'expérience dans le cas d'un alliage de titane β -métastable.

Mots clés : plasticité ; microstructures ; microscopies ; ECCI ; phases MAX ; TiAl ; alliage à médium entropie ; alliage de Ti β -metastable.

Abstract:

Research presented here focuses on experimental and mesoscopic methodologies to statistically establish the links between operating mechanisms at the dislocation scale and those operating at the polycrystal scale. The underlying assumption of this work is the development of experimental procedures, which allow on the one hand to observe and on the other hand, to characterize crystalline defects on bulk polycrystalline specimen. Therefore, obtained outcomes can be compared relevantly with micromechanical models. First chapter focuses on emphasizing the importance of the role of microstructures in deformation mechanisms. The example of MAX phases, whose microstructure is very anisotropic, is given. An opening on the influence of strain-path changes on plasticity is also done. Then, second chapter summarizes the contribution of electron microscopy, and in particular Scanning Electron Microscopy (SEM) for the fine characterization of microstructures. Third chapter emphasizes the physics and the optimization of the SEM technique of Electron Channeling Contrast Imaging (ECCI) in order to follow the evolution of microstructures with deformation. Chapter 4, on the other hand, highlights the potential of ECCI for capturing the evolution of crystalline defects in the vicinity of a single interface locally deformed by nanoindentation. Illustration is given with a titanium aluminide alloy and a medium entropy alloy. Finally, some models of crystal plasticity are compared statistically and *in-situ* with experiences in the case of a β -metastable titanium alloy.

Keywords: plasticity; microstructures; microscopies; ECCI; MAX phases; TiAl; medium entropy alloy; β -metastable Ti alloy.