

Rapport présenté en vue d'une
Habilitation à Diriger des Recherches

Spécialité Physique

Science des Matériaux

Université Paris-Sud

**Structure de cœur et mobilité des dislocations
dans les alliages intermétalliques ordonnés**

Joël DOUIN

Chargé de recherche CNRS

Laboratoire d'Etude des Microstructures

UMR 104 CNRS/ONERA

Notice personnelle

Curriculum vitae

Joël DOUIN

né le 16 mai 1961 à La Rochelle (17)

Chargé de Recherche CNRS (CR1)

LEM, CNRS/ONERA, BP 72, 92322 CHÂTILLON CEDEX

tel : 01 46 73 44 42

Fax : 01 46 73 41 55

Email jdouin@onera.fr

Diplômes

Baccalauréat série C, juin 79 (Lycée Valin, La Rochelle)

Deug A Sciences Expérimentales (Mécanique et Physique), AB, Poitiers, juin 81

Licence es-Sciences Physiques, AB, Poitiers, juin 82

Maîtrise es-Sciences Physiques, AB, Poitiers, juin 83

DEA de Sciences des Matériaux, B, Poitiers, juillet 84

Thèse de Doctorat de l'université de Poitiers :

Structure fine des dislocations et plasticité dans Ni_3Al , décembre 1987

Fonctions

octobre84 - septembre86	Allocataire de recherche, laboratoire de Métallurgie Physique (UA31), Poitiers.
années scolaires 84-85 et 85-86	Assistant vacataire, I.U.T. Génie Thermique, Poitiers.
octobre86 - septembre87	Scientifique du contingent, Office National d'Etude et de Recherche Aérospatiale (Direction des Matériaux) Châtillon.
février88 - janvier89	Post-Doctoral fellow, National Center for Electron Microscopy, Lawrence Berkeley Laboratory, Berkeley CA, USA.
février 89 - septembre 90	Assistant, Institut de Génie Atomique, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, Suisse
octobre90 - septembre91	Ingénieur de Recherche CNRS, Laboratoire d'Etude des Microstructures, UMR 104 CNRS / ONERA, Châtillon.
depuis octobre 91	Chargé de Recherche CNRS (CR1), Laboratoire d'Etude des Microstructures, UMR 104 CNRS / ONERA, Châtillon.
1998-2000	Coordinateur d'un projet du Programme Matériaux CNRS : <i>Champ de contrainte local et durcissement structural : de la déformation observée à l'échelle atomique au comportement mécanique macroscopique</i> (6 laboratoires impliqués)

Enseignement

(non compris l'encadrement de stagiaires de courte durée)

Assistant vacataire, travaux pratiques d'électricité, I.U.T. Génie Thermique, Poitiers (années scolaires 84-85 (120 heures) et 85-86 (144 heures))

Assistant à Institut de Génie Atomique, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, Suisse (février 89 à septembre 90)

- Encadrement de projets de fin d'études d'élèves ingénieurs physiciens
- Différents travaux dirigés dont thermodynamique premier cycle

Professeur vacataire à l'EPF-Ecole d'ingénieurs (depuis 1993)

- Cours magistral : "Propriétés microscopiques - comportement macroscopique des matériaux" (dernière année d'Ecole), 30 à 36 heures / an
- Prof. responsable de stages de projets de fin d'études

Professeur vacataire à l'Université Paris XIII-Institut Galilée (depuis 1998)

Cours/conférences (3h) dans le cadre de la formation d'ingénieurs :
Durcissement, Fracture

Enseignement dans le cadre de la Formation permanente du CNRS

- Travaux pratiques de TEM (alignement, faisceau faible...) (1991 à 1999)
- Cours magistral : Microscopie en Faisceau faible (2001)

Direction officieuse de la thèse de F. Popille-Puissochet

"Etude des mécanismes de déformation de l'alliage Ti-26Al-21Nb"

soutenue le 20 novembre 1996 (Université Paris-Sud, U.F.R. Scientifique d'Orsay)

Co-organisateur de l'Ecole d'été internationale "Dislocations 96 – interfaces et Plasticité"

Tozeur (Tunisie), octobre 1996

Editeur du recueil de cours de cette Ecole.

Rédacteur d'articles pour l'édition française de l'encyclopédie Microsoft ENCARTA 2000.

Auteur du livre de cours "Mécanique des milieux continus : Introduction à la plasticité des matériaux", édité par Diderot Editeur - Arts et Science (Collection pavages) 140 pages.

Liste des publications

1 - Dislocations with $\langle 100 \rangle$ Burgers vectors in Ni_3Al

P. Veyssi re, J. Douin.

Philosophical Magazine A, **51** (1985) L1-L4.

2 - On the presence of superlattice intrinsic stacking faults in plastically deformed Ni_3Al

P. Veyssi re, J. Douin, P. Beauchamp.

Philosophical Magazine A, **51** (1985) 469-483.

3 - Dislocation line stability in Ni_3Al

J. Douin, P. Veyssi re, P. Beauchamp.

Philosophical Magazine A, **54** (1986) 375-393.

4 - Dependence of the antiphase boundary energy upon orientation in the L1_2 structure

P. Beauchamp, J. Douin, P. Veyssi re.

Philosophical Magazine A, **55** (1987) 565-581.

5 - Climb dissociation on $\{310\}$ planes in nearly-stoichiometric Ni_3Al

J. Douin, P. Beauchamp, P. Veyssi re.

Philosophical Magazine A, **58** (1988) 923-935.

6 - Surface energies of planar defects and dislocation processes in Al_3Ti and TiAl

G. Hug, J. Douin, P. Veyssi re.

Mat. Res. Soc. Symp. Proc., **133** (1989) 125-130

7 - High Resolution Electron Microscopy of interfaces in topotaxial and epitaxial reactions

U. Dahmen, J. Douin, C.J.D. Hetherington, K.H. Westmacott.

Mat. Res. Soc. Symp. Proc., **139** (1989) 87-96

8 - On the formation of twinned precipitates in Al-Ge alloys

J. Douin, U. Dahmen, K.H. Westmacott.

Journal de Physique, Colloque C1, suppl ment au n 1, **51** (1990) 809-814.

9 - On the asymmetrical dissociation of Lomer dislocations

J. Bonneville, J. Douin.

Philosophical Magazine Letters, **62** (1990) 247-251.

10 - A dissociation transition in Zr_3Al deformed at room temperature

J. Douin

Philosophical Magazine Letters, **63** (1991) 109-116.

11 - On the formation of twinned precipitates in Al-Ge alloys

J. Douin, U. Dahmen, K.H. Westmacott.

Philosophical Magazine B, **63** (1991) 867-890.

12 - Lomer dislocations in Al and Cu after high temperature deformation

P. Anongba, J. Bonneville, J. Douin and J.L. Martin.

Proceedings of ICSMA 9 (Haifa, Israël), Ed. Freund Publishing House Ltd, London, (1991) 303-310.

13 - On the stability of dissociated dislocations

G. Saada, J. Douin.

Philosophical Magazine Letters, **64** (1991) 67-70.

14 - On the effect of deviation from stoichiometry on the deformation microstructure of binary Ni_3Al

J. Douin, P. Veyssi re.

Philosophical Magazine A, **64** (1991) 807-817.

15 - High resolution transmission electron microscopy study of interfaces

J. Douin, T. Epicier, J.M. P nisson, A. Thorel.

Materials Chemistry and Physics, **32** (1992) 77-85

16 - Equilibrium positions of composite dislocation in the f.c.c. structure

J. Bonneville, J. Douin.

Journal de Physique I, **2** (1992) 1921-1928

17 - Dissociation processes in the orthorhombic O phase

J. Douin, S. Naka, M. Thomas.

Mat. Res. Soc. Symp. Proc., **288** (1993) 317-322

18 - Dislocations

P. Veyssi re, J. Douin.

Chapitre 22 de *Intermetallic Compounds: Vol. I, Principles*,  dit  par J.H. Westbrook and R.L. Fleisher, John Wiley & Sons (1994) 519-558.

19 - Dislocation structure in $L1_2$ Mn stabilized Al_3Ti deformed between 77 and 873 K

J. Douin, K.S. Kumar, P. Veyssi re

Materials Science and Engineering A, **192/193** (1995) 92-96

20 - Simulation of TEM dislocation contrasts

J. Douin

in *Computer Simulation in Materials Science : Nano/Meso/Macroscopic Space and Time Scales*,  dit  par H.O Kirchner, L.P. Kubin et V. Pontikis, NATO ASI series E : Applied Sciences, Vol. 308 (1996) 391-406

21 - The dislocation microstructure in orthorhombic O Ti_2AlNb deformed between room temperature and 800 C

F. Popille, J. Douin.

Philosophical Magazine A, **73** (1996) 1401-1418

22 - Portevin-LeCh telier instabilities and stoichiometric effects in B2 titanium aluminides

F. Popille, L.P.Kubin, J. Douin, S. Naka.

Scripta Materialia, **34** (1996) 977-984

23 - Comparison of deformation microstructures at room temperature in O and B2 phases of a Ti_2AlNb alloy

F. Popille, J. Douin

Journal de Physique IV, **6** (1996) C2, 211-216

24 - Deformation modes in the Orthorhombic Phase of a Ti_2AlNb alloy: an In Situ Study at Room Temperature.

F. Popille-Puissochet, A.Couret, J. Douin.

Proceedings of the Eighth World Conference on Titanium, Birmingham (Angleterre), (1996) Vol.I, 380-387.

25 - In-situ TEM observations of cross slip mechanisms in NiAl with a soft orientation

C. Vailhe, J. Douin, D. Caillard

Mat. Res. Soc. Symp. Proc., **460** (1997) 455-460

26 - Self-organization into 2D and 3D superlattices of nanosized particles differing by their size

L. Motte, F. Billoudet, E. Lacaze, J. Douin, M.P. Pil ni

J. Phys.Chem. B, **101** (1997) 138-144.

- 27 - Mécanique des milieux continus : Introduction à la plasticité des matériaux**
J. Douin
Collection Pavages, Diderot Editeur - Arts et Science, Paris (1997) ISBN 2-84352-035-5 (140 pages)
- 28 - An X-ray method to orientate TiAl single crystals**
F. Grégori, C. Diot, T. Ochin, J. Douin, P. Veyssi re
Intermetallics, **6** (1998) 71-74
- 29 - Comparison between simulated weak-beam images: application to the extinction criterion in elastically anisotropic crystals**
J. Douin, P. Veyssi re, G. Saada
Philosophical Magazine A, **77** (1998) 1323-1340
- 30 - Wettability, reactivity and stress relaxation of an NiAl(Ti)/Al₂O₃ composite**
J.F. Silvain, J.C. Bihr, J. Douin
Composites Part A, **29A** (1998) 1175-1183
- 31 - On the existence of SISF/SESF coupled faults in a L1₂ alloy**
G.F. Dirras, J. Douin
Philosophical Magazine A, **81** (2001) 467-478
- 32 - Microscopie conventionnelle des d fauts cristallins**
B. D camps, J. Douin
Chapitre III.1.1 de "Microscopie des d fauts cristallins",  dit  par J.P. Morniroli, Soci t  Fran aise des Microscopies (2001) 153-188
- 33 - Stress field around precipitates: direct measurement and relation with the behavior of dislocations**
J. Douin, P. Donnadi u, T. Epicier, G.F. Dirras, A. Proult, J.F. Silvain
Material Science and Engineering A (2001) A319-321, pp.270-273
- 34 - Microstructural investigation of a pseudo-binary L1₂ alloy**
G.F. Dirras, J. Douin, A.P. Garnier
Material Science and Engineering A (2001) A319-321, pp.372-374
- 35 - Stacking fault energy in short range ordered  phases of Ni-based superalloys**
F. Pettinari, J. Douin, G. Saada, P. Caron, A. Coujou, N. Cl ment
Materials Science and Engineering A (2001) A325, pp.511-519

- 36 - Measurements of strain fields due to nanoscale precipitates using the phase image method**
P. Donnadieu, K. Matsuda, T. Epicier, J. Douin
International Journal of Analysis and Stereology, (2001) Vol.20,,n°3,pp.213-218
- 37 - Influence of the elastic stress relaxation on the microstructures and mechanical properties of metal-matrix composites**
J. Douin, P. Donnadieu, A. Finel, G.F. Dirras, J.F. Silvain
Composites A, (2001) Vol.33, 1397-1401
- 38 - An approach of precipitate/dislocation interaction in age-hardened Al-Mg-Si alloys: measurement of the strain field around precipitates and related simulation of the dislocation propagation**
P. Donnadieu, G.F. Dirras, J. Douin
Aluminum Alloys 2002, Materials Science Forum (2002) Vol. 396-402, pp. 1019-1024
- 39 - Strain fields measurements and simulation of dislocation propagation for nanoscale hardening precipitation**
P. Donnadieu, G.F. Dirras, J. Douin
TOURS
- 40 - Strain fields measurements and simulation of dislocation propagation for nanoscale hardening precipitation**
G.F. Dirras, P. Donnadieu, J. Douin
Problems of Materials Science (2003) V.1(33)
- 39 - Dislocation/precipitate interaction mechanisms in 6xxx aluminum alloys**
J.F. Silvain, A. Proult, M. Lahaye, J. Douin
soumis à *Composites A*
- 40 - Plastic deformation of wadsleyite: Interpretation of dislocations and slip systems**
E. Thurel, J. Douin, P. Cordier
soumis à *Journal of Geophysical Research*

Mémoire scientifique :

**Structure de cœur et mobilité des dislocations
dans les alliages intermétalliques ordonnés**

Sommaire du mémoire scientifique

1 - Introduction	17
2 - Définition et outils	23
2.1 Notations	25
2.2 Observation de la structure fine des dislocations	25
2.2.1 Haute résolution	25
2.2.2. Faisceau faible (Weak-Beam)	26
2.2.3 In-situ et post-mortem	28
2.3 Simulation numérique des images de dislocations	29
2.4 Influence de l'anisotropie élastique	30
3 - Structure de cœur et mobilité des dislocations dans les alliages intermétalliques ordonnés	33
3.1 Ordre et symétrie	35
3.2 Mobilité des dislocations parfaites	36
3.3 Mobilité des dislocations dissociées	38
3.3.1 Influence du changement de plan de dissociation	39
3.3.2 Influence du changement de mode de dissociation	41
3.3.3 Dissociation triple	44
3.3.3.1 paires de fautes intrinsèque/ extrinsèque (ISF/ESF)	44
3.3.3.2 Paroi d'antiphase et faute d'empilement (APB+SF)	48
3.4 Influence d'une variation de la composition	50
3.4.1 Variation globale	51
3.4.2 Variation locale : effet tweed	52
3.5 Dislocations dans les alliages bi ou multiphasés	53
3.5.1 Influence des joints de grains	53
3.5.2 Exemple de l'alliage biphasé Ti_2AlNb	54
3.5.2.1 Traversée facile	55
3.5.2.2 Traversée difficile	56
3.5.2.3 Conséquence sur les propriétés macroscopiques du matériau biphasé	57
4 - Conclusion	59
Références	65
Annexes	
Annexe 1 : Etude par déformation in-situ à température ambiante des modes de déformation de la phase orthorhombique d'un alliage Ti_2AlNb	69
Annexe 2 : Simulation des contrastes d'images de dislocations par microscopie électronique en transmission	84
Annexe 3 : Comparaison entre images simulées dans des conditions de faisceau faible : application au critère d'extinction dans les matériaux anisotropes	103
Annexe 4 : Calcul des propriétés élastiques anisotropes des dislocations : programme Disdi	123

I

Introduction

Contexte

Les dislocations, leur propriétés intrinsèques, les effets chimiques qui ont lieu à leur proximité et l'influence de ces paramètres sur les propriétés physiques des cristaux constituent un domaine très ouvert dans lequel les recherches ont été très actives ces dernières années. Certaines propriétés physiques dépendent des contraintes et déformations élastiques à longue distance introduites par les dislocations ; d'autres sont plus directement liées à la structure fine du cœur des dislocations, dont la complexité et la diversité sont devenues de plus en plus évidentes ces dernières décennies.

La connaissance des propriétés individuelles des dislocations ne donne pas seulement des informations sur le comportement plastique des cristaux : elle fournit aussi des outils de prévision dans un large champ de domaines, incluant la croissance cristalline, la structure des joints de grains (avec de profondes implications dans le domaine des propriétés électriques, des semi-conducteurs par exemple), et, de façon moindre, les propriétés magnétiques, optiques et thermiques des cristaux. Les progrès obtenus dans la compréhension de la structure électronique peuvent maintenant permettre d'entreprendre en toute confiance des études atomiques des dislocations dans les métaux, alliages aussi bien que dans les solides ioniques ou covalents, effet de dopants inclus. Toutefois, les dislocations ont été et resteront principalement étudiées en relation avec les propriétés plastiques des matériaux et ce document se rapporte exclusivement aux propriétés des dislocations liés aux comportements plastiques.

Nombre de matériaux intermétalliques apparaissent comme de bons candidats pour une utilisation dans des conditions extrêmes de contrainte et de température, tout particulièrement dans la mesure où on ne s'attend qu'à une évolution modeste des propriétés matériaux classiques. Les composés intermétalliques constituent une classe très vaste d'alliages, à l'intérieur de laquelle on met au point des systèmes nouveaux capables de performances améliorées dans des gammes de température aussi élevées que possible : le développement de matériaux à vocation structurale qui conservent leur résistance mécanique et leur rigidité spécifiques (c'est-à-dire rapportées à leur densité) à moyenne et haute températures, tout en offrant une bonne résistance à l'oxydation et à la corrosion, constitue un des objectifs du secteur aérospatial. Parmi les alliages intermétalliques, les composés potentiels sont tellement nombreux que les laboratoires de développement doivent recourir à des arguments fondamentaux pour sélectionner les systèmes susceptibles de donner lieu à applications. On cherche par exemple à transformer la structure d'un composé, fragile à basse température, en une structure de symétrie plus élevée afin d'en augmenter le nombre de systèmes de glissement indépendants qui assureront les conditions de compatibilité de la déformation. Il existe évidemment bien d'autres voies de mise au point d'alliages.

C'est un fait avéré que de nombreuses propriétés mécaniques macroscopiques des alliages intermétalliques sont régies par la mobilité intrinsèque des dislocations, ce qui rend l'étude détaillée de leur structure fine si importante et attirante dans cette catégorie d'alliages. De plus, du fait de l'abondance de mécanismes disponibles, les études sur les dislocations

dans les structures ordonnées ont considérablement augmenté notre compréhension globale du comportement des dislocations, à la fois pour elles-mêmes, et en relation avec la plasticité des matériaux.

Je me suis essentiellement intéressé à la physique des dislocations dans les composés intermétalliques, car dans beaucoup de ces matériaux les propriétés mécaniques macroscopiques (par exemple : limite élastique et sensibilité à l'orientation de la charge appliquée, taux de durcissement élevé, influence du mode de sollicitation) découlent de propriétés individuelles des dislocations, par opposition aux propriétés résultant d'un comportement collectif, comme la formation de murs de dislocations, ou bien d'interactions avec des obstacles extrinsèques dispersés dans le réseau, comme dans les alliages à base d'aluminium par exemple.

Parallèlement, le développement récent d'alliages nouveaux, en particulier ayant une symétrie cristalline moins élevée, a fait apparaître un nombre important de propriétés individuelles nouvelles des dislocations. Le fait que la structure du cœur des dislocations gouverne la physique de la plasticité dans cette classe d'alliages n'a été établi clairement qu'au cours de ces vingt dernières années ; certains mécanismes mis en jeu sont bien identifiés, leur dynamique n'est cependant pas comprise. Une analyse à l'échelle la plus fine des dislocations dans les composés métalliques ordonnés est ainsi nécessaire sur le plan fondamental. Elle impose que les configurations de cœur de dislocation soient étudiées théoriquement et identifiées par microscopie électronique. Jusqu'au début des années 80, pratiquement aucune information à l'échelle du nanomètre n'était disponible sur la structure fine des dislocations dans les intermétalliques. L'application de la microscopie électronique fine à ce domaine de recherche (imagerie en champ sombre sous faisceau faible) est donc assez récente. Enfin, les problèmes rencontrés sont souvent complexes et il est important de souligner que, bien que la plupart des grandes questions sur la plasticité des composés intermétalliques aient été posées à la fin des années 50 ou au début des années 60, au commencement des études sur les propriétés mécaniques de cette classe de matériaux, elles n'ont pas été, et de loin, toutes résolues à l'heure actuelle.

C'est dans ce cadre que s'est effectué le travail que je présente. Il porte sur plusieurs alliages types choisis pour leurs propriétés modèles à l'intérieur de la famille des composés intermétalliques et vise l'étude fondamentale :

- de la structure de cœur des dislocations, qui gouverne leur mobilité ;
- de la géométrie des dislocations, car l'existence dans le plan de glissement de directions de ligne privilégiées renseignent sur la structure de cœur ;
- des systèmes de glissement potentiels et réels ;
- de l'organisation des microstructures (localisation ou homogénéité de la déformation) ;
- des liens entre ces propriétés et les comportements macroscopiques sous les modes principaux de sollicitation (dans certains composés, les mécanismes élémentaires assurant la déformation diffèrent suivant l'essai mécanique, vitesse de déformation constante, fluage ou fatigue).

Il ne s'agit évidemment pas d'étudier toutes les propriétés de tous les alliages disponibles, mais de choisir les propriétés caractéristiques essentielles d'une gamme de matériaux ou de structures et d'en tirer le maximum d'informations générales nous permettant de comprendre à la fois mieux et plus rapidement les propriétés d'autres alliages. Ce projet implique l'utilisation d'une large gamme de techniques de microscopie électronique, en particulier dans le domaine de l'imagerie (conventionnelle, faisceau faible). La nature des objets à étudier et le volume qu'ils occupent, imposent que ces techniques soient utilisées dans des conditions proches de leurs limites. Compte tenu du poids croissant de l'informatique en microscopie (simulation, acquisition) ainsi que pour les modélisations des processus physiques, une bonne maîtrise du calcul numérique est aussi requise.

Parcours

Je suis membre du Laboratoire d'Étude des Microstructures (LEM, Unité Mixte de Recherche 104, CNRS/ONERA) depuis octobre 1990. A cette date, j'ai obtenu un contrat à durée déterminée en qualité d'Ingénieur de Recherche. J'ai été nommé Chargé de Recherche de 1^{ère} classe (CR1) en octobre 1991.

Avant cela, j'ai effectué ma thèse de Doctorat de l'Université de Poitiers sous la direction de Patrick Veyssière ("Structure fine des dislocations et plasticité dans Ni_3Al ", Décembre 1987), thèse entrecoupée d'une année de service militaire effectué dans la Division des Matériaux de l'ONERA. J'ai ensuite visité le monde. J'ai tout d'abord effectué un stage post-doctoral au National Center for Electron Microscopy du Lawrence Berkeley Laboratory, sous la direction de Ken Westmacott et Uli Dahmen, sur le thème de la précipitation du germanium dans l'aluminium. Ce séjour (janvier 88 - janvier 89) m'a permis, entre autres, d'apprendre la microscopie à haute résolution et d'utiliser l'Atomic Resolution Microscope à très haute tension (ARM 1000 kV) qui était considéré à l'époque par ses utilisateurs comme "le meilleur microscope du monde". J'ai ensuite été nommé Assistant à l'École Polytechnique Fédérale de Lausanne, à l'Institut de Génie Atomique sous la direction de Jean-Luc Martin (février 89 - septembre 90). La Suisse est un beau pays.

Lors de ma thèse, j'avais travaillé sur un alliage de structure L1_2 . Fort de l'acquis des études sur cette structure, je me suis ensuite orienté vers l'étude des aluminures de titane qui sont des composés structuraux susceptibles d'être utilisés dans les générations futures de moteurs, et qui présentent un fort intérêt fondamental. Ces matériaux disposent en effet de structures ordonnées en général non cubiques, mais pas trop compliquées pour que des parallèles entre comportement microscopique et structure cristallographique soient tracés. Ma recherche présente un caractère essentiellement fondamental. Elle s'intègre néanmoins dans les préoccupations des ingénieurs de la Direction des Matériaux Métalliques et Procédés (DMMP, ex-Direction des Matériaux-OM) de l'ONERA, en amont de leurs études, conformément aux vocations du LEM, unité mixte CNRS-ONERA, dans lequel je travaille. Les études sur les matériaux que j'ai entreprises s'articulent avec celles menées dans le groupe de l'ONERA où ces composés sont développés et élaborés. Ce groupe soulève des questions fondamentales et les soumet au LEM qui peut les prendre en compte.

Structure de ce document

Je n'ai pas choisi de présenter de façon chronologique mes travaux de recherche de ces dernières années, mais plutôt de donner un aperçu, le plus complet possible, des propriétés des dislocations dans les alliages intermétalliques, au travers de mon travail. Le texte est présentée de façon à minimiser les redites avec les publications relatives aux thèmes abordées dont certaines sont regroupées, par souci de clarté, en annexes. En outre, je me suis focalisé ici sur le thème des propriétés reliant la structure de cœur des dislocations à leur mobilité dans les alliages intermétalliques.

Ce catalogue de propriétés n'est évidemment pas exhaustif mais présente les propriétés typiques les plus courantes des dislocations dans les alliages intermétalliques, ainsi que les méthodes pour les appréhender. Comme on le verra, l'étude de l'influence de la structure cristallographique des matériaux sur les mécanismes microscopiques de la déformation plastique prend une place importante dans ce document par le biais de l'exemple des aluminures de titane ; c'est aussi un des thèmes scientifiques de mon laboratoire.

II

Définitions et Outils

2.1 Notations

Par souci de simplification, ce document est parsemé de notations dont les conventions doivent être précisées une fois pour toute. Dans la suite :

- la notation $\langle 112 \rangle$ signifie la famille de directions obtenues en permutant les deux premiers indices et/ou en changeant leur signe mais en conservant le troisième indice ;
- une "dislocation $\langle 110 \rangle$ " est une dislocation dont le vecteur de Burgers appartient à la famille $\langle 110 \rangle$. Le module de ce vecteur de Burgers est obtenu à partir du module du vecteur $\langle 110 \rangle$ affecté des paramètres de maille du matériau. Dans le cas d'un cristal orthorhombique par exemple, le vecteur $[123]$ correspond à $1.\mathbf{a} + 2.\mathbf{b} + 3.\mathbf{c}$, où $\mathbf{a}$, $\mathbf{b}$ et $\mathbf{c}$ sont les vecteurs de base de la maille ;
- l'onde $\mathbf{g} = 200$ correspond à l'onde diffractée par les plans réflecteurs (200). $\mathbf{g}$ correspond à une famille de plans dans le réseau réel et à une direction dans le réseau réciproque, d'où la nécessité d'un choix de notation ;
- enfin, les références aux articles dont je suis co-auteur sont indiquées entre crochets.

2.2 Observation de la structure fine des dislocations

Faire subir des tests mécaniques macroscopiques aux matériaux est indispensable car cela permet de mettre en évidence les propriétés plastiques macroscopiques qui tirent leurs origines du comportement microscopique des dislocations. Les tests mécaniques fournissent des informations directes mais cependant limitées sur les dislocations qui consistent pour l'essentiel en la détermination des systèmes de glissement et de quelques paramètres macroscopiques de la déformation, tels que le volume et l'énergie d'activation. Comprendre la structure fine des dislocations requiert donc qu'une analyse directe soit effectuée à un niveau de résolution plus approprié. Ces trente dernières années, de puissantes techniques d'observation ont émergé, qui ont bénéficié de la résolution accrue des microscopes électroniques en transmission, et l'étude de la structure de cœur des dislocations peut maintenant être conduite de façon très précise.

2.2.1 Haute résolution

Les alliages intermétalliques peuvent être étudiés par microscopie électronique à haute résolution, c'est-à-dire en imageant les colonnes atomiques. L'imagerie en haute résolution permet d'obtenir des informations précises en visualisant directement les distorsions du cristal au voisinage de la dislocation, mais cette technique n'est applicable que pour des dislocations rectilignes et proches de la perpendiculaire à la lame mince. De plus, peu sinon aucune information sur la composante des déplacements parallèle au faisceau d'électrons n'est accessible. Il est enfin important de souligner que les conditions aux limites à la surface de l'échantillon peuvent modifier les propriétés observées des dislocations, comme par exemple

un effet de rapprochement ou d'éloignement des partiels de Shockley $1/6\langle 112 \rangle$ à la surface de l'échantillon dans un alliage Cu-10%at. Al. (Hazzledine, Karnthaller et Winter, 1975), avec comme conséquence que la surface de l'échantillon devient un site de nucléation privilégié pour le glissement dévié (George, Escavara, Schroter et Champier, 1973).

2.2.2. Faisceau faible (Weak-Beam)

Les techniques classiques de la microscopie dite conventionnelle permettent de collecter des informations plus globales que par haute résolution sur la géométrie des dislocations et leurs interactions avec les autres défauts, mais ont longtemps souffert du manque de résolution qui leur est associé. La technique du faisceau faible (weak-beam) s'est imposée car elle autorise des observations à des grossissements moyens, de l'ordre de 50000, permettant d'obtenir des informations sur la géométrie globale des configurations adoptées par les dislocations, tout en conservant un pouvoir de résolution bien meilleur que la simple technique du "2 ondes" en champ clair (décrite dans l'annexe 2). Il est sans doute utile de rappeler que l'une des premières applications de la technique du faisceau faible a permis de démontrer expérimentalement, en 1970, la quadruple dissociation des dislocations dans Fe_3Al de structure D0_3 (Crawford et Ray, 1970). A cette époque, on ne pensait pas qu'on pourrait couramment atteindre dans des conditions de faisceau faible des résolutions de l'ordre de 3 à 4 nm. C'est seulement au début des années 80 que les spécialistes des matériaux ont commencé à appliquer de façon intensive la technique du faisceau faible à l'analyse des dislocations dans les alliages intermétalliques. De nos jours, les expériences utilisant cette technique sont utilisées pour observer des détails distants d'environ 2 nm, sans le besoin de précaution drastique ; des observations encore plus précises sont aussi possibles avec les mêmes instruments, jusqu'à atteindre des résolutions meilleures que 1 nm (figure 1). Il est important de noter que les mécanismes élémentaires régissant le mouvement des dislocations sont le plus souvent liés à des événements de dimension très faible, et donc que ce niveau de résolution est le plus souvent requis.

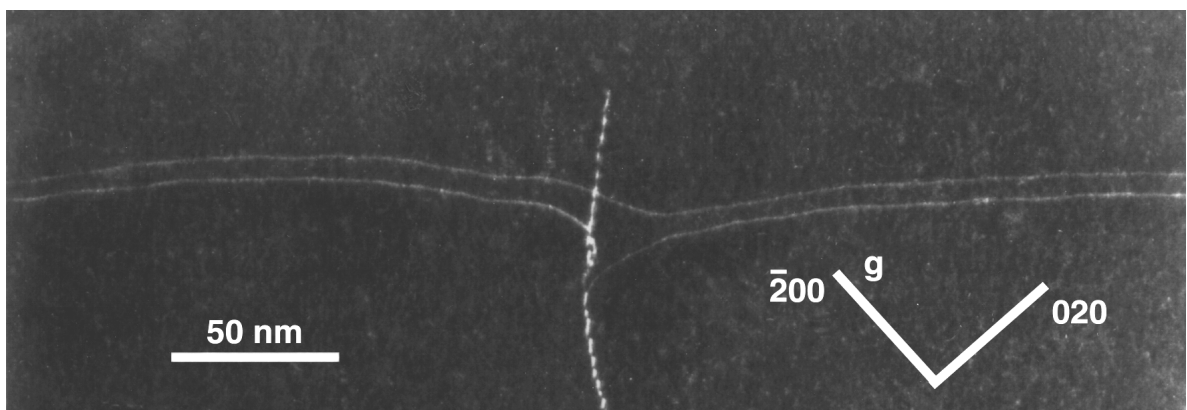


Figure 1 : Exemple d'une observation par microscopie électronique en transmission sous condition de faisceau faible d'une superdislocation $[110]$ dissociée en deux partiels identiques $1/2[110]$ dans l'alliage Ni_3Al . Une des partiels a été épinglée par une chaîne de dipôles. La distance entre dislocations partiels est de l'ordre de 7 nm ; la largeur de l'image de chaque partiel est inférieure à 1 nm (micrographie prise sur un microscope JEOL 200CX opérant à 200 kV, onde diffractant $\mathbf{g} = \bar{2}00$, la normale à la figure est $\mathbf{N} = [001]$).

Avec un peu d'habitude, la technique du faisceau faible est simple à mettre en œuvre et ne demande pas plus d'effort ni de temps qu'une simple observation en "champ clair - 2 ondes" tout en conduisant à une bien meilleure résolution (Figure 2). La technique du faisceau faible constitue la méthode d'observation principalement utilisée dans ce travail.

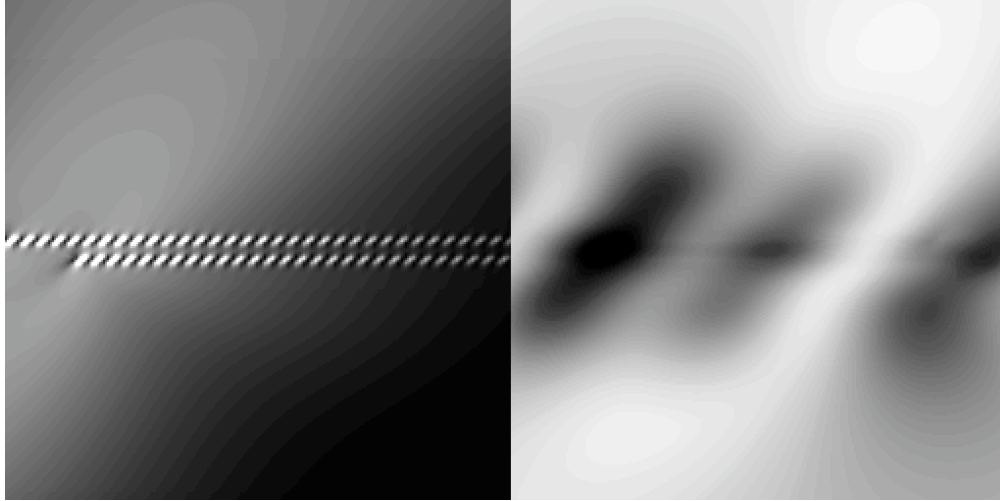


Figure 2 : Comparaison par simulation numérique de l'image d'une dislocation $\langle 110 \rangle$ dissociée en deux partielles identiques $1/2\langle 110 \rangle$ dans un alliage Ni_3Cr ; a) conditions de faisceau faible, $s = 0.4 \text{ nm}^{-1}$; b) champ clair, $s = 0$.

Schématiquement, il suffit de se mettre dans les conditions d'observations dites "à 2 ondes", l'onde transmise et une onde diffractée, de s'éloigner des conditions de Bragg pour cette onde diffractée et de faire l'image avec cette onde en la sélectionnant en utilisant un diaphragme (figure 3). Dans ces conditions, c'est seulement une petite partie du cristal au voisinage immédiat de la dislocation qui va diffracter et contribuer à fabriquer l'image : les dislocations apparaissent donc en "blanc" sur un fond "noir". Un bon niveau de résolution ne sera évidemment acquis que pour un alignement soigné du microscope, et tout particulièrement une bonne correction du stigmatisme de la lentille objectif.

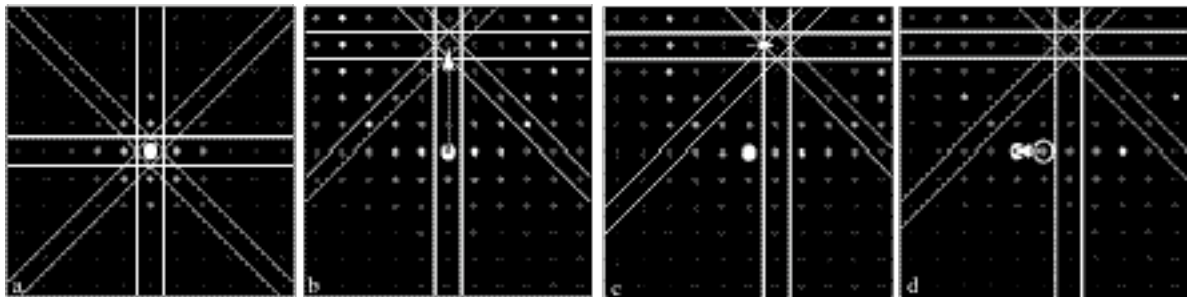


Figure 3 : Représentation schématique de la procédure d'obtention de la désorientation nécessaire pour l'obtention d'une image en faisceau faible. a) En mode diffraction d'aire sélectionnée, on se place en position en zone d'un pôle ; b) on incline l'échantillon dans la direction perpendiculaire à la rangée systématique que l'on a choisi d'utiliser, de façon que seule cette rangée soit excitée (l'inclinaison est visualisée par le déplacement des lignes de Kikuchi, représentées schématiquement ici) ; c) on incline l'échantillon dans la direction de l'onde choisie $\mathbf{g}$, jusqu'à ce que seulement une onde multiple de $\mathbf{g}$ soit excitée (ici $2\mathbf{g}$) ; d) en utilisant les bobines déflectrices, on incline le faisceau de telle façon que l'onde $\mathbf{g}$ se retrouve sur l'axe optique (au centre du cliché de diffraction précédent) et on place un diaphragme autour de cette onde $\mathbf{g}$. Quand on repasse en mode image, on se retrouve dans les conditions de faisceau faible $\mathbf{g}-\mathbf{ng}$, où $\mathbf{ng}$ indique l'onde excitée dans la rangée systématique (ici, $3\mathbf{g}$, fig.3.d). L'écart à l'angle de Bragg est donné par : $s_g = (n-1)\lambda g^2/2$ où λ est la longueur d'onde des électrons.

2.2.3 In-situ et post-mortem

L'observation directe des dislocations individuelles sous contrainte est une technique utile pour la compréhension de certains des mécanismes régissant leur mobilité. La technique de déformation in-situ est ainsi de plus en plus utilisée pour les alliages intermétalliques car elle peut fournir des observations, visuellement spectaculaires, essentiellement dues au fait qu'on peut observer directement sous contrainte le *mouvement* des dislocations. Un exemple d'un tel type d'étude est donné dans l'annexe 1.

La technique de déformation in-situ consiste à déformer une micro-éprouvette directement lors de son observation dans le microscope. En règle générale, on relâche la contrainte dès qu'un mouvement de dislocations est observé, souvent même avant (à ce propos, on devrait plus logiquement appeler cette technique "relaxation in-situ"), mais la courbure des dislocations observées atteste d'un niveau de contrainte qui peut atteindre localement la valeur de la contrainte d'écoulement (voir § 2.4 et annexe 1). Les déformations in-situ s'effectuent par ailleurs le plus souvent pour des densités faibles de dislocations de façon à pouvoir mettre en évidence les propriétés individuelles des dislocations. Cette technique a montré ses qualités pour la mise en évidence de nombreux mécanismes, par exemple la formation de boucles par double glissement dévié ou l'estimation de la vitesse des dislocations par mesure directe de leur temps de vol. Elle souffre du fait que la déformation s'effectue dans des lames le plus souvent de très faible épaisseur, ce qui oblige que soit bien pris en compte l'effet de lame mince. Enfin, la déformation in-situ impose l'utilisation d'un porte-objet spécifique réduisant les possibilités d'inclinaison de l'échantillon et qui diminue donc le nombre de conditions d'observation différentes accessibles.

En règle générale, la résolution des observations est liée à celle de la vidéo utilisée pour enregistrer les séquences dynamiques. Cette résolution est donc limitée. Il est toutefois à noter que l'utilisation de la technique du faisceau faible est possible sous certaines conditions lors d'une déformation in-situ. Dans ce cas et du fait des possibilités réduites d'inclinaison, l'expérimentateur n'a cependant pas toujours le choix du vecteur d'onde utilisé. Finalement, l'expérience montre que l'observation in-situ des mécanismes de la déformation est une technique extrêmement efficace dans certains cas, qui donne une bonne idée des mécanismes mis en jeu mais qui est difficile à utiliser pour une analyse plus poussée, entre autres du fait du niveau de résolution nécessaire pour appréhender les propriétés fines des dislocations qui n'est pas le plus souvent accessible par cette technique.

Parallèlement, l'observation d'une lame mince tirée d'un échantillon déformé macroscopiquement n'impose aucune limitation sur les conditions de déformation, que ce soient le niveau de contrainte, la température et la quantité de déformation et/ou le type de sollicitation (par exemple traction, compression et/ou fatigue) ou sur les conditions d'observations (sous réserve de l'utilisation du porte-objet approprié). Cependant l'analyse post-mortem des échantillons oblige à une interprétation souvent délicate des observations, de façon à déterminer les mécanismes mis en jeu lors de la déformation alors que les observations ont lieu dans un échantillon mince où la microstructure a pu se relaxer. Ce

dernier point est souvent contourné par l'observation systématique d'un nombre important de lames minces permettant un traitement pseudo-statistique des observations.

Les deux techniques d'observations sont complémentaires, mais l'imagerie en faisceau faible étant une technique privilégiée du laboratoire, je me suis donc essentiellement cantonné, *pour des raisons géographiques*, à effectuer des observations post-mortem de mes échantillons.

2.3 Simulation numérique des images de dislocations

L'expérience montre qu'il n'est pas toujours simple d'interpréter une image de dislocation, et bien que la technique du faisceau faible apparaisse comme la technique induisant le moins d'artefact, elle n'en n'est pas moins exempte, d'où l'utilisation de simulations numériques des images de dislocations. Ainsi, des images par microscopie électronique en transmission sous conditions de faisceau faible de paires de dislocations partielles à vecteurs de Burgers colinéaires ont été utilisées sans précaution particulière pendant des années avant que Baluc, Schaüblin et Hemker (1991) ne montrent que la distance de séparation observée dans Ni_3Al entre partielles $1/2\langle 110 \rangle$ diffère de sa valeur réelle et que la correction à apporter dépend du plan de dissociation. Il est donc important de toujours avoir à l'esprit que l'image d'une dislocation résulte de l'interaction d'une onde électromagnétique avec un cristal distordu, et donc que le contraste obtenu n'est pas forcément simple à interpréter (Figure 4). L'annexe 2 présente les bases des techniques de simulation d'images de dislocations ainsi que quelques applications.

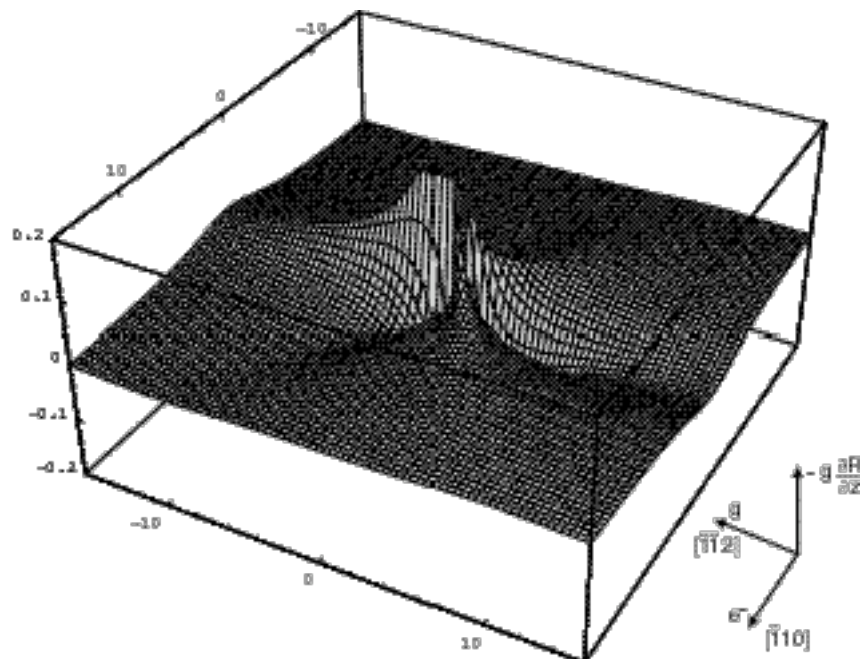


Figure 4 : Courbure locale ($- \mathbf{g} \cdot \partial \mathbf{R} / \partial z$) au voisinage d'une dislocation vis de vecteur de Burgers $\mathbf{b} = [111]$ dans $\square$ -CuZn ($\mathbf{g} = \bar{1} \bar{1} 2$). Cette courbure locale due à l'anisotropie élastique de $\square$ -CuZn serait nulle si le cristal était isotrope. Une image de la dislocation peut donc dans ce cas être formée même si $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ à l'inverse de ce que prédit l'approximation cinématique (voir annexe 2, §2.4.5). Les zones où la diffraction aura lieu sont celles pour lesquelles $- \mathbf{g} \cdot \partial \mathbf{R} / \partial z = s_g$, où s_g est la déviation à l'angle de Bragg pour l'onde utilisée pour faire l'image (ici $\bar{1} \bar{1} 2$). Noter l'existence de trois zones de diffraction pour un s_g donné (voir aussi annexe 3).

Parmi les exemples d'utilisation de la simulation numérique, on peut citer l'étude de la condition classique d'extinction du contraste des dislocations de vecteur de Burgers $\mathbf{b}$ observée avec l'onde $\mathbf{g}$: $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} \neq 0$. cette condition peut ne pas être vérifiée lorsque que le produit $\mathbf{g} \cdot (\mathbf{b} \times \mathbf{u})$ est grand ($\mathbf{u}$ est parallèle à la ligne de dislocation) simplement parce que la dislocation possède un fort caractère coin (voir par exemple figure 6.c). Une étude plus précise des conditions d'utilisation de la méthode du faisceau faible pour la détermination pratique des conditions d'extinction des dislocations, en particulier dans un cristal fortement anisotrope, est présentée dans l'annexe 3. Entre autres, la comparaison des contrastes obtenus dans différentes conditions d'illumination et/ou pour différentes configurations nécessite une référence absolue des valeurs des intensités, et donc la définition rigoureuse d'un temps de pose associé à chaque simulation.

2.4 Influence de l'anisotropie élastique

Le comportement d'une dislocation est dépendant de la structure fine de son cœur et une description à l'échelle atomique devrait en principe être nécessaire pour atteindre toutes ses propriétés.

Ce type de description s'est avéré bénéfique pour relier dans certains cas la structure de cœur et la symétrie cristalline du matériau comme, par exemple, pour l'extension du cœur des dislocations vis dans les structures cubiques centrées. Néanmoins la simulation atomique n'est pas en mesure de décrire raisonnablement toutes les propriétés dynamiques des dislocations, alors que de simples arguments d'ordre énergétiques peuvent en rendre compte. Ainsi, les moyens de calcul pour déterminer une simple largeur de dissociation d'une dislocation dissociée deviennent largement prohibitifs dès lors que cette largeur de dissociation dépasse quelques nanomètres, eu égard au nombre d'atomes mis en jeu. De fait, nombre des propriétés des dislocations résultent de considérations à une échelle supérieure à celle de l'atome, typiquement de l'ordre de la dizaine de nanomètres, échelle parfaitement décrite par l'élasticité linéaire.

Le fait qu'un cristal soit élastiquement anisotrope ne modifie évidemment pas seulement les conditions d'observation des dislocations (§ 2.3 et figure 4) et ses implications sur les configurations adoptées par les dislocations dans les matériaux intermétalliques sont nombreuses. L'anisotropie élastique peut influencer sur la structure de cœur des dislocations de deux façons différentes :

- elle peut modifier à la fois les énergies propres des dislocations et leurs énergies d'interaction avec les autres dislocations, conduisant à des modifications des stabilités relatives de configurations différentes (voir par exemple § 3.3.3.1) ou encore à des modifications importantes des largeurs de dissociation à énergie de faute donnée ;
- elle peut être responsable de l'apparition de caractères de dislocation énergétiquement instables, ce qui se traduit par une segmentation marquée des lignes de dislocations (Hazzledine, Karnthaler et Korner, 1984). Cette segmentation peut être accentuée par

l'existence de minima locaux de l'énergie de ligne de la dislocation pour certaines orientations. Il est toutefois important de noter que l'existence de telles instabilités ne présume en rien d'une quelconque réduction de mobilité de ces dislocations. En effet, le fait que certains segments de dislocations ne soient pas énergétiquement favorables n'implique pas nécessairement qu'ils rencontrent une friction de réseau très importante, ou plus simplement qu'ils soient sessiles lors de la déformation.

Finalement, le fait que nombre des alliages ordonnés soient élastiquement anisotropes empêche la plupart du temps de calculer analytiquement forces et énergies dans une configuration donnée. Exceptées pour certaines orientations cristallographiques bien particulières (Steeds, 1973), ces quantités doivent donc être évaluées numériquement. Les bases du calcul du champ de déplacement élastique anisotrope autour d'une dislocation sont données dans l'annexe 2. En l'absence d'un outil pratique pour prendre en compte ces effets, le programme DISDI a été développé. Ce programme, décrit dans l'annexe 4, calcule dans un cristal anisotrope l'énergie élastique totale de dislocations dissociées et leur tension de ligne, détermine les énergies de défauts d'empilement à partir des largeurs mesurées de dissociation, ainsi que les conditions de stabilité d'une ligne de dislocation et la forme d'équilibre d'une boucle de dislocation soumise à une contrainte uniforme. Tant que la dimension de la configuration en question n'est pas trop petite, il existe souvent un très bon accord entre la forme prédite par le calcul d'une dislocation sous l'action d'une contrainte uniforme et celle observée expérimentalement. Cette propriété est largement utilisée pour déterminer expérimentalement les contraintes locales qui s'exercent sur les dislocations observée par microscopie électronique en transmission (voir par exemple la figure 3 de l'annexe 1).

III

Structure de cœur et mobilité des dislocations dans les alliages intermétalliques ordonnés

3.1 Ordre et symétrie

La symétrie d'un alliage diminue quand il s'ordonne. Il en résulte entre autres que la plus courte translation parfaite dans la structure désordonnée n'est pas en général un vecteur de Burgers parfait de l'alliage ordonné porté par le même réseau (table 1). Par exemple, la translation $1/2\langle 111 \rangle$ est une translation parfaite du réseau cubique centré, mais pas une translation parfaite du réseau B2 (figure 5.a). De même pour $1/2\langle 110 \rangle$ pour les structures cubique à faces centrées et $L1_2$. A l'inverse, les translations $\langle 100 \rangle$ restent parfaites lors des transformations de la structure B2 (resp. $L1_2$) vers la structure cubique centrée (resp. cubique à faces centrées). On s'attend donc à ce que les dislocations aient des vecteurs de Burgers de type $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ ou $\langle 111 \rangle$ dans la structure B2 et $\langle 100 \rangle$ ou $\langle 110 \rangle$ dans $L1_2$ (figure 5.a).

Notons aussi que puisqu'une plus grande symétrie devrait favoriser un plus grand nombre de systèmes de glissement, on s'attend à ce que les matériaux disposant d'une structure plus symétrique soient aussi les plus ductiles. Même si cet argument est raisonnablement justifié, on verra que ce n'est pas toujours le cas (§ 3.5).

	Ordonné	Désordonné
B2 / cubique centré	$\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$, $\langle 111 \rangle$	$1/2\langle 111 \rangle$, $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$
$L1_2$ / cubique à face centrées	$\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$, $\langle 111 \rangle$	$1/2\langle 110 \rangle$, $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$

Table 1 : Comparaison des plus courtes translations parfaites dans les réseaux cubiques ordonnés B2 et $L1_2$ et les réseaux désordonnés correspondants

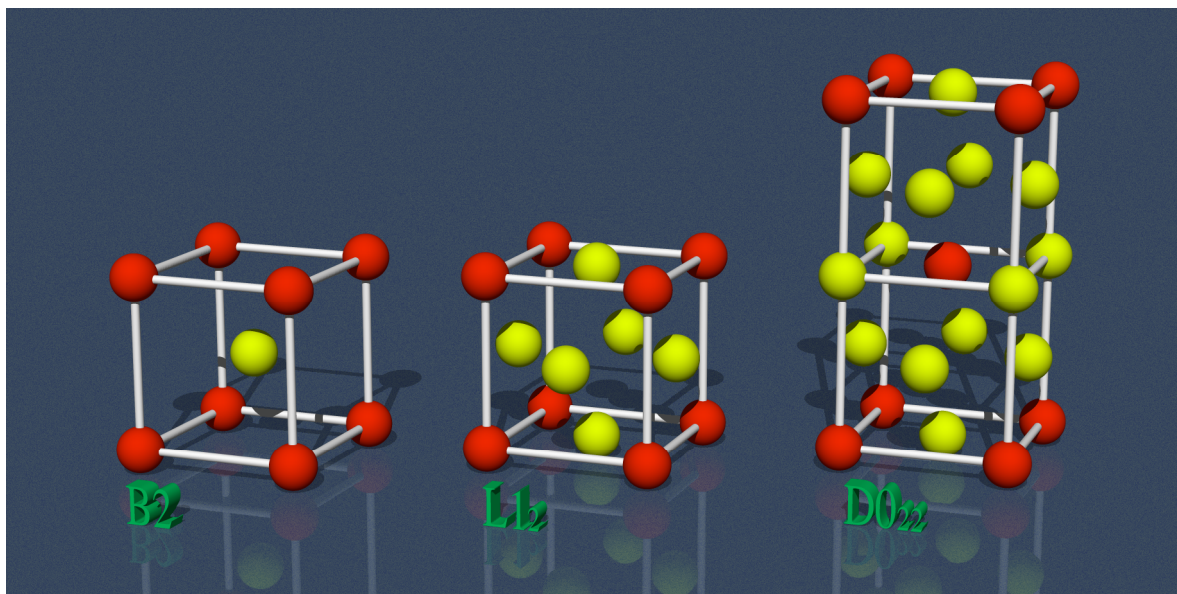


Figure 5.a : Les différentes structures cristallines des matériaux abordés dans ce mémoire : structure B2 (cP2) (NiAl, CuZn, Ti_2AlNb) ; $L1_2$ (cP4) (Ni_3Al , Zr_3Al , $TiAl_3+Mn$) ; $D0_{22}$ (tI8) ($TiAl_3$).

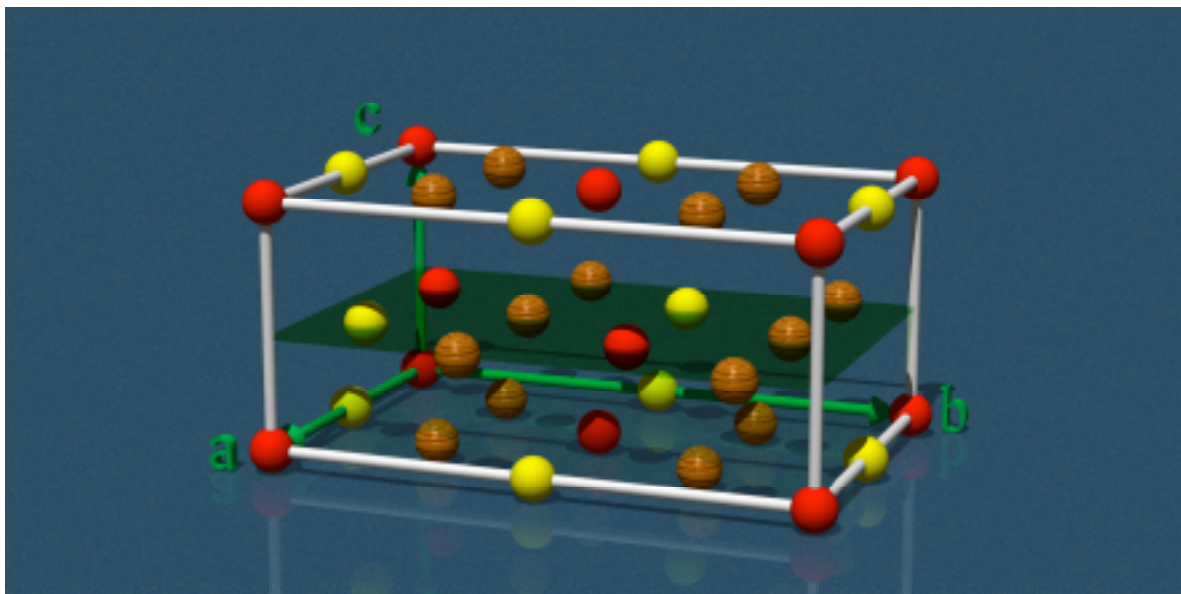


Figure 5.b : Structure orthorhombique O (oC16) (Ti_2AlNb)

3.2 Mobilité des dislocations parfaites

L'énergie par unité de longueur d'une dislocation est proportionnelle au carré du module de son vecteur de Burgers. Les dislocations possédant les plus courts vecteurs de Burgers devraient donc être privilégiées. De fait, l'expérience montre que la déformation peut se propager par l'activation de dislocations dont le vecteur de Burgers est une translation parfaite courte (si ce n'est la plus courte) du réseau désordonné associé : c'est le cas par exemple des dislocations $\langle 100 \rangle$ dans Ni_3Al (structure L1_2) et NiAl (structure B2), $1/2\langle 110 \rangle$ dans TiAl (structure L1_0), $[0001]$ dans Ti_3Al (structure D0_{19}) et $[100]$ (ou $[010]$) dans Al_3Ti (structure D0_{22} , figure 5.a), par exemple. Cependant cette règle n'est que très approximativement suivie car le choix de la direction de glissement semble avant tout être régi par des critères de mobilité des dislocations plutôt que par le critère de minimisation de l'énergie nécessaire à la formation de ces dislocations.

Notons tout d'abord que la mobilité de ces dislocations disposant du plus court vecteur de Burgers accessible peut être quelquefois contrariée par le fait que leur plan de glissement n'est pas un des plans denses de la structure ordonnée. Ainsi, dans la structure L1_2 (figure 5.a), les plus courtes translations parfaites du réseau ordonné sont du type $\langle 100 \rangle$ qui n'appartiennent à aucun plan dense de type $\{111\}$: dans Ni_3Al , on assiste à basse ou moyenne température à l'activation du système $\langle 110 \rangle \{111\}$, plutôt que le système $\langle 100 \rangle \{001\}$. Les dislocations de vecteur de Burgers $\langle 100 \rangle$ ne sont observées que dans des cas particuliers, par exemple lors de jonctions [1] ou après déformation à haute température (Hazzledine, Yoo et Sun, 1989, Sun, 1990). Cette propriété se retrouve aussi dans certains alliages B2 qui se déforment essentiellement par activation de dislocations $\langle 111 \rangle$, par exemple CuZn , au lieu de $\langle 100 \rangle$ comme pour NiAl . Dans ce cas, le système de glissement $\langle 100 \rangle \{011\}$ peut être activé car les plans $\{011\}$ sont des plans suffisamment denses de la structure cubique centrée. Cette remarque atteste du fait que le choix de la direction du

vecteur de Burgers, encore appelée direction de glissement, est un facteur primordial puisqu'il implique le choix du ou des plan(s) de glissement accessible(s).

Nombre des dislocations observées dans les alliages intermétalliques sont dissociées. La dissociation résulte du fait que ces dislocations ont un vecteur de Burgers dont le module est grand en regard des translations parfaites du réseau désordonné. Rappelons qu'une dislocation peut se dissocier si la dissociation diminue son énergie, ce qui en première approximation se fait lorsque l'énergie de ligne de la dislocation parfaite est plus grande que la somme des énergies de ligne des dislocations partielles créées (critère dit "de Frank"). Ainsi, dans le réseau cubique à faces centrées, le vecteur $1/2\langle 110 \rangle$ est environ 30% plus petit que $\langle 100 \rangle$ qui est la plus courte translation *parfaite* du réseau $L1_2$. De même, dans le réseau cubique centré le vecteur $1/2\langle 111 \rangle$ est 15% plus court que $\langle 100 \rangle$, plus courte translation parfaite du réseau B2. Cependant, les dislocations $\langle 100 \rangle$ n'apparaissent pas dissociées, du moins pas à l'échelle de l'observation en faisceau faible, car leur dissociation conduirait à la création de défauts plans ne correspondant pas soit à une translation du réseau désordonné (cas des parois d'antiphase), soit à des fautes d'empilement du réseau désordonné associé. Dans tous les cas, leur dissociation conduirait donc à des défauts de fortes énergies.

Les dislocations parfaites non dissociées disposent donc d'un cœur relativement large comparées aux partielles des dislocations dissociées. Il en résulte que, pour minimiser leurs énergies de ligne, le cœur des dislocations parfaites est souvent étalé, quelquefois dans plusieurs plans en zone, à l'instar des dislocations vis dans les matériaux cubiques centrés. Dans le cas des dislocations $\langle 100 \rangle$ de Ni_3Al , ce fait a été montré par simulations atomiques (Pasianot, Farkas et Savino., 1991). Si les dislocations $\langle 100 \rangle$ ne jouent un rôle important qu'à haute température dans les alliages de structure $L1_2$, il n'en est pas de même dans l'aluminium de titane basé sur la composition $TiAl_3$. Bien que proche d'une structure cubique, la structure DO_{22} de $TiAl_3$ est essentiellement une structure quadratique (figure 5.a). Dans $TiAl_3$, les dislocations $\langle 100 \rangle$ dominent la microstructure après déformation de la température ambiante jusqu'à 800°C (Figure 6). En fait, ces dislocations jouent un rôle prépondérant dans nombre d'alliages de type Al_3X ($X = Ti, V, Nb$) (Shechtman et Jacobson, 1975, Morris et Lerf, 1991, François, 1992). Les dislocations $\langle 100 \rangle$ glissent essentiellement dans le plan de base (001) où elles présentent une forte segmentation le long des directions coin et à 45°, attestant d'une structure de cœur étendue, comme les dislocations de type $\langle 100 \rangle$ dans Ni_3Al [1].

Les dislocations $\langle 100 \rangle$ n'apparaissent pas dissociées, même pour une résolution de l'ordre de 1 nm. Parallèlement, la montée apparaît de façon nette pour des températures de déformation moyennes : les parties coin des dislocations $\langle 100 \rangle$ adoptent systématiquement une configuration de montée dès 400°C. Ce point est à rapprocher du fait que les dislocations $[100]$ ne sont pas glissiles dans les plans octaédriques $\{111\}$. Comme nous le verrons par la suite, la mobilité limitée des dislocations $\langle 100 \rangle$ n'est pas relayée par l'activation des dislocations $\langle 110 \rangle$, elles aussi peu mobiles (§ 3.3.1) : un nombre limité de systèmes de glissement disponibles dans la structure DO_{22} conduit à la grande fragilité de cet alliage à température ambiante.

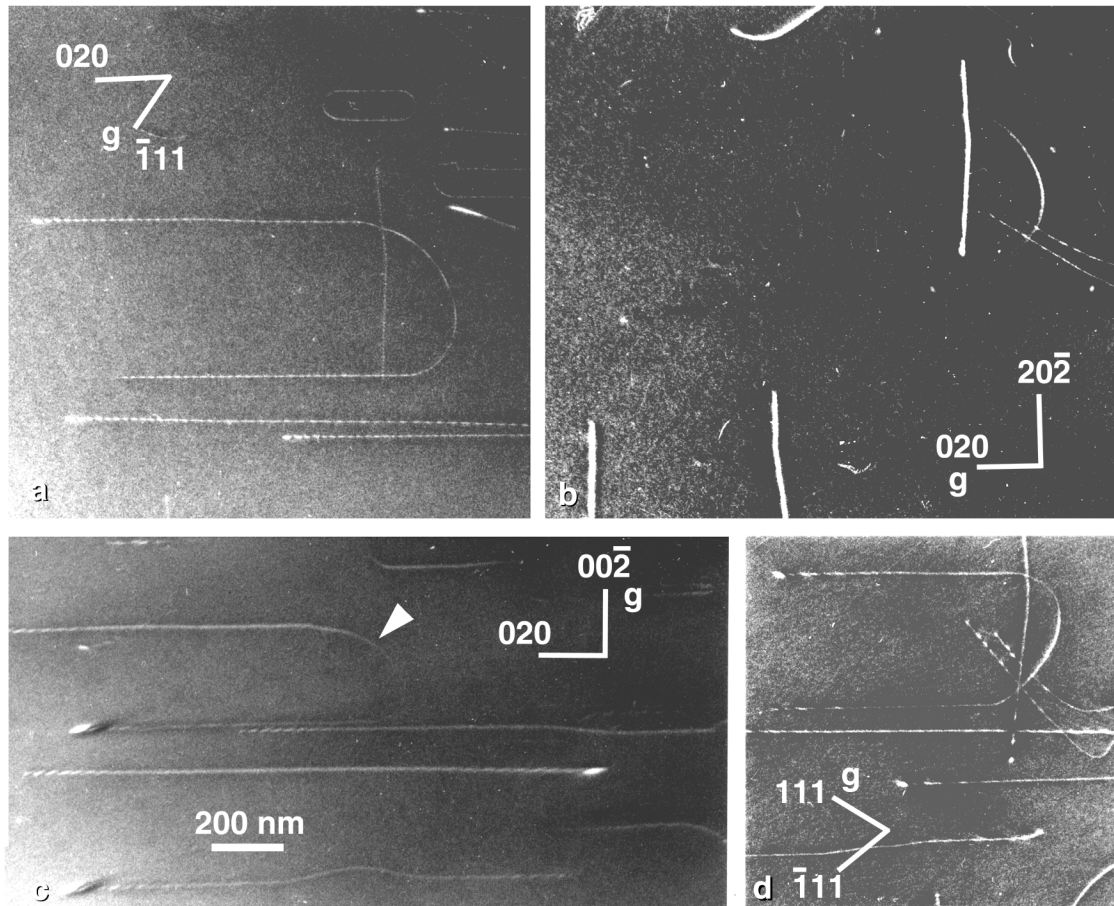


Figure 6 : Dislocations $\langle 100 \rangle$ dans TiAl_3 déformé à 400°C . Les segments coin sont rectilignes et glissent dans le plan (001) comme on peut s'en convaincre sur la figure c) où ce plan est vu de bout. Le segment indiqué par une flèche s'est courbé par montée en dehors de (001). a) $\mathbf{N} = [101]$, $\mathbf{g} = \bar{1}11$; b) $\mathbf{N} = [101]$, $\mathbf{g} = 020$, les dislocations sont hors contraste ; c) $\mathbf{N} = [100]$, $\mathbf{g} = 00\bar{2}$, les dislocations devraient être hors contraste mais un contraste résiduel provenant de la forte valeur de $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$ ($=2$) les rend visibles ; d) $\mathbf{N} = [0\bar{1}1]$, $\mathbf{g} = 111$.

3.3 Mobilité des dislocations dissociées

Puisque dans les alliages intermétalliques, les dislocations à plus court vecteur de Burgers ne sont pas toujours les plus mobiles, la déformation procède souvent par activation de dislocations à vecteurs de Burgers plus grands, $\langle 110 \rangle$ au lieu de $\langle 100 \rangle$ dans le cas des alliages L1_2 par exemple. Du fait de la grande taille de leur vecteur de Burgers, il est fréquent que ces dislocations se dissocient (cf. § 3.2). Leur mobilité est alors évidemment sensible à leur dissociation car, puisque le cœur des dislocations partielles est moins gros que le cœur de la dislocation parfaite, leur glissement est a priori plus facile. Toutefois, cet argument n'est pas définitif. Il avait été avancé par exemple que la non-dissociation des dislocations $\langle 110 \rangle$ de certains alliages L1_2 pourrait être à l'origine de leur manque de mobilité et donc de la faible ductilité de ces alliages. L'expérience montre que dans l'alliage TiAl_3 stabilisé en L1_2 par addition de 9 % at. Mn, les superdislocations $\langle 110 \rangle$ sont bien dissociées et même que la largeur de dissociation augmente avec la température de déformation alors que la ductilité diminue dans la même gamme de température [19].

Les dislocations partielles résultant de la dissociation sont reliées par des défauts plans dont la géométrie n'est pas arbitraire : le plan de dissociation influence donc la localisation du glissement de la dislocation dissociée, en imposant le plan de glissement ou en modifiant les conditions d'apparition du glissement dévié par exemple. Par ailleurs, le mode de dissociation est lui-même très dépendant de l'énergie des fautes créées lors de la dissociation. Par exemple, le maclage est favorisé dans les matériaux pour lesquels la formation de faute d'empilement est facile. Une différence de mobilité peut donc apparaître lorsque la géométrie de la dissociation change (§ 3.3.1), lorsque le mode de dissociation évolue avec le caractère de la dislocation (§ 3.3.2), ou lorsque le mode de dissociation est plus compliqué (§ 3.3.3).

3.3.1 Influence du changement de plan de dissociation sur la mobilité des dislocations

Certains alliages de structure $L1_2$, dont le plus étudié est Ni_3Al , présentent une augmentation de leur limite élastique jusqu'à une température de l'ordre de 700°C et les mécanismes responsables de cette anomalie font encore l'objet de controverses. Il est toutefois assez clair que l'anomalie de limite élastique trouve son origine dans le fait que les dislocations $\langle 110 \rangle$ responsables de la déformation sont dissociées en deux partielles $1/2\langle 110 \rangle$ séparées par une paroi d'antiphase (APB) selon :

$$[110] \rightarrow 1/2[110] + APB + 1/2[110]$$

C'est parce que cette paroi d'antiphase est moins énergétique dans le plan (001) alors que les dislocations glissent, et donc doivent se dissocier, dans un plan de type $\{111\}$ que des verrous, dits verrous de Kear-Wilsdorf (Kear et Wilsdorf, 1962), sont créés. Il est maintenant parfaitement admis que l'anomalie de limite élastique de Ni_3Al résulte de la propension des dislocations vis dissociées à adopter la configuration de Kear-Wilsdorf par glissement dévié dans le plan cubique. Ces verrous sont donc à l'origine de l'anomalie de limite élastique (les détails relatifs à la relation reliant verrous et anomalie dépassent largement le cadre de ce document, voir Veyssière et Saada, 1996, par exemple).

On peut plus directement mettre en évidence l'effet d'un changement du plan de dissociation de (111) vers (001) dans un matériau qui présente une très forte anisotropie de l'énergie de paroi d'antiphase. Dans $TiAl_3$, les échantillons déformés à 400°C présentent une microstructure dominée par des dislocations $[100]$ (et $[010]$) localisés dans des bandes de déformation. L'interaction de ces deux types de dislocations peut conduire à la formation d'une dislocation $[110]$ (figure 7) qui se dissocie selon la réaction ci-dessus, en formant une paroi d'antiphase.

Dans $TiAl_3$, ces dislocations $[110]$ ne sont observées qu'en faible quantité jusqu'à 400°C, mais apparaissent avec une densité au moins égale à celle des dislocations $\langle 100 \rangle$ pour des températures supérieures. Comme on peut le voir sur la figure 7.a, en projection le long de la direction $[100]$ une dislocation $[110]$ semble adopter une forme en marches d'escalier. Après rotation de l'échantillon (Fig. 7.b), la dislocation apparaît dissociée, les parties de la dislocation contenues dans le plan de base (001) étant largement dissociées alors que les

segments dissociés dans le plan octaédrique ($1\bar{1}1$) le sont seulement très faiblement. Cette large différence de largeur de dissociation montre que l'énergie d'APB est fortement anisotrope : de l'ordre de 25 mJ/m^2 dans le plan de base (001), elle passe à 200 mJ/m^2 dans les plans $\{111\}$. Cette différence d'énergie va évidemment favoriser le blocage des dislocations $\langle 110 \rangle$ dans le plan (001), et donc partiellement inhiber leur glissement dans les plans équivalents aux plans octaédriques $\{111\}$. Le glissement des dislocations $\langle 110 \rangle$ dans le plan (001) est donc favorisé, et il en résulte de façon globale une faible activité du glissement en dehors du plan de base.

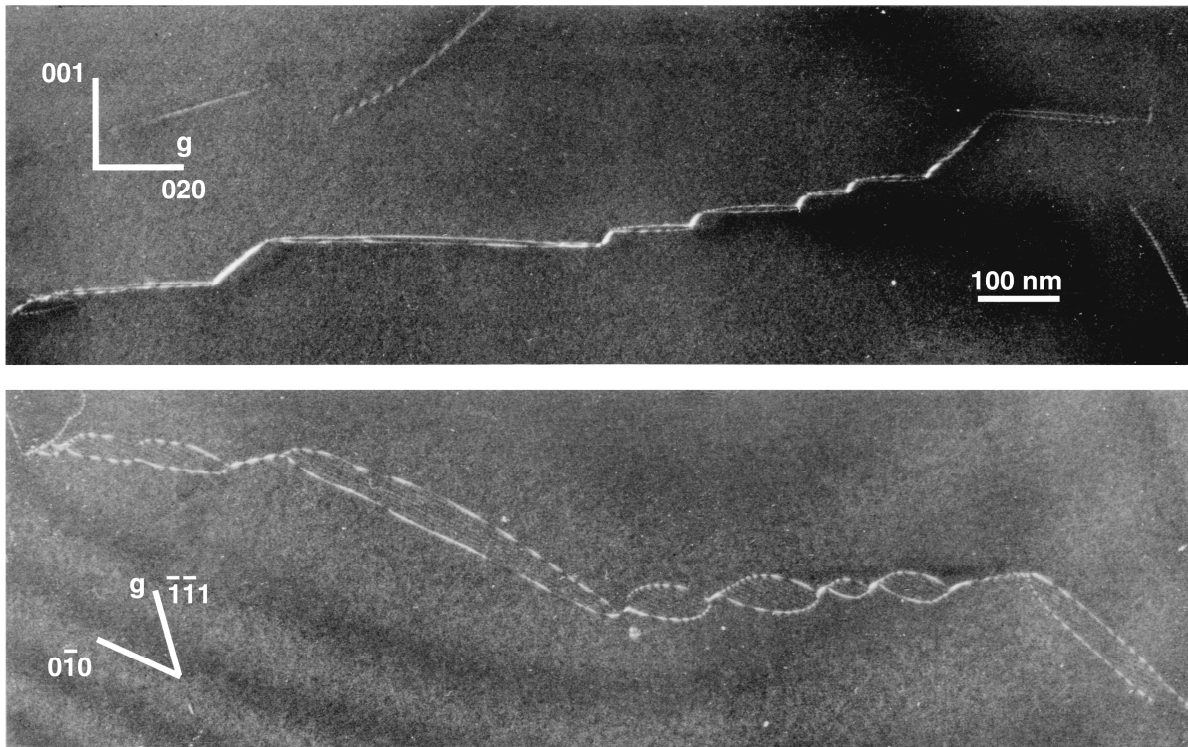


Figure 7 : Superdislocation $[110]$ ayant adopté une configuration en marches d'escalier dans TiAl_3 déformé à 400°C . a) $\mathbf{N} = [100]$, $\mathbf{g} = 020$, le plan (001) est vu de bout et la dislocation ne paraît pas dissociée ; b) $\mathbf{N} = [101]$, $\mathbf{g} = \bar{1}\bar{1}1$, montrant la grande largeur de dissociation dans (001).

Notons que la faible valeur d'énergie d'APB dans le plan de base détermine aussi la stabilité de la phase DO_{22} par rapport à la phase L1_2 . Les structures DO_{22} et L1_2 sont cristallographiquement proches puisqu'on passe de l'une à l'autre par cisaillement d'un plan (001) sur deux d'une quantité $1/2\langle 110 \rangle$, créant ainsi une paroi d'antiphase tous les deux plans (001) (figure 8) : c'est donc l'énergie de la paroi d'antiphase dans (001) qui va déterminer la stabilité de l'une des structures par rapport à l'autre. Comme ce matériau est situé près de la frontière entre les domaines de stabilité des structures DO_{22} et L1_2 (Wheeler, Vasudevan et Fraser, 1990, François, 1992), on s'attend bien à ce que l'énergie de paroi d'antiphase dans le plan (001) soit faible, particulièrement en comparaison de l'énergie d'APB dans $\{111\}$.

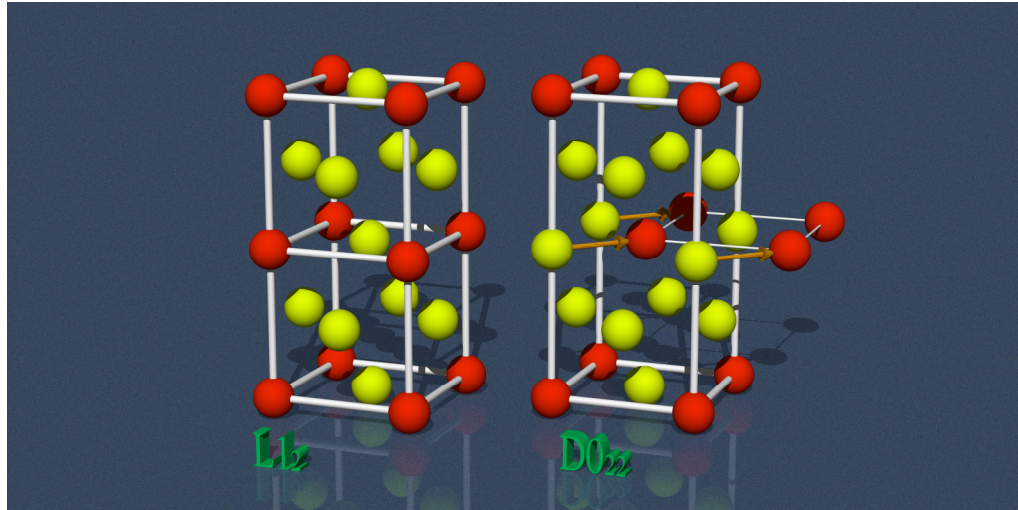


Figure 8 : Relation $L1_2/D0_{22}$. On passe de deux mailles de structure $L1_2$ à une maille de structure $D0_{22}$ en rajoutant une paroi d'antiphase dans un plan (001) sur deux.

Notons enfin que $TiAl_3$ est léger, possède une bonne résistance à la corrosion et une grande rigidité en température mais est très fragile. Néanmoins, comme la valeur d'énergie d'APB dans (001) de $TiAl_3$ est assez faible, la stabilité de la structure $D0_{22}$ de cet alliage vis-à-vis de la structure $L1_2$ est limitée, ce qui va permettre par addition d'une petite concentration d'un troisième élément diminuant encore l'énergie d'APB dans (001) de stabiliser la phase $L1_2$. L'intérêt de provoquer ce changement de structure résulte du fait que la fragilité de l'alliage Al_3Ti est généralement imputée au nombre limité de systèmes de glissement disponibles dans la structure $D0_{22}$. Par addition de Fe, Cr ou Mn, la structure de cet alliage peut être transformée en la structure voisine $L1_2$ qui autorise un plus grand nombre de systèmes de glissement, c'est le cas pour $Al_{66}Ti_{25}Mn_9$ par exemple [19].

3.3.2 Influence du changement de mode de dissociation sur la mobilité des dislocations

Une dislocation peut avoir plusieurs modes de dissociation disponibles. Par exemple, une dislocation de la structure $L1_2$ de vecteur de Burgers $\langle 110 \rangle$ peut se dissocier en deux partielles selon deux modes, tous deux observés :

$$[10\bar{1}] \square \frac{1}{2}[10\bar{1}] + APB + \frac{1}{2}[10\bar{1}] \quad (\text{mode I})$$

et

$$[10\bar{1}] \square \frac{1}{3}[21\bar{1}] + SF + \frac{1}{3}[1\bar{1}\bar{2}] \quad (\text{mode II})$$

Dans le mode I de dissociation, les dislocations sont dissociées en deux partielles identiques séparées par une paroi d'antiphase (APB), alors que deux partielles différentes bordent une faute d'empilement (SF) intrinsèque ou extrinsèque dans le second mode. Il n'existe néanmoins a priori pas de critère fiable permettant de prédire le mode de dissociation le plus favorable des dislocations $\langle 110 \rangle$ dans un matériau donné.

La question du mode de dissociation (mode I ou mode II) des dislocations $\langle 110 \rangle$ de la structure $L1_2$ a fait l'objet de grandes controverses (voir, par exemple, Inui, Luzzi, Porter,

Pope, Vitek et Yamagushi, 1992, Veyssi re et Morris, 1993). Par le calcul, on peut montrer que lorsque le rapport des  nergies de d fauts $\gamma_{\text{SSF}}/\gamma_{\text{APB}}$ est plus grand que 0,06, ce qui est le cas le plus fr quent pour les alliages de structure $L1_2$, le mode I est en principe favoris  : c'est le cas de Ni_3Al . Toutefois, lorsque ce rapport est inf rieur   0,06, les dislocations doivent pouvoir passer du mode I au mode II de dissociation. C'est le cas de l'alliage Zr_3Al o , apr s d formation   temp rature ambiante, le mode I est observ  lorsque les dislocations ont un caract re plut t vis, et le mode II pour un caract re plut t coin (figure 9).

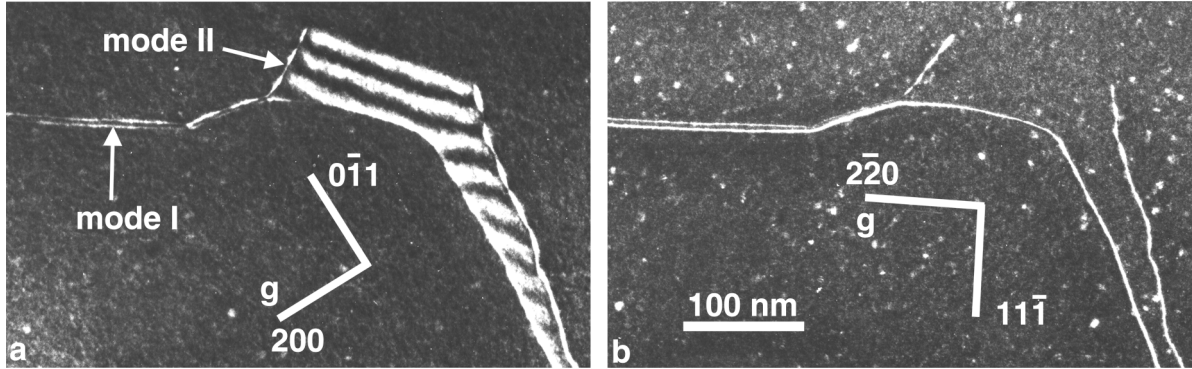


Figure 9 : Exemple d'un changement de mode de dissociation en fonction du caract re de la dislocation dans l'alliage Zr_3Al d form    temp rature ambiante. a) $\mathbf{N} = [011]$, $\mathbf{g} = 200$; b) $\mathbf{N} = [112]$, $\mathbf{g} = [2\bar{2}0]$, les franges signalant la faute d'empilement $\mathbf{R}$ sont invisibles car le produit $\mathbf{g.R}$ est entier (voir Edington, 1975).

Cette propri t  peut  tre interpr t e en comparant les  nergies totales des deux configurations I et II (figure 10). Cependant dans un tel changement de mode de dissociation, le r le de la contrainte appliqu e doit aussi  tre pris en compte. Quand les deux dislocations partielles sont mobiles, la dissociation selon le type I n'est pas affect e par la contrainte, car la force de Peach-K elher est la m me pour les deux dislocations partielles.   l'inverse, la distance de s paration, et donc l' nergie totale de la configuration dissoci e selon le mode II, est modifi e en celle d'une configuration similaire mais avec une  nergie de faute d'empilement effective corrig e de la diff rence du travail de la force appliqu e sur les deux partielles (figure 10). Pour une contrainte de cisaillement r solv e de l'ordre de 200 MPa, la diff rence entre les forces de Peach-K elher appliqu es sur les deux superpartielles de Shockley $1/3\langle 112 \rangle$ peut atteindre plusieurs dizaines de mJ/m^2 , soit l'ordre de grandeur de l' nergie de faute d'empilement γ_{SISF} .

Sur la figure 10, les  nergies de d faut ont  t  choisies de fa on   obtenir une intersection pour un caract re donn  γ_c de la dislocation parfaite. Quand une contrainte ext rieure est appliqu e, la courbe associ e au mode I reste inchang e tandis que la courbe relative au mode II est d cal e, vers le bas comme si la configuration contenait une faute d'empilement avec une  nergie effective γ_{SISF}^* plus petite que γ_{SISF} (cas d'une contrainte qui  loigne les deux partielles de Shockley), ou vers le haut comme pour une  nergie effective γ_{SISF}^* plus grande que γ_{SISF} (cas d'une contrainte qui rapproche les deux partielles de Shockley).

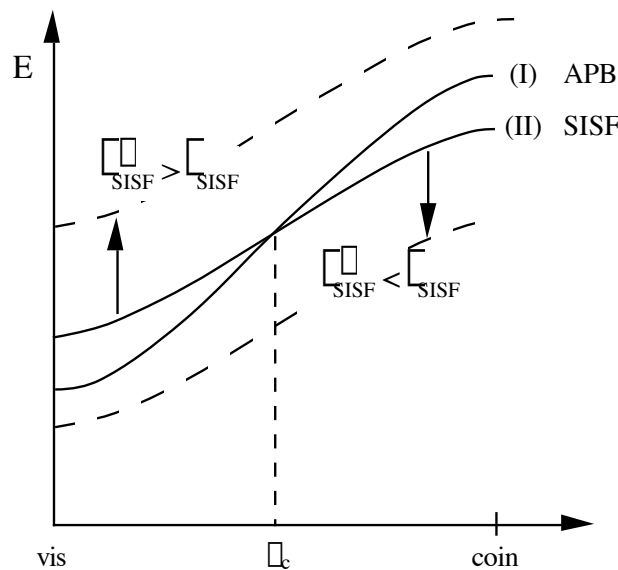


Figure 10 : Comparaison des énergies des configurations des modes I et II et rôle de la contrainte appliquée. L'énergie totale d'une superdislocation $\langle 110 \rangle$ dissociée selon le mode I ou le mode II en fonction de son caractère est schématiquement représentée.

Finalement, d'autres facteurs dynamiques influent aussi sur le mode de dissociation adopté par les dislocations :

- tout d'abord, puisque la transformation d'un mode de dissociation à l'autre requiert formellement l'échange d'une paire de partielles de Shockley à vecteurs de Burgers opposés, cette dissociation ne devrait pas se produire de façon spontanée. En conséquence, lors de la déformation, on doit s'attendre à observer une proportion importante de segments métastables proches de l'orientation coin et dissociés selon le mode I, ou proches de l'orientation vis et dissociés selon le mode II ;
- la mobilité relative des dislocations, c'est-à-dire leur relative propension à se mouvoir et se multiplier contre la friction de réseau particulière qui s'oppose à chaque famille de dislocations partielles peut grandement influencer le choix du mode de dissociation ;
- enfin, la friction de réseau dont l'amplitude augmente avec la vitesse des dislocations est évidemment de grande importance pour déterminer la structure de cœur la plus favorable, mais ce facteur reste difficile à estimer et peu documenté.

L'exemple précédent n'est pas un cas isolé. D'autres observations similaires de changement de mode de dissociation des dislocations peuvent évidemment être observées, par exemple pour les dislocations $[100]$ glissant à haute température dans le plan de base (001) de l'alliage Ti_2AlNb de structure orthorhombique O (figure 5.b). Dans ce cas, les deux modes accessibles de dissociation sont les suivants□

$$[100] \square \frac{1}{2}[100] + \text{APB} + \frac{1}{2}[100]$$

et

$$[100] \square \frac{1}{6}[310] + \text{SF} + \frac{1}{6}[3\bar{1}0]$$

Là encore, le calcul montre que la première configuration est favorable dans l'orientation vis et la seconde dans l'orientation coin (figure 11).

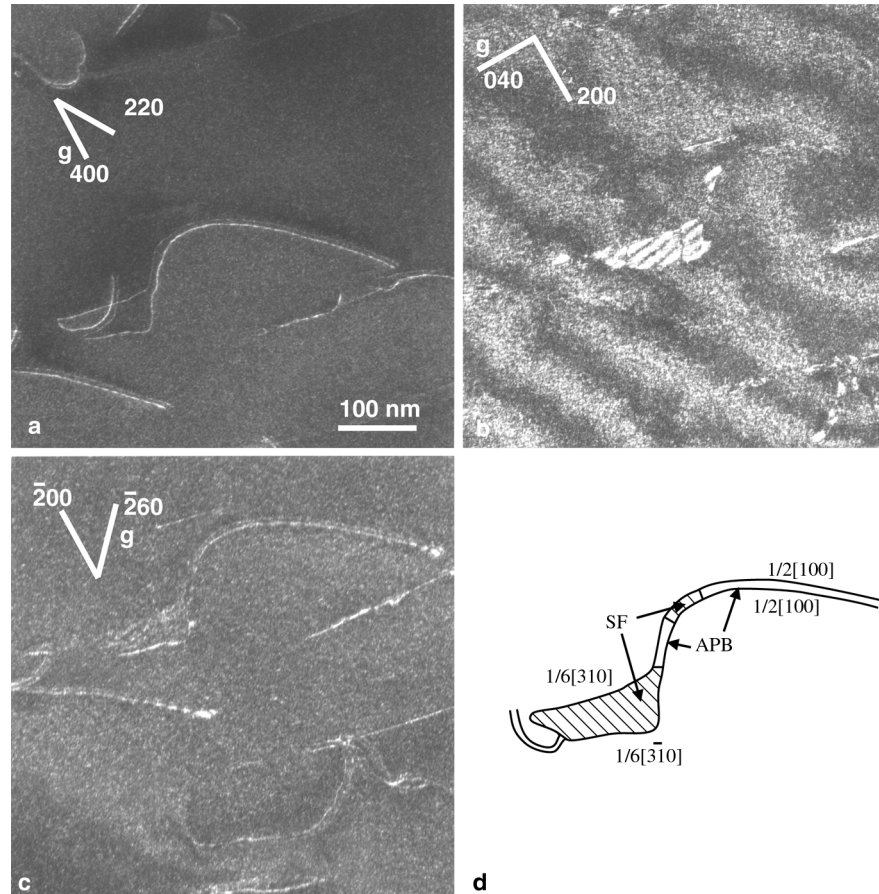


Figure 11 : Changement de mode de dissociation d'une dislocation $[100]$ glissant à 800°C dans le plan de base (001) de l'alliage orthorhombique Ti_2AlNb . a) $\mathbf{N} = [001]$, $\mathbf{g} = 400$: le contraste des franges est absent ; b) $\mathbf{N} = [001]$, $\mathbf{g} = 040$; les franges sont visibles et les partiels $1/2[100]$ sont hors contraste ; c) $\mathbf{N} = [001]$, $\mathbf{g} = 260$; les partiels $1/6[310]$ sont hors contraste ; d) représentation schématique de la configuration.

3.3.3 Dissociation triple

De nombreux cas de dissociation triple (et plus) ont été rapportés dans la littérature. Dans les matériaux cubiques à faces centrées les dislocations multi-dissociées sont souvent invoquées pour rendre compte des propriétés de durcissement des matériaux, par exemple les dislocations de Lomer dans l'aluminium et le cuivre (voir par exemple la revue de Basinski et Basinski, 1979, et aussi [9] et [12]). Du fait de la nature la plus souvent ordonnée des alliages intermétalliques, les vecteurs de Burgers des dislocations activées sont souvent grands, et les dissociations multiples ne sont pas rares dans ces matériaux.

3.3.3.1 Structure $L1_2$: Principe de calcul des configurations d'équilibre

En règle générale, deux dislocations n'interagissent en fabriquant une jonction que lorsque leur interaction est attractive. Pourtant dans l'alliage $\text{Ni}_{55}\text{Fe}_{20}\text{Ge}_{25}$ de structure $L1_2$,

des dislocations de vecteurs de Burgers $\langle 110 \rangle$ répulsives peuvent interagir pour produire des dislocations à vecteur de Burgers $\langle 112 \rangle$ selon, par exemple :

$$[\bar{1}10] + [011] \rightarrow [\bar{1}21]$$

L'application directe du critère de Frank (§ 3.2) prédit que cette réaction est énergétiquement défavorable mais l'expérience montre que des dislocations $\langle 112 \rangle$ sont observées après déformation à température ambiante. Toutefois ces dislocations sont toujours dissociées en trois partielles identiques selon le schéma de dissociation suivant :

$$[\bar{1}21] \rightarrow 1/3[\bar{1}21] + \text{SISF} + 1/3[\bar{1}21] + \text{SESF} + 1/3[\bar{1}21]$$

où SISF et SESF indiquent respectivement une faute d'empilement intrinsèque et une faute d'empilement extrinsèque du réseau ordonné.

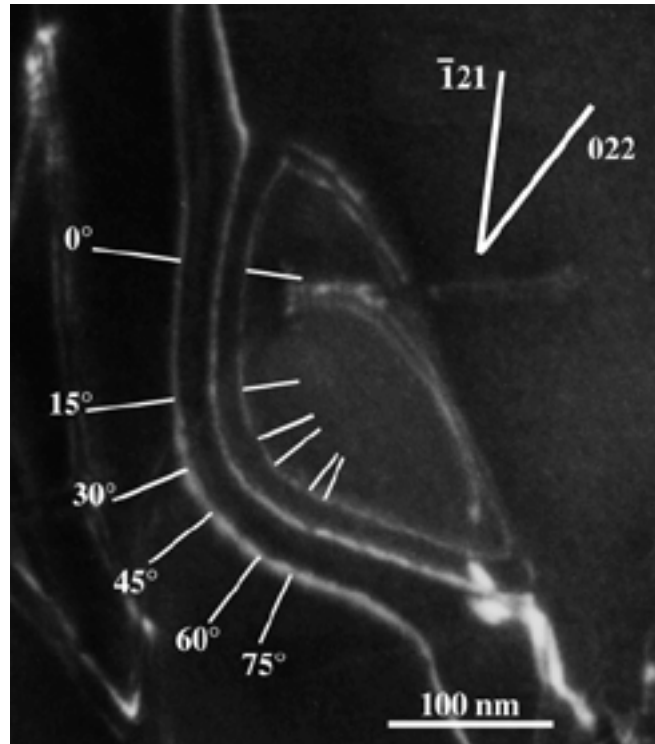


Figure 12 : Exemple de dissociation en trois partielles identiques d'une superdislocation $\langle 112 \rangle$ dans l'alliage $\text{Ni}_{55}\text{Fe}_{20}\text{Ge}_{25}$ ($\mathbf{N} = [11\bar{1}]$, $\mathbf{g} = 0\bar{2}\bar{2}$). Les deux fautes d'empilement sont hors contraste. Les positions des mesures correspondant à différents caractères de dislocation sont indiquées : noter la remarquable constance du rapport des largeurs de fautes, ici égal à 0.82 ± 0.08 [31].

La stabilité énergétique d'une telle configuration se détermine, classiquement, en comparant les énergies des deux configurations :

$$1/3 [\bar{1}21] + \text{SISF} + 1/3 [\bar{1}21] + \text{SESF} + 1/3 [\bar{1}21] \quad \text{C-1}$$

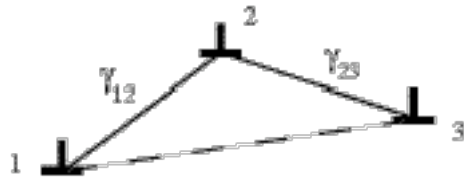
et

$$(1/2 [\bar{1}10] + \text{APB} + 1/2 [\bar{1}10]) + (1/2 [011] + \text{APB} + 1/2 [011]) \quad \text{C-2}$$

la configuration C-2 correspondant aux deux dislocations $\langle 110 \rangle$ dissociées avant l'interaction. En reconsidérant maintenant C-1 et C-2, on s'aperçoit que le critère de Frank ne prédit plus de configuration favorable, et on est donc amené à effectuer un calcul plus rigoureux des énergies mises en jeu.

Pour le calcul, on somme les contributions des énergies de ligne des dislocations partielles, des énergies d'interaction entre dislocations partielles et des énergies de faute d'empilement pour les deux configurations, et on compare l'énergie totale des deux configurations. Il faut tout d'abord déterminer les conditions d'équilibre de la configuration, et en particulier les valeurs des énergies de faute, en écrivant que l'énergie totale d'interaction (la somme des énergies d'interaction et des énergies de faute) est minimum pour les valeurs observées de largeur de faute d'empilement, soit dans le cas général d'une dissociation triple :

$$\begin{aligned} \frac{\partial E_{\text{int}}}{\partial d_{12}} &= 0 \\ \frac{\partial E_{\text{int}}}{\partial d_{23}} &= 0 \end{aligned}$$



avec $E_{\text{int}} = E_{12} + E_{23} + E_{13} + \gamma_{12}d_{12} + \gamma_{23}d_{23}$ (E_{ij} , d_{ij} et γ_{ij} représentent respectivement l'énergie d'interaction, la distance et l'énergie du défaut entre les dislocations i et j). Ce système d'équations n'a pas en général de solution simple à déterminer. Cependant dans le cas où les énergies de faute γ_{ij} sont identiques, on peut définir deux nouvelles variables d et α et utiliser le changement de variables suivant :

$$d_{12} = d(1 - \alpha) \quad \text{et} \quad d_{23} = d(1 + \alpha)$$

puisque dans ce cas le système d'équations équivalent :

$$\begin{aligned} \frac{\partial E_{\text{int}}}{\partial d} &= 0 \\ \frac{\partial E_{\text{int}}}{\partial \alpha} &= 0 \end{aligned}$$

conduit à deux équations où les variables d et α sont séparées [9, 16].

Dans le cas d'une configuration coplanaire de trois dislocations identiques (comme C-1), les conditions ci-dessus se résument étonnamment à :

$$\frac{\gamma_{12}}{\gamma_{23}} = \frac{2 + d_{23}/d_{12}}{2 + d_{12}/d_{23}}$$

quels que soient le vecteur de Burgers des dislocations, leur direction de ligne, la nature des fautes, le matériau, en élasticité isotrope ou anisotrope [31].

Il est en général difficile de déterminer les conditions de stabilité d'une configuration dissociée car il faut alors comparer des configurations dont les énergies sont fonctions des valeurs de rayon de cœur attribuées à chaque dislocation. Cependant, l'observation d'une configuration donnée peut justement nous permettre de déduire des informations sur les valeurs (au moins relatives) des rayons de cœurs des différentes dislocations. Ainsi, l'observation montre que les dislocations $\langle 112 \rangle$ dissociées en trois partielles n'existent que lorsque leur caractère est inférieur à 75° . Ceci ne peut s'expliquer que par un rapport des rayons de cœur des dislocations partielles $1/3\langle 112 \rangle$ et $1/2\langle 110 \rangle$ qui satisfasse à :

$$\frac{r_c(1/3\langle 112 \rangle)}{r_c(1/2\langle 110 \rangle)} \geq 3$$

C'est en effet à cette condition que l'énergie de la configuration C-1 est inférieure à l'énergie de la configuration C-2 pour un caractère inférieur à 75° [31] (figure 13).

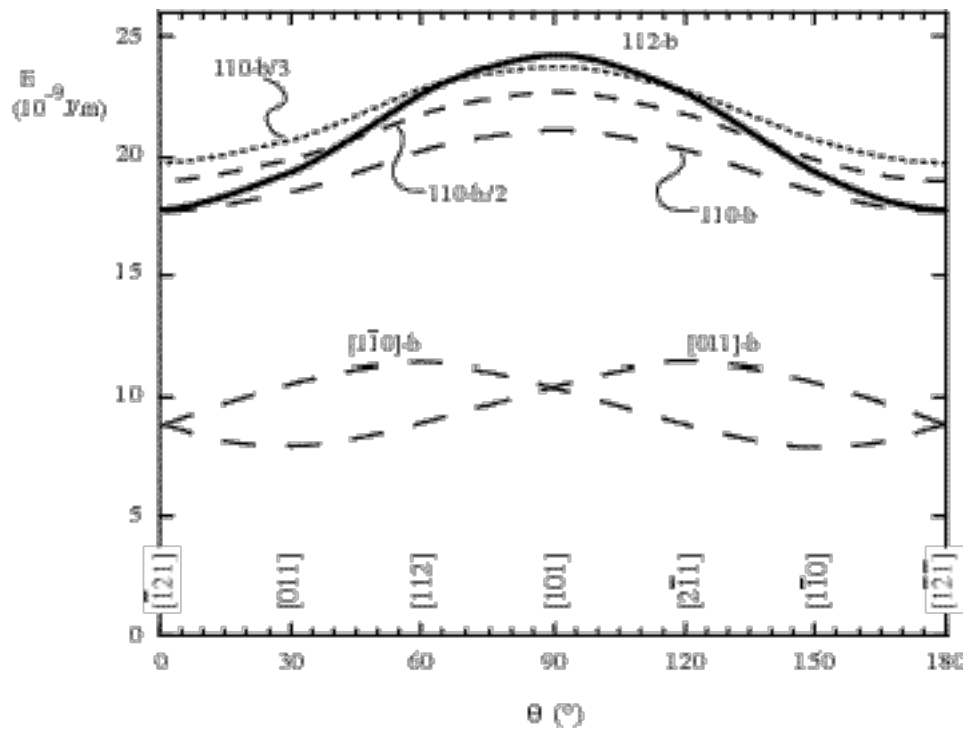


Figure 13 : Energies des deux configurations C.1 et C.2 en fonction de l'orientation de ligne et du rayon de cœur des partielles (calcul en élasticité anisotrope). 112-b est l'énergie de la configuration C-1 avec un rayon de cœur des partielles $1/3\langle 112 \rangle$ choisi égal au module du vecteur de Burgers b ($= a\sqrt{6}/3$; le paramètre de maille est $a=0.359\text{nm}$). 110-b, 110-b/2 et 110-b/3 représentent respectivement l'énergie de la configuration C-2 pour un rayon de cœur des partielles $1/2\langle 110 \rangle$ égal à b , $b/2$ et $b/3$. $[110]-b$ et $[011]-b$ indiquent les énergies des dislocations $\langle 110 \rangle$ dissociées selon le mode I (§ 3.3.2) avant interaction et formation de la superdislocation $\langle 112 \rangle$.

3.3.3.2. Structure orthorhombique O : relation avec une structure géométriquement parente

Relier une structure complexe à une structure plus simple mais géométriquement proche peut être une approche efficace dans la compréhension des propriétés microscopiques d'un matériau.

Dans le cadre de l'effort porté sur le développement d'aluminiums de titane à base de Ti_3Al , on essaie depuis quelques années de mettre au point des alliages riches en éléments réfractaires comme le niobium et proches de la composition Ti_2AlX ($X = Nb, Mo, Ta, \dots$). Parmi les alliages de cette famille, Ti_2AlNb présente une bonne ductilité à température ambiante, associée à une grande résistance mécanique à haute température (jusqu'à environ $750^\circ C$). Une des explications avancées pour la bonne ductilité, peu commune parmi les alliages intermétalliques, s'appuie sur une plasticité accrue de la phase orthorhombique dite "O", une des phases constituantes de ces alliages. Cette phase O est a priori compliquée à étudier car elle a une symétrie assez faible et contient 16 atomes par maille (fig. 5.b). Cependant, la structure orthorhombique O de l'alliage Ti_2AlNb est proche d'une structure hexagonale dont elle ne diffère que par une légère distorsion (figure 14). Les dislocations de plus courts vecteurs de Burgers de la phase O sont donc a priori ceux qui correspondent aux vecteurs de translation les plus courts de la structure hexagonale (soit $1/3\langle 1120 \rangle$) et dont les indices sont dans le repère de la maille orthorhombique $\square[100]$ et $1/2[110]$ (ou $1/2[1\bar{1}0]$), respectivement $\mathbf{a}$ et $\mathbf{a}_1^*$ (ou $\mathbf{a}_2^*$) (figure 14). Ce sont bien les dislocations qui ont ces vecteurs de Burgers qui sont activés lors de la déformation de Ti_2AlNb . De même on retrouve dans Ti_2AlNb les plans de glissement équivalents aux plans de glissement habituellement observés dans la structure hexagonale.

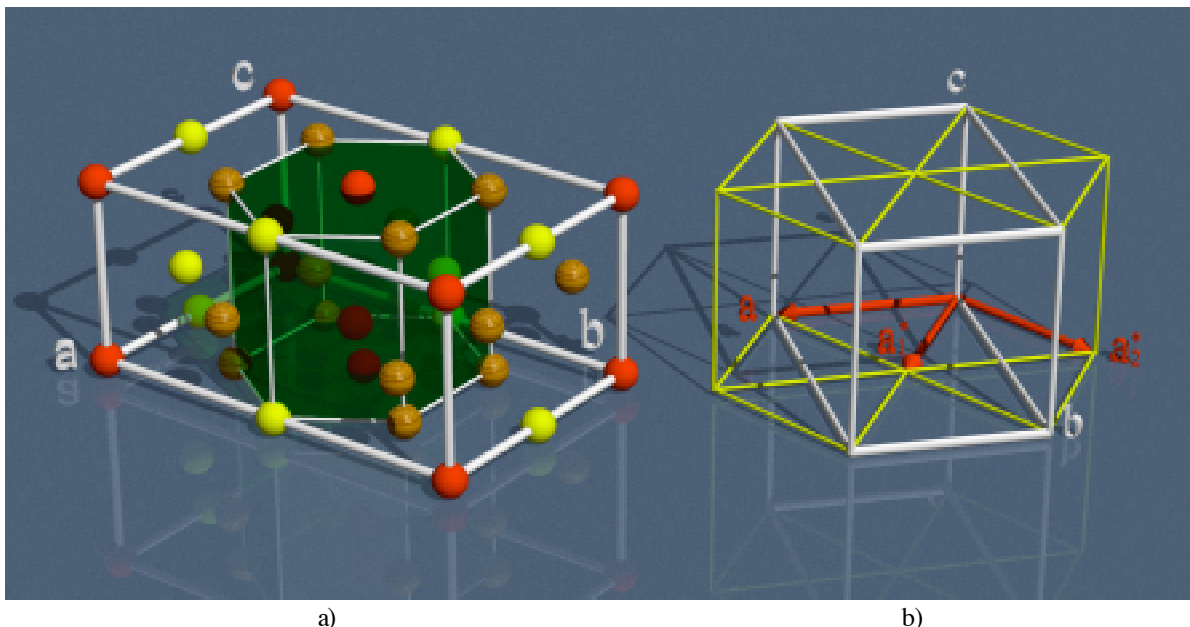
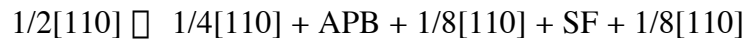


Figure 14 : Correspondance entre les mailles orthorhombique O et hexagonale. a) Structure O : l'empilement des atomes est proche d'un empilement hexagonal compact ; b) relation O/hexagonal : avec les paramètres de la maille orthorhombique $a = 0.60893$ nm, $b = 0.95694$ nm et $c = 0.46666$ nm, l'angle entre les vecteurs $\mathbf{a}$ et $\mathbf{a}_1^*$ n'est pas exactement 60° mais $57,5^\circ$.

Du fait de la structure *ordonnée* de la phase O, les dislocations **a** et **a*** sont le plus souvent dissociées à basse ou moyenne température en deux partielles identiques séparées par une paroi d'antiphase, mais elles adoptent des modes de dissociation plus complexes à partir de 800°C. Lors du glissement dans un plan $(1\bar{1}0)$ à 800°C, les dislocations **a*** $1/2[110]$ se dissocient non plus en deux partielles identiques séparées par une paroi d'antiphase mais en trois partielles (figure 15) selon la réaction :



Lors de cette dissociation, une faute d'empilement de vecteur de faute $1/8[110]$ est fabriquée dans le plan (dit prismatique) $(1\bar{1}0)$. On peut s'étonner de l'existence d'une faute d'empilement dans un plan de type $\{110\}$ de cette structure car il ne devrait pas exister de faute de basse énergie dans les plans prismatiques de la plupart des métaux de structure hexagonale (Legrand, 1984), et (110) est justement très proche cristallographiquement d'un plan prismatique (voir figure 14). Cependant, dans les métaux de transition, comme le titane ou le zirconium, l'énergie de la faute prismatique pourrait prendre une valeur moins élevée que la faute basale et Bacon et Liang (1986) avait ainsi prévu l'existence d'une telle faute dans le plan prismatique.

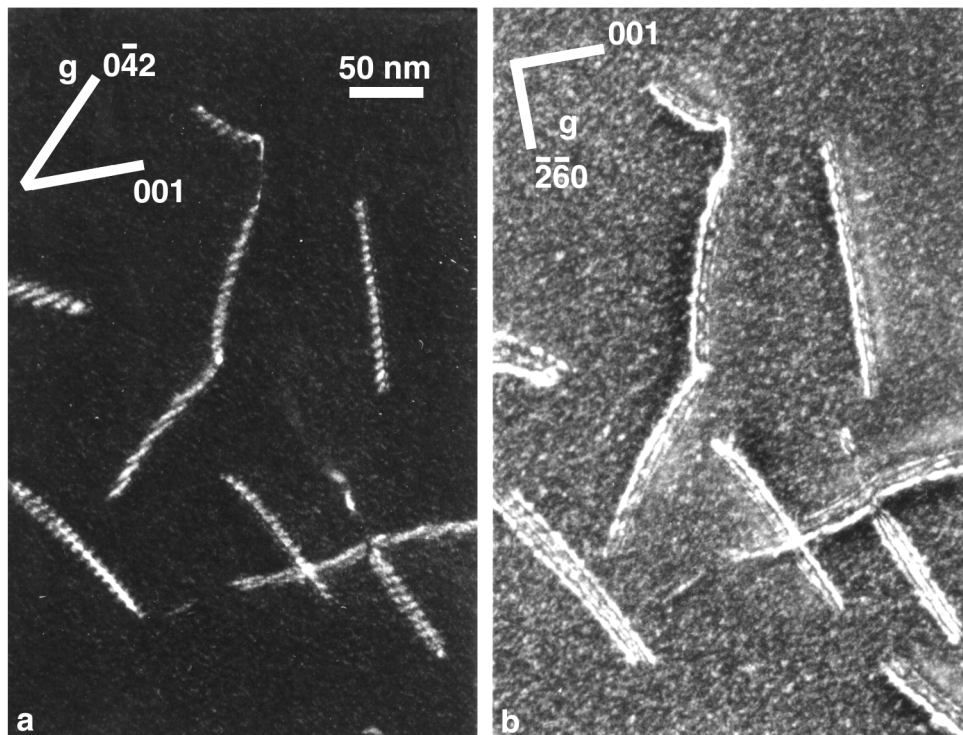


Figure 15 : Microstructure de l'alliage Ti_2AlNb de structure O après déformation à 800°C montrant des dislocations $1/2[110]$ glissant dans le plan $(1\bar{1}0)$. a) $\mathbf{N} = [100]$, $\mathbf{g} = 0\bar{4}2$; b) $\mathbf{N} = [3\bar{1}0]$, $\mathbf{g} = \bar{2}\bar{6}0$. Le triple contraste en b) et le contraste de franges en a) indiquent la présence d'une dissociation triple en accord avec la réaction ci-dessus.

Pour confirmer cette première évidence expérimentale d'une faute d'empilement dans un plan équivalent à un plan prismatique de la structure hexagonale, la meilleure solution

consiste à multiplier les conditions d'observations des dislocations dissociées. Lorsque les configurations de dissociation sont complexes, la détermination des vecteurs de Burgers des dislocations partielles n'est pas forcément évidente. C'est le cas ici. En effet, parmi toutes les ondes disponibles dans la structure O, c'est-à-dire ayant une distance d'extinction non prohibitive (002, 040, 220, $2\bar{2}0$, 400, 260, $2\bar{6}0$, 221, $2\bar{2}1$, 042, $04\bar{2}$ et leurs opposées), seule l'onde 260 (et son opposée) permet de rendre visibles les trois dislocations partielles alors que les deux fautes sont hors contraste (figure 15.a). Une difficulté supplémentaire provient du fait que cette seule onde permettant une observation claire de la dissociation triple n'est pas toujours géométriquement accessible lors de l'observation.

D'autres exemples de dissociation triple ont été observés dans cette même structure. Par exemple, après une forte déformation à haute température, les dislocations [100] (et [010]) de la phase O d'un alliage super- Ti_2 se dissocient en trois partielles séparant deux fautes d'empilement [17] selon (figure 16) :

$$[100] \rightarrow 1/12[310] + \text{SF} + 1/2[100] + \text{SF} + 1/12[3\bar{1}0]$$

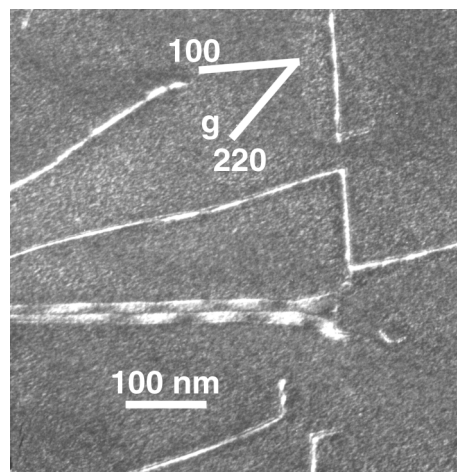


Figure 16 : Exemple d'une dislocation [100] dissociée en trois partielles dans la phase orthorhombique d'un alliage super- Ti_2 conduisant à la formation de deux fautes d'empilement non identiques séparées par une partielle $1/2[100]$.

3.4 Influence d'une variation de la composition

Les propriétés microscopiques des alliages intermétalliques sont très fortement influencées par leur écart à la stœchiométrie, et ajouter un élément d'alliage constitue une voie possible pour l'obtention d'une ductilité significative de cette catégorie d'alliages. La variation de composition intervient par exemple en modifiant la structure cristallographique de l'alliage en une structure plus symétrique (voir §3.3.1), en modifiant la structure de cœur des dislocations, en particulier du fait d'une possible variation importante de l'énergie de paroi d'antiphase (Dimiduk, Rao, Parthasarathy et Woodward, 1992, Veyssière, 1992) (§ 3.4.1), ou bien encore en modifiant l'ordre à courte distance dans l'alliage et créant ainsi les conditions d'un épinglage fort des dislocations (§ 3.4.2).

3.4.1 Variation globale de la composition

Dans l'alliage binaire Ni_3Al , l'énergie de paroi d'antiphase dépend très fortement de la composition, tout particulièrement à haute température : dans le plan de glissement cubique $\{001\}$, cette énergie passe de 105 mJ/m^2 pour un alliage riche en aluminium (25.9 % at.) à seulement 25 mJ/m^2 pour un alliage riche en nickel (75.6 % at.) [14].

Cette variation, qui a de profondes implications quant aux configurations adoptées par les dislocations, est attribuée à une ségrégation préférentielle des atomes de nickel sur et au voisinage de la paroi d'antiphase, ségrégation accentuée par la diffusion thermiquement activée des atomes de nickel. On peut observer cette ségrégation de manière indirecte puisqu'elle est à l'origine d'une légère modification de la structure cristalline au voisinage immédiat de la paroi d'antiphase qui résulte en une modification apparente du vecteur de faute associé à la paroi d'antiphase : le vecteur de faute n'est plus $1/2\langle 110 \rangle$ mais $1/2\langle 110 \rangle + \square$ et des franges apparaissent dans des conditions où la faute devrait être invisible (figure 17).

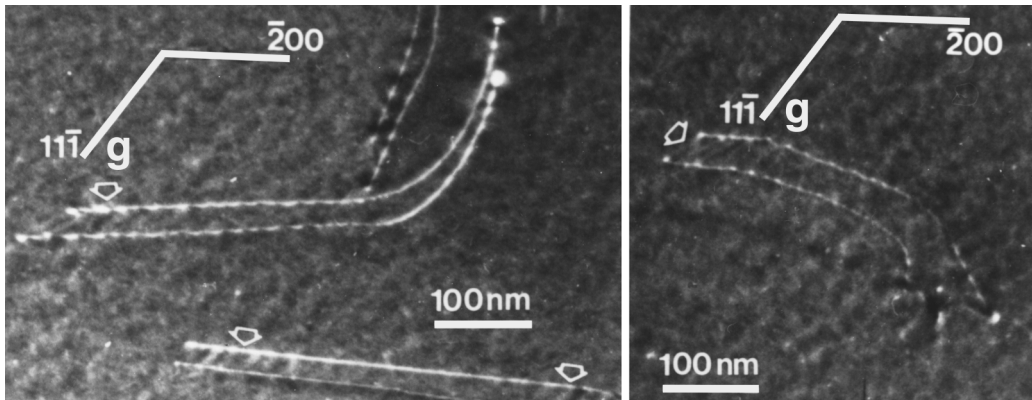


Figure 17 : Exemples d'APB donnant lieu à un contraste résiduel (flèches) lié à une ségrégation accentuée d'atomes de nickel sur le défaut (Ni_3Al enrichi en nickel (75.6%) déformé à 800°C). $\mathbf{N} = [011]$, $\mathbf{g} = [11\bar{1}]$, vecteur de faute des parois d'antiphase $\mathbf{R} = \square/2[110]$; le produit $\mathbf{g} \cdot \mathbf{R} = 1$ est entier et les parois d'antiphase devraient être hors contraste.

Il n'est toutefois pas certain que ces effets particulièrement visibles sur les énergies d'APB soient les seuls responsables des changements des propriétés mécaniques qui y sont associés. Il semble tout aussi vraisemblable que les changements qui interviennent puissent prendre leur origine en partie dans un étalement du cœur des superpartielles $1/2\langle 110 \rangle$. Ces partielles peuvent en effet se redissocier en deux partielles $1/6\langle 112 \rangle$ séparées par une faute d'empilement complexe (CSF) selon, par exemple dans le plan (111) :

$$\begin{aligned} [\bar{1}01] &\square 1/2[\bar{1}01] + \text{APB} + 1/2[\bar{1}01] \\ &\square 1/6[\bar{2}11] + \text{CSF} + 1/6[\bar{1}\bar{1}2] + \text{APB} + 1/6[\bar{2}11] + 1/6[\bar{1}\bar{1}2] \end{aligned}$$

C'est l'énergie de cette faute d'empilement complexe qui serait sensible à une modification de la composition. Une telle modification est difficilement identifiable directement, même par

microscopie à haute résolution, mais peut être mise en évidence indirectement, par exemple par l'apparition d'une nouvelle segmentation d'une boucle de dislocation. Dans l'alliage binaire Ni_3Al déformé à 800°C , la segmentation dans la direction coin devient de plus en plus importante lorsque la proportion d'aluminium augmente [14]. Macroscopiquement, ce comportement coïncide avec l'augmentation de la contrainte d'écoulement à 0,2% sur tout le domaine de température, contrainte environ deux fois plus forte à 650°C pour un alliage riche en aluminium que pour un alliage riche en nickel.

3.4.2 Variation locale de la composition : effet tweed

Des effets de variation *locale* de la composition et/ou de l'ordre ont des implications très fortes sur les microstructures adoptées par les dislocations, induisant des modifications des propriétés macroscopiques. De tels effets ont été mis en évidence par MET dans la phase B2 de Ti_2AlNb . Ils se traduisent par une modulation du contraste du fond continu dit "tweed" de l'alliage et un fort épinglage des dislocations (figure 18).

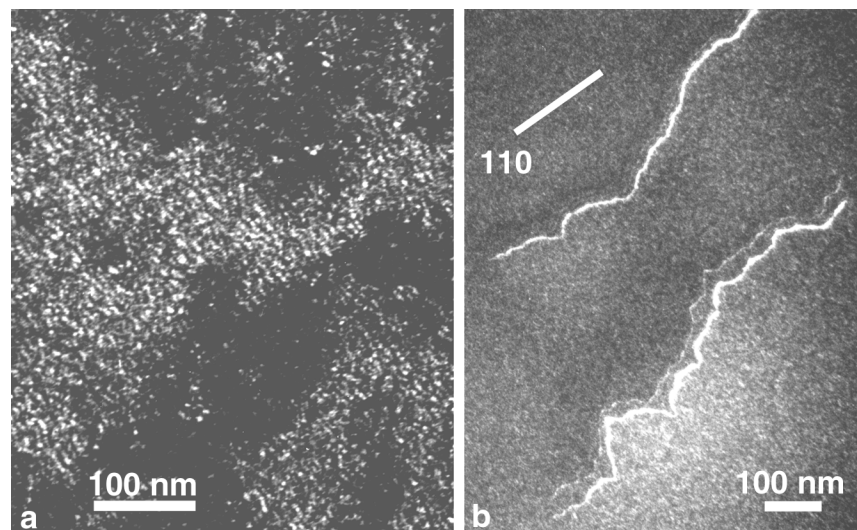


Figure 18 : a) Contraste de "tweed" du fond continu dans l'alliage Ti_2AlNb de structure B2 ; b) dislocations $[\bar{1}11]$ dissociées dans le plan $(1\bar{1}2)$ épinglées par la précipitation fine de la phase $\square$ à l'origine de l'aspect tweed (déformation à température ambiante, $\mathbf{N} = [\bar{1}1\bar{2}]$, $\mathbf{g} = \bar{2}22$) .

Il s'agit en fait de la précipitation très fine d'une phase métastable $\square$ de symétrie hexagonale et provenant de l'effondrement des plans (111) de la structure cubique. Les conséquences sur les propriétés mécaniques sont immédiates : la déformation est très localisée dans quelques bandes de glissement et des instabilités de Portevin-LeChatelier apparaissent sur les courbes de déformation à vitesse imposée, dans des gammes de vitesse et de température bien définies, instabilités qui présentent une sensibilité à la vitesse de déformation négative, signature d'un effet PLC [22] (figure 19).

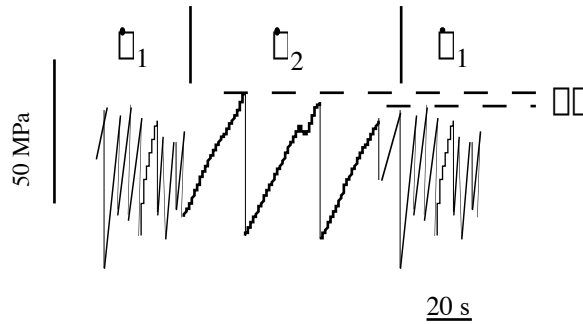


figure 19 : Influence d'un saut de vitesse sur les instabilités plastiques de l'alliage B2 ($\dot{\epsilon} = 2.10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et $\dot{\epsilon} = 2.10^{-5} \text{ s}^{-1}$). Le saut de vitesse vers le bas conduit à une augmentation du niveau de contrainte σ , ce qui indique que la sensibilité à la vitesse de déformation est négative.

3.5 Dislocations dans les alliages bi- ou multiphasés

Nos matériaux sont souvent biphasés ou multiphasés et outre les propriétés intrinsèques des dislocations dans chaque grain, les conditions de la transmission de la déformation d'un grain à un autre de structure différente peuvent jouer un rôle important lors de la déformation, le plus souvent en augmentant le durcissement apparent du matériau suivant la loi de Hall-Petch.

La transmission de la déformation par l'intermédiaire de la traversée des joints de grains par les dislocations peut néanmoins être observée, sous réserve que le processus ne soit pas énergétiquement prohibitif.

3.5.1 Influence des joints de grains

Parmi les trois cas les plus généraux de relation d'orientation entre deux grains accolés, un seul ne conduit pas à une accumulation de contrainte au voisinage de l'interface (figure 20.a), lorsqu'il y a une parfaite correspondance à la fois entre les plans de glissement des dislocations des deux cotés de l'interface et entre les vecteurs de Burgers avant ($\mathbf{b}_1$) et après ($\mathbf{b}_2$) l'interface. Ce type de relation d'orientation peut jouer le rôle de filtre de dislocations, ne laissant passer que les dislocations dont la direction du vecteur de Burgers est commune aux deux grains, comme par exemple dans le cas des alliages de titane biphasés α/β (Ambard, Guétaz, Louchet et Guichard, 2000) où le mode de déformation dépend de la morphologie des grains α et β . C'est aussi le cas pour les alliages dits lamellaires à base de TiAl.

Quand l'écart entre vecteurs de Burgers et plans de glissement n'est pas trop grand, les dislocations peuvent toujours traverser, mais en laissant à l'interface une dislocation résiduelle de vecteur de Burgers $\mathbf{b}_1 - \mathbf{b}_2$ (figure 20.b).

Enfin, dans les autres cas, les dislocations s'empilent à l'interface, construisant une forte concentration de contraintes (figure 20.c). Cette accumulation de contraintes peut conduire à la nucléation de dislocations différentes de l'autre côté de l'interface, mais aussi de dislocations opposées repartant en sens inverse, ou encore bien évidemment à la ruine du matériau par formation de fissures.

On peut aussi noter qu'il a été montré récemment qu'en tête d'un empilement, outre des propriétés de contraste différentes, les dislocations dissociées peuvent modifier leur configuration d'équilibre, allant jusqu'à diminuer de 50% leur largeur à l'équilibre et donc augmentant d'autant leur énergie du fait de la concentration de contraintes [35].

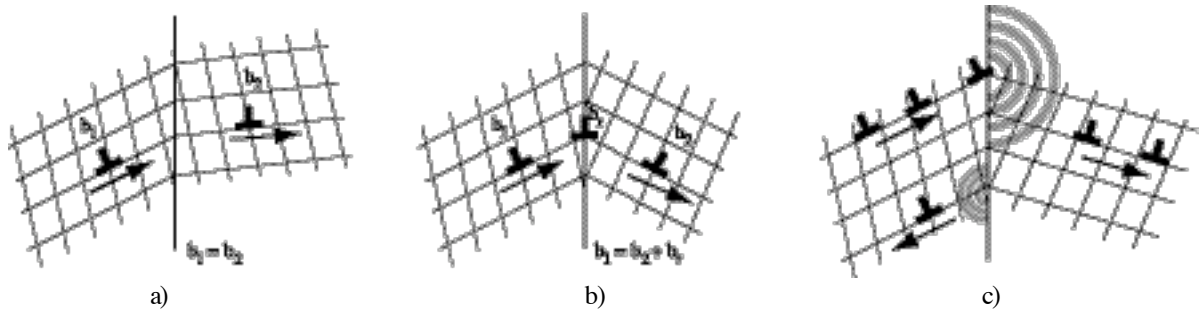


Figure 20 : Les différents schémas de transmission de dislocations au travers d'une interface. (a) Transmission directe résultant d'une parfaite correspondance des vecteurs de Burgers avant et après l'interface ; (b) transmission avec création d'une dislocation résiduelle à l'interface ; (c) les dislocations ne peuvent pas traverser facilement l'interface et de nouvelles dislocations sont créées au delà de l'interface du fait de la concentration de contraintes. Notez que les contraintes qui s'accumulent peuvent aussi être relaxées par la nucléation de dislocations opposées aux dislocations incidentes et du même côté de l'interface.

3.5.2 Exemple de l'alliage biphasé Ti_2AlNb

L'alliage Ti_2AlNb (Ti-26Al-21Nb % at.) peut adopter simultanément deux structures cristallographiques (figure 21) et les alliages dont la ductilité n'est pas négligeable à température ambiante sont en fait composés de ces deux phases, cubique centrée ordonnée B2 (fig5.a) et orthorhombique O (fig. 5.b).

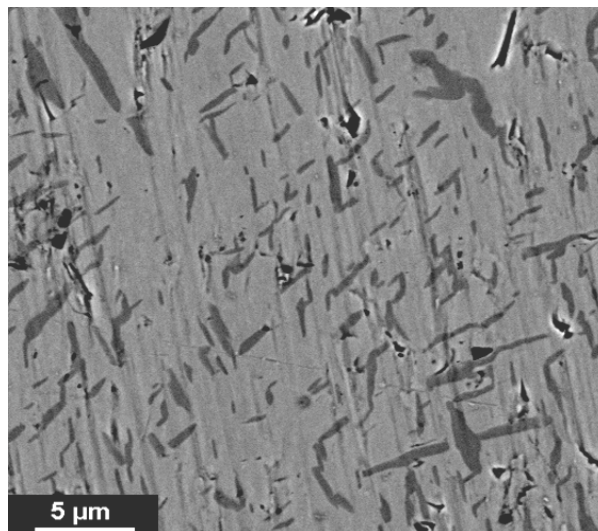


Figure 21 : Image par microscopie électronique en balayage en mode rétrodiffusé de l'alliage biphasé Ti-26Al-21Nb biphasé B2/O. Ici, la phase O est la plus foncée des deux.

Le comportement des dislocations dans les grains de phase B2 est similaire à celui observé dans l'alliage monphasé : les dislocations dissociées $\langle 111 \rangle$ glissent dans les plans $\{110\}$ ou

$\{112\}$. Là aussi, l'observation atteste de l'apparition de la structure de tweed (§3.4.2) qui rend la déformation très inhomogène et conduit à l'apparition d'instabilités de déformation.

Dans les grains de phase O, le mouvement des dislocations s'effectue dans les plans équivalents aux plans prismatiques de la structure hexagonale ordonnée parente DO_{19} (figure 14), de façon similaire au comportement observé dans l'alliage monophasé O.

La transmission de la déformation d'un grain à un autre de phase différente est alors évidemment liée à la relation d'orientation entre les deux grains voisins. Dans l'alliage biphasé B2/O, deux cas sont observés, suivant que les deux grains adjacents partagent ou non un certain nombre d'éléments de symétrie.

3.5.2.1 Traversée facile

Dans le cas le plus fréquent dans l'alliage biphasé B2+O, il existe une relation d'orientation particulière entre grains O et grains B2, représentée sur la figure 22 :

$$\begin{aligned} [100]_O & // [001]_{B2} \\ [010]_O & // [1\bar{1}0]_{B2} \\ [001]_O & // [110]_{B2} \end{aligned}$$

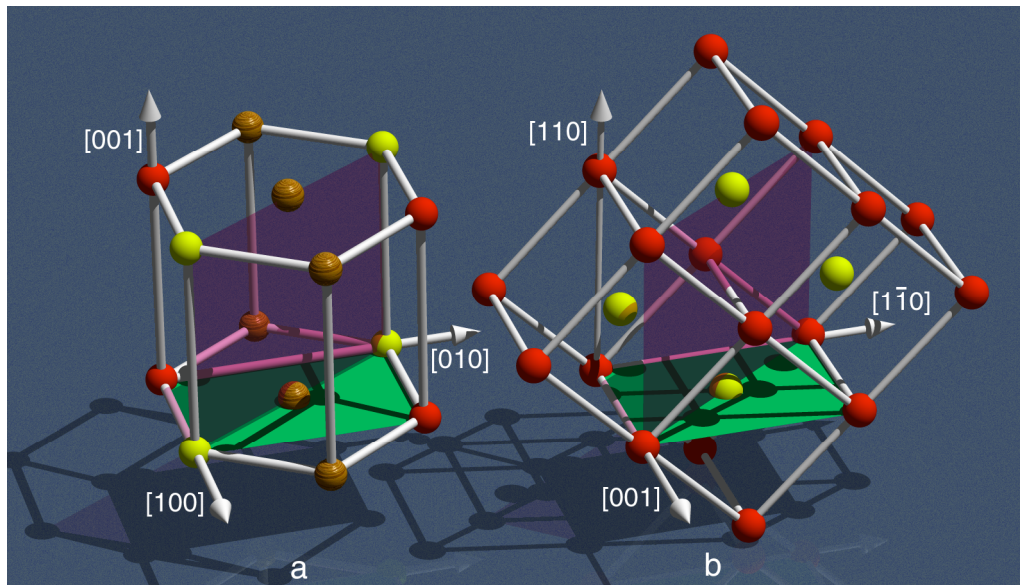


Figure 22 : Correspondance entre les phases O et B2. a) Seulement 1/4 de la maille orthorhombique O et les atomes appartenant à un plan (001) ont été dessinés (voir figure 5.b) ; b) arrangement de mailles B2. Les plans $(001)_O$ et $(110)_O$ de la phase O correspondant respectivement aux plans $(110)_{B2}$ et $(1\bar{1}2)_{B2}$ de la structure B2 ont été indiqués.

Lorsque cette relation d'orientation est respectée, la transmission de la déformation au travers des joints de grains entre phase O et phase B2 n'est pas difficile. En effet, dans ce cas, d'une part on a conservation des plans de glissement puisque le plan $(110)_O$ est parallèle au plan $(1\bar{1}2)_{B2}$, et d'autre part les vecteurs de Burgers des dislocations peuvent au passage d'une phase à l'autre se transformer avec seulement une distorsion très faible, selon (figure 23) □

$$\begin{aligned} 1/2[110]_O & \square [1\bar{1}1]_{B2} \\ 1/2[1\bar{1}0]_O & \square [\bar{1}11]_{B2} \end{aligned}$$

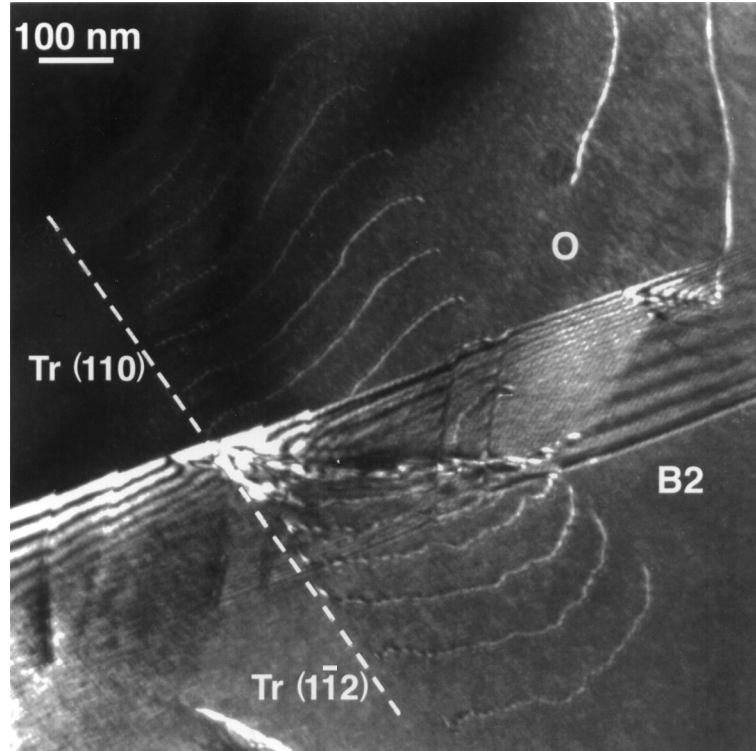


Figure 23 : Transmission de la déformation d'un grain O vers un grain B2 lors d'une déformation à température ambiante. Les dislocations dissociées $1/2[1\bar{1}0]$ glissant dans le plan (110) de la phase O se transforment en dislocations dissociées $[\bar{1}11]$ glissant dans le plan $(1\bar{1}2)$ de la structure B2. On peut noter l'aspect perturbé des dislocations dans la phase B2, dû à la microstructure de tweed bien visible dans la partie inférieure gauche de l'image.

La transmission de la déformation laisse en fait un résidu à l'interface, égal à la différence entre les deux vecteurs de Burgers $1/2[110]_O$ et $[1\bar{1}1]_{B2}$. Plus précisément, ce résidu vaut :

$$[1\bar{1}1]_{B2} - 1/2[110]_O = -0.0573 [1\bar{1}1]_{B2} + 0.0088 [001]_{B2}$$

dont le module est inférieur au $1/10^{\text{ième}}$ d'angströms.

3.5.2.2 Traversée difficile

Le cas précédent est de loin le plus fréquent dans cet alliage, mais on peut trouver des grains de phase O moins bien orientés dans la matrice B2 (figure 24). Dans ce cas, proche du cas de la figure 20.c, les plans de glissement dans les deux grains ne sont plus parfaitement parallèles. Les dislocations provenant de la phase O pénètrent difficilement dans la phase B2, en construisant à l'interface une accumulation de contrainte qui conduit à l'augmentation locale de la distorsion du cristal. Cette distorsion peut être directement mise en évidence par l'observation d'une modification des propriétés de diffraction du cristal au voisinage de l'interface, comme par exemple le contraste brillant qu'on observe sur le haut de la figure 24.

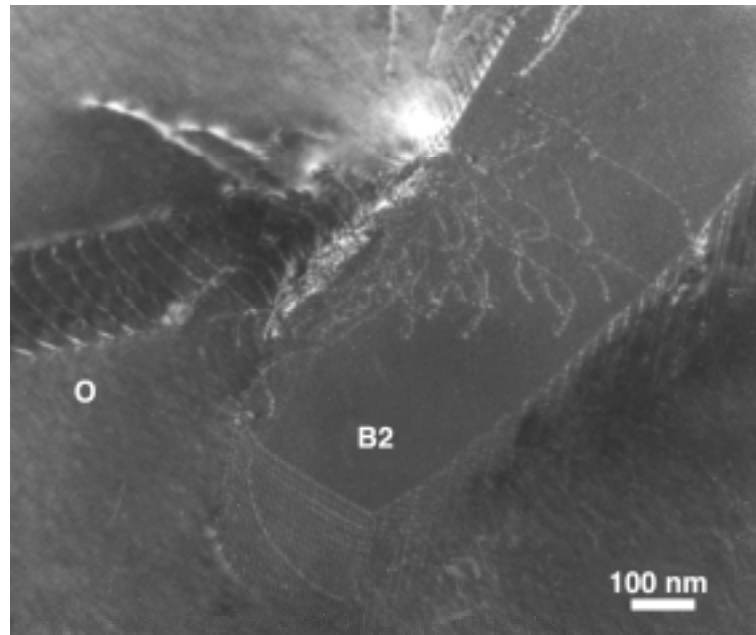


Figure 24 : Transmission de la déformation d'un grain O vers un grain B2 dans le cas où la relation d'orientation n'est pas favorable. Ce cas de mauvaise orientation est beaucoup moins fréquent que celui présenté sur la figure 22.

3.5.2.3 Conséquence sur les propriétés macroscopiques du matériau biphasé

Finalement on s'attend donc dans l'alliage biphasé à ce que les joints de grains ne jouent pas un rôle de barrière forte lors de la déformation et ne soient donc pas l'élément le plus fragilisant du matériau. La ductilité de l'alliage biphasé n'est alors pas en fait limitée par l'existence des joints entre grains de phase O et de phase B2, mais par la fragilité intrinsèque de la phase B2 comme en atteste la figure 25. La ductilité de l'alliage monophasé B2 diminue rapidement avec la température, et devient quasi-nulle dès 200°C. Cette fragilité est directement attribuée à l'apparition d'un ordre à courte distance (l'effet tweed) qui conduit à une déformation très localisée. On aurait pu espérer que la précipitation de la phase $\square$ à l'origine de l'effet tweed puisse être inhibée par l'existence de grains de structure différente au voisinage des grains B2 (induisant une variation globale de la composition des grains B2) : il n'en est rien. C'est bien ici la phase O de moindre symétrie qui est moins fragile que la phase B2 de plus haute symétrie (cf. 3.1).

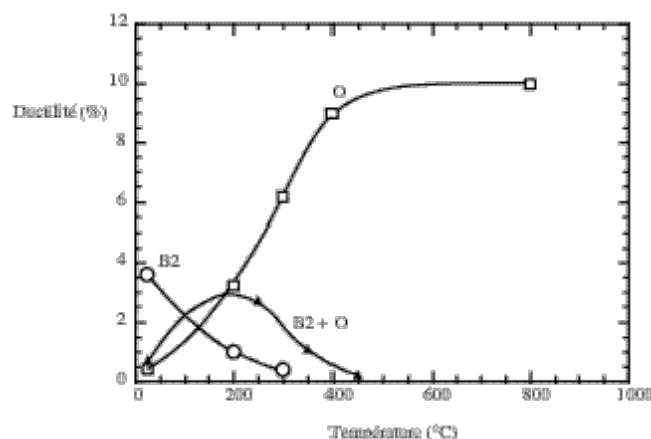


Figure 25 : Ductilité des phases O, B2 et du matériau biphasé B2+O de composition Ti_2AlNb (tests de traction).

Conclusion

Dans de nombreux matériaux métalliques et sans doute davantage encore dans les alliages ordonnés, les propriétés mécaniques sont fortement dépendantes de la structure de cœur et des propriétés intrinsèques des dislocations. Comme on l'a vu, la structure fine de ces dislocations peut être étudiée par des techniques diverses mais classiques d'observations ou d'analyse. Le gros avantage de ces techniques, c'est que leur mise en œuvre n'est pas très difficile et que les informations qui en résultent sont suffisamment précises. On pourrait évidemment tirer des bénéfices à utiliser des méthodes plus sophistiquées à l'échelle atomique (microscopie à haute résolution et simulations atomiques), encore faudrait-il que les potentiels interatomiques adéquats indispensables soient disponibles, ce qui, il faut bien l'avouer, est rarement le cas. Finalement, le processus classique, observation à échelle moyenne, détermination des caractéristiques physiques des dislocations, modélisation de leur comportement et extrapolation aux propriétés macroscopiques apparaît encore maintenant comme le plus approprié.

Devant le nombre très important d'alliages disponibles, pas seulement binaires mais aussi ternaires ou plus, la voie de l'étude systématique de chaque alliage apparaît trop fastidieuse et la direction la plus simple semble être celle d'une comparaison des propriétés des dislocations en fonction de la structure cristalline du matériau. Par exemple, la structure $L1_2$ présente une grande quantité de configurations de dislocations et il est peu probable que toutes les configurations soient recensées. Néanmoins certains des matériaux $L1_2$ présentent une anomalie de la contrainte d'écoulement avec la température dont l'origine, commune à ces matériaux, apparaît maintenant identifiée.

Il est cependant important de noter que les connaissances acquises sur une structure donnée ne présument pas toujours de leur transposition facile à une autre structure, même parente. C'est le cas, par exemple, pour la structure $L1_0$, proche de $L1_2$, dont certains membres présentent aussi une anomalie de contrainte d'écoulement et pour laquelle on ne peut pas appliquer directement les résultats de la structure $L1_2$. Il s'agit donc dans chaque type de structure de sélectionner quelques matériaux modèles sur lesquels l'effort de recherche sera effectué.

Parmi les alliages intermétalliques "à succès", les alliages à base de nickel et plus encore ceux à base de titane sont en passe de devenir des matériaux communément utilisés dans les applications où les conditions de température et de contrainte sont critiques. Ainsi dans les zones chaudes des turbines à gaz, civiles ou militaires, on utilise des superalliages à base de nickel dont la phase durcissante est constituée de Ni_3Al ; dans les étages de compression à l'entrée de la chambre de combustion, on cherche à remplacer les alliages de titane α/β par des alliages ternaires Ti-Al-Nb, et les aciers martensitiques du module de compression des moteurs par TiAl.

Cependant, du point de vue fondamental, bien des propriétés microscopiques et macroscopiques demeurent inexpliquées. C'est en particulier le cas des problèmes liés à la transmission de la déformation au travers des interfaces, comme dans le cas de TiAl lamellaire, et de façon générale dans tous les matériaux polyphasés ou plus simplement polycristallins, particulièrement du fait de l'émergence de nouvelles gammes d'alliages obtenus, par exemple, par métallurgie des poudres.

Bien des alliages ont des potentialités importantes comme matériau de structure, mais on se tourne aussi peu à peu vers une utilisation de ces matériaux comme *élément* de matériau de structure. Les matériaux métalliques non renforcés ont en effet atteint pour nombre d'entre eux leurs limites de performances et les efforts de recherche s'orientent vers des matériaux composites. On cherche en particulier à mettre au point des matériaux composites à matrice *intermétallique*, et ce malgré la forte réactivité chimique qu'ils peuvent présenter avec les fibres de renfort [30, 38], pour tirer profit entre autres du gain de masse important apporté par l'emploi de composites à fibres longues. Du point de vue fondamental, si l'étude fine des propriétés des dislocations reste primordiale, les études portant sur le durcissement structural sont souvent focalisées sur l'identification des inclusions durcissantes et leur morphologie dans la matrice. Or si les détails de la structure de ces inclusions, qu'elles soient précipités et/ou fibres courtes ou longues, sont d'importance pour appréhender le mode d'interaction des dislocations avec les inclusions (contournement, cisaillement), il est clair que le champ de déformation local de la matrice provoqué par l'inclusion est aussi un élément primordial de l'interaction dislocation/inclusion. Cet aspect est d'ailleurs d'autant plus important que l'on s'intéresse à des précipitations denses à l'échelle nanométrique ou à des inclusions moins fines mais générant des champs de déformation de plus longue portée. Ce point a fait l'objet du projet du programme Matériaux "Champ de contrainte local et durcissement structural : de la déformation observée à l'échelle atomique au comportement mécanique macroscopique" que j'ai coordonné (voir [33]). Au terme de la durée du programme Matériaux, nous sommes parvenus à extraire d'images en haute résolution de la matrice, les informations nécessaires pour obtenir une mesure des champs de contraintes autour de précipités dans des alliages d'aluminium de la série 6000, en utilisant la méthode des images de phase développée par Hÿtch, Snoek et Kilaas, (Ultramicroscopy 74 (1998) 131-146). La relation champ de contrainte - comportement des dislocations a été abordée par la mise au point d'une simulation du mouvement des dislocations au voisinage des inclusions, et donc en relation avec les champs de contraintes déterminés expérimentalement. Cette simulation a montré qu'on pouvait prédire un comportement difficile à mettre en évidence directement : dans le cas d'un alliage d'aluminium Al-Mg-Si au pic de durcissement, la simulation prédit l'activation du processus de franchissement des obstacles par mécanisme d'Orowan, ce que confirme des observations fines de microscopie.

L'association mesure locale de la contrainte/simulation du comportement mécanique microscopique peut être étendue à d'autres matériaux durcis par des précipités plus gros comme dans le cas des superalliages γ/γ' , ou encore à des matériaux composites à matrice intermétallique. Dans ce type de matériaux, on se doit de connaître finement les propriétés intrinsèques de la matrice, avant d'aborder la question de l'influence de la présence des inclusions durcissantes. Parmi les sujets immédiatement étudiables, on peut citer :

- de composites à matrice orthorhombique Ti_2AlNb renforcés par des fibres de SiC (l'alliage Ti_2AlNb peut d'ailleurs aussi servir de revêtement pour la protection contre la corrosion)
- de composites à matrice superalliage à base de nickel, mieux adaptés à une utilisation à haute température

- ou encore de composites renforcés par l'addition de nanotubes de carbone qui allient des coefficients de dilatation longitudinal et tangentiel très faibles à une rigidité exceptionnelle. Par ailleurs, du fait de leur structure en nappe cylindriques, les nanotubes de carbone devrait présenter une réactivité très faible avec la matrice, réduisant les risques de fabrication de composites fragiles à l'interface.

Ce problème de la réactivité inclusion/matrice est important car très souvent les propriétés mécaniques finales du matériau composite sont étroitement liées à cette réactivité, et donc au procédé de fabrication (phase liquide ou phase solide) qui gouverne de façon sensible les contraintes résiduelles présentes dans le matériau et la chimie des zones interfaciales matrice-renfort. Les procédés d'élaboration peuvent aussi être optimisés par une connaissance plus fine des propriétés mécaniques locales au voisinage des interfaces, et donc une compréhension fine des propriétés des dislocations dans le voisinage proche des interfaces.

Ainsi, l'étude du composite C/Cu/Al, a permis la mise en évidence d'une zone interfaciale de structure Al_2Cu fragile. Cependant, l'observation par microscopie électronique laisse augurer de la possibilité d'accommoder les contraintes résiduelles dans les zones interfaciales (contraintes résultant de la différence de coefficient de dilatation thermique lors de l'élaboration des composites) par nucléation de dislocations dite "de haute température". Une telle accommodation résulte d'une croissance de la matrice, parallèlement aux fibres, privilégiée dans une direction de la matrice, en fait celle qui autorise une nucléation plus facile des dislocations. Ce mécanisme de "croissance induite par l'accommodation des contraintes" a aussi été mis en évidence dans le composite $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{NiAl}$, et pourrait être à l'origine d'une plus grande facilité d'élaboration de composites à matrice intermétallique.

Références

- Ambard, A., Guétaz, L., Louchet, F. et Guichard, D., *Material Science and Engineering A* (2001), à paraître.
- Bacon, D.J. et Liang, M.H., 1986, *Phil. Mag. A*, **53**, 163.
- Baluc, N., Schaüblin, R. et Hemker, K.J., *Phil. Mag. Lett.*, **62**, 327
- Basinski, S.J. et Basinski, Z.S., 1979, *Dislocations in Solids*, **4**, North Holland, Amsterdam, p.261.
- Crawford, R.C. et Ray, I.L.F., 1970, *Proc. Intl. Symp. of Electron Microscopy*, Grenoble, p.277.
- Dimiduk, D.M. Rao, S., Parthasarathy T.A. et Woodward, C. 1992, *Ordered Intermetallic-Physical metallurgy and mechanical behavior* (NATO ASI Series), eds. Liu, Cahn et Sauthof). Kluwer Academic, Dordrech, p.237.
- Edington, J.W., 1975, *Practical Electron microscopy in Materials Science*, Van Reinhold Company.
- François, A., 1992, thèse de l'Université de Paris VI, France.
- Hazzledine, P.M., Karnthaler, H.P. et Korner, A., 1984, *Phys. Stat. Sol. (a)*, **81**, 473.
- Hazzledine, P.M., Karnthaler, H.P. et Winter E., 1975, *Phil. Mag.*, **32**, 81
- Hazzledine, P.M., Yoo, M.H. et Sun, Y.Q., 1989, *Acta Metall.*, **37**, 3235
- Inui, H., Luzzi, D.E., Porter, W.P. Pope, D.P., Vitek V. et Yamagushi, M., 1992, *Phil. Mag. A*, **A65**, 245.
- George, A., Escavarage, C., Schroter, W. et Champier, G., 1973, *Cryst. Latt. Def.*, **4**, 29.
- Kear, B.H. et Wilsdorf, H.G.F., 1962, *Trans. Metall.*, **1**, 2477.
- Legrand B., 1984, *Phil. Mag. B*, **49**, 171.
- Morris, D.G. et Lerf, 1991, *Phil. Mag.*, **A63**, 1195.
- Pasianot, R., Farkas, D. et Savino, E.J., 1991, *J. Phys. IV*, **6**, 997.
- Shechtman, D. et Jacobson, L.A., 1975, *Metall. Trans.*, **A6**, 1325.
- Steeds, J.W., 1973, *Introduction to Anisotropic Elasticity Theory of Dislocations*, eds. Bawn, Frohlich, Hirsch et Mott, Clarendon, Oxford.
- Sun, Y.Q., 1990, thèse de l'université d'Oxford, Grande-bretagne
- Veyssièrre, P. 1992, *Ordered Intermetallic-Physical metallurgy and mechanical behavior* (NATO ASI Series), eds. Liu, Cahn et Sauthof). Kluwer Academic, Dordrech, p.165.
- Veyssièrre, P. et Morris, D., 1993, *Phil. Mag. Lett.*, **67**, 491
- Veyssièrre, P. et Saada, G. 1996, *Dislocations in Solids*, vol. **53**.
- Wheeler, R., Vasudevan, R., et Fraser, H.L., 1990, *Phil. Mag. Lett.*, **62**, 143

Annexe 1

Etude par déformation in-situ à température ambiante des modes de déformation de la phase orthorhombique d'un alliage Ti_2AlNb

**Deformation modes in the Orthorhombic Phase of a Ti_2AlNb Alloy:
an In Situ Study at Room Temperature.**

F. Popille-Puissochet, A. Couret et J. Douin

Proceedings of the Eighth World Conference on Titanium, Birmingham (Angleterre),
Vol. I (1996), pp 380-387.

Deformation Modes in the Orthorhombic Phase of a Ti_2AlNb Alloy : an In Situ Study at Room Temperature

F. POPILLE-PUISSOCHET, A. COURET* and J. DOUIN

Laboratoire d'Etude des Microstructures (UMR 104 CNRS-ONERA)

29, avenue de la Division Leclerc, BP. 72, 92322 Châtillon Cedex, France.

** Centre d'Elaboration des Matériaux et d'Etudes Structurales, CNRS*

29, rue Jeanne Marvig, BP. 4347, 31055 Toulouse Cedex, France.

ABSTRACT

In situ deformation experiments have been performed on a $\text{Ti}_{53}\text{Al}_{26}\text{Nb}_{21}$ (at%) O phase alloy at room temperature. Slip systems activated during the deformation are studied and discussed. Interaction between different prismatic slip systems is analysed in details.

INTRODUCTION

The orthorhombic O phase with composition around Ti_2AlNb has been envisioned as responsible for the mechanical properties enhancement of some multiphased alloys of the Ti-Al-Nb system¹. On a fundamental point of view, only a few thing is known about the deformation microstructure of this orthorhombic ordered phase.

It is the aim of this paper to study the deformation at room temperature of a $\text{Ti}_{53}\text{Al}_{26}\text{Nb}_{21}$ (at.%) O phase alloy during in situ experiments. Active slip systems during deformation at room temperature will be characterized. Emphasize will be made on the interaction of the different slip systems in order to discriminate between grown-in and deformation resulting networks. The results will be related to previous post-mortem experiments²⁻⁶.

EXPERIMENTAL

A $\text{Ti}_{53}\text{Al}_{26}\text{Nb}_{21}$ (at.%) polycrystalline alloy has been elaborated under vacuum in a high frequency induction furnace. The alloy was then heated at 1200°C during 48 hours to form an homogeneized b.c.c phase. To ensure the O phase complete transformation, a second heat treatment at 900°C during 300 hours has been carried out. Both heat treatments have been followed by an oil quenching. Note

that the average size of the O phase grains is about 500 μm . Rectangular specimens were cut by electric spark erosion and mechanically thinned down to a thickness of 60-70 μm before being electropolished using a solution of 5% HClO_4 , 35% 2-butoxyethanol and 60% methanol at -10°C with an operating tension of 60V. The samples were then stuck on copper grips which can be fitted in the specimens holders. The foils were examined in a JEOL 200CX transmission electron microscope operating at 200kV using a straining holder for the in situ tensile tests and a double tilt holder for the post-mortem observations⁷.

The O phase slightly differs from the ordered $\square_2$ hexagonal phase of Ti_3Al ⁷, by a lattice distortion resulting from an excess of Nb atoms in the $\square_2$ lattice⁸. The relationship between the two lattices is illustrated in fig.1.

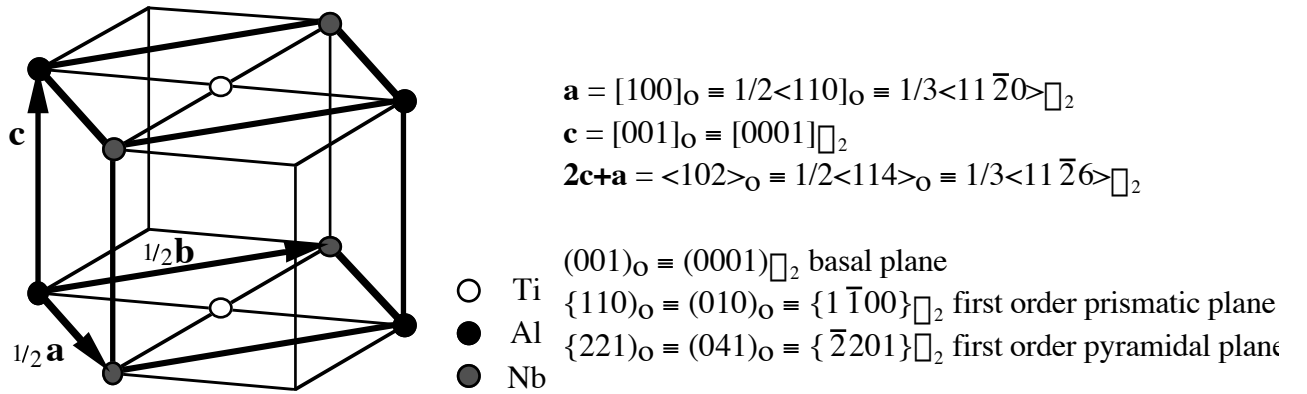


Fig.1 : Comparison of O and $\square_2$ structures ; for sake of clarity, only one-fourth of the unit cell of the O phase and atoms of the (001) plane have been drawn (lattice parameters of the O phase : $a = 0.60 \pm 0.01$ nm, $b = 0.94 \pm 0.02$ nm and $c = 0.46 \pm 0.01$ nm). The asymmetrical notations $\langle pqr \rangle$ and $\{hkl\}$ refer to directions and planes and indicate that permutations and changes of sign are possible on the first two indices while the third one is fixed¹⁰. In the following, the dislocations $[100]$ will be called $\mathbf{a}$ dislocations, while dislocations with Burgers vectors $1/2[110]$ and $1/2[1\bar{1}0]$ will be referred as $\mathbf{a}_1^*$ and $\mathbf{a}_2^*$ respectively, in order to be directly correlated with the notations of the hexagonal structure.

RESULTS

Activation of $\mathbf{a}$ (or $\mathbf{a}^*$) dislocations on first order prismatic planes and $2\mathbf{c} + \mathbf{a}$ (or $2\mathbf{c} + \mathbf{a}^*$) dislocations on first order pyramidal planes is the signature of the in situ O phase deformation at room temperature.

PRISMATIC SLIP

Most of the dislocations glide on first order prismatic planes and their Burgers vector is $\mathbf{a}$ or $\mathbf{a}^*$. What characterizes these dislocations is their propagation in slip bands. It is worth emphasizing that, while the deformation by slip bands is characteristic of in situ deformation, it has also been repeatedly observed in post-mortem samples⁶, thus do not result from an experimental artefact.

This prismatic slip during in situ deformation of the O phase at room temperature is exemplified on figure 2.

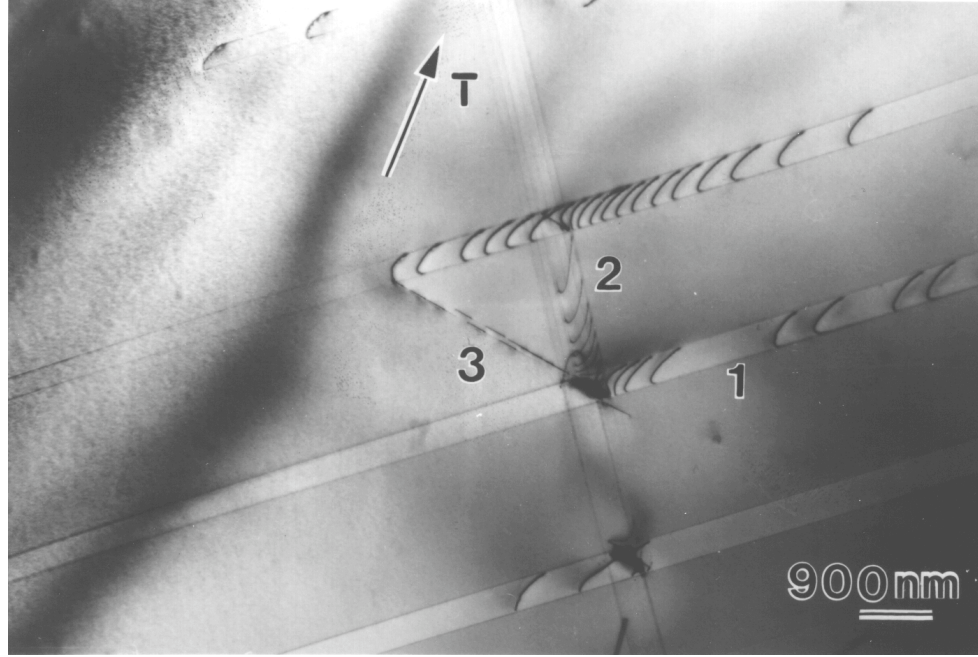


Fig.2 : Prismatic slip during in situ O phase deformation at room temperature.

The nature of the dislocations of fig.2 has been determined by usual diffraction contrast analysis : dislocations 1, 2 and 3 have a Burgers vector $1/2[110]$, $1/2[1\bar{1}0]$, and $[100]$, respectively. The glide planes of these dislocations have been determined using in situ crystallographic data and verified by stereographic analysis on post-mortem observations. They are $(1\bar{1}0)$, (110) and (010) for dislocations 1, 2 and 3, respectively. These dislocations are dissociated in their gliding plane into two identical superpartials, as repeatedly reported in previous works^{2,6}. The APB width remains constant and is found to be 7 ± 1 nm in the screw orientation. Notice that the angle between the (110) and $(1\bar{1}0)$ planes is about 66° and that the apparent almost right angle observed between slip traces is simply due to a projection effect. Crystallographic analysis has revealed that dislocations 1, 2 and 3 were observed approximately elongated along the $[112]$, $[1\bar{1}2]$ and $[102]$ directions, respectively. It is possible to calculate the equilibrium shape of a dislocation under a given constant stress¹¹. This has been done by neglecting the possible relaxation of the stress field of the dislocation at the vicinity of the surface, and by considering that the elastic properties of this orthorhombic alloy can be approximated by using the six elastic constants of the closely related Ti_3Al phase, thus assuming an hexagonal symmetry. The simulation shows that the local stress acting on the dislocations during the in situ deformation was approximately 70 MPa (fig.3).

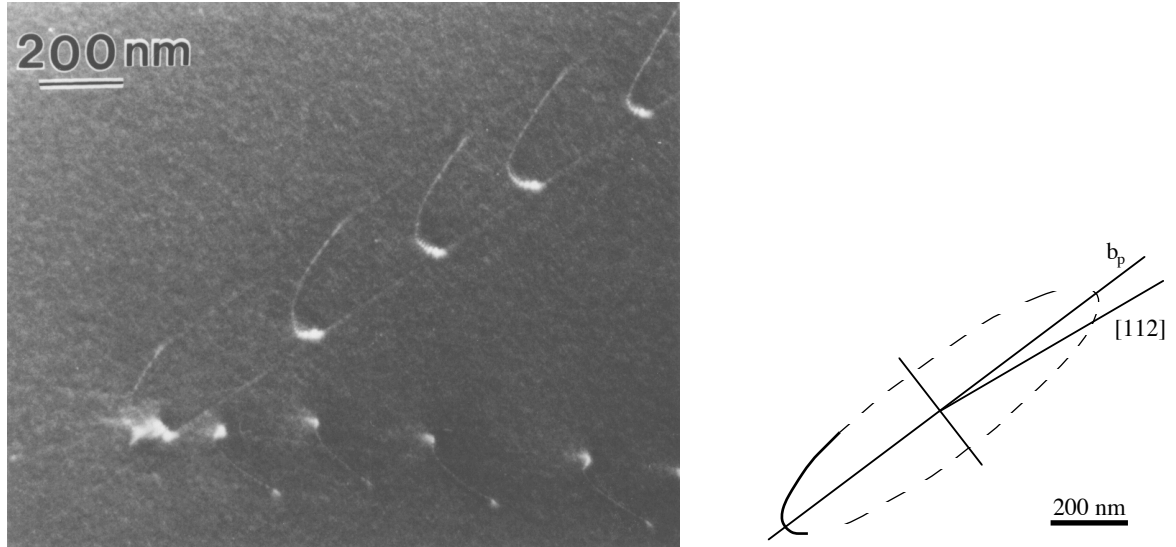


Fig.3 : Comparison between observation and simulated dislocation shape under a constant stress of 74 MPa. The calculated shape has been projected in the direction of the electrons beam in order to take into account of the tilt of the foil. $[112]$ is the direction at the intersection of the slip plane and the foil surface, b_p is the projection of the Burgers vector.

The activated slip systems are directly related to the stress axis orientation. For a direction of the applied stress, noted T on fig.4, close to $[010]$, the Schmid factor of the a (010) slip system is rather small (less than 0.1) thus inhibiting this slip system, while, on the other end, movement of a_1^* and a_2^* dislocations are favored since the Schmid factor value for the corresponding slip systems are high (about 0.4). This was exemplified in the observation reported above in fig.2 for which the direction of the applied stress was almost perpendicular to the (010) slip plane (fig.4b).

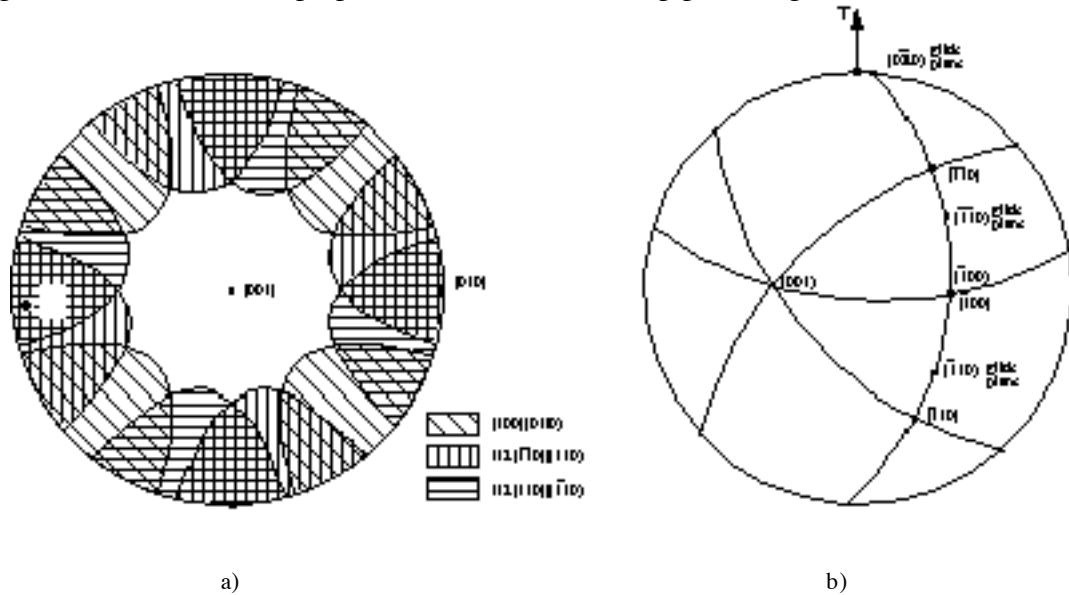


Fig.4 : a) Comparison of the value of the Schmid factors of the three prismatic slip systems in a $[001]$ stereographic projection. The areas within which for a given stress axis the absolute value of the Schmid factor is greater than 0.4 are indicated.

b) Schematic stereogram of the in situ crystallographic data during the experiments reported in figs. 2 and 5. Slip planes were determined as being $(1\bar{1}0)$, (110) and (010) for a_1^* , a_2^* and a dislocations, respectively. The arrow, noted T , represents the tensile axis.

Activation of **a** dislocations being inhibited, their occurrence is the result of a deformation by-product, that is the interaction of $\mathbf{a}_1^*$ and $\mathbf{a}_2^*$ dislocations, according to the following reaction :

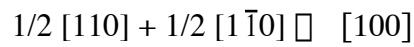


Figure 5 presents a dynamic sequence of the formation of **a** dislocations.

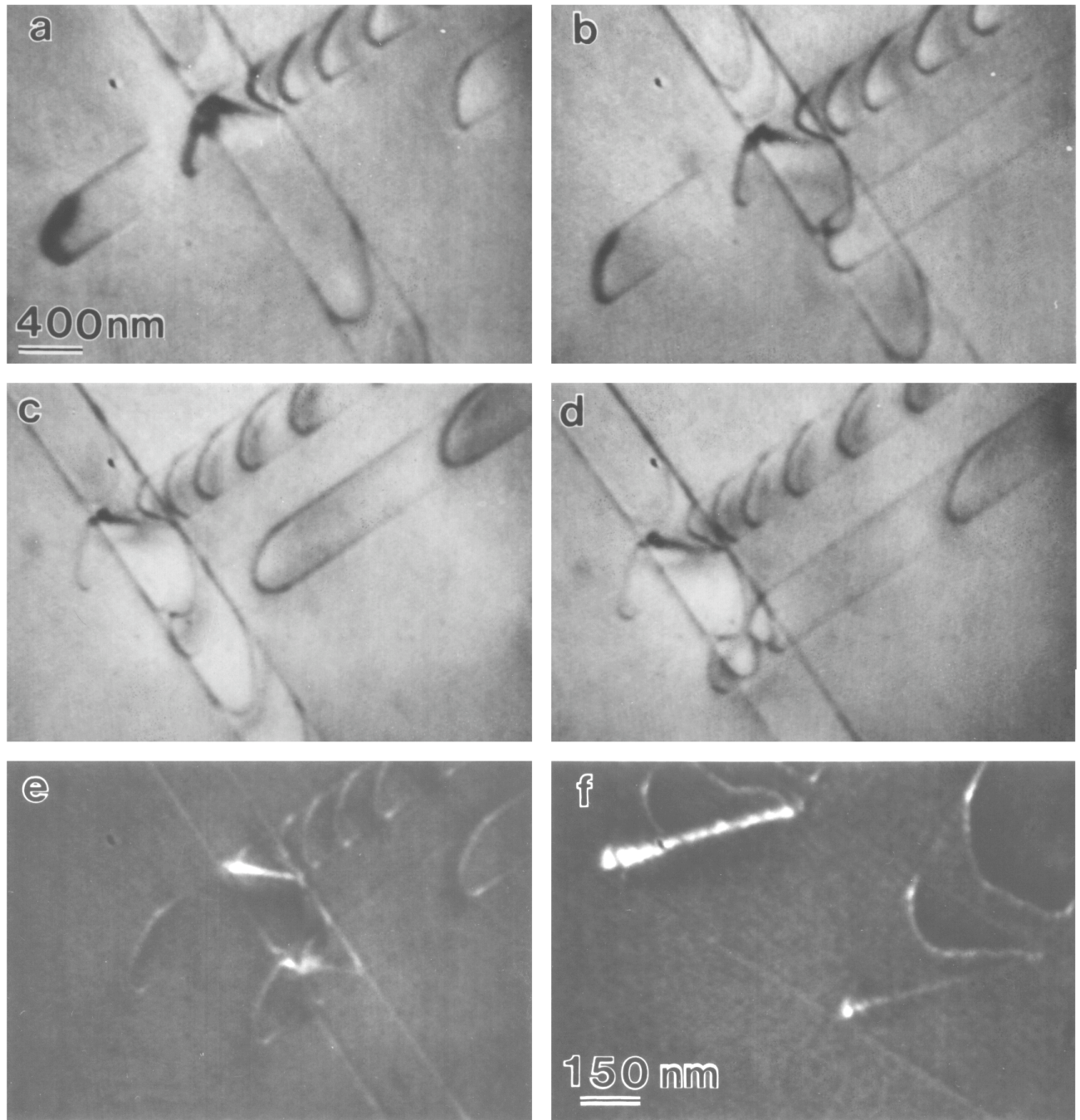


Fig.5 : In situ sequence of $\mathbf{a}^*$ dislocations interactions : a) the interaction between gliding $\mathbf{a}^*$ dislocations has not taken place yet ; b) the first interaction occurs, resulting in the formation of a **a** dislocation at the intersection of the prismatic slip planes ; c) arrival of a second $\mathbf{a}_2^*$ dislocation ; d) interaction between the second $\mathbf{a}_2^*$ and $\mathbf{a}_1^*$; e) creation of another **a** dislocation ; f) area under study at higher magnification: piled up **a** dislocations gives rise to a strong contrast.

In fig. 5a, dislocations $\mathbf{a}_1^*$ and $\mathbf{a}_2^*$, are gliding in $(1\bar{1}0)$ and (110) planes, respectively. In fig. 5b, a $\mathbf{a}_1^*$ dislocation has interacted with a $\mathbf{a}_2^*$ dislocation and one $\mathbf{a}$ dislocation has been generated at the intersection of the $(1\bar{1}0)$ and (110) planes. A subsequent $\mathbf{a}_1^*$ dislocation arrives (fig. 5c) and interacts with the $\mathbf{a}_2^*$ dislocation. The interaction shown in fig. 5d leads to the formation of a second $\mathbf{a}$ dislocation: several $\mathbf{a}$ dislocations will then be created by subsequent interactions. The pile up at the intersection of the two planes gives rise to a high stress concentration, illustrated by a strong contrast in fig. 5f. When the stress built by the dislocations pile up is strong enough, one or several $\mathbf{a}$ dislocations are ejected and glide over a small extend in the (010) prismatic glide plane.

In some cases, two slip systems on parallel (110) planes were activated, resulting in the formation of several families of $\mathbf{a}$ dislocations on parallel (010) planes (fig.6).

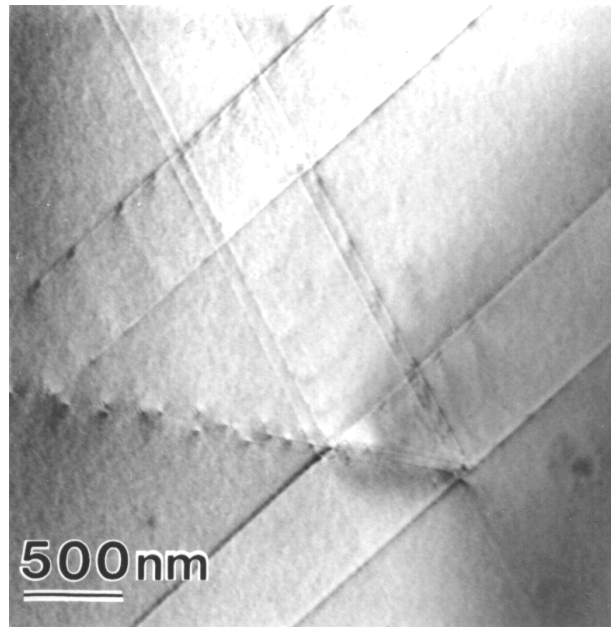


Fig.6 : Another example of $\mathbf{a}^*$ dislocations interactions. In this case all the dislocations are out of contrast ($\mathbf{g} = 002$) in order to only image the slip traces. Notice that two parallel (110) slip planes have been activated, resulting in the formation of two $[100]$ dislocations pileups.

PYRAMIDAL SLIP

Some dislocations with Burgers vector parallel to $2\mathbf{c}+\mathbf{a}$ (or $2\mathbf{c}+\mathbf{a}^*$) and gliding on a first order pyramidal slip plane have been also observed during in situ deformation performed at room temperature. These dislocations are localized in the vicinity of cracks tip and appear to be less mobile than $\mathbf{a}$ or $\mathbf{a}^*$ dislocations on prismatic planes.

An example of such dislocations is shown on fig. 7. The Burgers vector of the dislocations has been deduced from usual invisibilities criterion during in situ experiments and is found to be $[\bar{1}02]$.

These dislocations appear at first sight to be decorrelated. However, when imaged with a surstructure diffracting vector (fig. 7b), the images present a fringe contrast showing that the dislocations are arranged in pairs of two identical superpartials separated by an antiphase boundary (APB). The dissociation scheme is then :

$$[\bar{1}02] \square 1/2 [\bar{1}02] + \text{APB} + 1/2 [\bar{1}02]$$

Each of these $1/2[\bar{1}02]$ superpartials is itself dissociated into two partial dislocations. This dissociation is visible on fig. 7 (arrows). Assuming that the dissociation plane is the gliding plane, the mean width dissociation is found to be 3 nm. The determination of the Burgers vector of these partial dislocations and of the dissociation scheme are under progress.

An important variation of the APB width is observed along the dislocation line : the APB width of dislocation noted 1 on fig. 7 varies from 90 nm to 160 nm, whereas for the following dislocation noted 2, it varies from 20 nm to 120 nm. The change in APB widths attests of a switching between APB planes as indicated by the determination of the dislocation lines : the direction of segment A is $[11\bar{4}]$, that is almost in edge orientation, and its slip plane, identified by traces analysis, is (221), while segment B is aligned along a direction close to $[3\bar{1}2]$ and does not belong to (221).

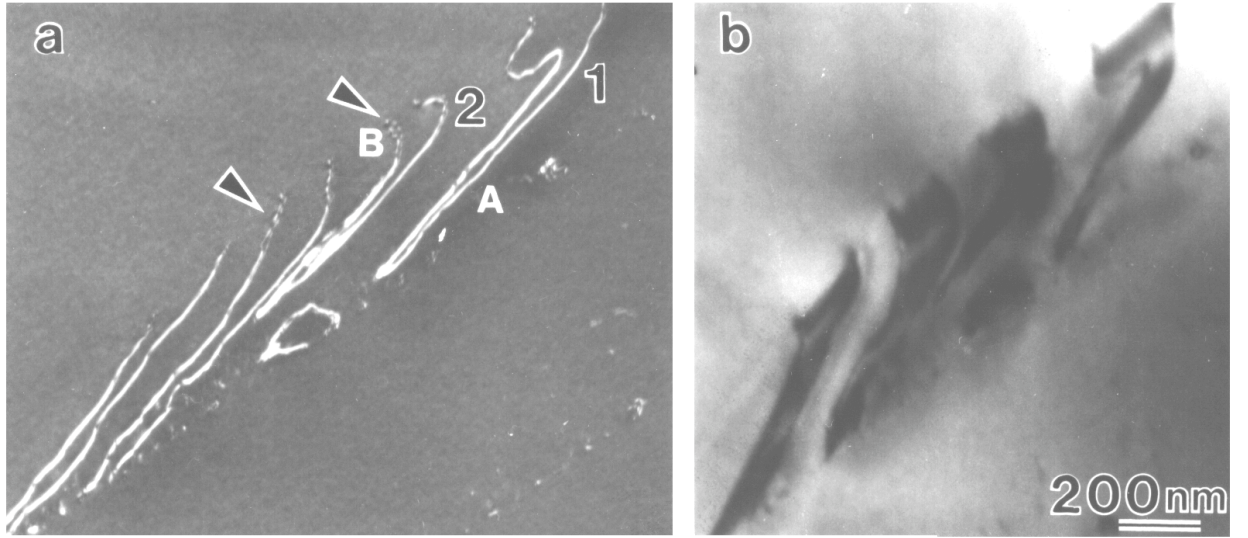


Fig.7 : Pyramidal slip of $2c+a$ dislocations. a) Image recorded with a diffracting vector $\mathbf{g} = 002$, showing the $\mathbf{c}$ component of the dislocations Burgers vectors; b) with a surstructure diffracting vector $\mathbf{g} = 101$, an APB fringe contrast is visible.

DISCUSSION AND CONCLUSIONS

In agreement with results on post-mortem deformed samples^{5,6}, our in-situ observations confirm that deformation of the O phase occurs at room temperature by activation of the prismatic slip systems. No observation of the activation of $\mathbf{a}$ dislocations on the basal plane has been evidenced at room temperature, at variance from results by Banerjee et al⁵.

The critical resolved shear stress is usually not sufficient to activate all three prismatic slip systems (fig.4a), and very often one or two are inhibited. The observations of the different systems is thus very dependent of the stress axis direction and this may give rise to an explanation of the observed difference in densities of $\mathbf{a}$ and $\mathbf{a}^*$ dislocations in post mortem polycrystalline samples reported in previous works^{2,6}. It has been clearly pointed out during in situ experiments that interactions between

two activated prismatic slip systems result in the formation of dislocations on the third one. Such junctions had been already reported not only at room temperature, but also at elevated temperature^{5,6}. The present observations confirm that the junctions are formed during the deformation and are not by-product of the alloy processing. It is worth emphasizing that after the interaction has taken place, movement of dislocations on the two interacting slip systems can be dramatically reduced by the repulsive interaction between mobile and locked dislocations since the junctions formed is usually not very mobile, and acts as a barrier for the propagation of further dislocations since they repulse their parent dislocations. **a** or **a**^{*} dislocations can then be trapped at the intersection of two prismatic planes and it has already been claimed that these interactions may be at the origin of the large work hardening of this alloy⁶.

Some active **c** component dislocations have been also identified during the O phase in situ deformation at room temperature. These dislocations, with a Burgers vector **2c+a** equivalent to dislocations of the $\square_2$ phase, are observed in slip bands in the vicinity of cracks tips. As in Ti_3Al ^{12,13,14}, **2c+a** dislocations are dissociated in a four fold configuration. Their dissociation scheme implies the formation of an APB surrounded by two slightly extended faults whose fault vectors have not been identified.

Mobility of dislocations appears to be easier on prismatic slip planes than on pyramidal slip planes, but since the **a** and **a**^{*} dislocations produce a shearing only in the basal plane, the **c** component dislocations have to be activated in the entire range of temperature. The non observation of these dislocations at room temperature during post-mortem experiments is again probably a consequence of working on polycrystalline samples⁶.

No interaction between **a** (or **a**^{*}) and **2c+a** (or **2c+a**^{*}) dislocations has been recorded, contrarily to observations reported by Banerjee et al.^{2,5}. This may be due to the relative low density of active **2c+a** dislocations during our in-situ experiments. Further investigations need to be done in order to verify the occurrence of such interactions.

ACKNOWLEDGMENTS

Jacques Crestou (CEMES) is gratefully acknowledged for having preparing the in situ samples. F. P. is grateful to the Direction des Recherches, Etudes et Techniques (DRET) for the provision of a Ph. D. research fellowship.

REFERENCES

1. D. A. KOSS, D. BANERJEE, D. A. LUKASAK and A. K. GOGIA : 'A Review of the Deformation and Fracture of Ti_3Al -Based Alloys', *High Temperature Aluminides and Intermetallics*, S. H. Whang, C. T. Liu, D. P. Pope and J. O. Stiegler ed. (Warrendale, PA : TMS), 1990, 175-196.
2. D. BANERJEE, R. G. ROWE and E. L. HALL : 'Deformation of the Orthorhombic Phase in Ti-Al-Nb alloys', *High Temperature Ordered Intermetallic Alloys IV*, L. A. Johnson, D. P. Pope and J. O. Stiegler ed. (Pittsburgh, PA : MRS), 1991, **213**, 285-290.
3. J. DOUIN, S. NAKA and M. THOMAS : 'Dissociation Processes in the Orthorhombic O Phase', *High Temperature Ordered Intermetallic Alloys V*, I. Baker, R. Darolia, J. D. Whittenberger and M. H. Yoo ed. (Pittsburg, PA : MRS), 1993, **288**, 317-322.
4. D. BANERJEE and R. G. ROWE : 'Deformation of the Orthorhombic Phase in Ti-Al-Nb Alloys at high temperature', *Titanium 92*, F. H. Foes and I. L. Caplan ed. (Warrendale, PA : TMS), 1992, 1147-1153.
5. D. BANERJEE : 'Deformation of the O and $\square_2$ Phases in the Ti-Al-Nb System', *Phil. Mag A*, 1995, in press.
6. F. POPILLE and J. DOUIN : 'The Dislocation microstructure of Orthorhombic O Ti_2AlNb Alloy Deformed between Room Temperature and 800°C', *Phil. Mag A*, 1996, in press.
7. A. COURET, J. CRESTOU, S. FARENC, G. MOLENAT, N. CLEMENT, A. COUJOU and D. CAILLARD : 'In Situ Deformation in T.E.M. : Recent Developments', *Microsc. Microanal. Microstruct.*, 1993, **4**, 153-170.
8. D. BANERJEE, A. K. GOGIA, T. K. NANDY and V. A. JOSHI : 'A New Orthorhombic Phase in a Ti_3Al -Nb Alloy', *Acta. Met.*, 1988, **36**, 871.
9. B. MOZER, L. A. BENDERSKY, W. J. BOETTINGER and A. ROYTBURD : 'Neutron Powder Diffraction Study of the Orthorhombic Ti_2AlNb Phase', *Scripta. metall.*, 1990, **24**, 2363-2368.
10. G. HUG, A. LOISEAU, P. VEYSSIÈRE : 'Weak-beam Observation of a Dissociation Transition in TiAl', *Phil. Mag. A*, 1988, **57**, 499.
11. P. M. HAZZLEDINE, H. P. KARNTHALER and A. KORNER : 'The Application of the Wulff Construction to Dislocation Problems', *Phys. Stat. Sol. (a)*, 1984, **81**, 473.
12. M. LEGROS, 'Etude par Déformation "In Situ" des Mécanismes de Déformation de Ti_3Al et $Ti-24Al-9Nb$ ', PhD Thesis, University of Toulouse, 1994.
13. M. LEGROS, A. COURET and D. CAILLARD : 'Prismatic and Basal Slip In Ti_3Al , I- Frictional Forces on Dislocations', *Phil. Mag A*, 1996, in press.
14. M. LEGROS, A. COURET and D. CAILLARD : 'Prismatic and Basal Slip In Ti_3Al , II- Dislocations Interactions and Cross-Slip Processes', *Phil. Mag A*, 1996, in press.

Annexe 2

Simulation des contrastes d'images de dislocations par microscopie électronique en transmission

Simulation of TEM dislocation contrast

J. Douin

*in Computer Simulation in Materials Science: Nano/Meso/Macroscopic Space and Time
Scales*

édité par H.O. Kirchner, L.P. Kubin et V. Pontikis

NATO series E: Applied Sciences,

Vol. 308 (1996), pp 391-406.

SIMULATION OF TEM DISLOCATION CONTRASTS

JOËL DOUIN
Laboratoire d'Etude des Microstructures
CNRS / ONERA, BP 72
92322 Châtillon Cedex
France

1. Introduction

A better understanding of the mechanisms governing the plastic properties of materials requires the analysis of the dislocations fine structure. Important informations can be obtain using experimental methods at a macroscopic scale. For example, studying the slip traces at the surface of a deformed sample can help identifying the major slip systems activated during the deformation. However, in many cases, dislocations properties are directly related to local events occurring on their lines, as dissociation modes or interactions with points defects or precipitates. Direct observation of dislocations are thus necessary, and are achieved by using Transmission Electron Microscopy (TEM).

At a microscopic scale, High Resolution Electron Microscopy (HREM) may give precise informations by direct visualization of the distortion of the crystal in the close vicinity of the dislocation. However, HREM is not applicable at a mesoscopic scale since the dislocation under study must be straight and edge on in a very thin foil to be observed. Furthermore, no informations on the components of the displacements along the electron beam direction can be obtained from HREM images. On the contrary, imaging with conventional microscopy reveals information on the global geometry of the dislocations and on their interactions with other defects. Moreover, the resolution provided by weak-beam TEM allows for direct identification of dislocations as well as observation of dissociated dislocations.

The contrast of a dislocation image is a function of several parameters. Some are intrinsic to the material (anisotropic elasticity, absorption,...), some are extrinsic (imaging conditions, microscope, transfert function of the negative,...). The intrinsic parameters directly act on the diffracted amplitude or on the phase of the different beams. Since the image of a dislocation is the result of the complex propagation of electrons through an anisotropic faulted crystal, the prediction of the image is a priori impossible, and precise interpretations of dislocations images require simulations.

In this course, we will first emphasize the dynamical interaction between the electron beams and the crystal (§ 2.3). We will then focus on approximations which are used in order to reduce the complexity of the calculations (§ 2.4). The description of the displacement field due to a dislocation is of prime importance and a way to calculate it in an anisotropic crystal will be described (§ 2.5). Finally, § 3. will be devoted to some real life examples.

2. Theory

2.1 ORIGIN OF CONTRAST

In the microscope, the almost parallel beam of electrons formed by the electron gun is scattered by the specimen. In the case of crystalline materials, this scattering takes the form of several diffracted beams (§ 2.2.2) travelling at small angles (≈ 1 or 2 degrees) with the incident beam.

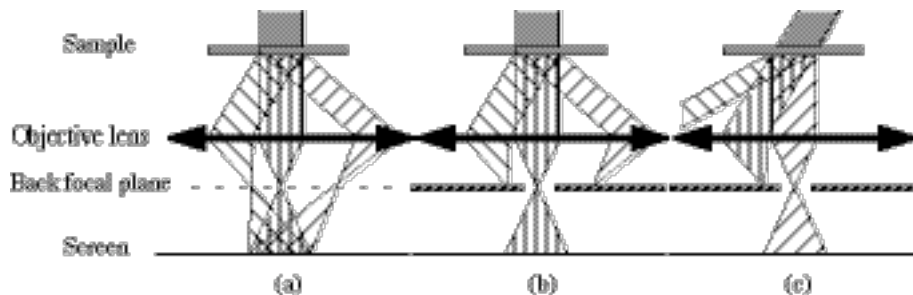


Figure 1 : Formation of an image within a Transmission Electron Microscope. (a) Scattering of the electron beam by a crystalline material; (b) formation of a "bright field" image ; (c) formation of a "dark field" image. The diffraction angles have been exaggerated for the drawing.

These beams are focused by the objective lens to form a diffraction pattern in its back focal plane (Figure 1.a). The image is produced by selecting one or several beams by inserting an aperture in the focal plane of the objective lens. The contrast arises from local variation in the intensities of electrons scattered into Bragg's reflections from various parts of the thin specimen. When the aperture is inserted exactly on the objective lens axis, it does not allow diffraction beams to pass through to the final image, which is therefore formed by the direct beam and any low angle inelastic scattering (Figure 1.b). This type of image is called bright-field image. Images can also be formed by any one of the diffracted beam by either displacing the aperture to receive this beam, or by tilting the illumination so that the required beam passes down the axis of the objective (Figure 1.c). The resulting image is called a dark-field image.

2.2. DIFFRACTION OF ELECTRONS IN A PERFECT CRYSTAL

The exact description of the interaction of an electron beam with a crystal requires the use of quantum mechanic formulation and will be reported in §2.3. In what follows, we will concentrate on an approximated way to describe this interaction in order to obtain a simple way to understand what is happening in the crystal and what are the characteristic of the beams going out of the crystal.

2.2.1 Kinematical Diffraction of Electrons in a Perfect Crystal

As a first approximation, we assume that the electrons of the incident beam are travelling in the same direction. We call λ the wave length of the electron beam in

vacuum oriented along the wave vector $\mathbf{k}$, such that $\|\mathbf{k}\| = 1/\lambda$. The amplitude of the incident beam A_0 is :

$$A_0 \propto \exp(i\mathbf{k} \cdot \mathbf{r}) \quad (1)$$

where $\mathbf{r}$ is a point of the wave front. The amplitude of the beam scattered by one atom, say number 1, is

$$A_1 \propto f_1(\theta) A_0 \quad (2)$$

where $f_1(\theta)$ is the scattering factor for this atom. The amplitude of the beam scattered by atom j is

$$f_j(\theta) A_0 \exp(i\phi_j) \quad (3)$$

where ϕ_j , the phase shift between beams scattered by atom 1 and atom j , is :

$$\phi_j = \frac{2\pi}{\lambda} \Delta \quad (4)$$

and here the path difference $\Delta = \lambda (\mathbf{k} - \mathbf{k}') \cdot \mathbf{r}_i$ (Figure 2), where $\mathbf{r}_i$ describes the position of the atom i in the unit cell.

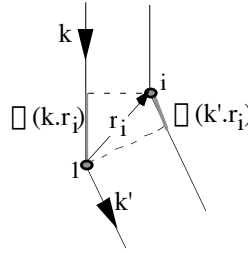


Figure 2

The scattered amplitude in the direction $\mathbf{k}'$ resulting from the interaction of an electron beam $\mathbf{k}$ and a unit cell is thus given by :

$$A = \frac{\exp(i\mathbf{k} \cdot \mathbf{r})}{r} \sum_j f_j(\theta) \exp(-2i\pi (\mathbf{k}' - \mathbf{k}) \cdot \mathbf{r}_j) \quad (5)$$

We can write the factor structure $F(\theta)$ of the unit cell as :

$$F(\theta) = \sum_j f_j(\theta) \exp(-2i\pi (\mathbf{k}' - \mathbf{k}) \cdot \mathbf{r}_j) \quad (6)$$

the summation being made over the atoms of the unit cell.

In the same way and leaving out the factor $\exp(2i\pi \mathbf{k} \cdot \mathbf{r})/r$ which is the propagation term, the scattered amplitude resulting from an assembly of unit cells is given by :

$$\Phi = \sum_{\mathbf{r}_n} F(\mathbf{r}_n) \exp \left(-2i\mathbf{r}_n \cdot (\mathbf{k}' - \mathbf{k}) \right) \quad (7)$$

Now the summation is made over all the unit cells and $\mathbf{r}_n$ is defined by :

$$\mathbf{r}_n = n_1 \mathbf{a} + n_2 \mathbf{b} + n_3 \mathbf{c} \quad (8)$$

where $\mathbf{a}$, $\mathbf{b}$ and $\mathbf{c}$ are the unit cell translations in the crystal, and n_1 , n_2 and n_3 are integers.

2.2.2 Conditions for Strong Diffraction in a Crystal

In terms of reciprocal lattice coordinates, $\mathbf{k} - \mathbf{k}'$ can be written as :

$$\mathbf{k}' - \mathbf{k} = \alpha_1 \mathbf{a}^* + \alpha_2 \mathbf{b}^* + \alpha_3 \mathbf{c}^* \quad (9)$$

And Φ then writes :

$$\Phi = \sum_{\mathbf{r}_n} F(\mathbf{r}_n) \exp \left(-2i\mathbf{r}_n \cdot (\alpha_1 \mathbf{a}^* + \alpha_2 \mathbf{b}^* + \alpha_3 \mathbf{c}^*) \right) \quad (10)$$

Strong diffraction occurs when $(\alpha_1 \alpha_1 + \alpha_2 \alpha_2 + \alpha_3 \alpha_3)$ is an integer for all n_1 , n_2 and n_3 , that is when $\mathbf{k} - \mathbf{k}'$ coincides with a reciprocal lattice vector $\mathbf{g}$

$$\mathbf{k}' - \mathbf{k} = \mathbf{g} = h \mathbf{a}^* + k \mathbf{b}^* + l \mathbf{c}^* \quad (11)$$

Note that since $\|\mathbf{g}\| = 1/d_{hkl}$ and $\|\mathbf{k} - \mathbf{k}'\| = 2 \sin(\theta)/\lambda$ (Figure 3), expression (9) is equivalent to the Bragg law :

$$\lambda = 2 d_{hkl} \sin(\theta) \quad (12)$$

which simply states that the (hkl) plane is in Bragg position.

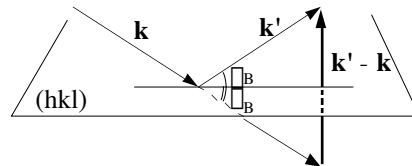


Figure 3

We can then derive a simple geometrical construction for determining the conditions of reflection : from the origin of the sample, we construct a sphere with radius $1/\lambda$, called the Ewald sphere (Figure 4). From the intersection of the Ewald sphere with the transmitted beam, we construct the reciprocal lattice of the crystal. Each point of the reciprocal crystal which intersects the Ewald sphere satisfies the Bragg conditions, and a strong Bragg reflection will occur if the diffracted beam is at the intersection of the reciprocal crystal with the Ewald sphere.

In TEM, the crystal is usually in the form of a plate and the intensity distribution in the reciprocal lattice as the form of a spike. Thus, reflection takes place not only for an exact Bragg reflections, but also over a range of orientations of the crystal corresponding to the intersections of the Ewald sphere with the spikes in the reciprocal lattice (Figure 4). In any case, the diffracted beam can be written as a function of the incident beam $\mathbf{k}$:

$$\mathbf{k}' = \mathbf{k} + \mathbf{g} + \mathbf{s}_g \quad (13)$$

where $\mathbf{g}$ is a vector of the reciprocal lattice and $\mathbf{s}_g$ is called the deviation from Bragg angle. $\mathbf{s}_g$ is zero for an exact Bragg reflection.

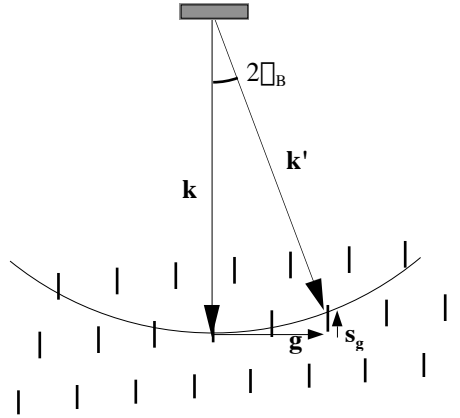


Figure 4 : Ewald construction

2.3. ELECTRON PROPAGATION IN A DEFORMED CRYSTAL

In what follows, we will use the wave-mechanical formalism. A complete treatment of the electron diffraction in imperfect crystals is not within the scope of this paper. The theory of electron diffraction summarized here is based on the dynamical theory formulated by Howie and Whelan [1] and Takagi [2] and described in great details by Hirsch et al. [3].

The Schrödinger's equation which describes the propagation of an electron subjected to a potential difference (or acceleration tension) E through a deformed crystal is :

$$\nabla^2 \psi(\mathbf{r}) + \frac{8\pi^2 m e}{h^2} (E + V'(\mathbf{r})) \psi(\mathbf{r}) = 0 \quad (14)$$

where $V'(\mathbf{r})$ is the potential of the deformed crystal, differing from the potential of the undefected crystal $V(\mathbf{r})$ by a small perturbation. Equation (14) has no general solution, but in order to solve it, we will consider that the potential $V'(\mathbf{r})$, as $V(\mathbf{r})$, varies smoothly within the unit cell. Since the atom at the position $\mathbf{r}_a$ in the perfect crystal is moved by the quantity $\mathbf{R}(\mathbf{r}_a)$, where $\mathbf{R}(\mathbf{r})$ represents the deformation of the crystal at

point $\mathbf{r}$, $V(\mathbf{r}_a) \approx V(\mathbf{r}_a - \mathbf{R}(\mathbf{r}))$. $V(\mathbf{r})$ is small in regards to E (typically in the order of 10 to 20 V compared with an acceleration tension often larger than 100 kV) and again provided that the crystal potential deforms smoothly, it can then be written as a Fourier serie over the reciprocal vectors $\mathbf{g}$:

$$V(\mathbf{r}) = \left(\frac{\hbar^2}{2me} \right) \sum_{\mathbf{g}} \left(u_{\mathbf{g}}(\mathbf{r}) \exp \left(-2i\pi \mathbf{g} \cdot (\mathbf{r} - \mathbf{R}(\mathbf{r})) \right) \right) \quad (15)$$

A solution for the above Schrödinger's equation has the form :

$$\psi(\mathbf{r}) = \sum_{\mathbf{g}} \psi_{\mathbf{g}}(\mathbf{r}) \exp \left(2i\pi \mathbf{k}' \cdot \mathbf{r} \right) \quad (16)$$

where the magnitude of $\mathbf{k}'$, the wave vector of the diffracted beam, is given by the conservation of energy :

$$\frac{\hbar^2 \|\mathbf{k}'\|^2}{2m} = eE \quad (17)$$

Substituting (15) and (16) in equation (14), we obtain :

$$\sum_{\mathbf{g}} \left\{ \frac{1}{4\pi^2} \nabla^2 \psi_{\mathbf{g}}(\mathbf{r}) + \frac{1}{\hbar^2} (\mathbf{k} + \mathbf{g} + \mathbf{s}_{\mathbf{g}}) \cdot \nabla \psi_{\mathbf{g}}(\mathbf{r}) + \sum_{\mathbf{h}} u_{\mathbf{g}-\mathbf{h}}(\mathbf{r}) \psi_{\mathbf{h}}(\mathbf{r}) \exp \left(2i\pi (\mathbf{h} - \mathbf{g}) \cdot \mathbf{R}(\mathbf{r}) + 2i\pi (\mathbf{s}_{\mathbf{h}} - \mathbf{s}_{\mathbf{g}}) \cdot \mathbf{r} \right) \right\} \exp \left(2i\pi (\mathbf{k} + \mathbf{g} + \mathbf{s}_{\mathbf{g}}) \cdot \mathbf{r} \right) = 0 \quad (18)$$

where the scattered wave vector has been expressed using expression 13.

In order for the equations (18) to be satisfied, the terms in the large brackets must be zero. Provided that $\mathbf{R}(\mathbf{r})$ varies slowly with $\mathbf{r}$ and that $\nabla^2 \psi_{\mathbf{g}}(\mathbf{r})$ is negligible in comparison with $(\mathbf{k} + \mathbf{g} + \mathbf{s}_{\mathbf{g}}) \cdot \nabla \psi_{\mathbf{g}}(\mathbf{r})$, equations (18) reduce then to :

$$\frac{\partial \psi_{\mathbf{g}}(\mathbf{r})}{\partial \pi_{\mathbf{g}}} = \frac{i\pi}{\|\mathbf{k} + \mathbf{g} + \mathbf{s}_{\mathbf{g}}\|} \sum_{\mathbf{h}} u_{\mathbf{g}-\mathbf{h}}(\mathbf{r}) \psi_{\mathbf{h}}(\mathbf{r}) \exp \left(2i\pi (\mathbf{h} - \mathbf{g}) \cdot \mathbf{R}(\mathbf{r}) + 2i\pi (\mathbf{s}_{\mathbf{h}} - \mathbf{s}_{\mathbf{g}}) \cdot \mathbf{r} \right) \quad (19)$$

where $\pi_{\mathbf{g}}$ is the co-ordinate in the direction of the diffracted beam $\mathbf{k}'$.

Equations (19) can be rewritten using the wave-optical formulation by introducing the extinction distance $\pi_{\mathbf{g}}$. By definition, $\pi_{\mathbf{g}}$ is twice the distance in the crystal that a diffracted beam $\mathbf{g}$ has to cross in order to build up to unit amplitude. If V_c is the volume of the unit cell and $F_{\mathbf{g}}$ its structure factor (expression 6), it can be shown that :

$$\pi_{\mathbf{g}} = \frac{\pi V_c \cos \pi_{\mathbf{B}}}{\pi F_{\mathbf{g}}} \quad (20)$$

Alternatively, $\pi_{\mathbf{g}}$ writes :

$$\varphi_{\mathbf{g}} = \frac{\|\mathbf{k}'\| \cos \varphi_{\mathbf{g}}}{u_{\mathbf{g}}(\mathbf{r})} \varphi \frac{\|\mathbf{k}\|}{u_{\mathbf{g}}(\mathbf{r})} \quad (21)$$

since, for electrons in the crystal, Bragg angles $\varphi_{\mathbf{B}}$ are small (of the order of 10^{-2} rad). It follows that :

$$\frac{u_{\mathbf{g}-\mathbf{h}}(\mathbf{r})}{\|\mathbf{k}+\mathbf{g}+\mathbf{s}_{\mathbf{g}}\|} \varphi \frac{1}{\varphi_{\mathbf{g}-\mathbf{h}}} \quad (22)$$

and equations (18) transform into the equivalent form :

$$\frac{\partial \varphi_{\mathbf{k}}(\mathbf{r})}{\partial \varphi_{\mathbf{g}}} = \varphi \frac{i}{\varphi_{\mathbf{g}-\mathbf{h}}} \varphi_{\mathbf{h}}(\mathbf{r}) \exp\left(2i\varphi(\mathbf{h}-\mathbf{g}) \cdot \mathbf{R}(\mathbf{r}) + 2i\varphi(\mathbf{s}_{\mathbf{h}}-\mathbf{s}_{\mathbf{g}}) \cdot \mathbf{r}\right) \quad (23)$$

Of course, the observed intensity of the beam is : $I = \varphi_{\mathbf{g}} \varphi_{\mathbf{g}}$

Notice finally that, while electrons do not disappear in the crystal, some of them undergo large angle, eventually inelastic, scattering. This can be taken into account in equations (23) by replacing $1/\varphi_{\mathbf{g}}$ by $1/\varphi_{\mathbf{g}} + i/\varphi_{\mathbf{g}}'$, where $\varphi_{\mathbf{g}}'$ are phenomenological parameters and the ratios $\varphi_{\mathbf{g}}/\varphi_{\mathbf{g}}'$ are called anomalous absorption parameters.

2.4 APPLICATIONS OF THE DIFFRACTION THEORY TO ELECTRON MICROSCOPY

In order to calculate the scattered beams $\varphi_{\mathbf{g}}$, equations (23) have to be integrated for every beams as a function of $\varphi_{\mathbf{g}}$, that is along the directions $\mathbf{k} \propto \mathbf{g} \propto \mathbf{s}_{\mathbf{g}}$. This implies taking into account of derivative of $\varphi_{\mathbf{g}}$ as a function of x, y and z. Such an integration is usually intractable by analytical techniques and requires to be numerically computed. However, the level of complexity is such that, for the time being, there is no program available containing no further approximations than the ones described above. Two approximations are commonly used : (i) directions $\mathbf{k}$ and $\mathbf{k}'$ are nearly parallel, and integration is approximated along the diffracted beam $\mathbf{k}'$, that is along the z axis ; (ii) very often only two beams play a significant role in the formation of the image : the transmitted beam and a diffracted beam, and the effect of the other beams is neglected.

2.4.1 Column Approximation

At the bottom surface of the sample, the contribution of the electrons to the intensity on a point in the exit surface of the sample is coming at most from an area which is at the base of a cone (figure 5).

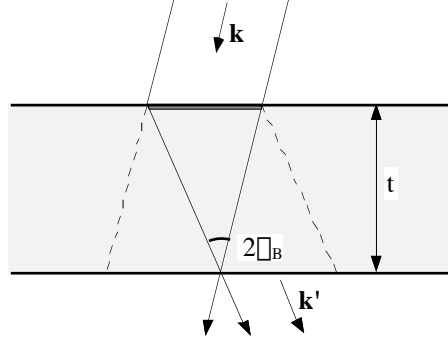


Figure 5

The size of the contributing area on the top surface of the sample is a function of φ_B and of the thickness t of the foil, and is approximately $2 t \varphi_B$. At maximum, φ_B is in the order of 10^{-2} rad. The beams contributing to the image are thus coming from an area at most 2 nm in diameter for a foil thickness of 100 nm. It follows that, provided that $\mathbf{R}$ does not vary rapidly, the terms in $\partial/\partial x$ and $\partial/\partial y$ in equations (23) may be ignored. In the column approximation, the beams are thus considered as parallel within a narrow cylinder parallel to the diffracted beam. In this approximation $\mathbf{s}_g$ is parallel to the diffracted beam $\mathbf{k}'$ and is referred as s or s_z , the positive being in the z direction. Notice that beams with Bragg angles larger than 2 degrees have extinction distances usually very large, which in regard to equation (23) indicate that they should contribute very little. However, equation (23) also show that not only beams with small extinction distances but beams with small deviation from Bragg angle contribute strongly to the image too. Thus, the column approximation will be suitable provided that no small beam other than $\mathbf{g}$ is strongly excited.

2.4.2 Many-Beams Calculation in the Column Approximation

Within the framework of column approximation, equations (23) can be written in a matrix form

$$\frac{d \varphi(\mathbf{r})}{dz} = \mathbf{M} \varphi(\mathbf{r}) \quad (24)$$

where $\varphi(\mathbf{r})$ is the vector

$$\varphi(\mathbf{r}) = \begin{bmatrix} \varphi_0(\mathbf{r}) \\ \varphi_1(\mathbf{r}) \\ \vdots \\ \varphi_n(\mathbf{r}) \end{bmatrix} \quad (25)$$

Equations (24) describe the interaction of $(n+1)$ beams (transmitted beam is beam 0) contributing to the image. Using the wave-optical formulation, the symmetrical matrix $\mathbf{M}$ writes :

$$\begin{bmatrix} M_{00} & M_{01} & \cdots & M_{0q} & \cdots & M_{0n} \\ M_{01} & M_{11} & & & & \\ \vdots & & \ddots & & M_{pq} & \\ M_{0q} & & & M_{qq} & & \\ \vdots & & M_{pq} & & \ddots & \\ M_{0n} & & & & & M_{nn} \end{bmatrix} \quad (26)$$

when $p \neq q$: $M_{pq} = i \kappa_l \left(\frac{1}{\kappa_{p-q}} + \frac{i}{\kappa_{p-q}} \right)$, giving $M_{0q} = i \kappa_l \left(\frac{1}{\kappa_q} + \frac{i}{\kappa_q} \right)$

and $M_{qq} = \left[-\frac{\kappa_l}{\kappa_0} + 2i s_q \kappa_l + 2i \kappa_l \frac{d \mathbf{g}_q \cdot \mathbf{R}}{dz} \right]$ which reduces to $M_{00} = -\frac{\kappa_l}{\kappa_0}$ for $q = 0$.

2.4.3 Two Beams Calculations

By forming an image of the back focal plane of the objective lens with the microscope, it is possible to directly determine which beams are excited since they will appear as strong spots in the diffraction pattern (§ 2.2). It is possible to tilt the sample in such a way that only one row of the reciprocal lattice parallel to beam $\mathbf{g}$ is in or near Bragg conditions. Head et al. [4] have shown that more than 80% of the total intensity is contained within the transmitted beam and the diffracted beam $\mathbf{g}$. Assuming that these two beams only contribute significantly to the image, the equations (23) simplify to a set of two coupled differential equations :

$$\begin{cases} \frac{\partial \kappa_0}{\partial z} - \frac{\partial \kappa_0}{\partial x_g} \text{tg } \kappa_B = \frac{i \kappa_l}{\kappa_0} \kappa_0 + \frac{i \kappa_l}{\kappa_g} \kappa_g \exp(2i \kappa_l (\mathbf{g} \cdot \mathbf{R} + \mathbf{s}_g \cdot \mathbf{r})) \\ \frac{\partial \kappa_g}{\partial z} + \frac{\partial \kappa_g}{\partial x_g} \text{tg } \kappa_B = \frac{i \kappa_l}{\kappa_0} \kappa_0 \exp(-2i \kappa_l (\mathbf{g} \cdot \mathbf{R} + \mathbf{s}_g \cdot \mathbf{r})) + \frac{i \kappa_l}{\kappa_g} \kappa_g \end{cases} \quad (27)$$

where z is the co-ordinate in the direction of the transmitted beam and x_g the component of κ_g perpendicularly to the transmitted beam. In the wave-optical formulation, these equations can be written using the phenomenological complex values κ_g and κ_g :

$$\begin{cases} \frac{\partial \kappa_0}{\partial z} - \frac{\partial \kappa_0}{\partial x_g} \text{tg } \kappa_B = -\frac{\kappa_g}{\kappa_0} \kappa_0 + \left(i - \frac{\kappa_g}{\kappa_g} \right) \kappa_g \\ \frac{\partial \kappa_g}{\partial z} + \frac{\partial \kappa_g}{\partial x_g} \text{tg } \kappa_B = \left(i - \frac{\kappa_g}{\kappa_g} \right) \kappa_0 + \left(\frac{\kappa_g}{\kappa_0} + 2i s_g \kappa_l - 2i \frac{\partial \mathbf{g} \cdot \mathbf{R}}{\partial z} - 2i \frac{\partial \mathbf{g} \cdot \mathbf{R}}{\partial x_g} \text{tg } \kappa_B \right) \kappa_g \end{cases} \quad (28)$$

It is worth emphasizing that these equations show that the contrast is in fact a function of the derivative of the product $\mathbf{g} \cdot \mathbf{R}$, rather than $\mathbf{R}$.

2.4.4 Two Beams in Column Approximation

When only two beams are taken into account within the column approximation, equations (28) simply reduce to

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{d\psi_0}{dz} = -\frac{\psi_g}{\psi_0} \psi_0 + \left(i - \frac{\psi_g}{\psi_0} \right) \psi_g \\ \frac{d\psi_g}{dz} = \left(i - \frac{\psi_g}{\psi_0} \right) \psi_0 + \left(\frac{\psi_g}{\psi_0} + 2is\psi_g - 2i\frac{\partial \mathbf{g}\mathbf{R}}{\partial z} \right) \psi_g \end{array} \right. \quad (29)$$

which are the equations used in programs "ONEDIS" and "TWOEDIS" by Head et al [4].

2.4.5 Kinematical Approximation

Finally, assuming that the two beams and column approximations are operative, the last step of simplification is to consider that the diffracted beam is weak compared to the transmitted beam, the latter being now taken as constant. In such a case, the amplitude of the diffracted beam can be written as :

$$\psi_g = \frac{i\psi_0}{\psi_g} \int_0^t \exp(-2i\psi(\mathbf{g}\mathbf{R} + sz)) dz \quad (30)$$

where t is the thickness of the foil. This equation is often used in order to obtain a first and quick idea of what you should obtain (see § 3.1).

2.5 DISPLACEMENT FIELD AROUND A DISLOCATION

The fact that calculation of the image requires the displacement field due to a dislocation to be known precisely in a continuous way and over a large scale has been hidden above. This displacement field can be attained by different methods, from isotropic elasticity to atomistic simulations. However, atomistic simulations which often require long calculation time for a limited area under study, are for the time being inappropriate and in what follows, we will use linear elasticity.

Crystals are often anisotropic. Since anisotropy can modify the image of a dislocation in a very strong way (see § 3.1), anisotropic elasticity must be used in order to compare direct observations of dislocations and simulated images. Notice, however, that the exact displacement in a thin foil is intractable if account is taken of anisotropic elasticity and the effects of surfaces. The latter is not included in this paper.

In what follows, we will use Stroh's formalism [5] with Head et al. notations [4].

2.5.1 Anisotropic Elasticity

The stresses σ_{ij} are related to the elastic displacements R_k by the equations :

$$\epsilon_{ij} = \sum_{k,l} c_{ijkl} \frac{\partial R_k}{\partial x_l} \quad (31)$$

where i, j, k and l can take the values 1, 2 or 3. On substituting the values of ϵ in the equilibrium equations in the absence of external forces,

$$\sum_i \vec{\sigma}_i = 0 \quad \text{or} \quad \sum_i \frac{\partial \epsilon_{ij}}{\partial x_j} = 0 \quad (32)$$

we found :

$$\sum_{j,k,l} c_{ijkl} \frac{\partial^2 R_k}{\partial x_j \partial x_l} = 0 \quad (33)$$

For an infinite defect along the x_3 axis (Figure 6), solutions of the above equations, independent of x_3 , have the form :

$$R_k = A_k f(x_1 + p x_2) \quad (34)$$

provided that the constant vector A_k satisfies :

$$\sum_i \left(c_{i1k1} + p c_{i1k2} + p c_{i2k1} + p^2 c_{i2k2} \right) \cdot A_k = 0 \quad (35)$$

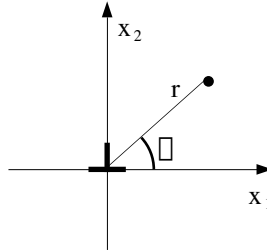


Figure 6 : Coordinate system used for the calculation of displacement field $\mathbf{R}$. The dislocation line is parallel to the x_3 -axis which points towards the figure. The angle ϕ is in the plane normal to the dislocation line and is measured from the slip plane.

Values not identically zero of the vector A_k can be found if the determinant associated to the set of equations (35) is zero, that is, if p is a root of the sextic equation :

$$\begin{vmatrix} c_{i1k1} + p c_{i1k2} + p c_{i2k1} + p^2 c_{i2k2} \end{vmatrix} = 0 \quad (36)$$

From energy arguments, it can be shown that the roots of equation (36) occur in complex conjugate pairs $p_{\square}$ ($\square \in 1, 2$ or 3), and a general expression of the displacements is :

$$R_k = \sum_{\square} A_{k\square} f_{\square}(x_1 + p_{\square} x_2) + \text{complex conjugate} \quad (37)$$

2.5.2 Case of a Dislocation

Consider now the displacements with the following form :

$$R_k = \frac{1}{2i} \sum_{\square} A_{k\square} D_{\square} \text{Ln}(x_1 + p_{\square} x_2) + \text{c.c.} \quad (38)$$

where the $D_{\square}$ are constant. Along a closed path encircling x_3 , R_k changes by an amount b_k

$$b_k = \sum_{\square} A_{k\square} D_{\square} + \text{c.c.} \quad (39)$$

and the resultant force acting across a closed path encircling x_3 is :

$$F_i = \sum_{\square} L_{i\square} D_{\square} + \text{c.c.} \quad (40)$$

where the three vectors $L_{i\square}$ are defined by :

$$L_{i\square} = \sum_k (c_{i2k1} + p_{\square} c_{i2k2}) A_{k\square} \quad (41)$$

Equations (38) will then represent the displacements due to an infinite dislocation along x_3 , provided that b_k is the Burgers vector of the dislocation (equation 39), and provided that there is no net force along its axis, that is :

$$F_i = 0 \text{ or } \sum_{\square} \sum_k (c_{i2k1} + p_{\square} c_{i2k2}) A_{k\square} D_{\square} = 0 \quad (42)$$

It follows that the displacement field $\mathbf{R}$ can be determined as follows :

- first find the roots $p_{\square}$ from equation (36), and thus the vectors $\mathbf{A}_k$
- then determine the three complex constants $D_{\square}$ from equations (39) and (42)

Notice that since expression (36) is a sextic equation, there is no general analytical form for its solutions. Equation (36) has to be solved numerically, except in some special cases, extensively described by Steeds [6]. Head et al. [4] have developed a procedure called ANCALC which automatically calculate the values $\mathbf{A}_k$, $D_{\square}$ et $p_{\square}$.

3. Examples of the Use of Simulations

3.1. INFLUENCE OF ANISOTROPIC ELASTICITY IN THE EXTINCTION CONDITIONS

In isotropic elasticity, the displacement $\mathbf{R} = (R_1, R_2, R_3)$ near a dislocation at a point (r, φ) (Figure 6) is :

$$\mathbf{R} = \frac{1}{2\varphi} \left(\mathbf{b}\varphi + \mathbf{b}_e \frac{\sin 2\varphi}{4(1-\nu)} + \mathbf{b}\varphi \mathbf{u} \left(\frac{1-2\nu}{2(1-\nu)} \ln r + \frac{\cos 2\varphi}{4(1-\nu)} \right) \right) \quad (43)$$

where $\mathbf{b}_e$ is the edge component of the Burgers vector $\mathbf{b}$, and $\mathbf{u}$ its line. This simply reduces to

$$\mathbf{R} = \frac{\mathbf{b}\varphi}{2\varphi} \quad (44)$$

for a pure screw dislocation ($\mathbf{b} \parallel \mathbf{u}$). Thus, in isotropic crystals and under the kinematical approximation (equation 30), a screw dislocation is out of contrast when $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} \neq 0$, since in that case, there is no difference between the beam diffracted by a perfect and a faulted crystal. This holds true for dislocations containing an edge character, provided that the quantity $\mathbf{g} \cdot (\mathbf{b} \times \mathbf{u})$ is small enough. The corresponding " $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} \neq 0$ invisibility criterion" provides a quick and simple way to determine the direction of $\mathbf{b}$ that consists in searching two independent reflections under which the defect is invisible.

In anisotropic crystals observed under dynamical conditions, the " $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} \neq 0$ invisibility criterion" is however often unapplicable. This is exemplified in figure 7.a which shows that in β -CuZn, a screw dislocation with a Burgers vector $\mathbf{b} = [111]$, imaged with $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} \neq 0$, still exhibits a significant contrast in condition $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} \neq 0$.

However, simulations show that imaging with a large deviation s_g from Bragg angle (the "weak beam" technique) extends the applicability of the " $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} \neq 0$ invisibility criterion" since, provided the Bragg deviation is large enough, the $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ holds true (figures 7.b, c and d).

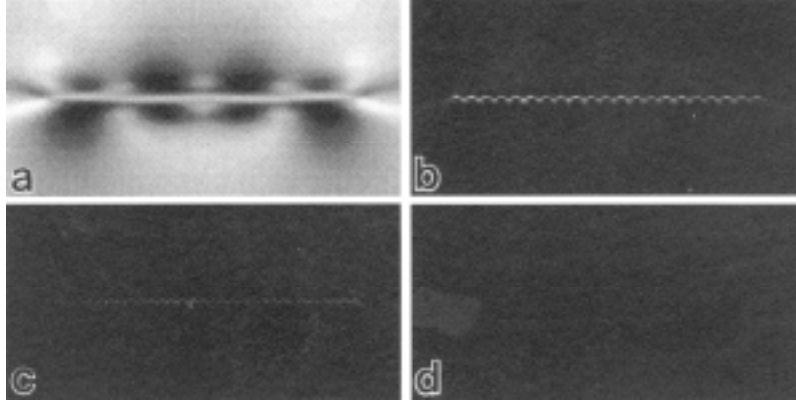


Figure 7 : Simulated images of a $[111]$ screw dislocation under $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ condition. ($\mathbf{g} = \bar{1}2$) (a) bright field image under Bragg condition ($s_g = 0$) (b) dark field (DF) image, $s_g = 0.2 \text{ nm}^{-1}$ (c) DF, $s_g = 0.3 \text{ nm}^{-1}$; (d) DF, $s_g = 0.4 \text{ nm}^{-1}$. The grey scale is identical for every dark field pictures (i.e. the exposure time is constant). The simulations have been performed using the "Cufour" program, a many-beams program with column approximation by Schaublin and Stadelmann [7].

3.2 ARTEFACT DUE TO MANY-BEAMS INTERACTION

Double contrast of superpartials with Burgers vector $1/2[110]$ has been repeatedly reported in condition $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 2$ in several intermetallics with $L1_2$ structure. This double contrast has been interpreted as a proof of dissociation of these dislocations, leading to different modelizations of slip glide processes. Numeric simulations of dislocation images have shown that the double contrast is an artefact arising for a small and well-defined Bragg deviation range (Figure 8). The doubling of the contrast occurs around the $\mathbf{g}-3\mathbf{g}$ conditions (when the image is done with beam $\mathbf{g}$ while beam $3\mathbf{g}$ is excited), and is absent when calculations are made using only two beams. This latter point indicates that the artefact is related to a double diffraction at the core of the dislocation resulting from a intensity transfert from beam $\mathbf{g}$ or $-\mathbf{g}$ to $2\mathbf{g}$.

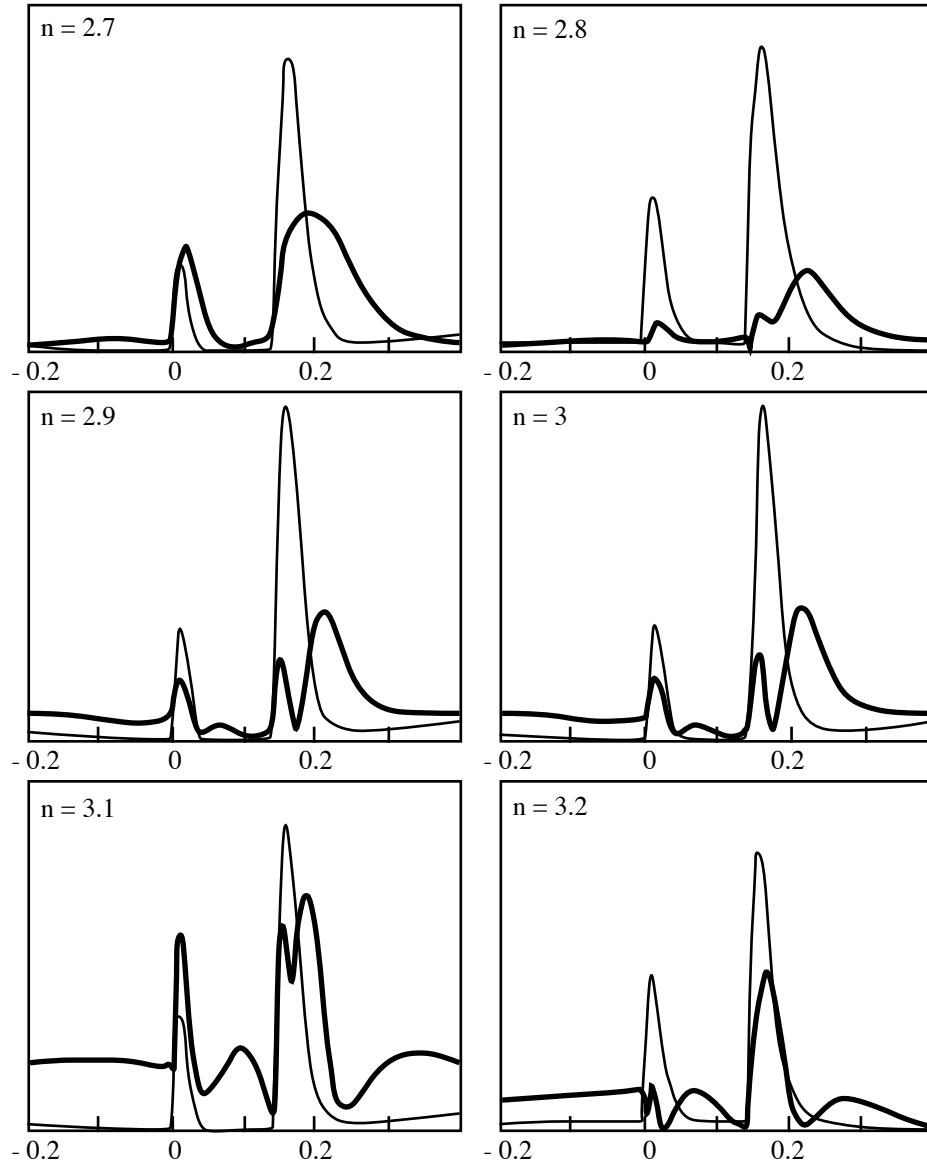


Figure 8. Simulated profiles of a pair of screw superpartials $1/2[110]$ in Co_3Ti . Fine lines correspond to two-beams simulations and thick lines correspond to simulations with four beams ($-\mathbf{g}$, transmitted beam, $+\mathbf{g}$ and $2\mathbf{g}$) (x-axis in $\frac{1}{g}$ unit). The images have been performed for the $\mathbf{g} = 220$ beam while the $n\mathbf{g}$ beam is excited. The simulations have been calculated using a many-beams program without column approximation developed by C.J. Humphreys and modified in order to take into account of the anisotropy of the crystal (Oliver [8]).

3.3. DETERMINATION OF THE NATURE OF A STACKING FAULT IN Ni₃Al

Observations of dipoles of dislocations with a Burgers vector $1/3\langle 112 \rangle$ is a common feature in deformed Ni₃Al. These dipoles are faulted, and in order to determine the exact process of formation of these dipoles, it is of prime importance to know the fault vector of the defect.

Two cases are possible as a Superlattice Intrinsic Stacking Fault (SISF) or a Superlattice Extrinsic Stacking Fault (SESF) can be formed in the $\{111\}$ plane of the dipole. Simulations for different diffraction conditions (for different $\mathbf{g}$) are in accordance with observations of SISF rather than SESF (Figure 9).

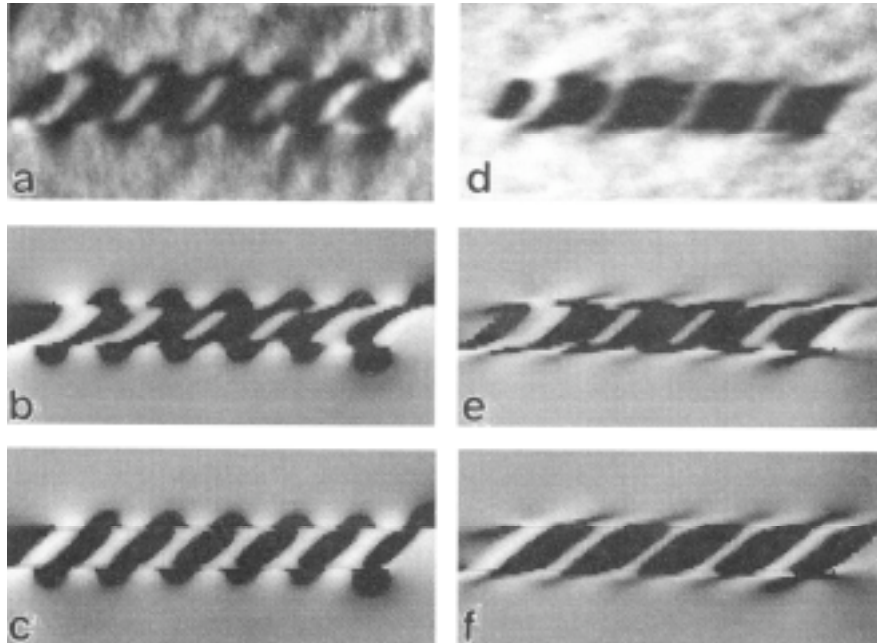


Figure 9 Comparisons of experimental and simulated images ; (a) Experimental dark field image with $\mathbf{g} = [111]$ (b) simulated image with SISF ; (c) with SESF. (d) Experimental dark field image with $\mathbf{g} = [111]$, (e) simulated image with SISF ; (f) with SESF. The simulations have been performed using the program TWODIS, a two-beams program with column approximation (Head et al., [4]) (Experimental images, courtesy of P. Veyssi re).

REFERENCES

1. Howie, A., and Whelan, M.J. (1961), *Proc. Roy. Soc.*, **A263**, 217.
2. Takagi, S (1962) *Acta Cryst.*, **15**, 1311.
3. Hirsch, P.B., Howie, A., Nicholson, R.B., Pashley, D.W., and Whelan, M.J., (1965) *Electron Microscopy of Thin Crystals*, Butterworths, London.
4. Head, A.K., Humble, P., Clarebrough, L.M., Morton, A.J., and Forwood, C.T. (1973) *Computed Electron Micrographs and Defects Identification*, North-Holland Publishing Company, Amsterdam.
5. Stroh, A.N. (1958) Dislocations and Cracks in Anisotropic Elasticity, *Phil. Mag.*, **3**, 625-646.
6. Steeds, J.W. (1973) *Introduction to Anisotropic Elasticity Theory of Dislocations*, Clarendon Press, Oxford.
7. Schaublin, R., and Stadelmann, P. (1993), A method for simulating electron microscope dislocation images, *Mater. Sci. and Eng. A*, **164**, 373-378.
8. Oliver, J. (1992) Structure fine des dislocations dans l'intermétallique Co₃Ti et simulation du contraste en faisceau faible, *PhD Thesis (in french)*, University of Paris XI - Orsay.

Annexe 3

**Comparaison entre images simulées
dans des conditions de faisceau faible :**

**application au critère d'extinction
dans les matériaux anisotrope**

Comparison between simulated weak-beam images: application to the extinction criterion in elastically anisotropic crystals

By JOËL DOUIN[†], PATRICK VEYSSIÈRE[‡] and GEORGES SAADA[§]

Laboratoire d'Etude des Microstructures, CNRS–Office National d'Etudes et de
Recherches Aérospatiales, BP 72, 92322 Châtillon Cedex, France

[Received 8 July 1997 and accepted in revised form 24 September 1997]

ABSTRACT

This paper investigates the reasons why the weak-beam contrast of dislocations is largely insensitive to elastic anisotropy. Particular attention is paid to the applicability of the $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ invisibility criterion for Burgers vector determination to crystals with large elastic anisotropy factors. For this purpose, a method has been designed to allow for a direct comparison between weak-beam images simulated under different $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$ imaging conditions.

§ 1. INTRODUCTION

The Burgers vector $\mathbf{b}$ of a dislocation is routinely determined by transmission electron microscopy (TEM) based on the diffraction contrast observed under several reflecting vectors $\mathbf{g}$. In elastically isotropic crystals and under two-beam conditions, a screw dislocation becomes invisible when $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ and this holds true for dislocations comprising an edge component provided the quantity $\mathbf{g} \cdot (\mathbf{b} \times \xi)$, where ξ is a unit vector along the dislocation line, is not too large (Hirsch *et al.* 1965). The so-called $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ invisibility criterion provides a reasonably simple means to determine the direction of $\mathbf{b}$, which consists in seeking independent reflections under which the defect is out of contrast.

In elastically anisotropic materials imaged under dynamical conditions, the invisibility criterion may not be applicable. Roughly, the more anisotropic the crystal, the more uncertain is the criterion. This difficulty was first pointed out by Head (1967) who showed that under $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ dynamical conditions in bright field (BF), a screw dislocation in β -CuZn still exhibits significant and complex contrast. Head *et al.* (1973) then designed a technique of image simulation that has proven, and still proves, extremely successful in a number of cases. On the basis of experiments conducted again on β -CuZn, Saka (1984) was the first to draw attention on the fact that the $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ criterion could also be safely employed in anisotropic materials when observations are conducted under weak-beam conditions, but no explanation for this was provided. Since then, the weak-beam imaging mode has been extensively and successfully applied to a number of anisotropic crystals, such as minerals as well as systems belonging to the rapidly growing field of ordered intermetallic alloys. In

[†] e-mail: douin@onera.fr.

[‡] e-mail: patrickv@onera.fr.

[§] e-mail: saada@onera.fr.

some subtle situations of ambiguous contrast properties, to some extent controlled by elastic anisotropy, image simulations must still be performed in order to elucidate possibly artifactual weak-beam observations (Hemker and Mills 1993, Baluc and Schäublin, 1996, Hemker 1997).

The aim of this paper is to investigate the weak-beam contrast of dislocations in an anisotropic crystal by means of computer simulations. A method that enables one to compare reasonably safely between weak-beam contrasts simulated under different imaging conditions is introduced (§ 2) and the validity of the $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ criterion checked in the case of β -CuZn (§ 3). Reasons that make the invisibility criterion still applicable under weak-beam conditions in an elastically anisotropic material are examined from a semiquantitative standpoint in § 4.

§ 2. THE SIMULATION OF DISLOCATION EXTINCTION UNDER WEAK-BEAM CONDITIONS

A dislocation is said to be invisible when its contrast is hardly detectable on the microscope screen or, better, on a plate emulsion. In practice, the identification of an extinction is inherently uncertain and subjective for this depends on imaging conditions (including microscope adjustment and sample properties) as well as on parameters involved in the recording of images (plate sensitivity, exposure time, plate processing, printing conditions, etc.). Moreover, because of the residual contrast which arises when the parameter $\mathbf{g} \cdot (\mathbf{b} \times \xi)$ is large, extinction becomes even more difficult to assess as the dislocation character deviates from pure screw orientation.

Dislocation invisibility is determined relative to the background and this depends upon whether the dislocation is observed under dynamical or kinematical conditions.

- (1) Under near-Bragg dynamical conditions, the defect shows as a dark line on a light background both in BF and in dark field (DF) (provided that the foil is thick enough). Since the maximum intensity I_M of the image is located within the undefected region (Hirsch *et al.* 1960, figures 11-4 and 11-5), defect visibility depends on the value of the *intensity minimum* in the defect image, relative to I_M . In practice, defect visibility is only moderately influenced by the recording procedure since most of the intensity originates from the background. Under dynamical conditions, the major source of ambiguity arises from the various sources of residual contrast, that is from the quantity $\mathbf{g} \cdot (\mathbf{b} \times \xi)$ and from elastic anisotropy.
- (2) Under weak-beam conditions, diffraction occurs in a volume located in the close vicinity of the defect whose visibility is thus determined by how much the *intensity maximum* emerges from the background. Confusion, if not mistakes, may then occur when plates are underexposed or insufficiently developed. As made clear in the following, further difficulties result from the strong dependence of I_M upon parameters such as the value of the structure factor of the operating reflection $\mathbf{g}$, the $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$ product and the deviation from the Bragg condition s_g (§ 3).

In practice, the exposure time under dynamical conditions is that given by the exposure meter of the microscope. In the particular case of weak-beam images, however, an additional problem arises from the fact that the dislocation peak represents but a very small fraction of the total surface of the micrograph whose background intensity is by definition very low. Hence, when exposed to the time indicated by the microscope exposure meter, dislocation images are markedly overexposed (a

similar difficulty arises for the recording of other highly heterogeneous images, such as diffraction patterns). Accordingly, it is a current experimental procedure to decrease the measured exposure time by a factor between 2.8 and 4 (which represents three to four steps down for the timer of the JEOL 200CX) and to prolong the developing time of the plates far beyond the normal specifications (say 10–15 min in a concentrated developer).

In a given simulated image, the maximum intensity I_M is generally normalized to unity (pixel intensity $C = 1$) and ascribed the white tone while the black tone corresponds to zero intensity ($C = 0$). Hence, defect contrast under weak-beam conditions is artificially set at a maximum regardless of I_M , and this introduces a severe intrinsic limitation in studying extinction based on simulated images (see also § 4.1). This is why the design of a grey scale common to a wide set of images simulated under varied weak-beam imaging conditions is a prerequisite for conducting an unambiguous comparison between them. In addition, the calibration procedure should be flexible enough to account for the fact that, experimentally, one largely compensates for differences in intensity between micrographs, by means of an adequate combination of beam brightness, control of exposure, developing and printing times and, occasionally, appropriate choice of plate sensitivity.

For the comparison between a set of simulated images to be as close as possible to that of real TEM images including situations of invisibility, we have found it most appropriate to mimic the real procedure of plate exposure which, starting from the measurement of an *integrated* intensity, simply consists in assigning an exposure time which the operator adjusts in order to display the feature of interest. For this purpose, we have first ascribed the half-grey tone (e.g. $C_{\text{ref}} = 0.5$ within a scale of tones ranging from 0 to 1) to the integrated intensity I_{ref} of a reasonably thick foil (100 nm)[†] of undefected copper ($g = 220$ under BF dynamical Bragg conditions at a magnification of 40×10^3). In practice, the exposure time t_{ref} in such conditions is about 1 s. Then, any simulated weak-beam image is ascribed an exposure time related to the calculated integrated intensity by a rule of thumb. The integrated intensity I_{wb} of the weak-beam image thus corresponds to an exposure time of

$$t_{\text{exp}} = \frac{t_{\text{ref}} I_{\text{ref}}}{I_{\text{wb}}}, \quad (1)$$

which transforms into

$$t_{\text{wb}} = \frac{t_{\text{exp}}}{4} \quad (2)$$

when the above-mentioned time compensation required in practice for weak-beam images is accounted for. We have then simulated a $[111]$ screw dislocation in β -CuZn imaged under $g = 112$, that is under $g \cdot b = 2$, and under a moderate deviation from Bragg conditions of $s_g \approx 0.1 \text{ nm}^{-1}$, for the same magnification of 40×10^3 . The virtual exposure proposed by the computer (equation (2)) was approximately 16 s, which is reasonable. On the other hand, since exposure times prolonged beyond a realistic duration would invariably reveal very faint image peaks which should in practice remain invisible, the exposure time should be limited to a maximum time

[†] A reasonable foil thickness is difficult to assess quantitatively. It is always a compromise between many factors including minimizing the blurring effect due to inelastic scattering and increasing the workable length of dislocations.

which we set to 16 s.† The intensity of each image pixel within the common grey scale is given by

$$C_{wb} = \frac{0.5t_{wb}i_{wb}}{i_{ref}}, \quad (3)$$

where i_{wb} is the intensity calculated at the emergence of a given column of the defected crystal and i_{ref} is that of any column of the reference copper foil.

It should be noted that despite its rudimentary nature the above calibration, which we shall employ in the following to conduct comparative simulations of dislocation contrast under weak-beam conditions (see also § 4.1), is fairly close to the procedure of plate exposure and image printing which one uses in practice.

§ 3. IMAGE SIMULATIONS

The deviation from Bragg conditions, which determines the intensity of a given beam, can be represented by the deviation parameter s_g or, equivalently, by an oriented length ng on the systematic row. s_g represents the distance in the reciprocal space between the operating reflection and the Ewald sphere in the direction of the electron beam, while n is the fractional coordinate, in units of g , of the intersection between the Ewald sphere and the systematic row. The notation $\{\alpha g - ng\}$ is often employed to indicate that the reflection αg is operating with the excitation adjusted to ng . Under weak-beam conditions, α is usually set to unity although $\alpha = 2$ is sometimes employed for contrast enhancement (Hemker and Mills 1993, Schäublin and Stadelman 1993, Baluc and Schäublin 1993). $s_{\alpha g}$ and n are related by

$$s_{\alpha g} = \frac{(n - 1)\lambda(\alpha g)^2}{2}, \quad (4)$$

where λ is the electron wavelength. In the following, we consider that no beams other than those of the systematic row contribute to image formation, as is usually assumed in such simulations.

The present study is restricted to the case of a superdislocation with $[111]$ Burgers vector in β -CuZn (table 1 and figure 1). For simplicity, the dislocation is taken as undissociated. In order to eliminate the further complications brought about by the contribution of the $g \cdot (b \times \xi)$ term to the contrast, the present analysis will be restricted to the $[111]$ screw orientation. The images have been generated by means of the Cufour code developed by Schäublin and Stadelmann (1993) which itself originates from the work of Head *et al.* (1973). The fact that the image aspect is little modified upon incorporating extra beams has been reported by Schäublin and Stadelmann (1993) for BF conditions. We have checked that, provided that no diffracted beam is strongly excited, negligible effects, if any, arise from the incorporation of more than two beams in the simulation of weak-beam images. Nevertheless, since computation times of dislocation images are no longer prohibitive (of the order of 1 min), the images presented below were all calculated with six beams, namely $\{-g, 0, g, 2g, 3g$ and $4g\}$, where 0 represents the transmitted beam. The simulation was run under the column approximation at an operating voltage of 200 kV. In order to reduce further the number of parameters investigated, we have in a first series of

† In fact, this duration of 16 s is the maximum exposure time that ensures drift-free images in a JEOL 200CX electron microscope at the 1 nm resolution which is normally expected under weak-beam conditions.

Table 1. Input parameters used in the simulation of dislocation image (the elastic constants are taken from Lazarus (1948, 1949)).

Alloy	β -CuZn
Foil thickness	100 nm
Acceleration voltage	200 kV
Elastic constants	
c_{11}	129.1 GPa
c_{12}	109.7 GPa
c_{44}	82.4 GPa
A	8.5
Foil normal FN	$\left\{ \begin{matrix} [031] \\ [021] \\ [531] \end{matrix} \right\}$ (figures 2, 3 and 5)
Beam direction B	$\left\{ \begin{matrix} [531] \\ [531] \\ [531] \end{matrix} \right\}$ (figure 4)
Foil normal FN	$\left\{ \begin{matrix} [531] \\ [110] \end{matrix} \right\}$ (figure 10)
Beam direction B	$\left\{ \begin{matrix} [111] \\ [111] \end{matrix} \right\}$
Dislocation line ξ	$[111]$
Burgers vectors b	$[111]$
Beams	$-g, 0, g, 2g, 3g, 4g$ ($g = \bar{1}\bar{1}2$ and $g = 1\bar{1}2$)
Anomalous absorption coefficients	
α_{112}	0.0709
α_{224}	0.1027
α_{336}	0.0991
α_{448}	0.0643
α_{5510}	0.0247

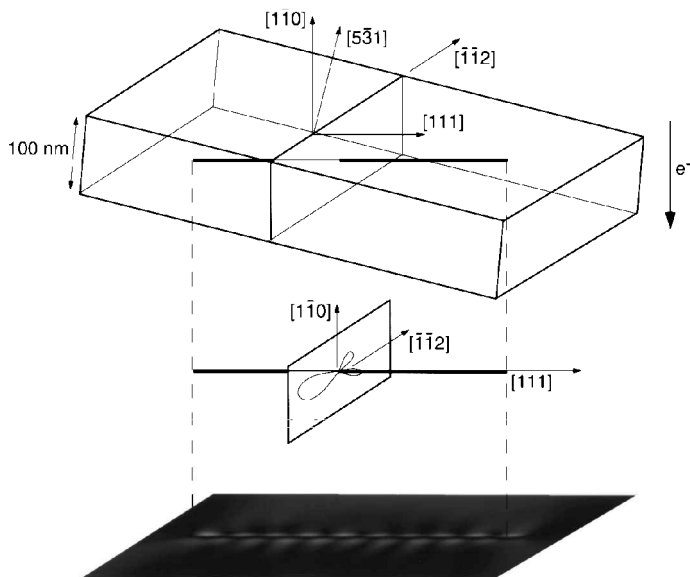


Figure 1. The three elements of interest in the simulations. At the top is the dislocation-containing thin foil whose normal is inclined to the electron beam (here the foil normal and the direction of the electron beam are those used for figures 8, 9 and 10, e.g. $[531]$ and $[110]$ respectively). The sketch in the middle represents a cross-section of the gradient of $\partial(\mathbf{g} \cdot \mathbf{R})/\partial z$ and the lower image is the simulated image. In every simulation, the projection of the dislocation line on the image is located exactly at half the height of the image.

simulations (figures 2–5) restricted image comparison to reflections with identical structure factors. Amongst the reflections of β -CuZn which have a reasonably strong structure factor, the 112 reflections are the most appropriate for our purpose although the contrast simulated under $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ can only be compared then with that under $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = \pm 2$.

Figure 2 shows a set of four images simulated under $\mathbf{g} = \bar{1}\bar{1}2$ ($\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$), one in the BF mode for $s_{\mathbf{g}} = 0$ and three in DF mode for increasing values of the deviation

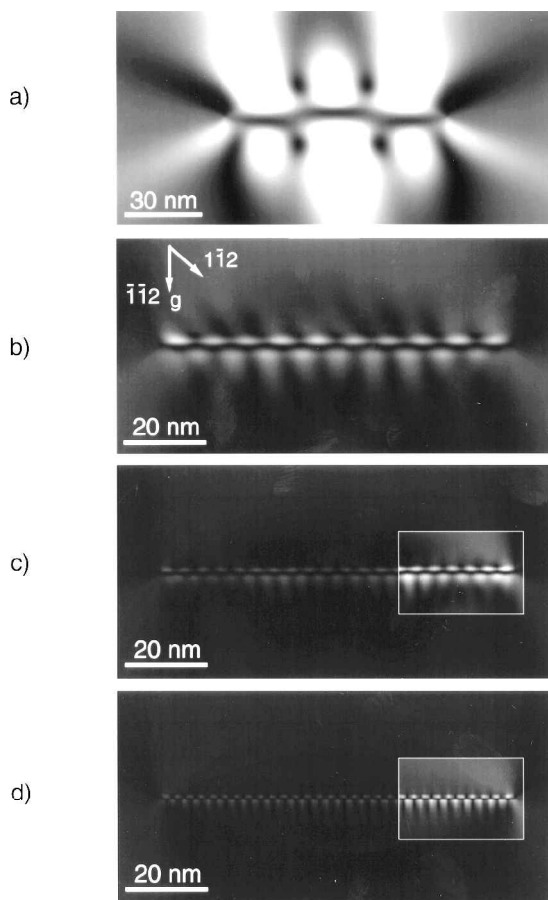


Figure 2. Simulated images of a $[111]$ screw dislocation in β -CuZn under the operating reflection $\mathbf{g} = \bar{1}\bar{1}2$ ($\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$). The data used in the computations are listed in table 1. The calibrated exposure time is 16 s for all images but (a). The insets, which are 'exposed' for 90 s, illustrate that, just as in a microscope, all one needs in order to enhance the visibility of the defect is to lengthen the exposure time adequately. (a) BF image, $s_{\mathbf{g}} = 0$. Note the presence of a line of no contrast which corresponds to the position of the projection of the dislocation line (see § 5.3). The line of no contrast is characteristic feature of the morphology of the dislocation image for $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$, irrespective of $s_{\mathbf{g}}$. The exposure time is 4 s in this case. In order to show the wholesale morphology of the dislocation image better, the magnification has been reduced relative to that of the DF images in (b), (c) and (d). (b) DF image; $s_{\mathbf{g}} = 0.1 \text{ nm}^{-1}$; the faint peak located on either side of the projection of the dislocation line should be noted. (c) DF; $s_{\mathbf{g}} = 0.2 \text{ nm}^{-1}$. (d) DF; $s_{\mathbf{g}} = 0.3 \text{ nm}^{-1}$. The signal originating from the dislocation is now hardly visible but is in the inset.

parameter s_g of 0.1, 0.2 and 0.3 nm^{-1} (within these it is in fact for $s_g = 0.1 \text{ nm}^{-1}$ that the above calibration yields a calculated exposure time of 16 s, just as for $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 2$ (§ 2), which in turn points to the negligible contribution of the dislocation peak to the overall intensity). The simulated image in dynamical conditions exhibits a strong contrast (figure 2(a)), as is observed in practice (Head 1967, Saka 1984, G. Dirras 1997, private communication), hence exemplifying the considerable effect of elastic anisotropy on dislocation images. As s_g is increased, the dislocation shows some faint residual contrast for $s_g = 0.1 \text{ nm}^{-1}$. It becomes invisible in practice for $s_g = 0.2 \text{ nm}^{-1}$. By comparison, when the $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$ product is set to 2 the dislocation remains unambiguously visible up to $s_g = 0.3 \text{ nm}^{-1}$ ($\mathbf{g} = 3.3\mathbf{g}$, (figure 3)). Figure 4 shows that dislocation invisibility does not depend on foil orientation although the contrast for these $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ images is a little stronger than in figure 2.

It is worth noting that the simulated images in figure 2 retain a line of no contrast over the entire range of s_g (see § 5.3 and figure 10(a)). This gives rise to an unexpected twofold fine structure under weak-beam conditions which wrongly suggests that the dislocation is split to a separation of several nanometres. The persistence of the line of no contrast illustrates the similitude between weak-beam images and the dynamical images simulated under the same reflection. This similitude can be verified in every set of images shown in the present paper. For instance, the weak-beam images

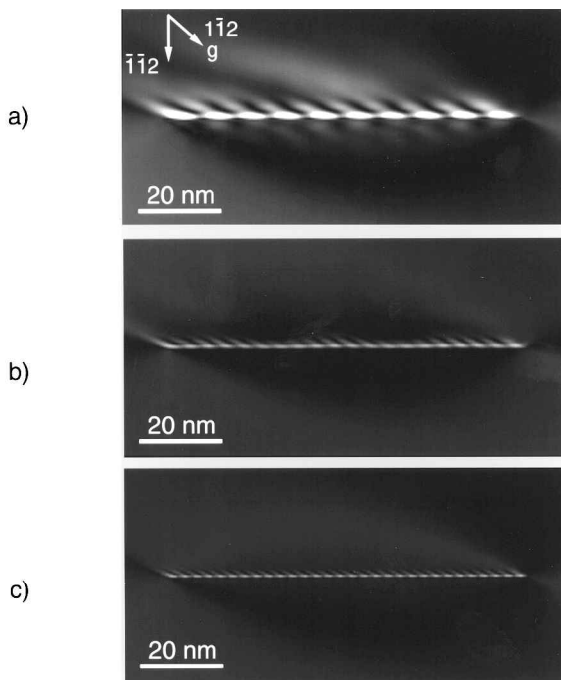


Figure 3. Simulated images of the screw dislocation under $\mathbf{g} = \bar{1}12$ ($\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 2$) for the same crystal orientation as in figure 2. The exposure time calculated for $s_g = 0.1 \text{ nm}^{-1}$ is 16 s, which is the time fixed arbitrarily (§ 2) for the other two images simulated for larger values of s_g . (a) DF image; $s_g = 0.1 \text{ nm}^{-1}$. (b) DF; $s_g = 0.2 \text{ nm}^{-1}$. (c) DF; $s_g = 0.3 \text{ nm}^{-1}$; the dislocation remains strongly visible. Note that, as s_g is increased, the pronounced elongation of the intensity lobes towards the upper left-hand side of the figure shrinks but without disappearing, illustrating the property of similitude of dislocation images as s_g is varied.

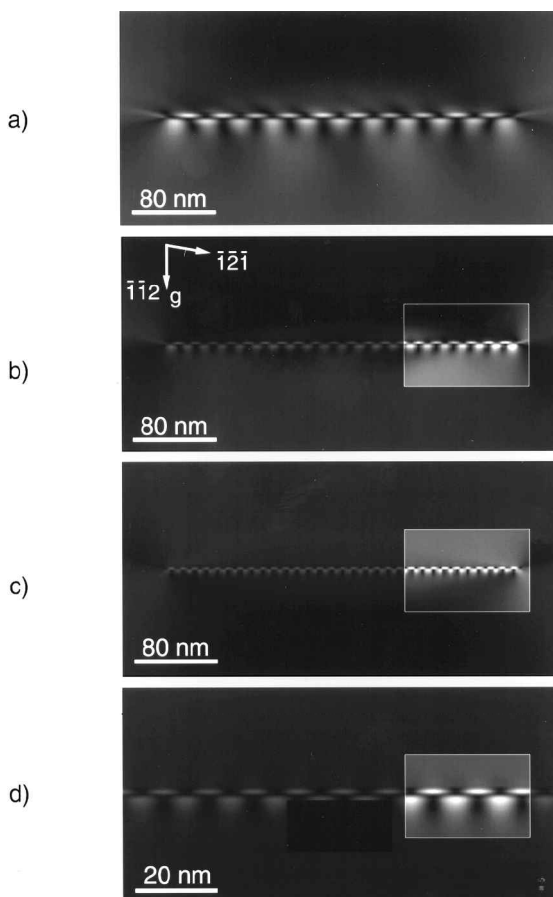


Figure 4. Simulated images under $\mathbf{g} = \bar{1}\bar{1}2$ ($\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$). The foil normal is now along $[\bar{5}31]$. The geometry of the configuration (figure 1) makes it necessary to display the image under a magnification significantly smaller than that used in the previous weak-beam images. (a) DF image; $s_{\mathbf{g}} = 0.1 \text{ nm}^{-1}$. (b) DF; $s_{\mathbf{g}} = 0.2 \text{ nm}^{-1}$; the dislocation is nearly invisible. (c) DF; $s_{\mathbf{g}} = 0.3 \text{ nm}^{-1}$. (d) same as (c) but, for comparison, with the same magnification as for figure 2. Insets are exposed for 44 s. Note the presence of a line of no contrast again for this $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ condition (see figure 2).

in figure 3 exhibit a succession of oblique streakings which is reminiscent of the image symmetry in dynamical conditions (by contrast, the pseudoperiodicity of the image together with its extension change, as expected). The same remark on similitude holds true for figures 4 and 5 and we shall show in § 4 that this property has its origin in a similitude of the dislocation displacement field.

Given $\mathbf{g}$ and $s_{\mathbf{g}}$, the dependence of dislocation contrast upon foil orientation originates from elastic anisotropy, as demonstrated by the fact that, in an elastically isotropic crystal, imaging under $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ yields no contrast at all. In the present case of β -CuZn, the splitting of the image under $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ depends on foil orientation; it is less pronounced in the $[\bar{5}31]$ than in the $[031]$ foil orientation (figures 4 and 2 respectively). The role of anisotropy is further exemplified by comparing between the weak-beam images in figures 3 and 5 whose input data differ only with regards to elastic constants. Those chosen for the simulations of figure 5 correspond to a hypothetically

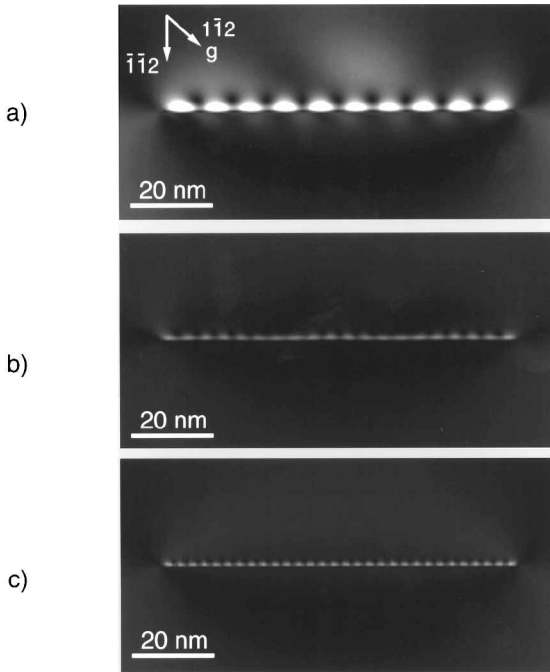


Figure 5. Simulation conducted under $\mathbf{g} = 1\bar{1}2$ ($\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 2$) of a screw dislocation in a hypothetical crystal whose elastic constants have been adjusted to render the crystal elastically isotropic; with this aim, two elastic constants instead of one have been modified in order to maintain the set of elastic constants within a realistic range of values ($c_{11} = 201.8$ GPa, $c_{12} = 37.0$ GPa and $c_{44} = 82.4$ GPa). (a) DF image; $s_{\mathbf{g}} = 0.1 \text{ nm}^{-1}$. (b) DF; $s_{\mathbf{g}} = 0.2 \text{ nm}^{-1}$. (c) DF; $s_{\mathbf{g}} = 0.3 \text{ nm}^{-1}$. At variance from figure 2, the intensity lobes are no longer elongated towards the upper left-hand side of the images.

isotropic crystal. In the anisotropic crystal, the periodic white lobes are inclined about 30° to the main line (figure 3(a)), while they are not in the isotropic case (figure 5(a)).

§ 4. CONTRAST SIMILITUDE

In the presence of a distortion, the portion of crystal which is set in Bragg condition for the reflection $\mathbf{g}$ corresponds to the locus of elementary volumes, called contour maps (Hemker and Mills 1993, Hemker 1997), which satisfy the relation (Cockayne *et al.* 1969)

$$s_{\mathbf{g}} + \frac{\partial(\mathbf{g} \cdot \mathbf{R})}{\partial z} = 0, \quad (5)$$

where $\mathbf{R}(x, y, z)$ is the displacement field generated by the crystal defect. The dislocation is aligned with the y axis and the electron beam is parallel to the z axis. Equation (5) is equivalent to stating that the deviation from the Bragg condition is compensated locally by the lattice rotation generated by the defect. The expression on the left-hand side of equation (5) represents the effective deviation parameter $s_{\mathbf{g}}^{\text{eff}}$ in the distorted region (Hirsch *et al.* 1960). Since the strain field $\varepsilon(\mathbf{r})$ of a dislocation is a function of the reciprocal of the distance r from the dislocation, one has

$$\varepsilon(\lambda \mathbf{r}) = \frac{1}{\lambda} \varepsilon(\mathbf{r}); \quad (6)$$

hence

$$\frac{\partial R_k(\lambda x, \lambda z)}{\partial z} = \frac{1}{\lambda} \frac{\partial R_k(x, z)}{\partial z}, \quad (7)$$

When the coordinates x and z are multiplied by λ , the local derivative $\partial \mathbf{R} / \partial z$ and hence the local curvature of the plane $\partial(\mathbf{g} \cdot \mathbf{R}) / \partial z$ are multiplied by λ^{-1} . Under anisotropic elasticity, the derivation of equation (7) proceeds exactly in the same way. According to Eshelby *et al.* (1970) the components R_k of the displacement field originating from a dislocation at a point $M(x, z)$ are

$$R_k(x, z) = \frac{1}{2i\pi} \sum_{\alpha=1}^3 A_{k\alpha} D_{\alpha} \ln(x + p_{\alpha}z) + cc, \quad (8)$$

where the matrix $A_{k\alpha}$, the vector D_{α} and the quantities p_{α} which are the roots of a sextic equation (Stroh 1958), depend on the elastic constants c_{ij} , on the direction of the dislocation and on the cut plane. It follows that at a point $M'(X = \lambda x, Z = \lambda z)$

$$\frac{\partial R_k(\lambda x, \lambda z)}{\partial z} = -\frac{1}{2i\pi} \sum_{\alpha=1}^3 A_{k\alpha} D_{\alpha} \frac{p_{\alpha}}{\lambda x + p_{\alpha} \lambda z} + cc = \frac{1}{\lambda} \frac{\partial R_k(x, z)}{\partial z}. \quad (9)$$

Equations (5) and (7) or (9) imply that multiplying $s_{\mathbf{g}}$ by λ results in an image $1/\lambda$ times closer to the geometrical projection of the dislocation line, a property which conforms to the remarks in § 3 about the similarity between images simulated at varied values of $s_{\mathbf{g}}$ (figures 2–5).

The property of similitude is better illustrated by means of the contour plots of equation (5) shown in figure 6. What happens is that, as $s_{\mathbf{g}}$ is decreased by a given factor, the locus of points where equation (5) is satisfied is homothetically expanded. This results in the magnification of the image overall features over the same factor (except of course for the image pseudoperiodicity and for the near-surface contrast which cannot be accounted for by the method of the generalized cross-section of Head *et al.* (1973)).

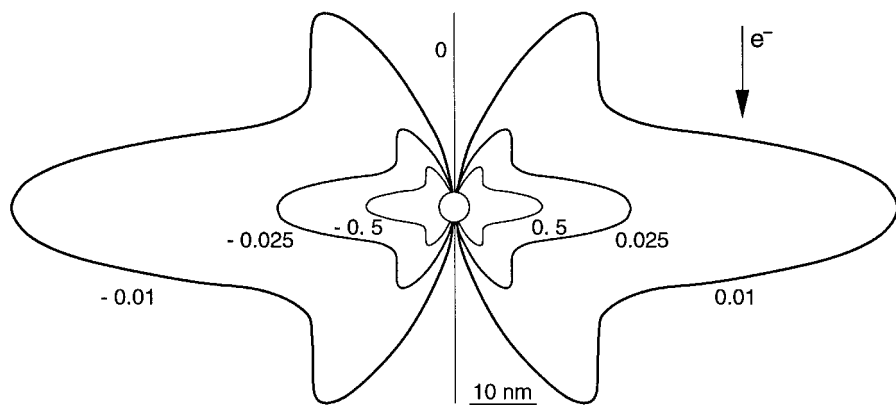


Figure 6. Contour maps of $s_{\mathbf{g}} + \partial(\mathbf{g} \cdot \mathbf{R}) / \partial z = 0$ for $\mathbf{g} = 111$ and several values of $s_{\mathbf{g}}$ (e.g. 0, 0.01, 0.25 and 0.5 nm^{-1}), showing the property of similitude. The open circle symbolizes the crystal region around the dislocation core where the displacement gradients are so large that limited constructive interference, if any, can be expected (also this is the region where linear elasticity breaks down).

In elastically anisotropic conditions, finite components of $\mathbf{R}$ perpendicular to the Burgers vector superimpose on the axial displacement field of a screw dislocation, implying that, under $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$, the quantity $\mathbf{g} \cdot \mathbf{R}$ cannot be cancelled everywhere. As mentioned in § 1, this is the source of the sometimes pronounced *residual* contrast exhibited by dislocations imaged in near-Bragg conditions. Under such conditions, the image of a dislocation indeed consists of two components: the peak itself and a tail (Hirsch *et al.* 1965). The peak is generated in the region where the displacement varies sufficiently in an extinction distance ξ_g near the dislocation, in order to promote significant scattering. The tail, which can largely dominate the wholesale appearance of the dislocation image, originates from relatively small distortions and can be significantly influenced by elastic anisotropy (Head 1967). In the following, we examine the conditions of dislocation visibility-invisibility in weak-beam kinematical conditions, in which the tail effects are necessarily cancelled.

§ 5. DISCUSSION

In § 5.1 we characterize diffraction in the vicinity of a dislocation in an anisotropic crystal and this is applied to predict the position of the image peak(s) and to discuss the invisibility criterion under weak-beam conditions in § 5.2 and 5.3 respectively. We make extensive use of cross-section contour maps of the gradient of $\mathbf{R}$ or of $\mathbf{g} \cdot \mathbf{R}$, whose usefulness has been recently demonstrated by Hemker (1997). It is worth recalling that, since the component of $\mathbf{R}$ parallel to the electron beam does not contribute to diffraction contrast, it is sufficient to consider the projection of the displacement field $\mathbf{R}$ on the y axis, which can be in turn decomposed into two components, $\mathbf{R}_{\parallel}$ and $\mathbf{R}_{\perp}$, parallel and perpendicular to the Burgers vector respectively.

5.1. The implications of plots of s_g^{eff}

One possible reason why, in β -CuZn, the contribution of anisotropic elasticity to the overall contrast properties of weak-beam images is not as pronounced as under dynamical conditions, could be that the anisotropy-related lattice rotations remain relatively modest in the core vicinity. At large values of s_g , these rotations might in fact not be enough to contribute significantly to $\partial(\mathbf{g} \cdot \mathbf{R})/\partial z$ (equation (5)). We shall see at the end of § 5.2 that this explanation is in fact partly valid in moderately anisotropic crystals. As shown by figure 7, this is clearly not the case in β -brass for $\partial(\mathbf{R}_{\parallel})/\partial z$ and $\partial(\mathbf{R}_{\perp})/\partial z$ are actually of comparable spatial extension (figures 7(a) and (b) respectively). Hence the lattice distortions which arise from isotropic elasticity (all included in $\mathbf{R}_{\parallel}$) or from anisotropic elasticity (the only contribution to $\mathbf{R}_{\perp}$) may well compensate for large deviations from Bragg conditions at comparable distances from the dislocation core. Figure 7(c), which shows contour maps of $\partial(\mathbf{R}_{\parallel} + \mathbf{R}_{\perp})/\partial z$ projected along the $[001]$ direction, indicates that the resultant gradient can be substantially modified by $\partial(\mathbf{R}_{\perp})/\partial z$.

The contribution of elastic anisotropy to the formation of the image is further illustrated in figure 8 where contour maps of the local lattice rotation $\partial(\mathbf{g} \cdot \mathbf{R})/\partial z$ are plotted for each of the most currently employed, fundamental reflections of the $[110]$ zone axis. Selecting a reflection $\mathbf{g}$, at an angle θ from $\mathbf{b}$, is equivalent to superimposing the two gradients of displacement fields in varied relative weights (i.e. $g(\cos \theta \partial \mathbf{R}_{\parallel}/\partial z + \sin \theta \partial \mathbf{R}_{\perp}/\partial z)$). Depending upon the weight of $\partial(\mathbf{R}_{\parallel})/\partial z$ relative to $\partial(\mathbf{R}_{\perp})/\partial z$, contour maps show a large variety of shapes depending on the operating $\mathbf{g}$ vector in this selected section of the reciprocal plane. The fact that the lobes of

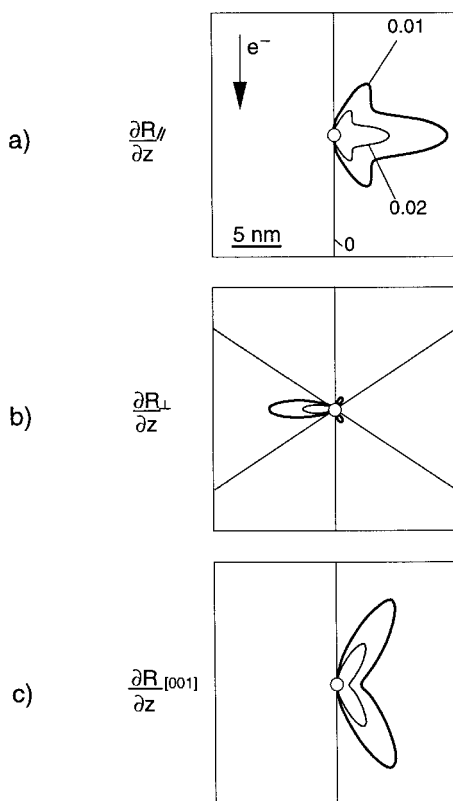


Figure 7. Contour maps of the gradient of the displacement field generated by a screw dislocation with Burgers vector $[111]$ in β -brass as these can be evidenced in practice by projecting $\mathbf{R}$ onto different $\mathbf{g}$ vectors. These contour maps are displayed for three values of $\partial(\mathbf{g} \cdot \mathbf{R})/\partial z$, for example 0, 0.01 and 0.02 (straight lines, thin lines and thick lines respectively). (a) $\partial(\mathbf{R}_{||})/\partial z$. (b) $\partial(\mathbf{R}_{\perp})/\partial z$. (c) Projection of $\partial(\mathbf{R})/\partial z$ along $[001]$ in this particular combination of the two components, $\partial(\mathbf{R}_{||})/\partial z$ still dominates but is markedly distorted by the superimposition of $\partial(\mathbf{R}_{\perp})/\partial z$.

$\partial(\mathbf{R}_{||})/\partial z$ and of $\partial(\mathbf{R}_{\perp})/\partial z$ are located on either side of the median (figures 7(a) and (b) respectively) is reflected by the various contour maps of $\partial(\mathbf{g} \cdot \mathbf{R})/\partial z$ in figure 8.

5.2. The position of peak(s) of the dislocation image

As mentioned earlier, since the closer to the dislocation the steeper is the gradient of $\varepsilon(\mathbf{r})$, the volume of crystal which is actually in Bragg condition, or sufficiently near this orientation for the diffracted signal to remain significant, becomes smaller upon increasing s_g . This property has the two well known conflicting implications that, as the deviation from the Bragg condition increases, the image resolution increases while the peak intensity decreases (as s_g^{-2}). A limitation arises in practice from the fact that not enough atoms are in position to scatter an electron wave constructively in the direction of the diffracted beam. One experimentally observes indeed that, upon increasing s_g , the weak-beam image of an otherwise visible defect fades away but there is no simple means to determine the smallest diffracting volume that can possibly generate a detectable signal. Accordingly, a further condition for a signal to emerge from the background of a weak-beam image is that the compensation for

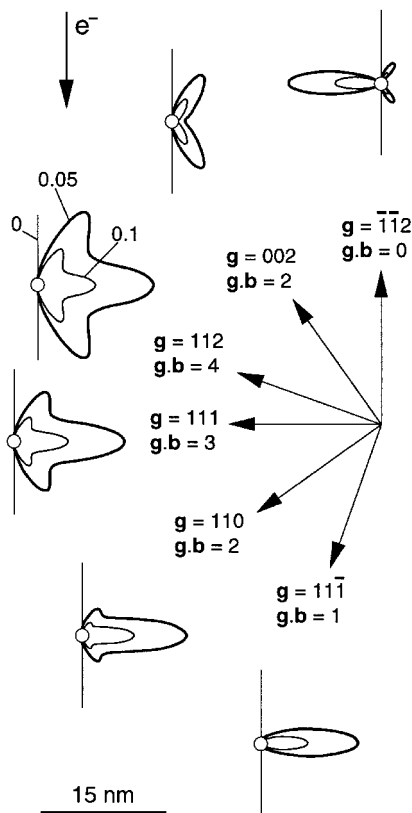


Figure 8. Contour maps for selected vectors $\mathbf{g}$ within the $[\bar{1}\bar{1}0]$ zone axis, that is for a variety of combinations of $\partial(\mathbf{R}_{\parallel})/\partial z$ and $\partial(\mathbf{R}_{\perp})/\partial z$. Between $\mathbf{g} = 111$ and $\mathbf{g} = 112$, $\partial(\mathbf{R}_{\perp})/\partial z$ subtracts to $\partial(\mathbf{R}_{\parallel})/\partial z$ while these components are of the same sign for $\mathbf{g} = 110$ and $\mathbf{g} = 111$.

lattice rotation, as implied by equation (5), is satisfied over a finite fraction of column δz . The longer the length of contour map which is tangent to the beam, the brighter is the signal that emerges from the column under consideration. In terms of lattice rotation this defines portions of column where $\partial(\mathbf{g} \cdot \mathbf{R})/\partial z$ does not vary too rapidly, a description which is usually expressed by the additional condition that (Cockayne *et al.* 1969)

$$\frac{\partial^2(\mathbf{g} \cdot \mathbf{R})}{\partial z^2} = 0 \quad (10)$$

where equation (5) is satisfied (for a discussion of this question, see Cockayne (1972), Williams and Carter (1996) and Hemker (1997). Condition (10) indicates that $\mathbf{R}$ assumes an inflection but the extent over which $\mathbf{R}$ is stationary is actually unknown. Condition (10) thus cannot guarantee that the overall intensity which emerges from the corresponding column is sufficiently high that it gives rise to a detectable signal.

Graphically, locating the image peak is equivalent to finding the crystal column which, over the longest possible length, is tangent or near tangent to the contour map (figure 9). Onto the contour map of $\partial(\mathbf{g} \cdot \mathbf{R}_{\perp})/\partial z = -0.05 \text{ nm}^{-1}$, we have superimposed in figure 9(a) the depth dependence of $\mathbf{R}_{\perp}$, but magnified by a

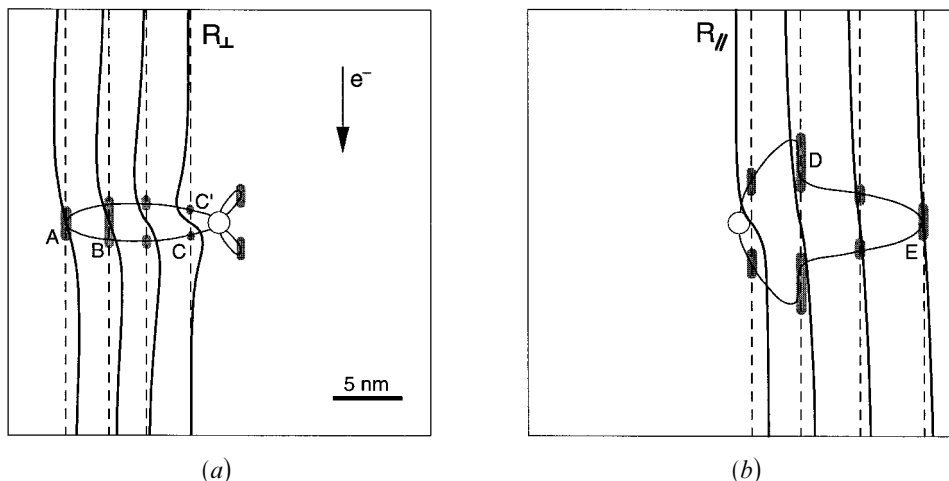


Figure 9. The conditions of image formation based on the contour maps of equation (5) and on the depth dependence of the displacement field $\mathbf{R}$ along columns in the direction of the electron beam. The vertical broken lines embody the columns in which the displacements (thick inflected curves) are calculated. The grey strips schematize the crystal volumes where equations (5) and (10) are thought to be simultaneously satisfied. The intensity at the bottom of the column is expected to be roughly proportional to the length of the grey strips. (a) $\mathbf{g} = 112$; $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$. For clarity, the displacement field $\mathbf{R}_\perp$ is multiplied by 50. (b) $\mathbf{g} = 111$; $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 2$. The axial displacement field $\mathbf{R}_\parallel$ is multiplied by 10 and projected onto the plane of the figure.

factor of 50. For simplicity, we just consider the crystal slab that contains the large horizontal lobe and we note that, out of the three inflection points of $\mathbf{R}_\perp$ associated with each column, it is enough to focus on that located in the near vicinity of the lobe. As one can see, there is in principle one single location where conditions (5) and (10) are simultaneously satisfied, for example at the left-hand side tip of $\partial(\mathbf{g} \cdot \mathbf{R}_\perp)/\partial z = -0.05 \text{ nm}^{-1}$ (A in figure 9(a)). What occurs is that, while the inflection point of $\mathbf{R}_\perp$ remains at the same depth as that of the dislocation core † , condition (5) is actually satisfied twice in each column, except of course for the degeneracy at A. Close to the dislocation such as at C–C', the two points where the lobe intersects the column are separated by a region of rapidly varying gradient of $\mathbf{R}_\perp$. Hence, the total length over which $\partial^2(\mathbf{g} \cdot \mathbf{R}_\perp)/\partial z^2 \approx 0$ is satisfied in the vicinity of the lobe along this column is significantly shorter than at A for instance; it shows limited overlap, if any, with the volumes around C and C' where condition (5) is fulfilled. The signal which emerges from this column is expected to be less than the signal emerging from the column containing A. Figure 9(a) suggests in addition that there is a column located at B, in between A and C, where the quantity $s_g + \mathbf{g} \cdot \partial \mathbf{R}_\perp / \partial z$ is *approximately* cancelled over a length δz and yet longer than for A. It is from this column that the emerging signal should peak, hence explaining graphically why conditions (5) and (10) do not predict precisely the position of the intensity maximum (Cockayne 1972, Williams and Carter 1996, Hemker 1997).

The fact that condition (5) need not be satisfied rigorously in order to give rise to a finite signal arises in particular from the angular dependence of the structure factor

† This does not apply to dissociated dislocations in which case the height of the inflection point depends on the orientation of the habit plane(s) of the partial.

of the operating reflection and from the fact that the incident beam comprises all incidences within the range of deviation parameters $[s_g - \delta s_g, s_g + \delta s_g]$. Under these conditions, close to the volume where conditions (5) and (10) are satisfied for the deviation s_g , there is another region where the variation of $\mathbf{g} \cdot \partial \mathbf{R} / \partial z$ is still smooth and which is in Bragg orientation for $s_g + \delta s_g$. For this reason, conditions (5) and (10) had rather be written

$$s_g + \frac{\partial \mathbf{g} \cdot \mathbf{R}}{\partial z} \in [-\delta s_g, \delta s_g] \quad (11)$$

$$\frac{\partial^2 \mathbf{g} \cdot \mathbf{R}}{\partial z^2} \approx 0. \quad (12)$$

The consequence of this is embodied in figure 9 under the form of grey strips which represent (but very roughly) which regions of the crystal the image peak is likely to originate from. Incidentally, it should be noted that reducing the beam divergence should narrow the dislocation image, decrease its intensity and move it away from the dislocation line towards the tip of the contour map (for a discussion of the effects of beam divergence upon the properties of a dislocation image under weak-beam conditions, see Meng *et al.* (1997)).

5.3. The conditions of dislocation visibility

From the above considerations one can understand why the invisibility criterion is actually applicable under weak beam in β -CuZn. Despite the similar extent of the lobes of the gradients of $\mathbf{R}_{\parallel}$ and $\mathbf{R}_{\perp}$ (figures 7(a) and (b) respectively), the near invisibility of the screw dislocation under $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ comes from differences in the column lengths over which conditions (11) and (12) are fulfilled. Given a range of deviation from Bragg conditions $s_g \pm \delta s_g$, it is indeed clear that, although this occurs on two separate segments, the length over which conditions (11) and (12) are satisfied is longer in figure 9(b) than in figure 9(a). In other words, whereas a dislocation peak can be conjectured from both figures 9(a) and (b), that corresponding to $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ is expected to be weaker than that obtained when $\mathbf{g}$ is taken parallel to $\mathbf{R}_{\parallel}$. In the latter case, the above reasoning predicts in addition that the image is twofold (figure 9(b)). One peak originates from column D and is relatively intense, as discussed above. The second peak, which emerges in the vicinity of column E, is expected to be fainter (the length of the diffracting path is similar to that at A in figure 9(a)). Note that figure 9(a) suggests that a second image peak should arise from the vertical tangents to the oblique lobes and that this peak should exhibit about the same intensity as its companion though somewhat narrower. Figure 10 shows selected contour maps superimposed on the corresponding magnified simulated images. Clearly, the above graphical considerations are in good qualitative agreement with the simulated images. Observed differences arise from a number of causes including the effects of depth oscillations as well as the fact that the graphical method cannot take into account that both the modulus of $\mathbf{g}$ and the structure factor of the reflection differ from one image to the next. In the same vein as for the discussion on figure 9, the change in the shape of the contour map of $\partial(\mathbf{g} \cdot \mathbf{R}) / \partial z$ as θ is varied and, in particular, the narrowing of its vertical extension (see figure 8, from $\mathbf{g} = 112$, then to 111, 110 and eventually to 111) suggests that the main peak of the dislocation image, that is that associated to the vertical pair of segments of the contour maps, should weaken as the angle between $\mathbf{b}$ and $\mathbf{g}$ is increased.

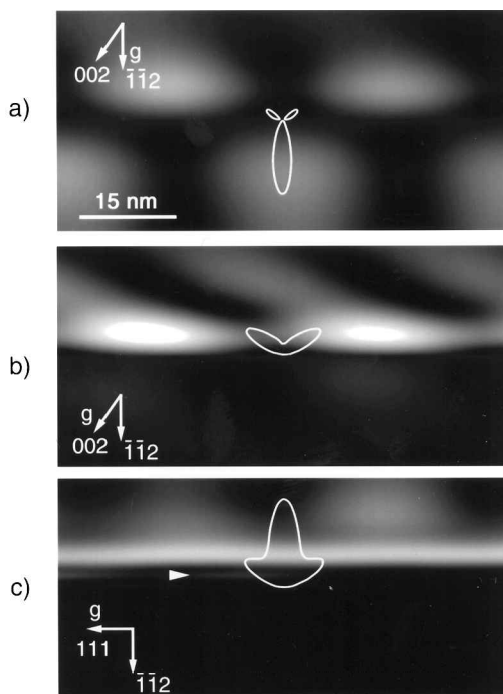


Figure 10. A superimposition of the simulated images (prints are overexposed) and of the contour maps of equation (5) presented under the same scale. In fact the habit plane of the contour map would be edge on (see figure 1). (a) $\mathbf{g} = 112$; that is $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$; $s_{\mathbf{g}} = 0.1 \text{ nm}^{-1}$. The asymmetry of the image is roughly accounted for (its most extended lobe is indeed directed downwards, towards the most elongated lobe of the contour map). The line of no contrast corresponds to the portion of the contour map close to the dislocation core, where the formalism is in fact not applicable (open circles in figures 6 and 7). That the brightnesses of the upper and of the lower lobes are about the same is consistent with the fact that the total lengths of contour map tangent to the beam (figure 9) are roughly the same on both sides of the dislocation line. However, why the upper image lobes appear more extended than expected from the contour map is unclear. (b) $\mathbf{g} = 002$; $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 2$; $s_{\mathbf{g}} = 0.1 \text{ nm}^{-1}$. From the contour maps, one expects that the portions of column in Bragg conditions are longer in this case than in figure 10(a), resulting in brighter image lobes, as is the case in the simulation. Note also that the extension of the lobe perpendicular to the dislocation line is less for this $\mathbf{g}$ vector than for $\mathbf{g} = 112$ (figure 10(a)); in this case, the consistency between the contour map and the image is fair. (c) $\mathbf{g} = 111$; $s_{\mathbf{g}} = 0.1 \text{ nm}^{-1}$; the position of the image peak coincides rather satisfactorily with the shape of the contour map and the presence of the upper, fainter intensity lobes can be expected from this shape too. There is, however, a question as to the origin of the fainter line (arrow).

Finally we address the influence of the ‘magnitude’ of elastic anisotropy. Let us recall that a given value of the Zener factor A can be obtained from a large (in fact infinite) variety of combinations of the three elastic constants of a cubic crystal. Hence, in order to explore the influence of anisotropy, it is in principle necessary to refer to a second elastic coefficient, which can be taken as B (Head 1967) or as M (Saada and Veyssi re 1992), and to explore a range of physically sound values (Head 1967). This is in fact not useful in the present general context and we have limited our analysis to comparing between hypothetical crystals whose Zener factors vary

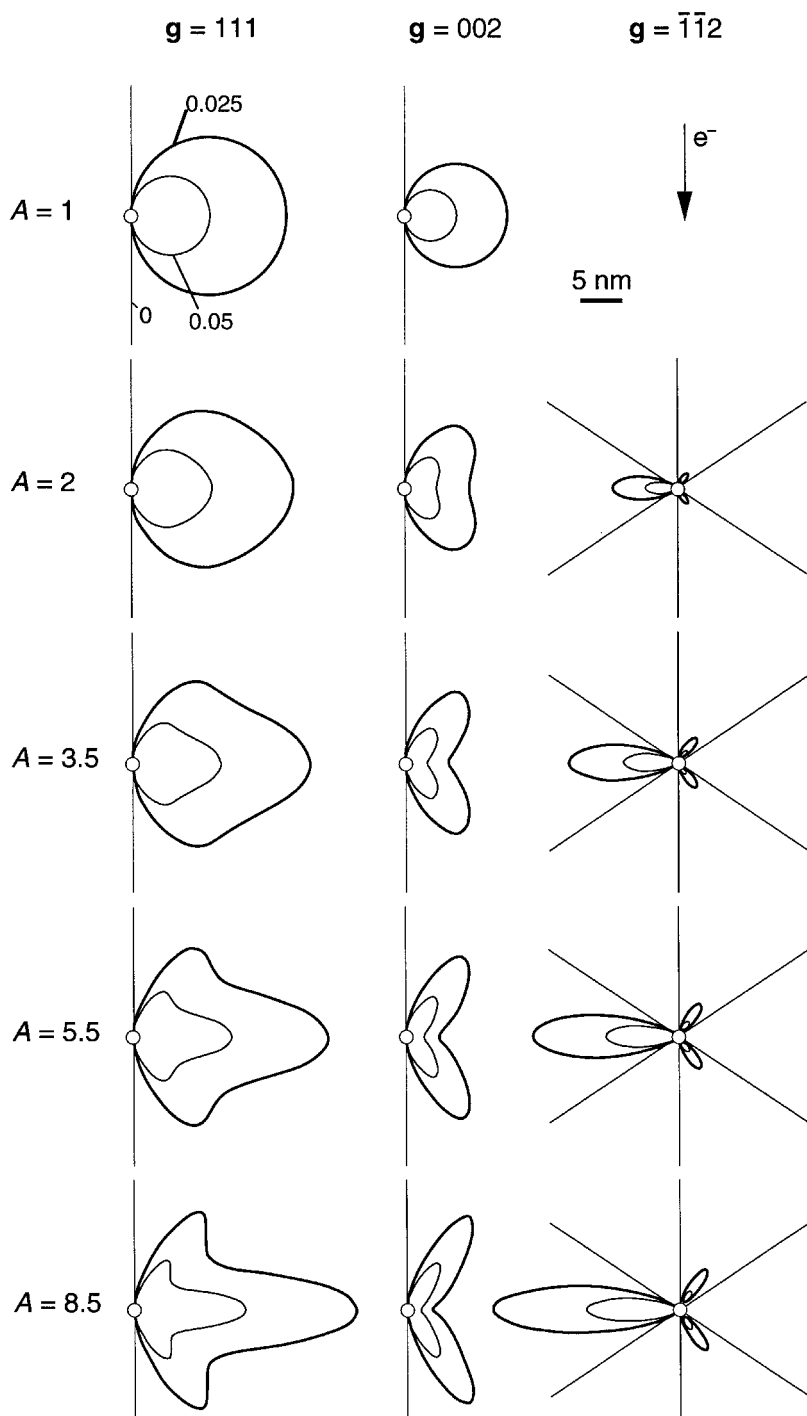


Figure 11. Effects of the degree of elastic anisotropy of a model crystal on the extension and the shape of contour maps for various sections of the displacement field of a screw dislocation, as determined by three selected diffraction vectors, for three values of $s_{\mathbf{g}}$ ($0, 0.025$ and 0.05 nm^{-1}). The increasing influence of $\mathbf{R}_{\perp}$ on the displacement field with increasing elastic anisotropy is visible regardless of the operating $\mathbf{g}$ vector.

between the isotropic case and that of β -CuZn, which covers quite a large range of Zener factors. In figure 11, the contours maps in the five crystals are plotted when imaged under the 111, 002 and 112 reflections (002 mixes up the two components of the displacement field). As the anisotropy is decreased, the lobe of $\partial(\mathbf{R}_{\parallel})/\partial z$ is so much more predominant than that of $\partial(\mathbf{R}_{\perp})/\partial z$ that the operating reflection is no longer capable of favouring the latter at the expense of the former. In moderately anisotropic crystals, the reason for the applicability of the $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ criterion is therefore that elastic anisotropy tends to act as a slight perturbation of the isotropic solution which, at the level of lattice rotation required by the weak-beam technique, is not sufficient to modify the image enough for it to differ significantly from the 'elastically isotropic' image.

§ 5. CONCLUSION

By means of a suitable procedure of image display, the contrast properties of weak-beam images simulated under non-equivalent conditions can be confronted in the same way as this is done in practice. The origin of the applicability of the $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ invisibility criterion in β -CuZn, which is markedly anisotropic, depends on the detail of the strain field of the dislocation and on the conditions of image formation specific to this imaging mode. By contrast, in moderately anisotropic crystals, this is simply the result of the relatively modest magnitude of the perturbation brought about by anisotropy. We have confirmed that methods that would rely on the application of simplistic criteria for image formation are not directly adequate to predict the position of the image peaks. When the physical origin of contrast formation is understood, the criteria can be modified in order to depict the actual situation more closely; yet a full analysis of dislocation images requires the support of image simulations.

ACKNOWLEDGEMENT

Dr Robin Schäublin is gratefully acknowledged for very constructive discussions and for having provided us with the modified program Cufour that takes our requests on the procedure of determination of the exposure time into account.

REFERENCES

- BALUC, N., and SCHÄUBLIN, R., 1996, *Phil. Mag. A*, **74**, 113.
- COCKAYNE, D. J. H., 1972, *Z. Naturf.*, (a), **27**, 452.
- COCKAYNE, D. J. H., RAY, I. L. F., and WHELAN, M. J., 1969, *Phil. Mag.*, **20**, 1265.
- ESHELBY, J. D., READ, W. T., and SHOCKLEY, W., 1970, *Phil. Mag.*, **21**, 931.
- HEAD, A. K., 1967, *Aust. J. Phys.*, **20**, 557.
- HEAD, A. K., HUMBLE, P., CLAREBOROUGH, L. M., MORTON, A. J., and FORWOOD, C. T., 1973, *Computed Electron Micrographs and Defect Identification* (Amsterdam: North-Holland).
- HEMKER, K. J., 1997, *Phil. Mag. A*, **76**, 241.
- HEMKER, K. J., and MILLS, M. J., 1993, *Phil. Mag. A*, **68**, 305.
- HIRSCH, P. B., HOWIE, A., NICHOLSON, R. B., PASHLEY, D. W., and WHELAN, M. J., 1960, *Electron Microscopy of Thin Crystals* (London: Butterworth).
- LAZARUS, P., 1948, *Phys. Rev.*, **74**, 1726; 1949, *ibid.* **76**, 547.
- MENG, X., SCHÄUBLIN, R., and STOBBS, W. M., 1997, *Phil. Mag. A*, **75**, 179.
- SAADA, G., and VEYSSIÈRE, P., 1992, *Phys. Stat. sol. (b)*, **172**, 309.
- SAKA, H., 1984, *Phil. Mag. A*, **49**, 327.
- SCHÄUBLIN, R., and STADELMAN, P., 1993, *Mater. Sci. Engng*, **A164**, 373.
- STROH, A. N., 1958, *Phil. Mag.*, **3**, 625.
- WILLIAMS, D. B., and CARTER, C. B., 1996, *Transmission Electron Microscopy: A Textbook for Materials Science* (New York: Plenum), p. 428.

Annexe 4

**Calcul des propriétés élastiques anisotropes
des dislocations :**

programme Disdi

La plupart des matériaux, dont les alliages intermétalliques, sont fortement anisotropes. Outre l'influence de l'anisotropie élastique sur les conditions d'observations par microscopie en transmission des dislocations, cette propriété est responsable de nombreux effets directs sur la physique des dislocations : modification des configurations d'équilibre, changement des interactions entre partielles induisant des modifications des largeurs de dissociation, voire des modes de dissociation, etc....

Le programme DISDI est basé sur le formalisme de Stroh (1958) et utilise la procédure ANCALC développée par Head, Humble, Clarebrough, Morton et Forwood (1973). La méthode de calcul du champ de déplacement créé par une dislocation rectiligne infinie est décrite dans l'annexe 2 (§2.5). Le programme calcule l'énergie totale d'une dislocation dissociée et sa tension de ligne, détermine les énergies de défauts d'empilement à partir des largeurs mesurées de dissociation, ainsi que les conditions de stabilité d'une ligne de dislocation et la forme d'équilibre d'une boucle de dislocation soumise à une contrainte uniforme. Il fonctionne sur différentes plates-formes, entre autres stations de travail Unix (Silicon Graphics, MIPS, IBM Risc 6000, ...) et Apple Macintosh . La dernière version pour Apple Macintosh permet un calcul rapide quelle que soit la structure cristalline du matériau étudié dans un environnement convivial. Ce programme est couramment utilisé par différents groupes et fait l'objet de collaborations informelles avec ces groupes (voir la liste des publications dans lesquels des résultats de ce programme ont été présentés).

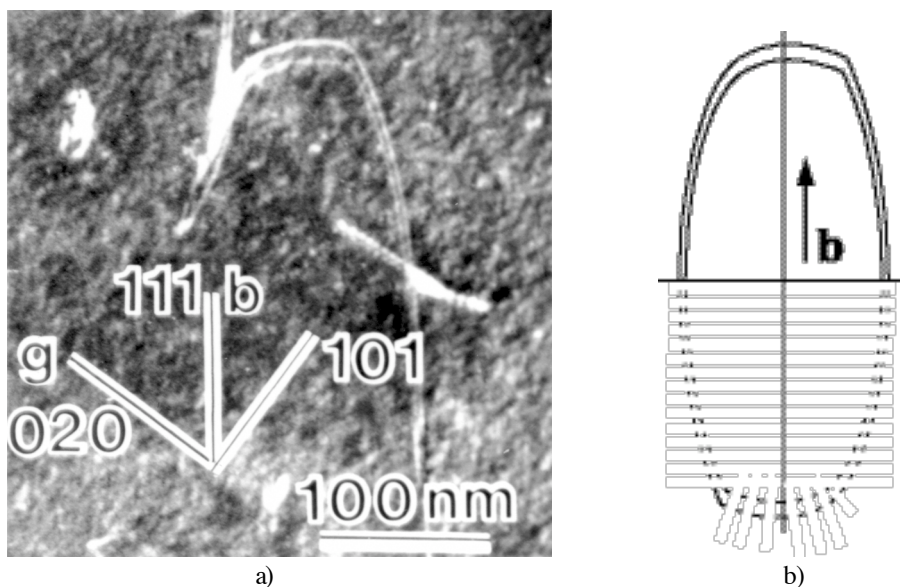


Figure 1 : Comparaison entre la forme observée a) d'une portion de boucle dans le laiton- β (Micrographie G. Dieras) et la simulation numérique b) par Disdi. On note un très bon accord, en particulier au point anguleux qui correspond à un domaine d'instabilité de ligne de la dislocation.

Head, A.K., Humble, P., Clarebrough, L.M., Morton, A.J., et Forwood, C.T. (1973) *Computed Electron Micrographs and Defects Identification*, North-Holland Publishing Company, Amsterdam.

Stroh, A.N. (1958) Dislocations and Cracks in Anisotropic Elasticity, *Phil. Mag.*, **3**, 625-646.

a)

$a = 0.356$ nm $b = 0.356$ nm $c = 0.356$ nm
 $\alpha = 90^\circ$ $\beta = 90^\circ$ $\gamma = 90^\circ$

c_{11}	c_{12}	c_{13}
1.701	1.193	1.193
1.193	1.781	1.193
1.193	1.193	1.781

c_{44}

1.023

c_{ij} in 10^{11} J/m²



☒ Cubic
 ☐ Hexagonal
 ☐ Monoclinic
 ☐ Tetragonal
 ☐ Orthorhombic
 ☐ Monoclinic
 ☐ Triclinic

OK

Cancel

b_1 1/2 1 1 0

☒ dissociated

b_2 1/2 1 1 0

$\gamma_{dis} = 90$ mJ/m²



OK

Cancel

line 1 1 0

plane 0 0 1 ☐ [pqr] ☒ (hkl)

Tau 5 MPa

Step: 5 + -

Figure 2 : Fenêtres de données.

a) fenêtre "Crystal" : données relatives au cristal (structure cristalline, paramètres de maille, constantes élastiques) ;

b) fenêtre "Dislocations" : données relatives à la dislocations dissociée (vecteurs de Burgers des partielles, énergie de faute, ligne initiale, plan de calcul, contrainte, pas du calcul).

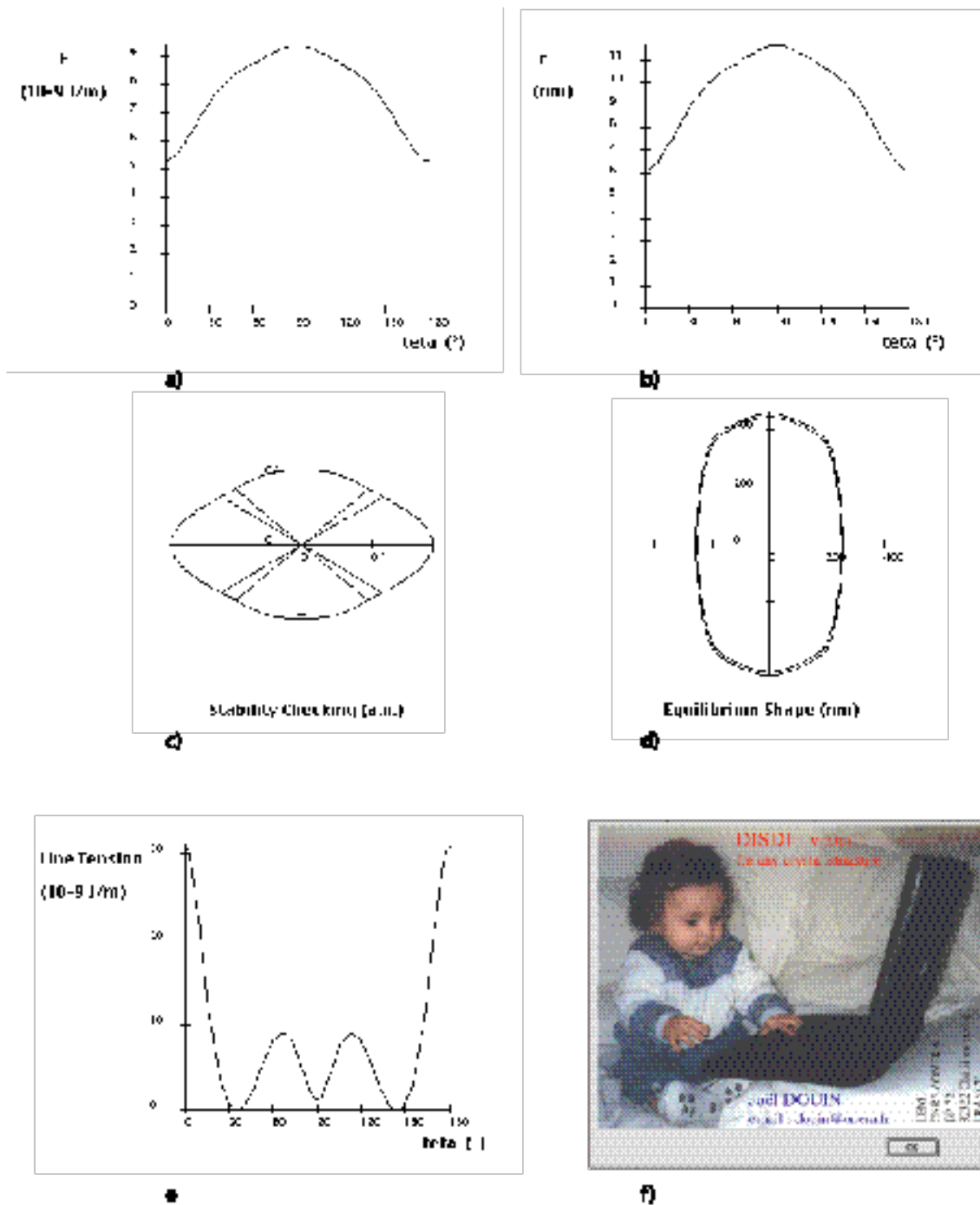


Figure 3 : Résultats obtenus à partir des données des figures 1 et 2.

- a) Energie de ligne en fonction du caractère χ
- b) largeur de dissociation en fonction du caractère ;
- c) courbe de Wulff indiquant les domaines d'instabilité de direction de ligne ;
- d) pseudo-forme d'équilibre d'une boucle de dislocation ;
- e) Tension de ligne en fonction du caractère ;
- f) Fenêtre "About Disdi".

Liste (non exhaustive) de publications utilisant le programme DISDI.

Thèses

Etude par simulation sur ordinateur des défauts d'empilement et de la structure de cœur de dislocations coin $a\langle 100 \rangle$ dans des alliages ordonnés de type B2.

K. Benhaddane

Thèse de Doctorat de l'Université de Poitiers (1986).

Structure fine des dislocations et plasticité dans Ni_3Al

J. Douin

Thèse de Doctorat de l'Université de Poitiers (1987).

Etude expérimentale et théorique de l'effet de la température sur les dislocations dissociées dans $\beta\text{-CuZn}$. Lien avec l'anomalie plastique.

G. Dirras

Thèse de Doctorat de l'Université de Poitiers (1990).

Etude par microscopie électronique in-situ des propriétés mécaniques de Ni_3Al

G. Molénat

Thèse de Doctorat de l'Université de Toulouse (1991).

Plasticité de l'alliage $\square\text{-TiAl}$: rôle des dislocations ordinaires et superdislocations dans l'anomalie de limite élastique

F. Grégori

Thèse de Doctorat de l'Université de Paris 6 (1999).

Mécanismes élémentaires de la déformation de phase $\square$ d'une nouvelle génération de superalliages base nickel. Rôle du rhénium et du ruthénium.

F. Pettinari

Thèse de Doctorat de l'Université Paul Sabatier - Toulouse (1999).

Etude des mécanismes de déformation de l'alliage Ti-29Al-21Nb

F. Popille-Puissochet

Thèse de Doctorat de l'Université de Paris-Sud (1997).

Publications dans journaux

Dislocations with $\langle 100 \rangle$ Burgers vectors in Ni_3Al .

P. Veyssi re, J. Douin.

Philosophical Magazine A, **51** (1985) L1-L4.

Dislocation line stability in Ni_3Al .

J. Douin, P. Veyssi re, P. Beauchamp.

Philosophical Magazine A, **54** (1986) 375-393.

Climb dissociation on $\{310\}$ planes in nearly-stoichiometric Ni_3Al .

J. Douin, P. Beauchamp, P. Veyssi re.

Philosophical Magazine A, **58** (1988) 923-935.

Weak-beam study of $\langle 111 \rangle$ superlattice dislocations in NiAl .

P. Veyssi re, R. Noebe.

Philosophical Magazine A, **65** (1992) 1.

Weak-beam study of the dislocation microstructure of β -CuZn deformed in the temperature domain of the plastic anomaly.

G. Dirras, P. Beauchamp, P. Veyssi re.

Philosophical Magazine A, **65** (1992) 815.

Investigations of dislocation mechanisms in Ni₃Al at different temperatures : in situ straining experiments in a transmission electron microscope.

G. Mol nat, D. Caillard.

Philosophical Magazine A, **69** (1994) 939.

Dislocations.

P. Veyssi re, J. Douin.

Chapter 22 of Intermetallic Compounds: Vol.1 Principles, Westbrook and Fleisher eds., 1994, pp.519-558.

Deformation modes in the Orthorhombic Phase of a Ti₂AlNb alloy : an In Situ Study at Room Temperature.

F. Popille-Puissochet, A. Couret, J. Douin.

Proceedings of the Eight World Conference on Titanium, Birmingham (Angleterre), 1996, Vol.I, 380-387.

In situ observations of cross-slip mechanisms in NiAl with a soft orientation.

C. Vailhe, J. Douin., D. Caillard.

Proceedings of the Materials Research Society, **460** (1997) 455-460.

Slip of $c+a/2$ dislocations in Ti₃Al single crystals strained in tension along the c -axis.

Y. Minonishi, M. Legros., D. Caillard.

Proceedings of the Materials Research Society, **460** (1997).

Stacking fault energy in short range ordered η -phases of Ni-based superalloys

F. Pettinari, J. Douin, G. Saada, P. Caron, A. Coujou, N. Cl ment

Materials Science and Engineering A (2001) accept ,   para tre

