

INISFR--226



FR0104517

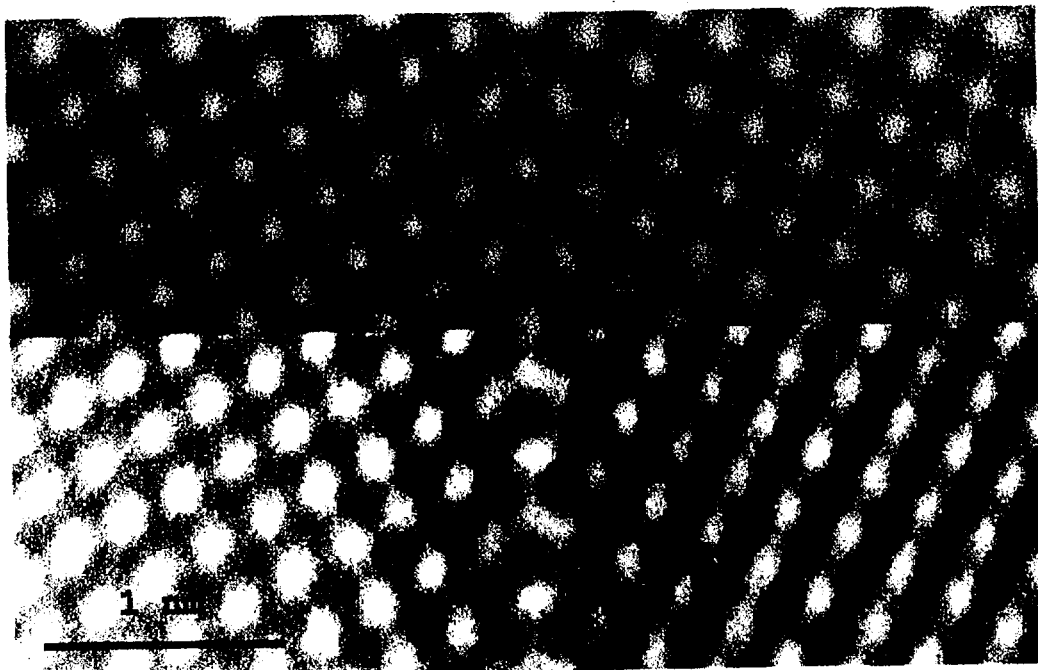
J2IM - 2000

JOINTS INTERGRANULAIRES

ET INTERPHASES

DANS LES MATERIAUX

Fontainebleau, 4-6 octobre 2000

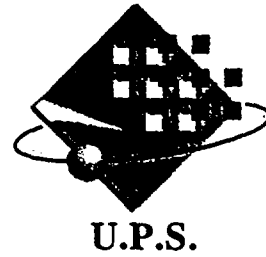


Organisateurs

Vassilis Pontikis
Louisette Priester
Jacky Ruste

32 / 08

**PLEASE BE AWARE THAT
ALL OF THE MISSING PAGES IN THIS DOCUMENT
WERE ORIGINALLY BLANK**



J2IM 2000

Fontainebleau - EDF (Site des Renardières)

4 - 6 Octobre 2000

"Interfaces contraintes - Effets de l'environnement"

PROGRAMME DU COLLOQUE

- 13h00 : Accueil des participants et déjeuner aux Renardières

Mercredi 4 octobre après-midi

- 14h00 : " Effets d'irradiation sur les Matériaux "
J.C. Van Duysen, Chef du Département Etude des Matériaux"
- 14h30 : Visite de quelques laboratoires du centre EDF
- 16h30 : Pause café et Mise en place des posters

Sous thème I : Interfaces contraintes dans divers matériaux

- 17h00 (40 min présentation + 10 min question)
Interfaces, Contraintes, Déformations : quelques points de repère
A. George, A. Jacques (Ecole de Mines de Nancy)
- 17h50 (25 min + 10 min question)
Les modes de relaxation des couches minces à fort désaccord paramétrique
P. Bayle-Guillemaud (DRFMC, CENG, Grenoble)
- 18h25 (25 min. présentation + 10 min question)
Dislocations intergranulaires et déformation de l'alumine
S. Lartigue-Korinek (LEMHE, Université Paris Sud, Orsay)

19h00 : Retour à Fontainebleau par bus - Accueil à l'hôtel IBIS

20h00 : Dîner à l'hôtel

Jeudi 5 octobre matin

Sous thème I (suite) : Interfaces contraintes dans divers matériaux

- **9h00** (25 min + 10 min question)
Variation des concentrations de défauts ponctuels dans et proche des interfaces métal-oxyde avec le potentiel chimique d'oxygène
M. Backhaus (CECM, CNRS, Vitry sur Seine, actuellement à Cornell University)
- **9h35** (25 min + 10 min question)
Phénomènes aux interfaces ferrite/austénite et lois de comportement mécanique
B. Décamps (LCMTR, CNRS, Thiais)

10h10 - 11h10 : pause et séance poster

- **11h10** (25 min. présentation + 10 min question)
Approche par simulation de la structure de la ségrégation et de la diffusion aux joints de grains d'alliages Fer-aluminium
R. Besson (Université de Lille1)
- **11h 55** (25 min. présentation + 10 min question)
Etude par Dynamique Moléculaire de l'Interface Solide-Liquide
P. Geysersmans (CECM Vitry, CNRS)

12h30 : Déjeuner

Après midi "Histoire et Culture"

- **14h00** : Présentation vidéo sur le château de Fontainebleau puis départ en bus pour Fontainebleau
- **15h00 à 17h30** (au choix)
Visite du château (au frais des participants : 35F/personne)
Promenade dans le parc du château de Fontainebleau
- **18h00 à 19h00** (au centre EDF - retour de Fontainebleau en bus)
Concert Musique classique : Duo harpe/ flûte

20h00 : Banquet au Caveau des Ducs

Vendredi 6 octobre matin

Sous thème II : *Interfaces enterrées*

- **9h00** (25 min. présentation + 10 min question)
Réalizations de structures par adhésion moléculaire
H. Moriceau(LETI CEA)
- **9h35** (25 min. présentation + 10 min question)
Les interfaces dans les batteries Lithium/polymère
A. Aslanides (CIMA EDF)

10h10 - 11h10 : pause et séance poster

- **11h10** (25 min. présentation + 10 min question)
Interfaces GaN sur substrat carbure de silicium ou alumine - Défauts induits dans le volume
G. Nouet (LERMAT, Caen)
- **11h55** (25min. présentation + 10 min question)
Influence des contraintes sur la cinétique de croissance des couches développées sur un alliage NiCr
G. Calvarin (LEMHE, Orsay/ENSMP, Evry)

12h30 : Déjeuner

Vendredi 6 octobre après midi:

Sous thème III : *Effets de l'environnement*

- **13h45** (25 min présentation + 10 min question)
La corrosion sous contrainte des alliages de zirconium par l'iode - cas de l'interaction pastille-gaine en service et de l'entreposage du combustible
E. Walle (Université de Lille, EDF)
- **14 h20** (25 min. présentation + 10 min question)
Modélisation de l'endommagement integranulaire des gaines de combustibles en condition d'interaction pastille - gaine
O. Diard (EDF/ENSMP)
- **14h55** (25 min. présentation + 10 min question)
Fragilisation par les métaux liquides
D. Chatain (Université de Marseille)

15 h30 : Bilan et Futur

16h30 : Départ pour la gare de Moret sur Loing

COMMUNICATIONS

(Par ordre alphabétique)

Les interfaces dans les batteries lithium / polymères

A. Aslanides

Dept. CIMA, EDF-Les Renardières
Route de Sens, 77818 Moret sur Loing Cedex - France

Après avoir resitué le système dans son contexte industriel, on passera en revue l'ensemble des phénomènes d'interfaces auxquels nous sommes confrontés. L'attention sera alors portée sur le matériau de cathode utilisé (oxide de vanadium V_2O_5). Au cours de la première charge de la batterie, l'insertion d'ions lithium dans l'électrode négative conduit à une succession de transformations de phases irréversibles pour atteindre une structure $w-Li_3V_2O_5$. Identifiée expérimentalement il y a quelques années, cette phase et les propriétés structurales et électrochimiques qui lui sont attachées ne sont pas encore suffisamment connues. On montrera comment, à l'aide d'outils de modélisation, il est possible d'approfondir cette connaissance, en identifiant notamment les sites d'insertion préférentiels. Les résultats obtenus sont en accord avec les observations expérimentales. Les perspectives ouvertes par ces premiers résultats seront finalement discutés.

Défauts ponctuels dans et proche de l'interface métal-oxyde - Variation en concentration avec le potentiel chimique d'oxygène

Monika Backhaus-Ricoult,

Centre d'Etudes de Chimie Metallurgique (CECM)
15 rue Georges Urbain, 94407 Vitry-sur-Seine Cedex

Un modèle thermodynamique de l'adsorption de Gibbs des différents composants (métal et oxygène) à l'interface métal de transition-oxyde est présentée qui permet de prédire les changements d'énergie d'adhésion de l'interface avec le potentiel chimique de l'oxygène.

Le modèle part d'une géométrie simple, avec des interfaces incohérents, de faibles indices (hkl) qui séparent les deux phases (cfc) en relation d'orientation topotactique. Le système est ouvert à l'échange de matière. Le nombre de sites de réseaux par contre est fixe dans les deux phases et dans les plans d'interface.

Il est supposé que l'adsorption d'un excès des composants métalliques ou de l'oxygène se produit préférentiellement dans le dernier plan atomique d'oxyde. Les métaux de transition sont capables de stabiliser des concentrations en excès (positif ou négatif) importantes à cause de leur potentiel de supporter facilement un transfert de charge considérable. L'adsorption (désorption) des espèces est décrite par des isothermes d'adsorption de type Langmuir, en respectant en même temps la thermodynamique des défauts ponctuels du volume, la conservation des sites de réseau et l'électroneutralité du bicristal complet.

Le modèle décrit pour des plans polaires et mixtes simples un changement d'occupation du plan final d'oxyde avec le potentiel chimique d'oxygène, qui se traduit par un enrichissement en oxygène pour des fortes pressions partielles d'oxygène et par un enrichissement en métal pour des faibles activités d'oxygène, tandis que pour des pressions intermédiaires l'interface reste neutre. A partir de ces résultats, la variation de l'énergie d'adhésion de l'interface avec le potentiel chimique d'oxygène est obtenue.

Le modèle général sera adapté à différents systèmes, MgO-Cu, Al₂O₃-Fe, SiO₂-Cu et ses résultats seront comparés aux observations expérimentales, telles que la variation de la liaison chimique de tels interfaces avec l'activité d'oxygène (observations ELNES) et les changements des formes d'équilibre de précipités d'oxyde dans un métal ou de métal dans un oxyde (projections TEM).

Les modes de relaxation des couches minces à fort désaccord paramétrique

Pascale Bayle- Guillemaud

CEA/DRFMC/SP2M, 17 rue des Martyrs, 38054 Grenoble Cedex 9

Dans les couches minces épitaxiées, le mécanisme de relaxation des contraintes généralement pris en compte est le mode de relaxation classique par dislocations. Cette présentation a pour but de montrer des résultats expérimentaux mettant en évidence d'autres modes de relaxation. Ceux-ci se produisent dans des conditions particulières quand par exemple un effet de taille important est présent comme c'est le cas dans le système Au/Ni. Il peut se produire alors des phénomènes inattendus d'après le comportement du matériau massif (en condition d'équilibre) comme du mélange interfacial, du maclage, des transformations de phases, des mises en ordre. En fait la contrainte est la force motrice qui sous-tend ces processus. Tous les résultats expérimentaux ont été obtenus grâce à la microscopie électronique à haute résolution et ont été confirmés par des simulations numériques. Ce travail a fait aussi l'objet d'études parallèles en diffraction des Rayons X mais la présentation sera axée sur les résultats de MET.

Approche par simulation de la structure, de la ségrégation et de la diffusion aux joints de grains d'alliages fer - aluminium

**Rémy BESSON, Alexandre LEGRIS, Charlotte BECQUART,
Joseph MORILLO***

L.M.P.G.M., Université des Sciences et Technologies de Lille
59655 Villeneuve d'Ascq Cedex

*L.S.I., Palaiseau / C.E.M.E.S., Toulouse

En dépit des nombreuses études dont ils ont fait l'objet, les alliages Fe - Al de structure ordonnée B2, potentiellement utilisables dans l'aéronautique en raison de leurs excellentes propriétés à haute température, sont caractérisés par une grande fragilité intergranulaire qui a jusqu'ici empêché leur mise en oeuvre. En nous appuyant sur un modèle énergétique empirique à N corps avec dépendance angulaire, nous présentons en premier lieu l'étude structurale du joint de grains symétrique de flexion (310) [001] dans l'alliage B2 stoechiométrique (50 % Al), d'abord à $T = 0$ K, puis en température. Nous montrons ainsi que, si l'approche fondée sur la notion de réseau de coïncidence permet de décrire les positions atomiques, elle doit être complétée par une étude précise de la répartition des espèces chimiques sur les sites. Nous abordons ensuite l'effet d'un écart à la stoechiométrie globale à basse température, montrant la grande sensibilité des propriétés intergranulaires (en particulier de la ségrégation) à ce paramètre par l'intermédiaire des potentiels chimiques, eux-mêmes reliés aux défauts ponctuels par un modèle analytique. Les structures intergranulaires les plus marquantes de l'étude fondée sur le modèle énergétique empirique servent ensuite de point de départ pour une analyse énergétique plus précise à $T = 0$ K, par des calculs de structure électronique s'appuyant sur la fonctionnelle de densité. Nous comparons les résultats des deux approches. Finalement, après un bref rappel des mécanismes de diffusion volumique dans les composés ordonnés et dans Fe - Al B2 en particulier, la diffusion intergranulaire dans Fe - Al est étudiée par simulation empirique et mise en relation avec les propriétés d'ordre intergranulaire, ces dernières étant probablement essentielles pour le comportement mécanique, puisqu'elles conditionnent le franchissement des joints de grains par les dislocations.

Influence des contraintes sur la cinétique de croissance des couches développées sur des alliages Ni-Cr.

G. Calvarin-Amiri

LEMHE, CNRS UMR 8647, Université Paris XI, 91405 Orsay, France.

Les interactions corrosion-déformation conduisent à la rupture prématurée de matériaux de structure et pose le problème de la tenue en service de nombreuses installations industrielles.

La région qui s'établit entre le milieu corrosif environnant et l'alliage doit être caractérisée de façon précise. Aussi, l'interface métal-oxyde ainsi que les couches d'oxyde développées sur du feuillard Ni-20Cr de 200 μm d'épaisseur ont été étudiées entre 500 et 900°C en considérant les aspects cinétique, morphologique et mécanique.

Au cours de cette étude, l'influence d'une contrainte de traction sur les mécanismes et la cinétique d'oxydation de l'alliage Ni-20Cr a été étudiée en comparant le comportement à l'oxydation de feuillard oxydé sous air, en conditions classiques d'oxydation sans l'application de charge et celui de feuillard oxydé sous contrainte. Pour se faire, des essais d'oxydation interrompus en fluage sous air ont été effectués, sous une contrainte imposée et comparés aux essais effectués en conditions classiques, pour un même temps de maintien.

L'examen des différentes couches et des interfaces métal/oxyde, oxyde/oxyde et oxyde/gaz a été effectué par microscopie électronique à balayage équipée d'un analyseur EDX, sur la coupe des éprouvettes testées.

Parallèlement les contraintes et déformations associées à la croissance du film d'oxyde sur l'alliage Ni-20Cr ont été déterminées en abordant deux approches différentes, l'expérience et la modélisation. L'approche expérimentale choisie consiste en des essais de déflexion effectués pendant des traitements d'oxydation isotherme et pouvant être simulés par le calcul. La modélisation a été effectuée par la méthode des éléments finis permettant d'estimer les contraintes et déformations associées à la courbure d'un échantillon lors de son oxydation.

Les calculs nous permettront par ailleurs d'étudier l'évolution des caractéristiques mécaniques à l'interface selon que la déformation imposée est isotrope ou non ou que la croissance de la couche d'oxyde est préférentiellement anionique ou cationique.

Rôle de l'anisotropie de l'interface solide/liquide dans la pénétration rapide d'un liquide le long des joints de grains.

D. Chatain¹, E. Rabkin² et J. Bernardini³

(1) Centre de Recherche sur les Mécanismes de la Croissance Cristalline-CNRS, campus de Luminy, 13288 Marseille, cedex 9, France.

(2) Department of Materials Engineering, TECHNION-Israel Institute of Technology, 32000 Haifa, Israel

(3) Laboratoire de Matériaux et Microélectronique de Provence, Faculté de Saint Jérôme, 13397 Marseille, France.

La pénétration rapide d'une phase métallique liquide aux joints de grains d'un alliage avec lequel il est en équilibre chimique, est un phénomène dont les mécanismes ne sont pas encore élucidés. Sous contrainte ce phénomène est appelé "fragilisation par les métaux liquides". Plusieurs auteurs ont proposé des modèles qui s'avèrent difficiles à généraliser et qui sont en désaccord sur les cinétiques de pénétration.

Nous montrons que l'anisotropie de l'interface solide/liquide, qui n'avait jusqu'alors jamais été prise en compte ni dans les observations ni la modélisation, joue un rôle primordial dans la pénétration d'une phase liquide le long d'un joint de grains métalliques. Nous proposons un modèle très simple qui réconcilie les lois cinétiques et les observations expérimentales.

Phénomènes aux interfaces ferrite/austénite et lois de comportement mécanique

Brigitte DECAMPS

LCMTR, CNRS, 2-8 rue Henri Dunant, 94320 Thiais Cedex

Dans les matériaux polycristallins, la loi de Hall-Petch donnant la relation entre la constante d'élasticité macroscopique σ_{el} d'un polycristal soumis à un essai de traction et la taille d des grains ne tient pas compte de la nature des interfaces (interphases ou joints de grains) qui sont pourtant des éléments importants de la microstructure. Seul l'exposant de la taille des grains est connu comme variant d'un matériau à l'autre (généralement de 1 à 2).

Récemment, Swiatnicki et al. (Inzynieria Materialowa, 1998, NR 3, 215) ont montré que cette loi, exprimée sous la forme de la dureté, était dépendante du pourcentage d'interfaces α/γ générales ou particulières (Kurdjumov-Sachs (KS) et Nishiyama-Wassermann (NW)) dans les aciers duplex. Ces résultats ont été appuyés par des observations en microscopie électronique en transmission (MET) conventionnelle et in-situ des régions avoisinant les interfaces:

- Transfert direct de la déformation plastique de l'austénite vers la ferrite pour les orientations particulières (KS et NW).
- Empilement de dislocations à l'interface γ avec relaxation par création et propagation de boucles de dislocations dans la ferrite pour les orientations générales.

Ce dernier mécanisme nécessite des contraintes plus élevées que celles requises pour le transfert direct.

Cependant ces interprétations sont limitées car aucune étude fine des processus d'interaction dislocations/ interfaces n'a été effectuée dans ces alliages. De plus, elles ne tiennent pas compte de l'écart à l'orientation KS ou NW et de l'orientation de l'interface α/γ par rapport aux différents systèmes de glissement.

L'objectif de cette présentation est de faire une mise au point générale sur les processus de déformation dans les interfaces α/γ et de présenter les premiers résultats obtenus dans des bicristaux d'acier duplex en relation d'orientation KS, compatibles ou incompatibles plastiquement.

Modélisation de l'endommagement intergranulaire des gaines de combustibles en condition d'interaction pastille-gaine

O. Diard (1), S. Leclercq (2), G. Rousselier (2), G. Cailletaud (1),

1Centre des Matériaux, ENSMP, 91003 Evry, UMR CNRS 7633

2EDF Division R&D, 77250 Moret s/ Loing

Au sein d'un réacteur nucléaire, les crayons combustibles sont soumis à des historiques de puissance et donc à des sollicitations thermomécaniques et chimiques de plus en plus complexes. Lors des transitoires de puissance, les dilatations des pastilles d'UO₂ induisent une forte pression sur la gaine de Zircaloy. Ce phénomène d'IPG (Interaction Pastille-Gaine) intervient dans un milieu chimique agressif, pouvant donner lieu à de la corrosion sous contrainte. Les crayons combustibles des réacteurs REP sont moins sensibles à ce type de risque que les crayons des réacteurs bouillants, néanmoins la gestion actuelle du parc nucléaire, fonctionnement en mode « suivi de réseau » et prolongement de la durée d'utilisation des crayons combustibles, nécessite des études préventives de ce mode d'endommagement pour assurer l'intégrité des gaines de combustibles.

La plupart des travaux sur l'IPG-CSC traitent des mécanismes physiques mis en jeu, nature de l'agression chimique, mécanismes de couplage mécano-chimique et paramètres limitants lors de l'amorçage ou de la propagation, mais les sollicitations mécaniques sont souvent mal connues. Dans ce contexte, cette étude vise tout d'abord à obtenir une bonne estimation des contraintes et déformations locales subies par la gaine, puis à introduire les mécanismes physiques d'endommagement dans une modélisation mécanique intégrant les effets d'environnement.

Les simulations de rampes de puissance sur des structures 2D ou 3D, intégrant notamment les conditions de contact entre la pastille fracturée et la gaine, permettent d'obtenir les effets de structure et de singularités géométriques inaccessibles dans les modélisations analytiques de l'IPG. Ces calculs montrent en particulier l'effet important des conditions de frottement sur les niveaux de contraintes obtenus. Dans toute la gamme de coefficient de frottement représentative des conditions en réacteur, les champs mécaniques présentent de forts gradients. Le caractère très local des sollicitations mécaniques obtenues et la nature surfacique des effets d'environnement conduisent alors à choisir une modélisation à l'échelle des grains, prenant explicitement en compte les aspects cristallographiques.

L'étude, à cette échelle, vise dans un premier temps, à modéliser l'amorçage et la propagation intergranulaire. Des simulations d'essais expérimentaux confirment l'importance de la déformation locale sur l'amorçage des fissures et permettent d'interpréter cet effet en termes de contraintes intergranulaires. Le cadre général de la modélisation a pu ainsi être établi et une première simulation simplifiée, couplant l'entrée de l'espèce agressive dans la fissure et l'effet de l'environnement sur la cinétique d'endommagement, a été réalisée.

Interfaces, contraintes, déformations : quelques points de repère

Amand George et Alain Jacques

Laboratoire de Physique des Matériaux, Ecole des Mines , Parc de Saurupt, 54042 Nancy

L'influence des interfaces sur l'état de contrainte et sur le comportement mécanique d'un solide cristallin, peut être envisagée sous divers aspects. Par exemple, et suivant les cas étudiés, on sera amené à prendre en compte de façon prioritaire :

- soit les contraintes internes induites par l'existence des interfaces, en fonction des conditions d'élaboration. Cela est très étudié pour les films minces épitaxiés. Plus généralement, c'est important dans les matériaux multiphasés.
- soit les contraintes internes induites par l'anisotropie élastique en présence d'une sollicitation mécanique extérieure.
- soit les contraintes internes résultant de l'interaction entre les interfaces et les dislocations dans un solide déformé plastiquement. Ce problème doit être traité différemment selon l'échelle considérée...
- etc...

Ces contraintes internes, d'où qu'elles viennent, sont susceptibles de se relaxer au moins partiellement par des mécanismes de déformations plastiques. La mise en jeu de ces mécanismes inter- ou intragranulaires va dépendre des caractéristiques intrinsèques du matériau considéré, de la nature des interfaces -qui change au fur et à mesure de la déformation-, et des conditions de sollicitation.

Le problème est vaste et complexe. On essaiera de donner quelques repères, en privilégiant l'échelle mesoscopique (celle des dislocations) et en traitant des cas de figure simples réalisés avec des bicristaux orientés.

Etude par Dynamique Moléculaire de l'Interface Solide-Liquide

Pascale Geysermans

CNRS - Centre d'Etudes de Chimie Metallurgique (CECM)

15 rue Georges Urbain
94407 Vitry-sur-Seine Cedex

On présente une étude par dynamique moléculaire des interfaces solide-liquide. Les expériences étant très difficiles à mettre en oeuvre, il n'existe que deux études expérimentales traitant de la structure atomique des interfaces solide-liquide. La dynamique moléculaire s'avère donc être la technique la plus adaptée à une étude à l'échelle atomique de ce type d'interface.

Contrairement aux travaux antérieurs qui ne traitent que des interfaces entre un cristal et son fondu, nous présentons des résultats sur des systèmes où chaque phase est constituée d'une espèce différente. Dans un premier temps, on s'intéresse au rôle joué par la différence des tailles atomiques sur les paramètres structuraux de la structure en couches du liquide à l'interface. Un désaccord de taille atomique peut faire disparaître la structuration du liquide.

On étudie ensuite l'influence de cette structuration sur les mécanismes de cristallisation de la phase liquide. Ces résultats sont discutés en comparaison des travaux expérimentaux et théoriques existants.

Dislocations intergranulaires et déformation de l'alumine

Sylvie Lartigue Korinek

Laboratoire d'Etudes des Matériaux hors d'Equilibre, Université Paris XI, 91405, Orsay.

Nos travaux sur le rôle des joints de grains dans la déformation de l'alumine ont concerné essentiellement deux aspects :

- - Le comportement des joints de grains dans la déformation par fluage d'alumine à grains fins, ainsi que le rôle des dopants sur ce comportement,
- - La plasticité de l'alumine sous pression hydrostatique et à basse température.

Le processus principal de déformation par fluage de l'alumine est un glissement intergranulaire contrôlé par la diffusion et qui met en jeu le glissement et la montée des dislocations intergranulaires. L'ajout de certains éléments, tels que le lanthane et l'yttrium conduit à une diminution de la vitesse de déformation qui s'interprète par une diminution de la cinétique de diffusion intergranulaire. L'effet durcissant de l'yttrium est révélé d'une part par la présence de nombreuses dislocations intergranulaires, d'autre part par la mise en évidence de l'émission de dislocations et de micromacles en matrice à partir des joints de grains.

La déformation de l'alumine à basse température (0.4Tf) sous pression hydrostatique s'effectue par glissement de dislocations dans les grains pour lesquels l'axe c est presque normal à la contrainte appliquée et par maclage dans les autres grains. Les interactions maclemacle conduisent à l'émission de boucles prismatiques de dislocations basales. Les alumines à gros grains (30-50 μm) déformées en présence d'eau supercritique présentent des contraintes d'écoulement réduites d'un facteur deux. Les configurations des dislocations peuvent s'interpréter par une diminution en présence d'hydrogène des barrières de Peierls pour le glissement basal.

Réalisation de structures par adhésion moléculaire

Hubert Moriceau

DTA-LETI / DMITEC-MTM-ECM, CEA Grenoble

17 rue des Martyrs, 38054 Grenoble Cedex 9

Le scellement par adhésion moléculaire (wafer bonding en anglais) a été largement étudié ces quinze dernières années, étant données les potentialités de tels scellements. Cette technique permet de rendre solidaire entre eux des matériaux de natures différentes et ainsi de réaliser des structures empilées. Par exemple, la réalisation de structures de silicium sur isolant (SOI), par adhésion moléculaire entre plaquettes de silicium via un film d'oxyde, a permis le développement de nombreuses applications en microélectronique : dans le domaines des composants basse tension, basse consommation, pour des applications de puissance.

La préparation des plaquettes avant leur mise en contact présente un caractère très critique pour un scellement de qualité. L'adhésion moléculaire sera présentée au travers d'exemples de mise en contact de surfaces rendues hydrophiles ou hydrophobes lors de leur préparation. En particulier, des mécanismes d'adhésion seront décrits dans le cas de structures scellées silicium-silicium ou oxyde de silicium- oxyde de silicium. Cette description reposera sur les analyses, avant mise en contact, de la morphologie des surfaces, de leur caractère hydrophile ou hydrophobe et sur les caractérisations par spectroscopie infrarouge (FTIR) des liaisons d'adhésion. L'impact de traitement thermique utilisable, par exemple pour le renforcement des scellements, sera analysé pour de tels cas.

En conclusion, des perspectives de scellement de matériaux divers seront présentées

Interfaces GaN sur substrat carbure de silicium ou alumine

Défauts induits dans le volume

V.Potin, P.Ruterana et G.Nouet

ESCTM-CRISMAT, UMR 6508 CNRS, ISMRA 6 bld du Maréchal Juin, 14050 Caen cedex.

Les semiconducteurs nitrures III-V à base de gallium, et de ses alliages avec l'indium et l'aluminium offrent de nouvelles possibilités dans le domaine de l'optoélectronique et des dispositifs de puissance. Actuellement, les diodes émettant dans le bleu et le proche ultra-violet contiennent un taux de dislocations très élevé. L'origine de ces dislocations est attribuée au mode de croissance mosaïque qui se caractérise par le développement d'îlots désorientés principalement autour de la direction de croissance [0001]. L'important écart paramétrique (16%) entre le substrat et la couche déposée conduit à la formation de dislocations d'interface qui vont se propager dans les parois de ces îlots. L'arrangement de ces dislocations donnent naissance à des sous-joints et des joints de grains fortement désorientés, la majorité de ces dislocations ont pour vecteur de Burgers $1/3[11-20]$. Au moyen de la microscopie haute résolution, des calculs d'élasticité anisotrope et de simulation d'image, la structure atomique du cœur de ces dislocations a été analysée. La reconstruction du cœur des dislocations isolées fait appel à des cycles à cinq/sept ou huit atomes. Par contre, dans le cas des joints de grains fortement désorientés un nouveau cycle à quatre atomes est parfois nécessaire. Ces résultats ont pu être établis par microscopie haute résolution, analyse par la théorie topologique et du circuit de mapping.

La corrosion sous contrainte des alliages de zirconium par l'iode - Cas de l'Interaction Pastille gaine en service et de l'entreposage du combustible

E. Walle, M. Parise, S. Leclercq, P. Bouffioux

EDF - Centre des Renardières - Département EMA, 77 818 Moret/sur/Loing Cedex

Les gaines des crayons combustibles REP sont élaborés à partir d'alliages de zirconium, en l'occurrence le Zircaloy-4, le plus utilisé à ce jour. Le fonctionnement des réacteurs en suivi de charge conduisent à de nombreux transitoires de puissance au cours desquels la gaine est sollicitée mécaniquement par interaction avec la pastille combustible (IPG). La disponibilité par relâchement de produits de fission agressifs comme l'iode est susceptible de générer un phénomène de corrosion sous contrainte (CSC) et de conduire à la rupture de la gaine.

Hormis la combinaison d'un chargement mécanique avec une attaque chimique, la CSC des gaines REP fait intervenir aussi d'autres facteurs comme l'état métallurgique du métal de base et le dommage d'irradiation. En service, la tenue de la gaine vis à vis de la CSC est un phénomène à court terme. Les mécanismes mis en jeu ont fait l'objet de nombreuses études. Ils ont été identifiés et seront rappelés dans la présentation.

Le risque de rupture par CSC en conditions d'entreposage à sec ne peut être exclu, plus particulièrement si des défauts non débouchants sont amorcés en service. Toutefois la cinétique du phénomène devient probablement beaucoup plus lente. Des études ont été engagées sur le sujet. On tentera de faire apparaître, au cours de cette présentation, les points que l'on pense être communs avec les conditions de service.

L'exposé sera plus particulièrement orienté sur les réactions entre l'iode et le zirconium.

AFFICHES

(Par ordre alphabétique)

Analyse de la structure atomique des joints de grains dans les couches de GaN de croissance épitaxiales sur SiC ou saphir.

J. Chen, P. Ruterana, and G. Nouet

ESCTM-CRISMAT, Institut des Sciences de la Matière et du Rayonnement,
6 Bd Maréchal Juin, 14050 Caen Cedex, France

La microscopie haute résolution a récemment montré que la dislocation traversante coin prend plusieurs configurations atomiques dans les couches de GaN. Trois d'entre elles ont été effectivement observées. Ce sont les configurations, dans lesquelles le cœur de la dislocation est formé par 4, 5/7 ou 8 atomes le long de leur ligne parallèle à [0001]. D'après leur géométrie, ces configurations devraient présenter des comportements assez différents, par exemple, le cœur à 5/7 atomes est formé par des liaisons N-N et Ga-Ga, alors que celui à 4 atomes est sensiblement distordu avec 4 liaisons dans un plan. Dans ce travail nous utilisons un potentiel de type Stillinger Weber modifié pour analyser la stabilité relative de ces configurations, cela aussi bien dans les couches de GaN de très bonne qualité que dans des joints grains de forte désorientation de rotation autour de [0001].

Interaction entre dislocations et interfaces dans des bicristaux α/γ déformés par fatigue

A. Taisne*, B. Décamps* et L. Priester**

* Laboratoire de Chimie Métallurgique des Terres Rares, UPR 209 du CNRS, Groupe des Laboratoires de Vitry-Thiais, 2-8 rue Henri Dunant, 94320 Thiais cedex, France

** Laboratoire d'Etudes des Matériaux Hors Equilibre, UMR 8647, Université Paris-Sud, 91405 Orsay cedex, France

La présence d'interfaces internes est un élément microstructural important qui contrôle les propriétés mécaniques des matériaux mono- et bi-phasés. Ces interfaces constituent les lieux de concentration et de relaxation de contraintes pendant la déformation. Par conséquent, il est essentiel d'étudier les processus d'accommodation des contraintes ayant lieu à l'échelle microscopique, en particulier, les mécanismes d'interaction des dislocations de matrice avec les interfaces. L'objectif principal est de comprendre et, si possible, de contrôler le comportement des matériaux sollicités mécaniquement.

Le but de ce travail est d'étudier les mécanismes élémentaires de déformation par fatigue dans des bicristaux d'acier inoxydable biphasés ayant des relations d'orientation différentes (plastiquement compatible ou non) et, si possible, d'établir une corrélation avec le comportement macroscopique (1).

La combinaison des techniques de microscopie électronique à transmission (champ clair, champ faible...) assistées par la simulation de contraste d'image est utilisée pour étudier la microstructure dans les bicristaux obtenus par la méthode de « diffusion bonding » (ferrite α - $(\text{Fe}_{30}\text{Cr})$ et austénite γ - $(\text{Fe}_{15}\text{Cr}_{15}\text{Ni})$) et soumis à des essais en fatigue :

- Détermination précise de la cristallographie de l'interface α/γ (désorientation entre les phases et orientation du plan de l'interface)
- Caractérisation des dislocations (vecteurs de Burgers et ligne de dislocation)
- Analyse fine des dislocations interfaciales.

Sur la base de ces analyses, les mécanismes élémentaires d'accommodation des contraintes aux interfaces α/γ sont discutés.

(1) Wada T. et Hashimoto S., Materials Science Forum, Vols. 294-296 (1999), pp. 693-696

Analyse topologique de la croissance de GaN wurtzite sur des surfaces du saphir

Frédéric Degave, George Dimitrakopoulos, Pierre Ruterana et G. Nouet

Equipe Structure et Comportement Thermomécanique des Matériaux (CRISMAT UMR 6508 CNRS), ISMRA 6, Bd Maréchal Juin, Caen Cedex F-14050, France

Physics Department, Aristotle University of Thessaloniki, GR-54006, Thessaloniki, Greece

Plusieurs surfaces de saphir (0001) , $(11\bar{2}0)$, $(10\bar{1}2)$ sont couramment utilisées pour la croissance du GaN. Sur ces surfaces, les couches obtenues contiennent de très nombreux défauts et pour l'instant aucune étude systématique n'est encore disponible pour relier la symétrie des surfaces de contact au mode de croissance et défauts interraciaux. Nous avons donc réalisé une analyse topologique de diverses surfaces des deux matériaux afin de déterminer à priori la nature des défauts d'interface. Dans ce travail, l'effet des marches susceptibles de se former a été analysé et les résultats sont confrontés à nos observations des couches épaisses ou de nucléation.

Etude par simulation numérique d'une jonction triple dans un tricristal de nickel

A. Doutriaux⁽¹⁾, P. Geysersmans⁽¹⁾, V. Pontikis⁽²⁾, L. Prieste^{@1)}.

- (1) CECM, 15 rue G. Urbain, 94407 Vitry sur Seine.
- (2) CECAM, Ecole Normale Supérieure de Lyon, 46 allée d'Italie, 69364 Lyon Cedex 07.
- (3) LEMHE, Université Paris Sud, 91405 Orsay Cedex.

Une meilleure compréhension de phénomènes divers tels que le comportement mécanique d'un polycristal, la diffusion des impuretés ou la ségrégation intergranulaire passe par l'étude des joints de grains et des jonctions entre joints. Nous présentons l'étude par simulation numérique à l'échelle atomique d'une jonction triple dans un tricristal de nickel. Les interactions sont modélisées par un potentiel semi-empirique, établi dans le cadre de l'approximation des liaisons fortes, qui reproduit les propriétés structurales du nickel (énergie de cohésion, paramètre de maille, constantes élastiques, énergie de faute d'empilement, énergie de formation de lacune). La structure et l'énergie de deux jonctions triples formées par trois joints de flexion d'axe $\langle 101 \rangle$, deux joints de macle Σ_3 et un joint Σ_9 , symétrique dans le premier cas et non symétrique dans le second, sont déterminées par minimisation d'énergie. Ces résultats sont comparés à des observations expérimentales obtenues par microscopie électronique à transmission à haute résolution. L'autodiffusion est également étudiée par dynamique moléculaire à 1100 K.

Méthode expérimentale d'étude de l'acier en bain de plomb à activité d'oxygène contrôlée.

V. Ghetta, F. Gamaoun, M. Dupeux, J. Fouletier*, M. Hénault*, A. Lemoulec**

LTPCM/ENSEEG, * LEPMI/ENSEEG, ** ENSEEG
BP 75, 38402 Saint Martin d'Hères Cedex, France

Pour connaître les effets des traitements thermiques en bain de plomb sur des aciers martensitiques, tant du point de vue de la corrosion que de la fragilisation par le métal liquide, nous utilisons des installations expérimentales permettant le contrôle de la quantité d'oxygène dissous dans le bain. La première installation, déjà en fonctionnement, utilise un bain statique de volume 0.5 à 1 litre, maintenu sous flux d'hélium ou d'hélium hydrogéné. Les activités de l'oxygène dans le bain et dans le flux de gaz sont mesurées à l'aide de jauges électrochimiques. A mélange de gaz fixé, l'activité de l'oxygène dans le métal liquide est imposée par un système électrochimique de "pompe à oxygène". Les caractéristiques de fonctionnement de l'installation seront présentées.

Les échantillons d'acier peuvent être maintenus pendant de longues durées dans ce bain (≥ 1 mois), à des températures variant de 480°C à 600°C, avec des fractions molaires en oxygène très faibles ($< 10^{-8}$). Les premiers résultats de caractérisation d'échantillons issus d'expériences à bas taux d'oxygène seront présentés.

Une seconde installation, conçue sur les mêmes principes de base mais comportant, entre autre, un bain de métal liquide de moindre volume est en cours de construction. Durant son traitement thermique dans le métal liquide, l'échantillon sera alors aussi maintenu sous contrainte en flexion. Ceci pourra être utilisé à l'avenir dans le cas d'échantillons revêtus.

Orientation du plan du joint de grains et mouillage intergranulaire

Y.Kucherinenko, S.Poulat, L.Priester, T.Baudin*, P.Protsenko et
N.Eustathopoulos****

LEMHE / Université Paris Sud 91405 Orsay

*LPCES / Université Paris Sud 91405 Orsay

*LTPCM/ENSEEG BP 75, 38402 Saint Martin d'Hères Cedex

L'étude du phénomène du mouillage intergranulaire des matériaux métalliques par un métal liquide a une grande importance pratique mais aussi théorique car elle devrait permettre de remonter aux énergies intergranulaires. Le phénomène du mouillage est bien connu, mais son interprétation reste problématique et l'influence de divers facteurs reste à établir.

En effet, si la relation entre le mouillage et la désorientation des joints de grains a fait l'objet de nombreuses études, en revanche le rôle du plan du joint est mal connu. Or c'est le plan du joint qui détermine l'énergie intergranulaire en imposant la structure atomique de l'interface.

Le travail a pour but de préciser le rôle du plan du joint de grains dans le mouillage du nickel par le plomb liquide. Il concerne des polycristaux et des bicristaux $\Sigma 3\{111\}$, $\Sigma 11\{311\}$ et $\Sigma 11\{332\}$. Les deux premiers joints de grains sont des joints singuliers d'énergie minimale et les deux derniers, bien que de désorientation égale, présentent des plans de joint différents. Les techniques utilisées sont la microscopie électronique en balayage, la technique de diffraction des électrons rétrodiffusés et la microscopie électronique en transmission.

L'observation des surfaces et des sections des polycristaux mouillés révèle un effet important du plan du joint de grains que nous nous proposons de préciser par l'étude en MET des bicristaux.

**Distribution des contraintes dans les interfaces $\{1\bar{2}0\}$ de type Drum
dans les couches épitaxiales de GaN.**

S. KRET, P. RUTERANA AND G. NOUET

ESCTM-CRISMAT UMR 6508 CNRS-ISMRA,

6 Boulevard du Maréchal Juin, 14050 CAEN Cedex, France.

En utilisant la méthode des phases géométriques et en mesurant la distribution des cœurs de dislocations, nous avons réalisé une étude quantitative du contraste des fautes d'empilement prismatiques dans des images le long de l'axe de zone [0001]. On détermine précisément le vecteur déplacement de ces fautes et on est capable de mettre en évidence tout défaut supplémentaire en interaction avec la faute, marches, dislocations, etc...

Dans le plan de ces fautes, on trouve des dislocations qui sont souvent associées sous forme de dipôles; leur champ de déformation modifie localement la structure atomique du plan de la faute. Dans des segments sans contrainte, on trouve un accord parfait entre les images expérimentales et les images simulées basées sur le modèle de Drum $_{[10\bar{1}1]}$

L'existence de ces dipôles est certainement à relier au mode de croissance des couches en mosaïque sous forme d'îlots légèrement tournés les uns par rapport aux autres autour de l'axe de croissance [0001].

Interfaces dans les composites WC-Co submicroniques

Sabine Lay, Sylvaine Hamar-Thibault

LTPCM/INPG – 38042 Saint Martin d'Hères Cedex

Les alliages WC-Co, préparés par frittage en phase liquide, sont traditionnellement utilisés comme outils de coupe et de forage. Leurs propriétés ont été progressivement améliorées, notamment la dureté, grâce à l'utilisation de poudres de plus en plus fines. Leur microstructure est constituée d'une solution solide de cobalt entourant les grains de WC. Le grossissement des grains de WC lors du frittage est contrôlé par l'ajout en petite quantité d'un carbure d'un métal de transition. Nous présentons dans ce travail des alliages préparés avec du VC et du Cr_2C_3 avec une taille moyenne de grains de WC de $0.4 \mu\text{m}$. Suivant le mode de préparation, des poches de cobalt sont observées à l'intérieur des grains de carbure. Elles adoptent une orientation préférentielle par rapport au grain WC environnant. Les grains de carbure forment des amas ou des chaînes reliés par des joints spéciaux. La morphologie des grains de WC est fortement perturbée par la présence de VC qui induit des marches aux interfaces WC/Co. Des analyses EDS ont permis de localiser les inhibiteurs de croissance dans la microstructure : le chrome se retrouve dans le liant, tandis que du vanadium est détecté notamment aux jonctions des grains de WC et au niveau des marches. L'utilisation de la microscopie en haute résolution permet de mettre en évidence la présence de petits précipités de type VC sur les marches des grains WC ainsi que de fins couloirs entre les grains.

Le mouillage aux joints de grains par les métaux liquides : étude par micro-tomographie

Wolfgang LUDWIG, Daniel BELLET*

European Synchrotron Radiation Facility BP 220, 38043 Grenoble - FRANCE

*Génie Physique et Mécanique des Matériaux -ENSPG - INPG - BP 46
38 402 Saint-Martin-d'Hères Cedex - FRANCE

Si un métal ou alliage métallique polycristallin est exposé à l'environnement d'un métal liquide, plusieurs processus physico-chimiques peuvent apparaître et notamment le métal liquide peut pénétrer aux joints de grains du solide. Cette pénétration peut altérer les propriétés de l'alliage et notamment celles mécaniques, au point que pour certains systèmes la fragilisation peut être si sévère que le solide n'a plus aucune tenue mécanique (phénomène appelé fragilisation par les métaux liquides). En dépit de nombreux efforts, les mécanismes à l'origine de la fragilisation par les métaux liquides ne sont pas encore très bien compris.

Notre contribution concerne l'étude du mouillage des joints de grains par les métaux liquides (notamment le couple Al/Ga) en utilisant les techniques synchrotron de micro-radiographie et micro-tomographie à l'ESRF (Grenoble). Ces techniques semblent être particulièrement bien adaptées pour observer la présence de métal liquide aux joints de grains, car elles sont sensibles à la différence de coefficients d'absorption. D'un principe analogue à la radiographie classique ou la tomographie (principe de scanner), elles présentent une intéressante résolution spatiale voisine du micron, et permettent de faire des observations dans le volume de l'échantillon (de 1 mm³ environ) et enfin d'effectuer des expériences in-situ. On s'intéresse notamment à l'étude de la cinétique du mouillage aux joints de grains.

Pénétration intergranulaire et fragilisation du nickel solide par condensation des vapeurs de bismuth à 700°C

N.Marié, K.Wolski et M.Biscondi

Ecole des Mines de Saint-Etienne, CNRS URA 1884
158, cours Fauriel, 42023 Saint-Etienne

Cette étude s'inscrit dans la recherche fondamentale sur la Fragilisation par les Métaux Liquides (FML) qui se caractérise par la dégradation des propriétés mécaniques d'un métal solide en présence d'un métal liquide (perte de ductilité, rapide rupture intergranulaire, ...). Ce phénomène s'observe à des températures pour lesquelles le mouillage et la pénétration aux joints de grains du solide par le métal liquide ont lieu.

Notre objectif est de mieux comprendre les mécanismes de la FML et de la pénétration intergranulaire (PIG) par l'étude d'un système modèle : $\text{Ni}_{\text{solide}}\text{-Bi}_{\text{liquide}}$ pour lequel il est possible de séparer PIG à haute température et fragilisation à température ambiante [1]. Nous avons déjà montré [2] que le contact direct, à 700°C, entre le Ni et le Bi saturé en Ni résulte en la PIG du Bi sous forme d'un court film dont l'épaisseur est de l'ordre du micromètre avec au front de ce film, un film beaucoup plus long d'épaisseur nanométrique.

Le but est ici de montrer que même un contact indirect à 700°C - par les vapeurs de Bi - induit une fragilisation intergranulaire du Ni observée à température ambiante. Des analyses par spectrométrie Auger, sur les surfaces de rupture après flexion *in-situ*, ont permis de mettre en évidence la présence de Bi aux joints de grains du Ni sous forme d'un film dont l'épaisseur a été estimée comprise entre 5 et 10 nm. Comme dans le cas d'un contact direct, il ne s'agit donc pas d'une ségrégation du Bi mais de la formation d'un film d'épaisseur nanométrique. L'analyse par Spectrométrie à Décharge Luminescente des surfaces extérieures du Ni qui ont été en contact avec les vapeurs de Bi à 700°C indique la présence d'une couche fine (entre 5 et 20 nm) riche en Bi. Elle provient de la condensation des vapeurs de Bi, et explique qu'un alliage liquide Bi-Ni a été présent sur le Ni durant le traitement thermique à 700°C, conduisant à la P

Il est important de remarquer que le contact par la vapeur, comme le contact direct, conduit à une fragilisation très importante même avec une faible quantité de Bi en surface du Ni. Le mode de fragilisation par la vapeur est intéressant d'un point de vue technique pour la réalisation de montage incluant traction et contact avec un métal liquide pour l'étude des mécanismes de la FML (effet de synergie contrainte - environnement).

[1] G.H. Bishop, « Grain boundary penetration and embrittlement of nickel bicrystals by bismuth », *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, **242** (1968) 1343-1351

[2] N.Marié, K.Wolski and M.Biscondi « Grain boundary penetration and embrittlement of nickel by liquid bismuth as a film of nanometric thickness », *accepted for publication in Scripta Materialia* (2000).

Étude par LACBED de joints de grains symétriques $\Sigma 13$ dans SrTiO_3 Comparaison avec les études HREM

G. Passerieux*, J. Ayache*, S. Lartigue** J.P. Morniroli***
et U.Dahmen****

*CS.N.S.M. CNRS-IN2P3 Bât 108, 91405 Orsay campus

**LEMHE, Bât 410, 91405 Orsay campus

**Laboratoire de Métallurgie Physique et Génie des Matériaux,
UMR CNRS 8517, USTL, 59655 Villeneuve d'Ascq Cédex

**** NCEM - LBL, University of California, Berkeley CA 94720

Dans les supraconducteurs à haute température critique, les joints de grains sont utilisés comme jonction Josephson qui permettent de sonder la symétrie du paramètre d'ordre supraconducteur (gap d'énergie d'appariement des électrons) à partir de mesures du courant critique des films. Ce dernier est directement corrélé à la désorientation des grains qui va déterminer le déphasage du paramètre d'ordre. On suppose alors que la symétrie et l'orientation des cristaux sont conservées localement au niveau du joint de grains. Les joints de grains $\Sigma 13$ de SrTiO_3 , sous forme de bicristaux, servent de substrat à la fabrication de films minces $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$.

On montrera l'apport de la technique de diffraction électronique en faisceau convergent à grand angle (LACBED: Large Angle Convergent Beam Electron Diffraction) à la caractérisation de différents bicristaux de titanate de strontium (SrTiO_3) symétriques ou non contenant des joints de coïncidence $\Sigma 13$ qui présentent un léger écart à la coïncidence parfaite. Cette technique a déjà été appliquée aux joints de grains symétriques [1] ; elle permet une mesure précise des composantes "tilt" et "twist" de cette désorientation additionnelle. Dans ce travail, nous nous proposons de déterminer ces mêmes composantes dans le cas de joints de grains non symétriques.

La composante " tilt " ainsi déterminée sera comparée à celle mesurée sur les images haute résolution de microscopie électronique en transmission

[1] "Mesure précise par LACBED de l'écart à la parfaite coïncidence de joints de flexion de coïncidence " J.P. Morniroli et al, poster SF μ 1999

Influence of free surface effects on the nucleation of microcracks

Maxime SAUZAY

Laboratoire de mécanique et technologie

ENS Cachan 61 avenue du Président Wilson, 94235 Cachan France

Ledepp, USINOR Recherche et Développement 57191 Florange France

During high-cycle fatigue of metals, Persistent Slip Bands (PSBs) are involved in the nucleation of microcracks. In the PSBs located in the well-oriented grains, plastic glide takes place with a magnitude much greater than in the grains. Microcracks appear generally in or along surface PSBs and our goal is to explain this surface localization of the damage.

The plastic glides cycles are supposed to be stabilised at the PSBs scale (averages over the PSBs mesoscopic scale). But, at a smaller scale, there are plastic domains where there is some irreversibility of the plastic glides (microscopic scale). An incremental slip $\delta\gamma_{vol}^p$ ($\delta\gamma_{surf}^p$) appears at this scale, at each cycle, positive or negative, depending on the point in the PSB and on the number of cycles N . So, an irreversibility factor $f_{irr}^{vol}(f_{irr}^{surf})$ is classical defined as the ratio between the magnitude of $\delta\gamma_{vol}^p$ ($\delta\gamma_{surf}^p$) averaged over the PSB and the mesoscopic amplitude $\Delta\gamma_{vol}^p$ ($\Delta\gamma_{surf}^p$). Several physical phenomena explain this microscopic irreversibility : different paths for the forward and reverse glide of dislocations during a cycle, dislocations vanishing through the free surface, environmental interactions like adsorption or oxidation... The increments $\delta\gamma^p$ can be considered as random stochastic functions which are cumulated over the cycles. The induced summations approach normal distributions. Following a model of Mura and co-workers applied to small stresses, nucleation takes place when the cumulated energy equals the surface energy needed to break the interfaces between the PSB and the remaining grain. We have extended this approach to surface PSBs. Then, the nucleation numbers ratio can be written :

$$\frac{N^{surf}}{N^{vol}} \approx \frac{\Delta\gamma_{vol}^p}{\Delta\gamma_{surf}^p} \left(\frac{f_{irr}^{vol}}{f_{irr}^{surf}} \right)^2 \frac{W_S^{surf}}{W_S^{vol}}$$

First, the unit surface energy is smaller near the free surface due to oxidation of fresh surfaces and oxygen diffusion in the metal and may be considered for instance as a third of the unit surface energy in the bulk. Second, the irreversibility factor at the surface is known to be about 0.1-0.2.

Nevertheless, the $\frac{f_{irr}^{vol}}{f_{irr}^{surf}}$ ratio is difficult to evaluate, here it is considered to be equal to 1, then this

important surface effect is not taken into account. Third, the mesoscopic plastic amplitudes need to be computed, using the finite element method. The same plastic laws are used in the bulk and at the free surface, using single slip, Schmid condition and an isotropic saturating hardening with the same parameters. Isotropic crystalline elasticity is considered at this step. The bands, which have realistic lengths, are embedded in an infinite isotropic elastic matrix or an half-space. As a condition, the increase of the mesoscopic plastic slip is very important with a factor of 1.9 for the average over the bands with various ratios. Taking into account only two surface effects (decreased unit surface energy and increased mesoscopic slips) gives numbers of cycles at the free surface six times smaller than in the bulk. These rough estimations agree qualitatively with many experiments concerning cyclic microplasticity and crack initiation.

LISTE DES PARTICIPANTS

- ASLANIDES Antoine EDF - Centre des Renardières - Département CIMA
77 818 Moret/sur/Loing Cedex
Tel : 01 60 73 73 74- Fax : 01 60 73 74 77
Mail : antoine.aslanides@edf.fr
- AUCOUTURIER Marc C2 RMF, 6 rue des Pyramides
75 041 Paris cedex 01
Tel : 01 40 20 57 49 - Fax : 01 47 03 32 46
Mail : Marc.Aucouturier@culture.fr
- AYACHE Jeanne Centre de Spectroscopie Nucléaire
et de Spectrométrie de Masse
CSNSM-IN2P3-Batiment 108
91405 Orsay Campus, France
Tel : 01 69 15 52 19 - Fax : 01 69 15 52 68
Mail : ayache@csnsm.in2p3.fr
- BACKHAUS Monika CECM, 15 rue Georges Urbain
94 407 Vitry/sur/Seine
Actuellement à Cornell University Tel : 00 16 072 550 159
Mail : monika@ccmr.cornell.edu
- BAYLE-GUILLEMAUD Pascale CEA/ DRFMC/SP2M/ME
17 rue des Martyrs, 38054 Grenoble Cedex 9
Tel : 04 76 88 39 70 - Fax : 04 76 88 50 97
Mail : pbayle@cea.fr
- BELLET Daniel Laboratoire de Génie Physique et Mécanique(GPM2)
ENSPG, BP 46
38402 Saint martin d'Hères cedex
Tel : 04 76 82 71 60 - Fax : 04 76 82 63 82
Mail : daniel.bellet@inpg.fr
- BERGER Pascal Laboratoire Pierre Süe (CEA/CNRS)
Bat. 637, CE/Saclay, F-91191 Gif/sur/Yvette
Tel : 0 69 08 85 12 - Fax : 01 69 08 69 23
Mail : pberger@drecam.cea.fr
- BESSON Rémy Laboratoire de Métallurgie Physique et de Génie des
Matériaux - C.N.R.S. U.M.R. 8517
Université des Sciences et Technologies de Lille
Bâtiment C6 - 2ème étage, 59655 Villeneuve d'Ascq Cedex
Tél. : 03 20 33 62 25 - Fax : 03 20 43 40 40
MAIL : Remy.Besson@univ-lille1.fr
- CALVARIN-AMIRI Gaelle LEMHE, Université Paris XI
91 405 Orsay cedex
Tel : 01 69 15 63 18 - Fax : 01 69 15 48 19
Mail : Gaelle.Calvarin@lemhe.u-psud.fr

CHATAIN Dominique Centre de Recherche sur les Mécanismes de la Croissance
Cristalline - campus de Luminy, case 913
13288 Marseille cedex 9
Tel : 06 60 30 28 90 - Fax 04 91 41 89 16
Mail : chatain@crmc2.univ-mrs.fr

COLAS David ENSM SE, Centre SMS,
Département Mécanique physique et Interfaces
158 cours Fauriel, 42023 Saint Etienne cedex 2
Tel : 04 77 42 66 24 - Fax : 04 77 42 01 57
Mail : dcolas@sms.emse.fr

COUJOU Armand CEMES, Laboratoire d'Optique Electronique
29 rue J. Marvig, 31055 Toulouse Cedex
Tel : 05 62 25 78 70 - Fax : 05 62 25 79 99
Mail : Coujou@cemes.fr

DECAMPS Brigitte Laboratoire de Chimie Métallurgique des Terres Rare
2-8 rue Henri Dunant, 94320 Thiais Cedex
Tel : 01 49 78 12 14 - Fax : 01 49 78 12 03
Mail : Brigitte.Decamps@glvt-cnrs.fr

DEGAVE Frédéric ESCTM-CRISMAT/ISMRA
6 boulevard du Maréchal Juin, 14050 Caen Cedex
Tel : 02 31 45 26 53 - Fax : 02 31 45 26 60
Mail : DEGAVE@LERMAT8.ISMRA.FR

DIARD Olivier Centre des Matériaux, ENSMP
91003 Evry
Tel : 01 60 76 30 55 - Fax : 01 60 76 31 50
Mail : olivier.diard@mat.ensmp.fr

DOUTRIAUX Anne CECM, 15 rue Georges Urbain
94 407 Vitry/sur/Seine
Tel : 01 56 70 30 60 - Fax : 01 46 75 04 33
Mail : anne.doutriaux@glvt-cnrs.fr

GAMAOUN Fehmi LTPCM/ENSEEG, BP 75
38 402 Saint martin d'Hères Cedex
Tel : 04 76 82 67 02 - Fax : 04 76 82 67 45
Mail : Fehmi.Gamaoun@ltpcm.inpg.fr

GENTZBITEL Jean Marie CEA Grenoble- CEREM/DEM/SGM/LM3M
17 rue des Martyrs, 38054 Grenoble Cedex 9
Tel : 04 76 88 95 01 - Fax : 04 76 88 58 91
Mail : gentzbitel@chartreuse.cea.fr

GEORGES Amand Laboratoire de Physique des Matériaux
Ecole des Mines , Parc de Saurupt
54042 Nancy
Tel : 03 83 58 41 57 - Fax : 03 83 57 97 94
Mail : Tranchan@mines.u-nancy.fr

GEYSERMANS Pascale Centre d'Etudes de Chimie Metallurgique (CECM)
15 rue Georges Urbain, 94407 Vitry-sur-Seine cedex
Tel : 01 56 70 30 64 - Fax : 01 46 75 04 33
Mail : geysermans@glvt-cnrs.fr

GHETTA Véronique LTPCM/ENSEEG, BP 75
38 402 Saint martin d'Hères Cedex
Tel : 04 76 82 66 49 - Fax : 04 76 82 67 45
Mail : ghetta@ltpcm.inpg.fr

GORSE Dominique CECM, 15 rue Georges Urbain
94 407 Vitry/sur/Seine
Tel : 01 56 70 30 61 - Fax : 01 46 75 04 33
Mail : dominique.gorse@glvt-cnrs.fr

HARDOUIN DUPARC Olivier
Laboratoire des Solides Irradiés, Ecole Polytechnique
91128 Palaiseau Cedex
Tel : 01 69 33 36 92 - Fax : 01 69 33 30 22
Mail : Olivier.Hardouinduparc@polytechnique.fr

KUTCHERINENKO Iaroslav
Laboratoire d'Etude des Matériaux Hors Equilibre
LEMHE, Bâtiment 410
Université Paris XI 91405 ORSAY Cedex
Tél : 01 69 15 70 20 - Fax : 01 69 15 48 19
Mail: Iaroslav.kutcherinenko@lemhe.u-psud.fr

LARERE Alain
Laboratoire d'Etude des Matériaux Hors Equilibre
LEMHE, Bâtiment 410
Université Paris XI 91405 ORSAY Cedex
Tél : 01 69 15 66 87 - Fax : 01 69 15 48 19
Mail: Alain.Larere@lemhe.u-psud.fr

LARTIGUE-KORINEK Sylvie
Laboratoire d'Etude des Matériaux Hors Equilibre
LEMHE, Bâtiment 410
Université Paris XI 91405 ORSAY Cedex
Tél : 01 69 15 77 56- Fax : 01 69 15 48 19
Mail: Sylvie.Lartigue@lemhe.u-psud.fr

LAY Sabine LTPCM/INPG - 1130 rue de la Piscine
38042 Saint Martin d'Hères cedex
Tel : 04 76 82 66 28 - Fax : 04 76 82 67 44
Mail : lay@ltpcm.inpg.fr

MAES Constantin Centre d'Etudes Nucléaires de Saclay
DPE/SPCP/LEPCA, Bât 125
91191 Gif/sur/Yvette
Tel : 01 69 08 91 62 - Fax : 01 69 08 92 21
Mail : cmeis@cea.fr

MARIE Nathalie Ecole des Mines de Saint-Etienne
Centre SMS/MPI - URA CNRS 1884
158, cours Fauriel, 42023 Saint-Etienne Cedex 02
Tel : 04 77 42 02 95 - Fax : 04 77 42 00 00
Mail : marie@emse.fr

MAZIERE Dominique INSTN/SEPÉM, DEM-Mat. CEN Saclay
91191 Gif/sur/Yvette Cedex
Tel : 01 69 08 21 56 - Fax : 01 69 08 57 53
Mail : dmaziere@cea.fr

MORICEAU Hubert DTA/LETI/DMITEC/MTM
CEA Grenoble, 17, avenue des Martyrs
38054 Grenoble cedex 09
tel : 04 76 88 48 23 -- Fax : 04 76 88 94 56
Mail : hubert.moriceau@cea.fr

MOULIN Gérard Centre de Recherches de Royallieu, BP 20529
60 205 Compiègne cedex
Tel : 03 44 23 46 03 - Fax : 03 44 20 48 13
Mail : gerard.moulin@.utc.fr

NOUET Gérard CRISMAT - ESCTM
ISMRA, 6 boulevard du Maréchal Juin
14050 Caen Cedex
Tel : 02 31 45 26 47 - Fax : 02 31 45 26 60
Mail : Nouet@labolermat.ismra.fr

PALIY Maxime CECAM - ENS de Lyon
46 allée d'Italie , 69364 Lyon Cedex 07
Tel : 04 72 72 70 61 - Fax : 04 72 72 86 36
Mail : mpaliy@cecam.fr

PARISE Marion EDF - Centre des Renardières - Département EMA
77 818 Moret/sur/Loing Cedex
Tel : 01 60 73 75 85 - Fax : 01 60 73 68 89
Mail : marion.parise@edf.fr

PHILIBERT Jean Laboratoire de Physico Chimie de l'Etat Solide
Université Paris Sud, 91405 Orsay Cedex
Tel : 01 39 73 29 37 - Fax : 01 34 51 03 10
Mail : jean.philibert@metal. u-psud.fr

PONTIKIS Vassili Centre Europeen de Calcul Atomique et Moleculaire
Ecole Normale Supérieure de Lyon
46, allée d'Italie, 69364 Lyon Cedex 07, FRANCE
Tel: 04 72 72 86 61 - Fax: 04 72 72 86 36
Mail : Vassilis.Pontikis@cecam.fr

POULAT Sophie Laboratoire d'Etude des Matériaux Hors d'Equilibre
(LEMHE) - Bâtiment 410
Université Paris Sud, 91405 Orsay Cedex - France
Tel: 01 69 15 77 56 - Fax: 01 69 15 48 19
Mail : Sophie.Poulat@lemhe. u-psud.fr

PRIESTER Louissette Laboratoire d'Etude des Matériaux Hors Equilibre
LEMHE, Bâtiment 410
Université Paris XI 91405 ORSAY Cedex
Tél : 01 69 15 52 79 - Fax : 01 69 15 48 19
Mail: Louissette.Priester@lemhe. u-psud.fr

RUSTE Jacky EDF - Centre des Renardières
Département Etudes des Matériaux
77 818 Moret/sur/Loing Cedex
Tel : 01 60 73 63 68 - Fax : 01 60 73 68 89
Mail : jacky.ruste@edf.fr

SAINDRENAN Guy Polytech Nantes BP 50609
44306 NANTES CEDEX 3
Tél : 02 40 68 31 26 - Fax : 02 40 68 31 99
Mail : guy.saindrenan@isitem.univ-nantes.fr

SAUZAY Maxime Laboratoire de Mécanique et Technologie
ENS Cachan, 61, avenue du Président Wilson
94235 Cachan cedex
Tel. : 01-47-40-22-50 - Fax : 01-47-40-22-40
Mail : sauzay@lmt.ens-cachan.fr

TAISNE Aude Laboratoire de Chimie Métallurgique des Terres Rares
2-8 rue Henri Dunant, 94320 Thiais Cedex
Tel : 01 49 78 12 25 - Fax : 01 49 78 12 03
Mail : Aude.Taisne@glvt-cnrs.fr

THIBAUT Jany CEA/ DRFMC/SP2M/ME
17 rue des Martyrs, 38054 Grenoble Cedex 9
Tel : 04 76 88 44 96 - Fax : 04 76 88 50 97
Mail : jthibault@cea.fr

VAN DUYSSEN Jean Claude EDF - Centre des Renardières
Département Etudes des Matériaux
77 818 Moret/sur/Loing Cedex
Tel : 01 60 73 68 13 - Fax : 01 60 73 68 89
Mail : Jean-claude.Van-Duysen@edf.fr

WALLE Eric EDF - Centre des Renardières - Département EMA
77 818 Moret/sur/Loing Cedex
Tel : 01 60 73 63 57 - Fax : 01 60 73 68 89
Mail : eric.walle@edf.fr

WOLSKI Krzysztof Ecole des Mines de Saint Etienne, Centre SMS/MPI
158 cours Fauriel, 42 023 Saint Etienne Cedex 02
Tel : 04 77 42 66 18 - Fax : 04 77 42 00 00
Mail : wolski@emse.fr