

Microcompression pour l'identification des paramètres d'une loi de plasticité cristalline: vers les hautes vitesses de déformation

S. Breumier¹, S. Sao-Joao¹, J. Baltazar¹, A. Villani¹, M. Lévesque², G. Kermouche¹

¹ Mines Saint-Etienne, Univ Lyon, CNRS, UMR 5307 LGF, Centre SMS, F - 42023 Saint-Etienne France, simon.breumier@emse.fr, aurelien.villani@emse.fr, kermouche@emse.fr

² Département de Génie Mécanique, École Polytechnique de Montréal, C.P. 6079, Succ. Centre-ville, Montréal, Québec, H3C 3A7 Canada, martin.levesque@polymtl.ca

Résumé — Une méthodologie d'identification des paramètres d'une loi de comportement de plasticité cristalline basée sur des essais de microcompression est proposée. La robustesse de la méthode est étudiée par le calcul d'un indice d'identifiabilité et par le tracé des fonctions coûts obtenues pour l'identification de matériaux virtuels. La méthode est mise en application sur un échantillon de cuivre. Le comportement du matériau est identifié pour des vitesses de déformation allant de 10^{-3} à 30 s^{-1} . Des modifications sont proposées afin d'améliorer l'identifiabilité des paramètres d'écrouissage de la loi.

Mots clés — Essais micro-mécaniques, Plasticité cristalline, Identification inverse

1 Introduction

Le grenailage est un procédé de traitement de surface consistant à projeter des billes métalliques (0.5 à 2 mm de diamètre) à la surface d'un matériau à haute vitesse (jusqu'à 120 m s^{-1}). Ce procédé est couramment utilisé dans l'industrie pour améliorer la durée de vie en fatigue des pièces traitées *via* l'augmentation de leur dureté en sous-surface et l'introduction de contraintes résiduelles de compression.

Il est aujourd'hui possible de prédire les contraintes résiduelles induites par le procédé à l'échelle d'un grand nombre de grains [1] sur des pièces à géométrie complexe [2] en tenant compte aussi bien du comportement du matériau que de la cinétique des billes [3]. Très peu de travaux ont cependant tenté de prédire les variations intragranulaires de ces contraintes, le temps de calcul requis étant relativement long et les champs prédits étant difficiles à valider expérimentalement. Or, ces contraintes locales peuvent influencer la durabilité du procédé ainsi que l'amorçage et la propagation de microfissures en fatigue [4].

De récents travaux [5, 6, 7] ont utilisé des modèles de plasticité cristalline par éléments finis (CPFE) afin d'étudier l'influence de la microstructure et des variations intragranulaires des contraintes résiduelles induites par le procédé. Cependant les lois de comportement utilisées dans ces travaux ne tenaient pas compte des hautes vitesses de déformation impliquées par le procédé, celles-ci pouvant atteindre 10^6 s^{-1} [8]. En effet, les paramètres des lois utilisées sont le plus souvent identifiés *via* des essais de barres d'Hopkinsons, aux alentours de 10^3 s^{-1} . Par ailleurs, cette identification nécessite des essais représentatifs du comportement cristallin, tels que la nanoindentation [9, 10], la compression de micropiliers (microcompression) [11] ou encore la corrélation d'image numérique à l'échelle de quelques grains d'un polycristal [12].

Les travaux présentés ici ont deux objectifs : (1) sélectionner une loi de plasticité cristalline pouvant tenir compte du large intervalle de vitesse de déformation impliqué par le procédé et (2) développer une méthodologie d'identification des paramètres de cette loi pour l'intervalle de vitesse visé.

Nous proposons une nouvelle méthodologie basée sur des essais de compression de micropiliers pouvant atteindre des vitesses de déformation de 10^3 s^{-1} , réalisés à l'aide d'un nouveau dispositif in-situ [13]. Dans un premier temps, la robustesse de la méthode proposée a été étudiée par l'identification de matériaux "virtuels". La méthodologie est ensuite appliquée à des essais de microcompression réalisés sur des grains individuels d'un échantillon de cuivre polycristallin.

2 Méthodologie expérimentale

2.1 Dispositif de microcompression haute-vitesse

L'essai de microcompression consiste à compresser un pilier de dimensions micrométriques à l'intérieur d'un Microscope Electronique à Balayage (MEB) avec un poinçon plat instrumenté. Le dispositif de microcompression à haute vitesse est décrit en détail dans les travaux de Guillonneau et al. [13] et peut atteindre des vitesses de déformation de l'ordre de 10^3 s^{-1} . Les essais réalisés combinent l'utilisation du capteur de force haute-dynamique décrit par les auteurs ainsi que d'un actionneur piezo dont le déplacement est mesuré par une jauge.

Lors de l'essai, le déplacement de l'actionneur est piloté par une consigne de tension en boucle ouverte. La relation entre tension appliquée et déplacement effectif n'est pas linéaire et dépend à la fois de l'amplitude de tension V et de la vitesse du signal imposé \dot{V} . Des essais préliminaires ont donc été réalisés sur des piliers de silice afin de construire des courbes de calibration permettant d'estimer l'amplitude ε et la vitesse $\dot{\varepsilon}$ des déformations qui seront imposées pendant l'essai en fonction de la consigne appliquée.

2.2 Préparation des micropiliers

Les essais de microcompression ont été effectués sur un échantillon de cuivre pur polycristallin, avec une taille de grain d'environ $50 \mu\text{m}$. L'échantillon a été poli mécaniquement avec du papier abrasif et une solution de silice colloïdale jusqu'à $1 \mu\text{m}$. Un polissage électrolytique a ensuite été effectué à 20 V et 1.54 A pendant 30 s avec un filtre de 0.5 cm^2 afin d'optimiser les conditions de diffraction pour l'analyse par Diffraction des Electrons Rétrodiffusés (EBSD).

Dix piliers ont été réalisés sur dix grains individuels, dont les orientations ont été estimées au préalable par EBSD. Les piliers ont un diamètre moyen de $3 \mu\text{m}$ et une hauteur de $6 \mu\text{m}$ et sont représentés sur la Figure 1. Pour ces premiers essais, trois orientations proches des orientations cristalline [001], [101] et [111] ont été choisies afin de générer des données représentatives de l'ensemble des orientations possibles.

Un exemple de ces piliers est représenté sur la Figure 1. Les artefacts présents dans la piscine entourant le pilier laissent présager la présence de grains d'orientations différentes sous la surface avant la fabrication du pilier. Les piliers construits ne sont donc pas nécessairement entièrement monocristallins. La possible influence de ces artefacts sur les courbes force déplacement est écartée dans la plupart des cas par la cohérence des déformées des piliers pour une orientation donnée (apparition de bandes de glissement simple ou double).

Deux séries d'essais ont été réalisées : Trois essais à 10^{-3} s^{-1} dans trois orientations différentes et

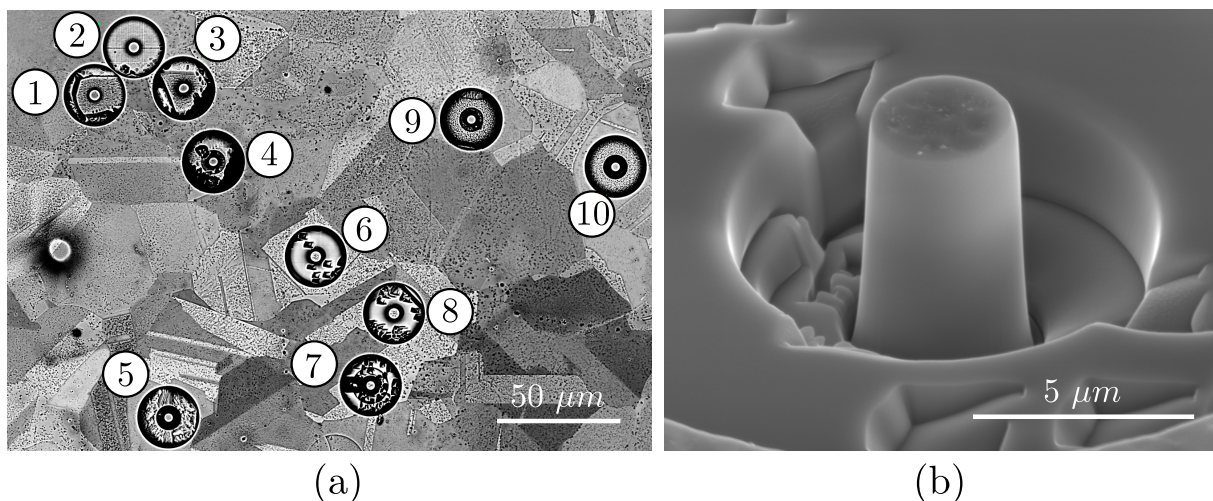


FIGURE 1 – (a) Image MEB des 10 piliers construits sur des grains individuels d'un polycristal de cuivre. (b) Image d'un pilier (# 6). Des artefacts présents dans la piscine du pilier témoignent de la présence de grains d'orientations différentes dans la profondeur creusée.

Pilier n°	1	2	3	5	6	7	8	10
Orientation	[111]	[101]	[111]	[101]	[001]	[001]	[101]	[111]
$\dot{\epsilon}$ (s ⁻¹)	15	10 ⁻³	10 ⁻³	28	10 ⁻³	33	11	13

TABLE 1 – Paramètres expérimentaux

cinq essais à vitesses variables, allant jusqu'à 30 s⁻¹. L'objectif respectif de ces essais est d'identifier les paramètres d'érouissage puis les paramètres de dépendance à la vitesse de déformation de la loi de comportement. Les conditions expérimentales sont résumées dans le tableau 1. Le dispositif étant toujours en développement, on notera qu'il a dans un premier temps été décidé de ne pas réaliser d'essais aux plus hautes vitesses atteignables, afin de s'assurer de garder des données exploitables. Par ailleurs, les piliers # 4 et # 9 ont été utilisés pour calibrer les premiers essais. Leurs résultats ne sont donc pas détaillés ici.

3 Identification par méthode inverse

3.1 Loi de comportement

La loi de plasticité cristalline de "Meric et Cailletaud" a été utilisée pour simuler ces premiers essais [14]. Cette loi est basée sur la décomposition de la partie plastique du gradient de vitesse de déformation en la contribution des différents systèmes de glissement. La scission résolue τ^s est reliée au cisaillement γ^s dans chaque système s par une loi de Norton :

$$\dot{\gamma}^s = \left\langle \frac{|\tau^s| - r^s}{K} \right\rangle^n, \quad (1)$$

où K et n sont les paramètres matériaux qui seront identifiés sur les essais à différentes vitesses et r^s représente l'érouissage dû à la production et aux interactions des dislocations, défini par

$$r^s = R_0 + \sum_{q=1}^N h_{sq} Q (1 - e^{-v^q b}), \quad (2)$$

où R_0 est la scission critique, Q et b sont deux constantes expérimentales, v^q est la déformation de cisaillement cumulée dans le système q et h_{sq} est un coefficient représentant la contribution à l'érouissage des interactions entre deux systèmes s et q . R_0 , Q et b sont les paramètres à identifier *via* les essais à basse vitesse.

3.2 Méthode d'identification

L'essai de microcompression a été simulé par éléments finis afin de valider l'utilisation de la loi de Meric et Cailletaud. Le maillage utilisé est représenté sur la Figure 2. La géométrie est encastrée à sa base. Le poinçon plat est modélisé comme un plan rigide, afin de tenir compte des frottements entre l'indenteur et la surface du pilier [16]. Au cours du calcul le déplacement $u(t)$ mesuré expérimentalement est imposé au poinçon. Le déplacement appliqué est en fait une approximation linéaire du déplacement expérimental, celui-ci présentant de faibles oscillations locales pouvant perturber la convergence du calcul. Les coefficients utilisés pour ce premier modèle sont extraits de la littérature [17] et sont résumés dans les tableaux 2 et 3.

Le temps de calcul nécessaire pour ce modèle est trop important pour qu'il soit directement utilisé pour l'identification (environ 9 h sur 4 processeurs). Celle-ci a donc dans un premier temps été réalisée sur un modèle plus simple, dans la perspective d'être raffinée en utilisant le modèle exact. Le pilier est

h_1	h_2	h_3	h_4	h_5	h_6
1	4.4	4.75	4.75	4.75	5

TABLE 2 – Paramètres de la matrice d'interaction [14]

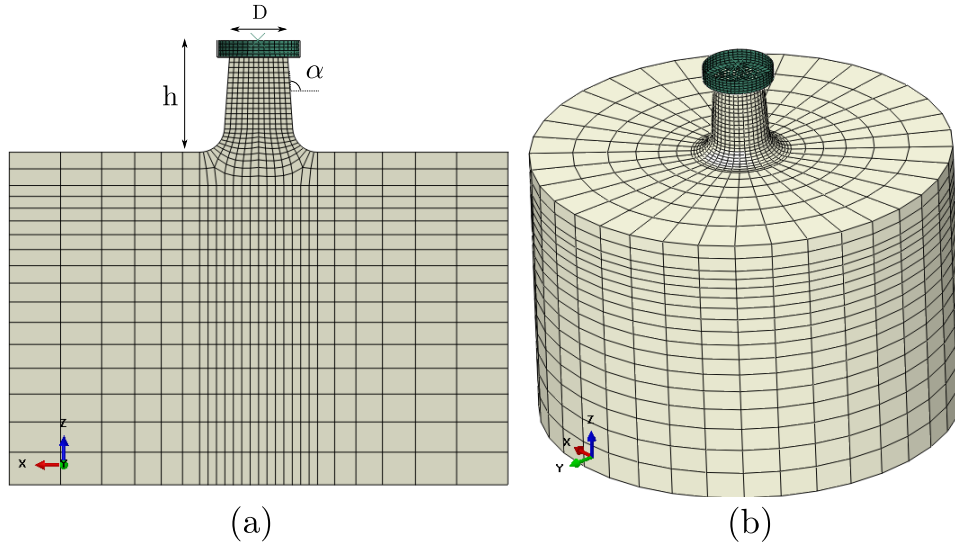


FIGURE 2 – Maillage utilisé pour la simulation de l'essai : (a) vue en coupe (b) maillage complet. Le diamètre D , la hauteur h et l'angle d'inclinaison α du pilier ont été mesurés expérimentalement pour chaque pilier simulé.

C_{11} (MPa)	C_{22} (MPa)	C_{44} (MPa)	K (MPa s $^{1/n}$)	n	R_0 (MPa)	Q (MPa)	b
159 300	122 000	81 000	5	10	35	6	15

TABLE 3 – Coefficients de la loi de comportement [14, 17]

donc en première approximation considéré comme étant chargé de façon homogène. Le modèle numérique utilisé pour la procédure d'identification est constitué d'un seul élément cubique linéaire réduit avec des conditions aux limites périodiques. La déformation expérimentale est imposée au point de Gauss. La déformation imposée est obtenue à partir de la courbe expérimentale de déplacement de l'indenteur *via*

$$\varepsilon_{exp} = \frac{u_{exp}(t)}{h_0}, \quad (3)$$

où h_0 est la hauteur initiale du pilier mesurée au MEB. Par ailleurs, les orientations cristallines initiales utilisées sont définies par les angles d'Euler mesurés par EBSD pour les piliers testés.

L'identification est effectuée par minimisation de la distance entre les courbes $\sigma(\varepsilon)$ prédites et expérimentales à l'aide de l'algorithme de Levenberg-Marquardt, *via* le module d'optimisation du logiciel éléments finis Z-set. En première approximation, la contrainte expérimentale est estimée par le rapport entre la force mesurée divisée par la surface du pilier en contact avec l'indenteur. La fonction coût Ψ associée au problème est donnée par :

$$\Psi(\theta) = \frac{1}{2} \sum_{n=0}^{N_{exp}} \sum_{t=0}^T (P_n(t, \theta) - P_{n,exp}(t))^2, \quad (4)$$

où T est le nombre de points d'acquisition, N_{exp} est le nombre de courbes différentes utilisées pour l'identification, $P_{n,exp}(t)$ et $P_n(t, \theta)$ sont respectivement la contrainte de la courbe n à l'instant t expérimentale et prédite *via* le vecteur de paramètres θ à identifier.

3.3 Analyse d'identifiabilité

La robustesse de la méthode d'identification indépendamment des artefacts expérimentaux a dans un premier temps été étudiée sur des matériaux "virtuels", dont les coefficients ont été aléatoirement choisis. La première partie linéaire de la courbe ne correspond pas à un régime parfaitement élastique, l'état de surface du pilier et son alignement avec l'indenteur engendrant des concentrations de contraintes très locales au moment du premier contact [11]. Pour les essais à basse vitesse, les paramètres sont donc obtenus en ne conservant que la partie de la courbe impliquant des déformations plastiques, estimée en

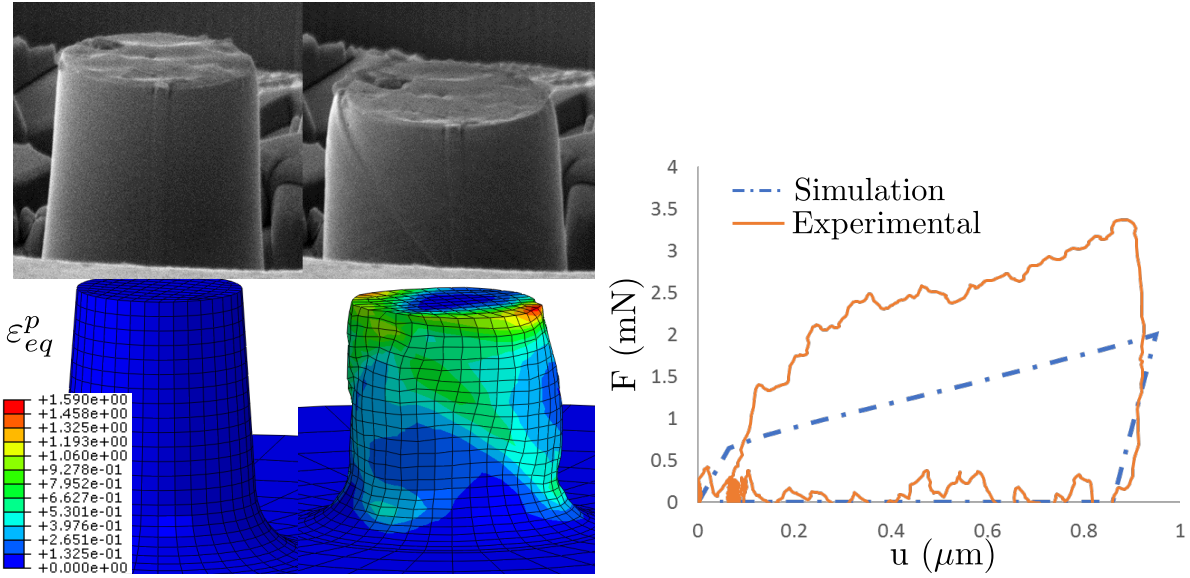


FIGURE 3 – Comparaison des déformées (à gauche) et d’une courbe force/déplacement (à droite) expérimentales et prédites du pilier # 7. Le modèle parvient à reproduire qualitativement la déformation du pilier mais l’identification des paramètres de la loi est nécessaire pour obtenir des résultats quantitatifs.

suivant la méthodologie décrite par Kupka et al. [18]. Les effets dynamiques intervenant dans les essais à haute vitesse n’ont pas permis l’application de cette méthodologie, la décharge ne présentant pas une pente élastique bien définie.

L’identifiabilité du problème a été caractérisée dans un premier temps en utilisant l’indice I décrit par Renner et al. [19] défini par le ratio des valeurs propres extrêmes de la matrice H , par :

$$I = \log_{10}\left(\frac{\lambda_{max}}{\lambda_{min}}\right) \quad \bar{H}_{ij} = \sum_{t=0}^T \sum_{n=1}^{N_{exp}} \frac{\partial \bar{P}_n(t)}{\partial \theta_i} \frac{\partial \bar{P}_n(t)}{\partial \theta_j}, \quad (5)$$

où λ_{max} et λ_{min} sont respectivement les valeurs propres maximales et minimales de la matrice H et $\frac{\partial \bar{P}_n(t)}{\partial \theta_i}$ est la sensibilité de la courbe au paramètre θ_i . Cette sensibilité est ici définie par :

$$\frac{\partial \bar{P}_n(t)}{\partial \theta_i} = \frac{P_n(t, \theta_i + \delta \theta_i) - P_n(t, \theta_i)}{\max_t (P_n(t, \theta_i)) \delta \sqrt{T}}, \quad (6)$$

où δ est un facteur de perturbation choisi à 5%. Selon les auteurs, une bonne identifiabilité du problème est possible pour $I \leq 2$, difficile pour $2 \leq I \leq 3$ et impossible pour $I \geq 4$.

Enfin, une première tentative d’identification utilisant les courbes expérimentales est réalisée pour les coefficients (Q, b) à basse vitesse et (K, n) pour les autres vitesses à l’aide des simulations simplifiées.

4 Résultats

4.1 Essais de microcompression

La Figure 3 présente la déformée expérimentale et prédite du pilier # 7. Le modèle numérique semble bien reproduire qualitativement le mode de déformation des piliers ce qui justifie l’utilisation de cette loi de comportement. Cependant la comparaison des courbes force déplacement prédites et expérimentales révèle une grande différence. Une ré-identification des paramètres de la loi est nécessaire.

Les courbes obtenues dans les orientations [101] présentaient un écrouissage beaucoup plus important que dans les autres orientations testées. Ceci pourrait provenir d’un effet d’échelle dû à la faible dimension des piliers. La présence de plusieurs grains dans les piliers pourrait aussi expliquer ce phénomène. En effet, les piscines des piliers # 5 et # 8 (orientés suivant [101]) présentaient un grand nombre d’artefacts. Les courbes proches des orientations [101] n’ont donc pas été utilisées pour l’identification dans la suite, celles-ci présentant l’effet le plus marqué.

(R_0, Q, b)	(R_0, Q)	(R_0, b)	(Q, b)	(K, n)
3.88	2.77	3.76	1.78	1.22

TABLE 4 – Valeurs de l'indice d'identifiabilité I suivant les paramètres optimisés

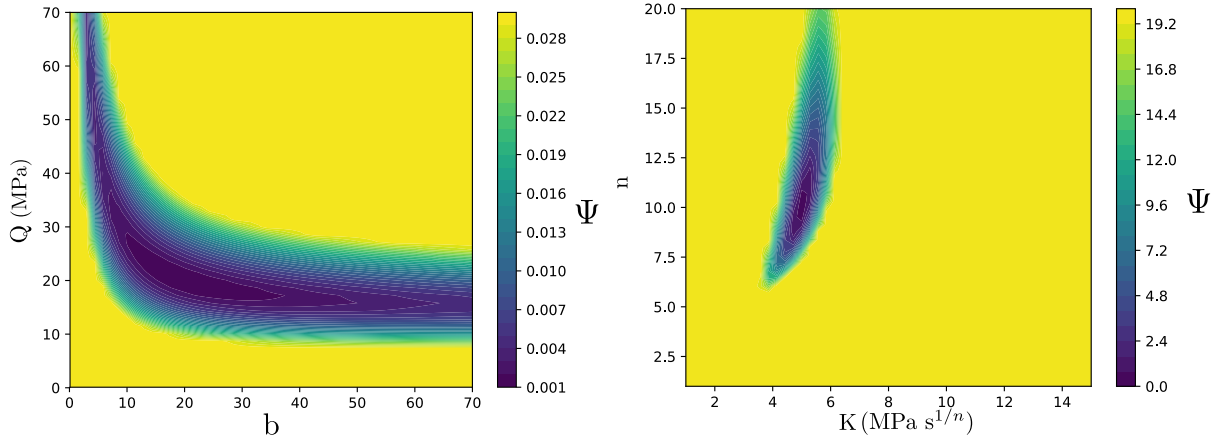


FIGURE 4 – Variations de la fonction coût Ψ associée à l'identification des coefficients (Q, b) (à gauche) et (K, n) (à droite). Une corrélation importante est observée pour les coefficients (Q, b) . La variation de $\Psi(K, n)$ semble confirmer l'unicité et la stabilité de la solution.

4.2 Procédure d'identification

Le tableau 4 donne les valeurs du coefficient I obtenues sur les matériaux virtuels. On peut déjà noter qu'il ne semble pas possible d'identifier simultanément les trois paramètres de la loi d'écroutissage en utilisant la courbe force-déplacement de deux micro-piliers. Le coefficient R_0 semble par ailleurs difficile à identifier, l'instant initial de la plasticité ne pouvant pas être extrait des résultats. Cependant, pour le matériau virtuel étudié, l'identification simultanée des deux coefficients Q et b semble possible. On peut aussi noter l'excellente identifiabilité des coefficients K et n .

La Figure 4 présente la variation des fonctions coûts Ψ associées à l'optimisation de deux paramètres. On peut remarquer une assez forte corrélation entre les coefficients Q et b , ce qui pourrait compliquer leur identification lorsque des données expérimentales sont utilisées. L'identification de ces coefficients sur les données expérimentales n'a par ailleurs pas aboutie à une solution unique et ne sera donc pas détaillée ici. Cette première étude montre donc la difficulté d'identifier les coefficients d'écroutissage en utilisant uniquement les essais de micropiliers. Par ailleurs, la fonction coût associée à l'identification des coefficients K et n confirme les résultats prédits par l'indice I . L'identification des coefficients liés à la dépendance de la vitesse de déformation semble donc possible en utilisant la méthodologie proposée.

L'identification de K et n sur les courbes expérimentales a ensuite été réalisée en utilisant les coefficients donnés dans le tableau 3 pour R_0 , Q et b . Les courbes obtenues sont présentées sur la Figure 5. Le modèle semble parvenir au moins qualitativement à reproduire la dépendance à la vitesse du matériau, les différences observées étant liées aux coefficients R_0 , Q et b utilisés.

La piscine du pilier # 7 présentait un certain nombre d'artefacts. Ce pilier pourrait donc avoir été construit sur plusieurs grains. La cohérence de la courbe contrainte déformation obtenue pour ce pilier avec les autres pour une même orientation, ainsi que la déformée finale du pilier laisse cependant penser que celui-ci se comporte globalement comme un monocristal. Afin d'écartier l'influence des artefacts sur les résultats, la procédure d'identification sera par la suite conduite sur des piliers fabriqués sur des échantillons monocristallins.

5 Conclusions et perspectives

Ces premières tentatives montrent qu'il est difficile d'obtenir une solution unique et stable des coefficients d'écroutissage en utilisant uniquement des essais de microcompression. Combiner ces essais à d'autres observables expérimentaux pourrait cependant améliorer l'identifiabilité de la solution. Renner

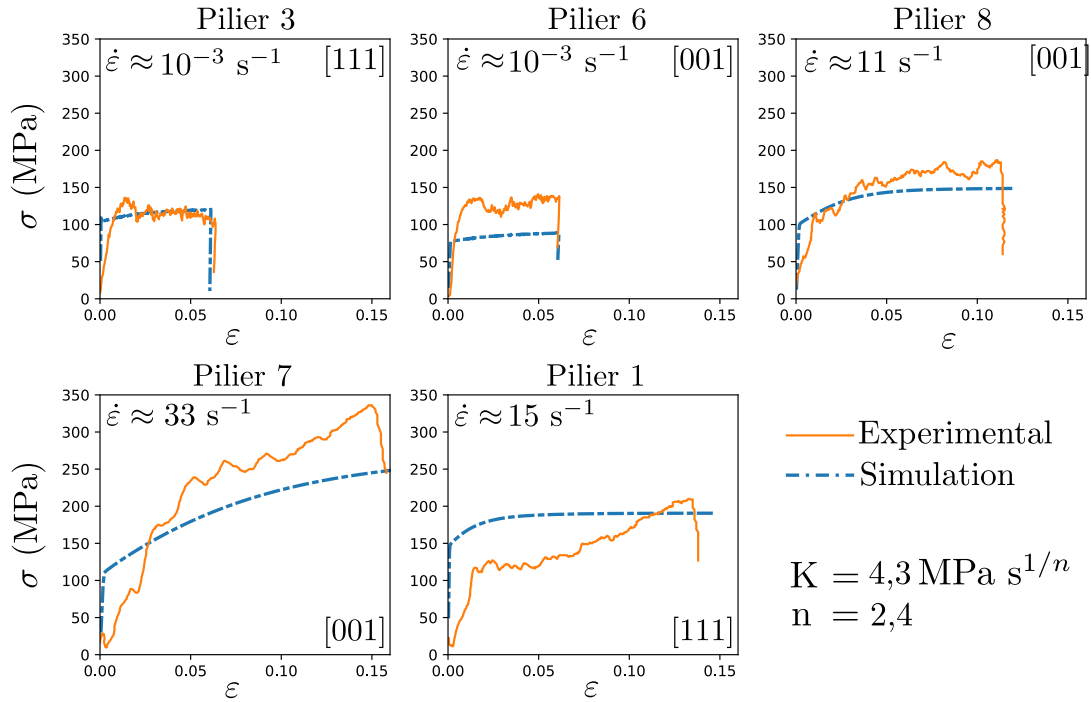


FIGURE 5 – Courbes $\sigma(\varepsilon)$ après identification des coefficients K et n . Les coefficients obtenus parviennent bien à représenter la dépendance à la vitesse de déformation du matériau.

et al. [10] ont par exemple montré qu'il était possible d'identifier la plupart des coefficients de la loi de Meric-Cailletaud avec des essais d'indentation Berkovich en utilisant à la fois les informations contenues dans la géométrie de l'empreinte et dans la courbe d'indentation. La courbe d'indentation offre des informations précieuses sur le régime élastique du matériau indenté et représente un cas de chargement où tous les plans de glissements du cristal sont activés. À l'inverse, les essais de microcompression permettent de sélectionner les plans activés, suivant l'orientation du pilier. La combinaison des courbes générées par ces deux essais pourrait donc améliorer l'identifiabilité des coefficients d'écroutissage et est envisagée dans la suite de ce travail.

D'après la littérature, la géométrie du pilier, les frottements entre l'indenteur et la surface du pilier ou d'autres incertitudes expérimentales telles que la planéité de l'échantillon ont une grande influence sur la courbe générée par ces essais [16]. L'utilisation d'une simulation simplifiée telle que présentée ici peut donc aussi expliquer la faible identifiabilité des coefficients d'écroutissage. Une étude d'identifiabilité similaire à celle présentée ici sera donc effectuée en utilisant la simulation de micro-pilier réelle.

Par ailleurs, les premiers essais de microcompression réalisés présentent des résultats difficiles à exploiter. Dans la suite du projet, des essais à différentes tailles de piliers seront réalisés afin d'identifier la taille pour laquelle l'essai ne présente plus d'effets d'échelles, tel que suggéré par Cruzado et al. [11]. Ces effets étant liés à la fois à l'état d'écroutissage et à la microstructure du matériaux, ces essais préliminaires seront réalisés sur l'échantillon utilisé pour l'identification.

Ces premiers essais montrent néanmoins que la donnée seule des courbes générées par les essais de microcompression à plusieurs vitesses, est suffisante pour identifier la dépendance à la vitesse de déformation du matériau.

Références

- [1] S. Bagherifard, R. Ghelichi, and M. Guagliano. Mesh sensitivity assessment of shot peening finite element simulation aimed at surface grain refinement. *Surface and Coatings Technology*, 243 :58 – 64, 2014. Mechanical Behaviour of Treated Surfaces - selected papers from ICM-11.
- [2] Maxime Gelineau, Laurent Barrallier, Emmanuelle Rouhaud, Regis Kubler, and Quentin Puydt. Residual stress field prediction in shot peened mechanical parts with complex geometries. In TM Holden, O Muransky, and L Edwards, editors, *Residual Stresses 2016 : ICRS-10*, volume 2 of *Materials Research Proceedings*, pages 49–54, 2017.

- [3] A. Gariépy, H.Y. Miao, and M. Lévesque. Simulation of the shot peening process with variable shot diameters and impacting velocities. *Advances in Engineering Software*, 114(Supplement C) :121 – 133, 2017.
- [4] T. Zhang, J. Jiang, Shollock B.A., T.B. Britton, and Dunne F.P.E. Slip localization and fatigue crack nucleation near a non-metallic inclusion in polycrystalline nickel-based superalloy. *Materials Science and Engineering : A*, 641 :328–339, 2015.
- [5] William D. Musinski and David L. McDowell. On the eigenstrain application of shot-peened residual stresses within a crystal plasticity framework : Application to ni-base superalloy specimens. *International Journal of Mechanical Sciences*, 100(Supplement C) :195 – 208, 2015.
- [6] Thomas Rousseau, Cécile Nougulier-Lehon, Philippe Gilles, and Thierry Hoc. Finite element multi-impact simulations using a crystal plasticity law based on dislocation dynamics. *International Journal of Plasticity*, pages –, 2017.
- [7] A. Castro Moreno, F. Tu, M. Lévesque, and P. Bocher. Shot peening fem simulation : A novel approach based on crystal plasticity. In *ICSP-13*, 2017.
- [8] S Meguid, Genadijs Sagals, and J.C. Stranart. 3D finite element analysis of peening of strain-rate sensitive materials using multiple impingement model. *International Journal of Impact Engineering*, 27 :119–134, 02 2002.
- [9] Mao Liu, Anh Kiet Tieu, Ching-Tun Peng, and Kun Zhou. Explore the anisotropic indentation pile-up patterns of single-crystal coppers by crystal plasticity finite element modelling. *Materials Letters*, 161 :227–230, 2015.
- [10] E. Renner, Y. Gaillard, F. Richard, F. Amiot, and P. Delobelle. Sensitivity of the residual topography to single crystal plasticity parameters in berkovich nanoindentation on fcc nickel. *International Journal of Plasticity*, 77(Supplement C) :118 – 140, 2016.
- [11] A. Cruzado, B. Gan, M. Jiménez, D. Barba, K. Ostolaza, A. Linaza, J.M. Molina-Aldareguia, J. Llorca, and J. Segurado. Multiscale modeling of the mechanical behavior of in718 superalloy based on micropillar compression and computational homogenization. *Acta Materialia*, 98 :242 – 253, 2015.
- [12] Adrien Guery, François Hild, Félix Latourte, and Stéphane Roux. Identification of crystal plasticity parameters using dic measurements and weighted femu. *Mechanics of Materials*, 100 :55 – 71, 2016.
- [13] Gaylord Guillonneau, Maxime Mieszala, Juri Wehrs, Jakob Schwiedrzik, Serge Grop, Damian Frey, Laetitia Philippe, Jean-Marc Breguet, Johann Michler, and Jeffrey M. Wheeler. Nanomechanical testing at high strain rates : New instrumentation for nanoindentation and microcompression. *Materials & Design*, 148 :39 – 48, 2018.
- [14] L. Méric, G. Cailletaud, and M. Gaspérini. Finite element calculations of copper bicrystal specimens submitted to tension-compression tests. *Acta Metallurgica et Materialia*, 42(3) :921 – 935, 1994.
- [15] Akhtar S. Khan, Jian Liu, Jeong Whan Yoon, and Raju Nambori. Strain rate effect of high purity aluminum single crystals : Experiments and simulations. *International Journal of Plasticity*, 67(Supplement C) :39 – 52, 2015.
- [16] H. Zhang, B.E. Schuster, Q. Wei, and K.T. Ramesh. The design of accurate micro-compression experiments. *Scripta Materialia*, 54(2) :181 – 186, 2006.
- [17] O. Casals and S. Forest. Finite element crystal plasticity analysis of spherical indentation in bulk single crystals and coatings. *Computational Materials Science*, 45(3) :774 – 782, 2009. Proceedings of the 17th International Workshop on Computational Mechanics of Materials.
- [18] D. Kupka, N. Huber, and E.T. Lilleodden. A combined experimental-numerical approach for elasto-plastic fracture of individual grain boundaries. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 64 :455 – 467, 2014.
- [19] Emile Renner. *To the identification of a single crystal plasticity law by topographic analysis of Berkovich nanoindentation imprints*. Theses, Université de Franche Comté, June 2016.
- [20] Charles Audet and Jr. J. E. Dennis. Mesh adaptive direct search algorithms for constrained optimization. *SIAM Journal on Optimization*, 17(1) :188–217, 2006.