HAL
open science

Etude de la recristallisation au cours du laminage a chaud d'aciers a basse densite fer-aluminium

Christophe Castan

To cite this version:

Christophe Castan. Etude de la recristallisation au cours du laminage a chaud d'aciers a basse densite fer-aluminium. Autre. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 2011. Français. NNT : 2011EMSE0629 . tel-00721834

HAL Id: tel-00721834

https://theses.hal.science/tel-00721834v1

Submitted on 30 Jul 2012

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

NNT : 2011 EMSE 0629

THÈSE

présentée par

Christophe CASTAN

pour obtenir le grade de
Docteur de l'École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne

Spécialité : Science et Génie des Matériaux

ETUDE DE LA RECRISTALLISATION AU COURS DU LAMINAGE À CHAUD D'ACIERS À BASSE DENSITÉ FER-ALUMINIUM

Soutenue à Saint-Etienne, le 25 octobre 2011

Membres du jury

Président :	Jean-Hubert SCHMITT	Professeur, Ecole Centrale Paris, Paris
Rapporteurs :	Anne-Laure HELBERT	Maître de Conférence, Université Paris-Sud, Orsay
	Andrea TOMMASI	Directrice de Recherche au CNRS, Géosciences, Montpellier
Examinateurs :	Astrid PERLADE	Ingénieure de Recherche, ArcelorMittal, Maizières-lès-Metz
	Jean-Denis MITHIEUX	Ingénieur de Recherche, APERAM, Isbergues
Directeur de thèse :	Frank MONTHEILLET	Directeur de Recherche au CNRS, ENSM-SE, Saint-Etienne

Spécialités doctorales :	**Responsables :**
SCIENCES ET GENIE DES MATERIAUX	J. DRIVER Directeur de recherche – Centre SMS
MECANIQUE ET INGENIERIE	A. VAUTRIN Professeur – Centre SMS
GENIE DES PROCEDES	G. THOMAS Professeur – Centre SPIN
SCIENCES DE LA TERRE	B. GUY Maître de recherche – Centre SPIN
SCIENCES ET GENIE DE L'ENVIRONNEMENT	J. BOURGOIS Professeur – Centre SITE
MATHEMATIQUES APPLIQUEES	E. TOUBOUL Ingénieur – Centre G2I
INFORMATIQUE	O. BOISSIER Professeur – Centre G2I
IMAGE, VISION, SIGNAL	JC. PINOLI Professeur – Centre CIS
GENIE INDUSTRIEL	P. BURLAT Professeur – Centre G2I
MICROELECTRONIQUE	Ph. COLLOT Professeur – Centre CMP

Enseignants-chercheurs et chercheurs autorisés à diriger des thèses de doctorat (titulaires d'un doctorat d'État ou d'une HDR)

AVRIL	Stéphane	MA	Mécanique & Ingénierie	CIS
BATTON-HUBERT	Mireille	MA	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
BENABEN	Patrick	PR 1	Sciences & Génie des Matériaux	CMP
BERNACHE-ASSOLLANT	Didier	PR 0	Génie des Procédés	CIS
BIGOT	Jean-Pierre	MR	Génie des Procédés	SPIN
BILAL	Essaïd	DR	Sciences de la Terre	SPIN
BOISSIER	Olivier	PR 1	Informatique	G2I
BORBELY	Andras	MR	Sciences et Génie des Matériaux	SMS
BOUCHER	Xavier	MA	Génie Industriel	G2I
BOUDAREL	Marie-Reine	PR 2	Génie Industriel	DF
BOURGOIS	Jacques	PR 0	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
BRODHAG	Christian	DR	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
BURLAT	Patrick	PR 2	Génie industriel	G2I
COLLOT	Philippe	PR 1	Microélectronique	CMP
COURNIL	Michel	PR 0	Génie des Procédés	SPIN
DAUZERE-PERES	Stéphane	PR 1	Génie industriel	CMP
DARRIEULAT	Michel	IGM	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
DECHOMETS	Roland	PR 1	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
DESRAYAUD	Christophe	MA	Mécanique & Ingénierie	SMS
DELAFOSSE	David	PR 1	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
DOLGUI	Alexandre	PR 1	Génie Industriel	G2I
DRAPIER	Sylvain	PR 2	Mécanique & Ingénierie	SMS
DRIVER	Julian	DR 0	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
FEILLET	Dominique	PR 2	Génie Industriel	CMP
FOREST	Bernard	PR 1	Sciences & Génie des Matériaux	CIS
FORMISYN	Pascal	PR 1	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
FRACZKIEWICZ	Anna	DR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
GARCIA	Daniel	MR	Génie des Procédés	SPIN
GIRARDOT	Jean-Jacques	MR	Informatique	G2I
GOEURIOT	Dominique	MR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
GRAILLOT	Didier	DR	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
GROSSEAU	Philippe	MR	Génie des Procédés	SPIN
GRUY	Frédéric	MR	Génie des Procédés	SPIN
GUY	Bernard	MR	Sciences de la Terre	SPIN
GUYONNET	René	DR	Génie des Procédés	SPIN
HERRI	Jean-Michel	PR 2	Génie des Procédés	SPIN
INAL	Karim	PR 2	Microélectronique	CMP
KLÖCKER	Helmut	DR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
LAFOREST	Valérie	CR	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
LERICHE	Rodolphe	CR CNRS	Mécanique et Ingénierie	SMS
LI	Jean-Michel	EC (CCI MP)	Microélectronique	CMP
MALLIARAS	George Grégory	PR 1	Microélectronique	CMP
MOLIMARD	Jérôme	MA	Mécanique et Ingénierie	SMS
MONTHEILLET	Frank	DR 1 CNRS	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
PERIER-CAMBY	Laurent	PR 2	Génie des Procédés	SPIN
PIJOLAT	Christophe	PR 1	Génie des Procédés	SPIN
PIJOLAT	Michèle	PR 1	Génie des Procédés	SPIN
PINOLI	Jean-Charles	PR 0	Image, Vision, Signal	CIS
STOLARZ	Jacques	CR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
SZAFNICKI	Konrad	MR	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
THOMAS	Gérard	PR 0	Génie des Procédés	SPIN
TRIA	Assia		Microélectronique	CMP
VALDIVIESO	François	MA	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
VAUTRIN	Alain	PR 0	Mécanique & Ingénierie	SMS
VIRICELLE	Jean-Paul	MR	Génie des procédés	SPIN
WOLSKI	Krzysztof	DR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
XIE	Xiaolan	PR 1	Génie industriel	CIS

Glossaire :

PR 0	Professeur classe exceptionnelle
PR 1	Professeur 1ère classe
PR 2	Professeur 2ème classe
MA(MDC)	Maître assistant
DR	Directeur de recherche
Ing.	Ingénieur
MR(DR2)	Maître de recherche
CR	Chargé de recherche
EC	Enseignant-chercheur
IGM	Ingénieur général des mines

Centres :

SMS	Sciences des Matériaux et des Structures
SPIN	Sciences des Processus Industriels et Naturels
SITE	Sciences Information et Technologies pour l'Environnement
G2I	Génie Industriel et Informatique
CMP	Centre de Microélectronique de Provence
CIS	Centre Ingénierie et Santé

Dernière mise à jour le : 13 septembre 2010

NNT : 2011 EMSE 0629

THÈSE

présentée par

Christophe CASTAN

pour obtenir le grade de
Docteur de l'École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne

Spécialité : Sciences et Génie des Matériaux

ETUDE DE LA RECRISTALLISATION AU COURS DU LAMINAGE À CHAUD D'ACIERS À BASSE DENSITÉ FER-ALUMINIUM

Soutenue à Saint-Etienne, le 25 octobre 2011

Membres du jury

Président :	Jean-Hubert SCHMITT	Professeur, Ecole Centrale Paris, Paris
Rapporteurs :	Anne-Laure HELBERT	Maître de Conférence, Université Paris-Sud, Orsay
	Andrea TOMMASI	Directrice de Recherche au CNRS, Géosciences, Montpellier
Examinateurs :	Astrid PERLADE	Ingénieure de Recherche, ArcelorMittal, Maizières-lès-Metz
	Jean-Denis MITHIEUX	Ingénieur de Recherche, APERAM, Isbergues
Directeur de thèse :	Frank MONTHEILLET	Directeur de Recherche au CNRS, ENSM-SE, Saint-Etienne

Spécialités doctorales :	**Responsables :**
SCIENCES ET GENIE DES MATERIAUX	J. DRIVER Directeur de recherche – Centre SMS
MECANIQUE ET INGENIERIE	A. VAUTRIN Professeur – Centre SMS
GENIE DES PROCEDES	G. THOMAS Professeur – Centre SPIN
SCIENCES DE LA TERRE	B. GUY Maître de recherche – Centre SPIN
SCIENCES ET GENIE DE L'ENVIRONNEMENT	J. BOURGOIS Professeur – Centre SITE
MATHEMATIQUES APPLIQUEES	E. TOUBOUL Ingénieur – Centre G2I
INFORMATIQUE	O. BOISSIER Professeur – Centre G2I
IMAGE, VISION, SIGNAL	JC. PINOLI Professeur – Centre CIS
GENIE INDUSTRIEL	P. BURLAT Professeur – Centre G2I
MICROELECTRONIQUE	Ph. COLLOT Professeur – Centre CMP

Enseignants-chercheurs et chercheurs autorisés à diriger des thèses de doctorat (titulaires d'un doctorat d'État ou d'une HDR)

AVRIL	Stéphane	MA	Mécanique & Ingénierie	CIS
BATTON-HUBERT	Mireille	MA	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
BENABEN	Patrick	PR 1	Sciences & Génie des Matériaux	CMP
BERNACHE-ASSOLLANT	Didier	PR 0	Génie des Procédés	CIS
BIGOT	Jean-Pierre	MR	Génie des Procédés	SPIN
BILAL	Essaïd	DR	Sciences de la Terre	SPIN
BOISSIER	Olivier	PR 1	Informatique	G2I
BORBELY	Andras	MR	Sciences et Génie des Matériaux	SMS
BOUCHER	Xavier	MA	Génie Industriel	G2I
BOUDAREL	Marie-Reine	PR 2	Génie Industriel	DF
BOURGOIS	Jacques	PR 0	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
BRODHAG	Christian	DR	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
BURLAT	Patrick	PR 2	Génie industriel	G2I
COLLOT	Philippe	PR 1	Microélectronique	CMP
COURNIL	Michel	PR 0	Génie des Procédés	SPIN
DAUZERE-PERES	Stéphane	PR 1	Génie industriel	CMP
DARRIEULAT	Michel	IGM	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
DECHOMETS	Roland	PR 1	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
DESRAYAUD	Christophe	MA	Mécanique & Ingénierie	SMS
DELAFOSSE	David	PR 1	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
DOLGUI	Alexandre	PR 1	Génie Industriel	G2I
DRAPIER	Sylvain	PR 2	Mécanique & Ingénierie	SMS
DRIVER	Julian	DR 0	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
FEILLET	Dominique	PR 2	Génie Industriel	CMP
FOREST	Bernard	PR 1	Sciences & Génie des Matériaux	CIS
FORMISYN	Pascal	PR 1	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
FRACZKIEWICZ	Anna	DR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
GARCIA	Daniel	MR	Génie des Procédés	SPIN
GIRARDOT	Jean-Jacques	MR	Informatique	G2I
GOEURIOT	Dominique	MR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
GRAILLOT	Didier	DR	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
GROSSEAU	Philippe	MR	Génie des Procédés	SPIN
GRUY	Frédéric	MR	Génie des Procédés	SPIN
GUY	Bernard	MR	Sciences de la Terre	SPIN
GUYONNET	René	DR	Génie des Procédés	SPIN
HERRI	Jean-Michel	PR 2	Génie des Procédés	SPIN
INAL	Karim	PR 2	Microélectronique	CMP
KLÖCKER	Helmut	DR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
LAFOREST	Valérie	CR	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
LERICHE	Rodolphe	CR CNRS	Mécanique et Ingénierie	SMS
LI	Jean-Michel	EC (CCI MP)	Microélectronique	CMP
MALLIARAS	George Grégory	PR 1	Microélectronique	CMP
MOLIMARD	Jérôme	MA	Mécanique et Ingénierie	SMS
MONTHEILLET	Frank	DR 1 CNRS	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
PERIER-CAMBY	Laurent	PR 2	Génie des Procédés	SPIN
PIJOLAT	Christophe	PR 1	Génie des Procédés	SPIN
PIJOLAT	Michèle	PR 1	Génie des Procédés	SPIN
PINOLI	Jean-Charles	PR 0	Image, Vision, Signal	CIS
STOLARZ	Jacques	CR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
SZAFNICKI	Konrad	MR	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
THOMAS	Gérard	PR 0	Génie des Procédés	SPIN
TRIA	Assia		Microélectronique	CMP
VALDIVIESO	François	MA	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
VAUTRIN	Alain	PR 0	Mécanique & Ingénierie	SMS
VIRICELLE	Jean-Paul	MR	Génie des procédés	SPIN
WOLSKI	Krzysztof	DR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
XIE	Xiaolan	PR 1	Génie industriel	CIS

Glossaire :

PR 0	Professeur classe exceptionnelle
PR 1	Professeur 1ère classe
PR 2	Professeur 2ème classe
MA(MDC)	Maître assistant
DR	Directeur de recherche
Ing.	Ingénieur
MR(DR2)	Maître de recherche
CR	Chargé de recherche
EC	Enseignant-chercheur
IGM	Ingénieur général des mines

Centres :

SMS	Sciences des Matériaux et des Structures
SPIN	Sciences des Processus Industriels et Naturels
SITE	Sciences Information et Technologies pour l'Environnement
G2I	Génie Industriel et Informatique
CMP	Centre de Microélectronique de Provence
CIS	Centre Ingénierie et Santé

Dernière mise à jour le : 13 septembre 2010

Remerciements

Ce travail a été réalisé en partie au sein du département RMT (Rhéologie, Microstructure, Thermomécanique) du centre SMS (Science des Matériaux et des Structures) de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne et en partie au sein du département MPM (Metallurgy Prospects Manufacturing) du centre Auto du centre de recherche d'ArcelorMittal à Maizières-lès-Metz.

A l'issue de ce travail, je souhaite tout d'abord remercier Astrid Perlade et Frank Montheillet pour avoir encadré ma thèse. J'ai apprécié leur disponibilité, leurs nombreux conseils et l'autonomie qu'ils m'ont laissée.

Je désire également remercier tous les membres du jury de cette thèse : Monsieur Jean-Hubert Schmitt qui a accepté de présider le jury, Mesdames Anne-Laure Helbert et Andrea Tommasi qui ont accepté d'être rapporteurs et enfin Monsieur Jean-Denis Mithieux.

D'autre part, la partie expérimentale a été réalisée avec l'aide du personnel du centre SMS et du centre Auto, en particulier, Claude Varillon pour l'élaboration des alliages modèles, Séverine Girard et Bernard Bomprezzi pour les essais mécaniques, Prisca Lévèque, Gilles Blanc et Xavier Garat pour les analyses par microscopie optique et enfin Marilyne Mondon Paul Jouffrey, Sergio Sao-Joao et Laurent Chapuis pour les analyses par MEB-EBSD. Je les remercie pour leur disponibilité et leur savoir-faire. Merci aussi à tous ceux que je n'ai pas pu citer mais qui se reconnaîtront pour tous les bons moments de travail et de convivialité !

De plus, j'aimerais remercier l'ensemble des doctorants de l'Ecole des Mines pour notamment les soirées au Soggy-Bottom et les techniciens d'ArcelorMittal pour les tournois de poker amicaux. Merci les amis !

Enfin, j'ai une pensée toute particulière pour mes parents et ma sœur qui m'ont aidé à persévérer dans cette voie et qui ont surtout supporté mes humeurs changeantes durant les derniers mois de rédaction. Merci de votre soutien.

Sommaire

1 Introduction générale ... 2

1.1 Motivations académiques et industrielles ... 2

1.2 Plan de la thèse ... 4

2 Synthèse bibliographique ... 6

2.1 Métallurgie des alliages Fe-Al et Fe-Al-Mn-C ... 6

2.1.1 Diagramme de phases Fe-Al ... 6

2.1.2 Alliages Fe-Al ... 8

2.1.2.1 Propriétés physiques ... 8

2.1.2.2 Propriétés mécaniques ... 10

2.1.2.3 Effet de l'ajout de certains éléments ... 12

2.1.3 Alliages Fe-Al-Mn-C ... 15

2.1.3.1 Diagramme de phases Fe-Al-Mn ... 15

2.1.3.2 Influence de la quantité de manganèse sur les propriétés mécaniques ... 17

2.1.3.3 Etudes antérieures menées à ArcelorMittal ... 18

2.2 Laminage des tôles à chaud ... 21

2.2.1 Traitement thermomécanique [Fabrègue] ... 21

2.2.2 Schéma de laminage à chaud industriel standard ... 22

2.3 Déformation à chaud ... 23

2.3.1 Mécanismes de déformation à chaud [Montheillet] ... 23

2.3.1.1 Deux grands types de comportement ... 23

2.3.1.2 Déformations faibles ou modérées ... 24

2.3.1.3 Déformations élevées ... 25

2.3.1.4 Evolution structurale après déformation à chaud ... 38

2.3.2 Rhéologie ... 40

2.3.2.1 Loi pseudoplastique ... 40

2.3.2.2 Paramètres macroscopiques ... 40

2.3.2.3 Paramètres microscopiques ... 41

2.3.3 Texture ... 44

2.3.3.1 Texture de torsion ... 44

2.3.3.2 Texture de laminage ... 45

2.4 Synthèse ... 47

2.4.1 Composition des alliages industriels étudiés ... 47

2.4.2 Mécanismes de déformation à chaud ... 47

3 Procédure expérimentale ... 50

3.1 Matériaux étudiés ... 50

3.1.1 Alliage industriel Fe-8%Al ... 50
3.1.1.1 Coulée AM0222 ... 50
3.1.1.2 Coulée 2127 ... 51
3.1.2 Alliage industriel Fe-8%Al-5%Mn-0.2%C (coulée 1982) ... 52
3.1.3 Alliages modèles ... 53
3.1.3.1 Fusion en nacelle d'argent ... 53
3.1.3.2 Mise en forme ... 54
3.1.3.3 Composition chimique des alliages modèles ... 54
3.2 Essais mécaniques ... 55
3.2.1 Essais de torsion ... 55
3.2.1.1 Intérêt des essais de torsion [François] [Montheillet et Desrayaud] ... 55
3.2.1.2 Conditions expérimentales ... 55
3.2.1.3 Analyse mécanique de l'essai de torsion [Montheillet et Desrayaud] ... 56
3.2.1.4 Dispositif de torsion à chaud ... 58
3.2.2 Essais de compression plane bi-poinçonnement à grande vitesse ... 60
3.2.2.1 Intérêt des essais de compression plane ... 60
3.2.2.2 Analyse mécanique de l'essai de compression plane bi-poinçonnement ... 60
3.2.2.3 Dispositif de compression plane ... 62
3.3 Caractérisation de la microstructure ... 65
3.3.1 Prélèvement des échantillons ... 65
3.3.1.1 Essais de torsion ... 65
3.3.1.2 Essais de compression plane ... 65
3.3.2 Microscopie optique ... 66
3.3.3 Microscopie électronique à balayage et EBSD ... 66
3.3.3.1 Principe du MEB [Ruste] ... 66
3.3.3.2 Principe de l'EBSD [Pouchou, 2004] ... 67
4 Résultats expérimentaux ... 72
4.1 Caractérisation des états initiaux ... 72
4.1.1 Microstructure des états initiaux ... 72
4.1.1.1 Alliage industriel Fe-8%Al ... 72
4.1.1.2 Alliages modèles ... 74
4.1.1.3 Alliage industriel Fe-8%Al-5%Mn-0.2%C ... 76
4.1.2 Caractérisation des phases en présence ... 77
4.1.2.1 Alliage industriel Fe-8%Al-5%Mn-0.2%C ... 77
4.1.2.2 Alliage industriel Fe-8%Al ... 81
4.2 Comportement à chaud et paramètres rhéologiques ... 82
4.2.1 Essais de torsion ... 82
4.2.2 Courbes contrainte-déformation ... 82
4.2.2.1 Alliages industriels ... 82
4.2.2.2 Alliages modèles ... 85
4.2.2.3 Evolution de la contrainte maximale avec la température et la vitesse de déformation ... 89
4.2.2.4 Discussion ... 90

4.2.3 Détermination des paramètres rhéologiques 91
4.2.3.1 Paramètres macroscopiques 91
4.2.3.2 Paramètres microscopiques 102
4.2.4 Synthèse partielle 113
4.2.4.1 Sensibilité à la vitesse de déformation (m) 113
4.2.4.2 Sensibilité à la température – énergie d'activation apparente (Q) 114
4.2.4.3 Paramètre de restauration dynamique (r) 115
4.2.4.4 Paramètre d'écrouissage (h) 116
4.2.4.5 Comparaison entre la loi de Laasraoui et Jonas et la loi exponentielle 117
4.3 Mise en évidence de deux mécanismes de recristallisation différents 118
4.3.1 Observations expérimentales 118
4.3.2 Difficultés dans la caractérisation des états déformés 120
4.3.2.1 La fragmentation sélective 120
4.3.2.2 La définition d'un grain 120
4.3.2.3 La distribution de taille pondérée par la surface des grains 120
4.3.2.4 La distance moyenne entre joints de faible et de forte désorientation 121
4.3.2.5 La distribution des angles de désorientation 121
4.3.2.6 La fraction recristallisée 121
4.4 Recristallisation dynamique continue et géométrique (torsion) 122
4.4.1 Evolution de la texture et de la microstructure avec la déformation de l'alliage industriel Fe-8%Al (torsion) 122
4.4.1.1 Essais de torsion 122
4.4.1.2 Evolution de la microstructure 123
4.4.1.3 Evolution de la texture 135
4.4.2 Evolution de la texture et de la microstructure avec la déformation de l'alliage industriel Fe-8%Al-5%Mn-0.2%C (torsion) 137
4.4.2.1 Essais de torsion 137
4.4.2.2 Evolution de la microstructure 137
4.4.2.3 Evolution de la texture 143
4.4.3 Evolution de la microstructure après maintien en température de l'alliage industriel Fe-8%Al et des alliages modèles (torsion) 144
4.4.3.1 Essais préliminaires 144
4.4.3.2 Essais de torsion 145
4.4.3.3 Evolution de la microstructure 145
4.4.4 Evolution de la microstructure après maintien en température de l'alliage industriel Fe-8%Al-5%Mn-0.2%C (torsion) 152
4.4.4.1 Essais de torsion 152
4.4.4.2 Evolution de la microstructure 152
4.4.5 Bilan 155
4.4.5.1 Recristallisations dynamiques continue et géométrique 155
4.4.5.2 Recristallisation post-dynamique 156
4.5 Recristallisation dynamique discontinue (compression plane) 157
4.5.1 Mise au point du dispositif de compression plane – Essais préliminaires 157

4.5.1.1 Alliage industriel Fe-8%Al AM0222 ... 158
4.5.1.2 Alliage industriel Fe-8%Al-5%Mn-0.2%C ... 159
4.5.2 Evolution de la texture et de la microstructure avec la température et la vitesse de déformation de l'alliage industriel Fe-8%Al ... 159
4.5.2.1 Essais de compression plane ... 159
4.5.2.2 Microstructures initiales ... 160
4.5.2.3 Evolution de la microstructure ... 161
4.5.2.4 Evolution de la texture ... 163
4.5.3 Evolution de la texture et de la microstructure avec la température et la vitesse de déformation de l'alliage industriel Fe-8%Al-5%Mn-0.2%C ... 167
4.5.3.1 Essais de compression plane ... 167
4.5.3.2 Evolution de la microstructure ... 167
4.5.3.3 Evolution de la texture ... 170
4.5.4 Evolution de la microstructure après maintien en température de l'alliage industriel Fe-8%Al 171
4.5.4.1 Essais de compression plane ... 171
4.5.4.2 Evolution de la microstructure ... 171
4.5.4.3 Analyses EBSD ... 173
4.5.5 Evolution de la microstructure après maintien en température de l'alliage industriel Fe-8%Al-5%Mn-0.2%C ... 175
4.5.5.1 Essais de compression plane ... 175
4.5.5.2 Evolution de la microstructure ... 175
4.5.6 Bilan ... 184
4.5.6.1 Recristallisation dynamique discontinue ... 184
4.5.6.2 Recristallisation post-dynamique ... 184
4.6 Transition RDC / RDD (torsion / compression plane) ... 185
4.6.1 Alliages modèles ... 185
4.6.1.1 Alliage modèle Fe-8%Al ... 185
4.6.1.2 Alliage modèle Fe-8%Al-20ppmC ... 188
4.6.1.3 Alliage modèle Fe-15%Al ... 189
4.6.1.4 Fraction recristallisée ... 190
4.6.2 Alliages industriels ... 191
4.6.2.1 Alliage industriel Fe-8%Al-5%Mn-0,2%C ... 191
4.6.2.2 Alliage industriel Fe-8%Al ... 193
4.6.3 Discussion ... 195
5 Modélisation de la recristallisation dynamique ... 202
5.1 Présentation du modèle de RDC [Gourdet et Montheillet, 2003] (bibliographie) ... 202
5.1.1 Paramètres microstructuraux ... 203
5.1.2 Principe du modèle ... 204
5.1.3 Evolution de la microstructure avec la déformation ... 205
5.2 Choix des paramètres de modélisation ... 209

5.3 Résultats 211
5.3.1 Evolution de la taille des cristallites et de la contrainte 211
5.3.2 Confrontation avec les résultats expérimentaux 213
5.3.2.1 Courbes contrainte-déformation 213
5.3.2.2 Grandeurs microstructurales 214
5.3.3 Influence de différents paramètres 217
5.3.3.1 Influence du paramètre α 217
5.3.3.2 Influence de la vitesse de migration des joints 218
5.3.3.3 Influence de l'auto-échauffement 219
5.4 Conclusion 221

6 Conclusions et perspectives 224

7 Annexe 230

7.1 Analyse mécanique de l'essai de torsion [Montheillet et Desrayaud] 230
7.1.1 Etude cinématique 230
7.1.2 Détermination de la contrainte d'écoulement 232

8 Références 236

Chapitre I

Introduction générale

1 Introduction générale

1.1 Motivations académiques et industrielles

Depuis le début de la Révolution Industrielle, les concentrations de gaz à effet de serre (GES) dans l'atmosphère n'ont cessé d'augmenter sous l'effet des activités humaines. Ces dernières décennies ont été un moment de prise de conscience internationale en matière d'environnement.

La filière automobile, principale émettrice de GES, est concernée au premier chef. Pour la France, les émissions de CO_2 ont totalisé 150 Mt pour l'ensemble des véhicules en 2000 [Hocquard, 2005]. Les directives de l'Union Européenne, en fixant des règles, conditionnent toute la R&D sur les allègements et l'utilisation de matériaux plus légers ayant comme conséquence une réduction de la consommation de carburant et ainsi une diminution de l'émission de gaz d'échappement. Il est ainsi estimé qu'une réduction de 10% de la masse totale d'un véhicule permet d'économiser 8 à 10 % de carburant [Morita, 1998].

Jusqu'à présent, cet allègement a été réalisé en augmentant le niveau de résistance mécanique des aciers pour compenser la diminution d'épaisseur. Mais cette solution trouve ses limites avec la diminution de la rigidité des pièces et l'apparition de problèmes de vibration et de bruit. Des solutions en rupture doivent donc être proposées aux constructeurs automobiles.

L'objectif global du projet d'ArcelorMittal dans lequel s'insère le présent travail est de mettre au point de nouveaux aciers allégés d'au moins 10% (densité maximale autour de $7 g/cm^3$) tout en gardant ou même améliorant les propriétés de résistance et de ductilité des matériaux existants.

Les aciers à basse densité fer – aluminium récemment développés présentent des propriétés physiques et mécaniques prometteuses. Cependant, l'utilisation de ces alliages conduit à des défauts de surface appelés « roping », apparaissant après l'étape d'emboutissage à froid. La formation de ces défauts, qui consiste en la naissance d'ondulations lorsque l'on déforme plastiquement le matériau le long de la direction de laminage, est principalement attribuée à la distribution inhomogène des orientations des grains. Shin *et al.* [2003] ont en effet pu noter un lien entre l'amplitude du gradient de texture et la tendance au roping : les tôles avec les plus

faibles gradients de texture dans l'épaisseur ont les plus faibles tendances au roping. De plus, ils montrent que les tôles possédant des grains fins et équiaxes présentent un roping beaucoup moins marqué que les tôles qui sont constituées de gros grains colonnaires.

La présente étude consistera donc à mieux comprendre les conditions de recristallisation au cours du laminage à chaud de cette catégorie spécifique d'acier allié afin de contrôler la microstructure et ainsi limiter ces défauts.

On s'intéressera d'une part au cas simple d'aciers Fe-Al purement ferritiques et d'autre part au cas plus complexe d'une nuance multiphasée Fe-Al-Mn-C pour laquelle le laminage peut être intercritique (domaine biphasé ferrite-austénite).

A terme, l'optimisation des schémas de laminage à chaud devra permettre d'améliorer les propriétés de laminage à froid et de mise en forme (emboutissabilité).

D'autre part, sur le plan académique, il sera intéressant d'accroître les connaissances concernant la déformation à chaud des alliages ferritiques. En effet, la déformation des alliages à forte énergie de défaut d'empilement constitue un domaine moins étudié et moins maîtrisé que celui des aciers « classiques » déformés dans le domaine austénitique. Il sera ainsi intéressant d'étudier la rhéologie et les évolutions de la microstructure et de la texture associées à ce type d'alliage et de comparer les résultats obtenus avec d'autres nuances ferritiques.

1.2 Plan de la thèse

L'objectif premier de cette thèse est de caractériser et d'identifier les mécanismes qui opèrent pendant la déformation à chaud de ces aciers, en particulier d'étudier le développement des textures et l'évolution des microstructures. Deux modes de déformation ont été choisis : la torsion et la compression plane. Les microstructures seront étudiées par métallographie optique et en utilisant de manière intensive la technique de diffraction des électrons rétrodiffusés (MEB-EBSD).

Le **chapitre II** est une synthèse bibliographique. Nous présenterons notamment les alliages Fe-Al et Fe-Al-Mn-C et décrirons les principaux mécanismes de déformation à chaud.

Dans le **chapitre III** (procédure expérimentale)**,** les matériaux, les essais mécaniques et les techniques d'analyse serons présentés.

Dans le **chapitre IV** (résultats expérimentaux), après une caractérisation des microstructures initiales des alliages, les paramètres rhéologiques seront déterminés à l'aide d'essais de torsion à chaud. Dans ce même chapitre, les évolutions des microstructures et des textures seront étudiées en fonction des conditions de déformation et l'existence d'une transition entre deux types de mécanismes de déformation différents sera mise en évidence.

Enfin, dans le **chapitre V**, nous présenterons un modèle de recristallisation dynamique continue [Gourdet-Montheillet, 2003] et son application à la déformation à chaud de l'alliage ferritique Fe-8%Al.

Chapitre II

Synthèse bibliographique

2 Synthèse bibliographique

2.1 Métallurgie des alliages Fe-Al et Fe-Al-Mn-C

2.1.1 Diagramme de phases Fe-Al

Les alliages fer-aluminium sont connus et étudiés depuis plus de 80ans [Bradley et Jay, 1932]. Ces alliages sont principalement basés sur le diagramme de phases Fe-Al [Murray, 1986] (Figure 2.1). Le tracé des diagrammes d'équilibre Fe-Al a fait l'objet de nombreuses études. Les premières personnes ayant obtenu des résultats corrects, notamment pour la partie riche en fer, sont Swann *et al.* [1969]. Récemment, plusieurs auteurs [Ikeda *et al.*, 2001] [Stein et Palm, 2007] l'ont étudié afin de confirmer et préciser les travaux antérieurs.

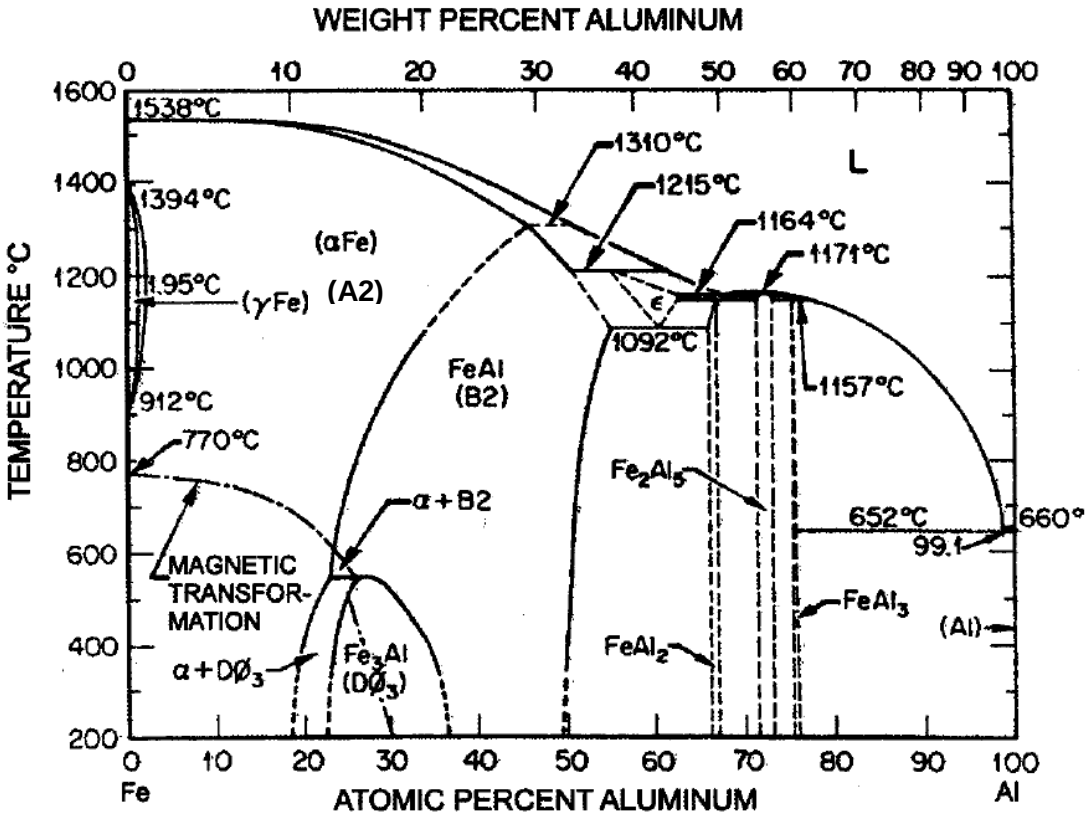


Figure 2.1 Diagramme de phases Fe-Al [Murray, 1986]

Sur la partie riche en fer du diagramme de phases et à basse température, trois types de structures cubiques centrées sont présentes :

- Le réseau désordonné A2 (Figure 2.2) : les atomes de fer et d'aluminium sont distribués aléatoirement dans le réseau. Cette structure est présente jusqu'à 10% en poids d'aluminium à température ambiante. Au dessus de cette valeur et jusqu'à 12.5% en poids d'aluminium se produit un ordre à longue distance avec la formation de la structure DO_3.

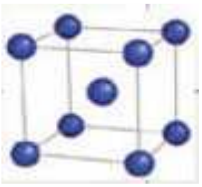


Figure 2.2 Réseau désordonné A2

- Le réseau ordonné DO_3 (Figure 2.3) : entre 12.5% et 22.5% en poids d'aluminium (à l'ambiante) et en dessous d'une température de 550°C, la structure d'équilibre est entièrement composée de la phase Fe_3Al.

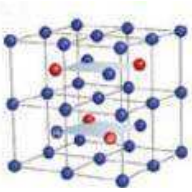


Figure 2.3 Réseau ordonné DO_3

- Le réseau ordonné B2 (Figure 2.4): au dessus de 22.5% en poids d'aluminium (à l'ambiante) apparaît la phase FeAl.

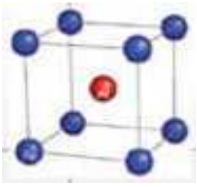


Figure 2.4 Réseau ordonné B2

Néanmoins, la composition limite réelle entre la phase désordonnée et l'apparition de la phase ordonnée est difficile à définir (Figure 2.5). Il est ainsi par exemple mentionné qu'au dessus de 6.5% en poids d'aluminium, le complexe K apparaît dans la solution solide à une température inférieure à 400°C avec un ordre à courte distance avant que la structure DO_3 soit formée [Frommeyer *et al.*, 2000] [Brux *et al.*, 2002].

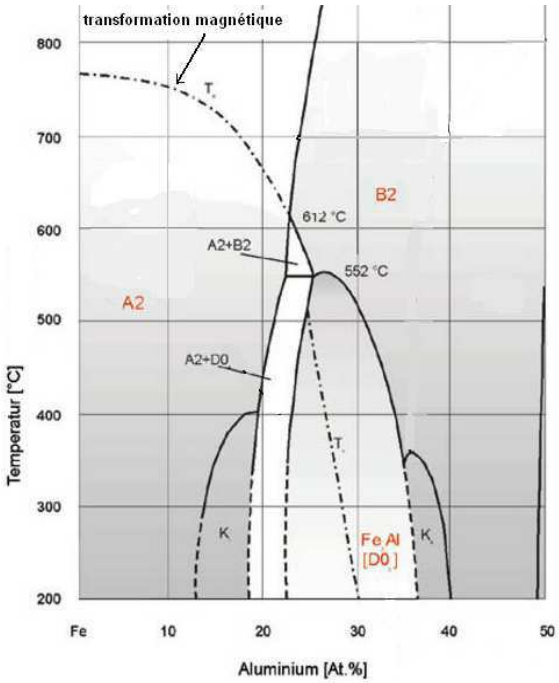


Figure 2.5 Diagramme de phase Fe-Al montrant l'apparition du complexe K [Brux *et al.*, 2002]

2.1.2 Alliages Fe-Al

Dans cette partie, nous allons nous intéresser aux propriétés physiques et mécaniques des aciers fer-aluminium ainsi qu'à l'effet de l'ajout de certains éléments.

2.1.2.1 Propriétés physiques

<u>Densité</u>

L'aluminium est un élément léger ayant un poids atomique de 26.98 ce qui représente environ la moitié de celui du fer (55.85). L'ajout d'aluminium permet donc une réduction importante du poids de l'acier.

L'objectif de cette étude est de mettre au point de nouveaux aciers allégés d'au moins 10% (densité maximale voisine de 7g/cm^3) par rapport aux aciers rencontrés classiquement. En observant la Figure 2.6 donnant l'évolution de la densité de l'alliage Fe-Al en fonction de la teneur en aluminium, nous pouvons conclure qu'il est nécessaire d'avoir une teneur en aluminium minimale de 8% en poids afin de répondre à cette volonté.

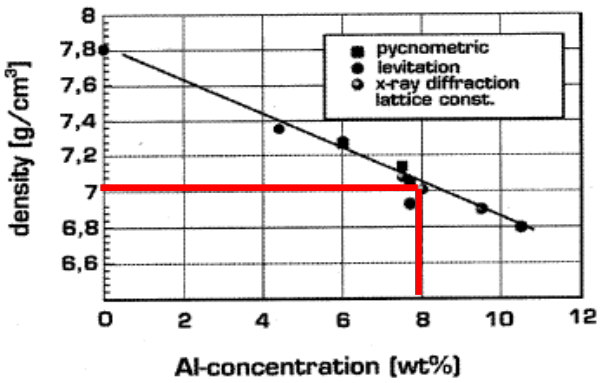


Figure 2.6 Influence de la teneur en aluminium sur la densité des alliages Fe-Al déterminée par différentes méthodes (pycnométrie, diffraction des rayons X et lévitation) [Frommeyer *et al.*, 2000]

Module d'élasticité

Les modules d'élasticité de trois alliages polycristallins Fe-6%Al, Fe-7.5%Al et Fe-8.5%Al, à température ambiante, sont donnés Figure 2.7. On observe une diminution du module d'élasticité lorsque la teneur en aluminium augmente [Frommeyer *et al.*, 2000]. Ceci s'explique principalement par le fait que lorsque l'on augmente la concentration en aluminium, la distance interatomique dans le réseau augmente (Figure 2.8) [Buckley et Kaviani, 1998]. Par comparaison les aciers ferritiques rencontrés classiquement ont un module d'élasticité légèrement supérieur (environ 210 GPa) [Frommeyer *et al.*, 2000].

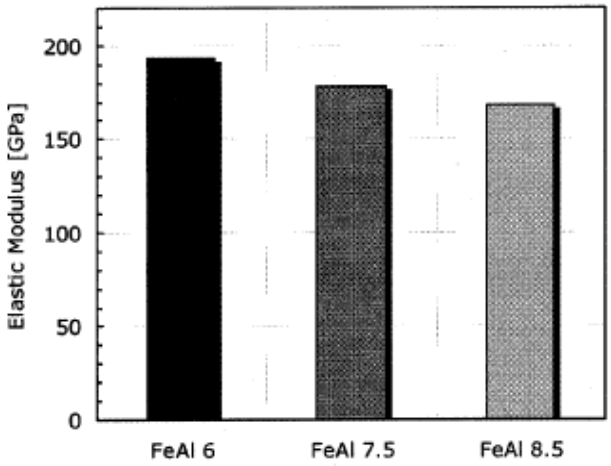


Figure 2.7. Module d'élasticité de trois alliages polycristallins Fe-Al [Frommeyer *et al.*, 2000]

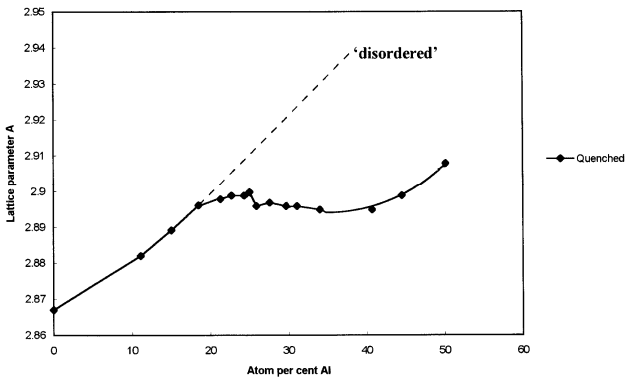


Figure 2.8 Evolution du paramètre de maille du Fe-Al en fonction du pourcentage atomique en aluminium [Buckley et Kaviani, 1998]

La ligne correspondant aux alliages désordonnés est extrapolée dans les régions ordonnées pour montrer la contraction (approximative) du réseau.
Le paramètre de maille de l'alliage industriel Fe-8%Al étudié sera déterminé par diffraction des rayons X et comparé aux données bibliographiques.

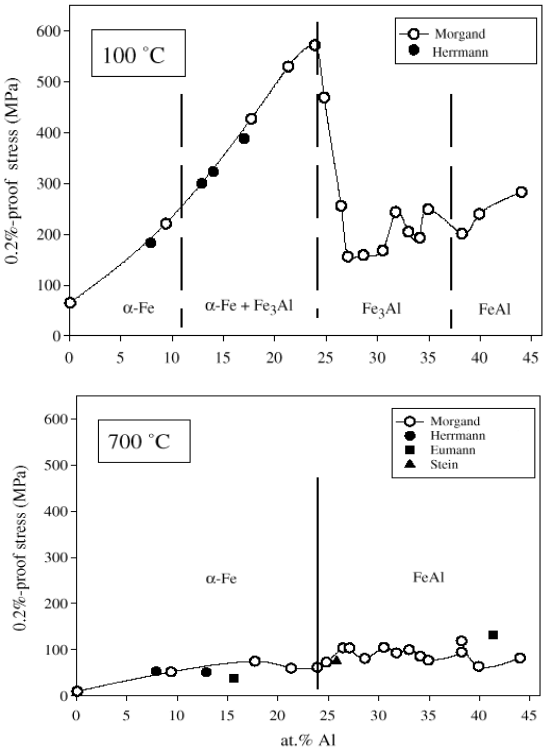
Résistance à la corrosion

Grâce à l'addition d'aluminium, les alliages fer-aluminium possèdent une bonne résistance à la corrosion comparée aux aciers classiques [Tortorelli et DeVan, 1992] [DeVan et Tortorelli, 1993]. Cette plus grande résistance est attribuée à la formation d'une fine couche protectrice d'alumine à la surface de l'alliage. Cette résistance à la corrosion peut être améliorée par un traitement chimique, électrochimique ou thermique approprié [Vedula, 1994].

2.1.2.2 Propriétés mécaniques

Limite d'élasticité

La limite d'élasticité des alliages fer-aluminium augmente lorsque la concentration en aluminium augmente. Cependant, l'apparition de réseaux ordonnés comme les structures DO_3 ou B2 influe sur cette limite d'élasticité [Stoloff, 1998] [Herrmann *et al.*, 2003] [Palm, 2005] [Falat *et al.*, 2005] [Morris *et al.*, 2007]. L'influence de la teneur en aluminium et de la structure cristallographique sur la limite d'élasticité d'alliages fer-aluminium est représentée ci-dessous (Figure 2.9, Figure 2.10) :



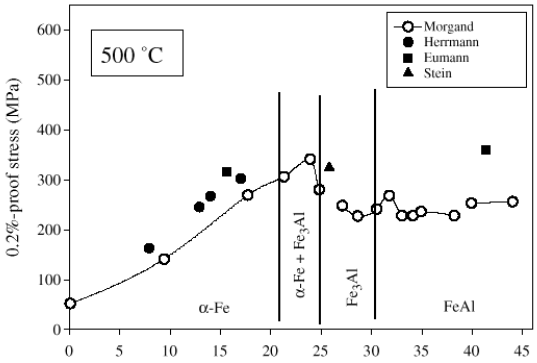


Figure 2.9 Influence de la teneur en aluminium et de la structure cristallographique sur la limite d'élasticité d'alliages Fe-Al

Ces données ont été regroupées par Palm [2005].
Les essais ont été effectués à une vitesse de $1.4x10^{-3}$ s^{-1} en traction (Morgand) ou à une vitesse de $1x10^{-4}$ s^{-1} en compression (Herrmann, Eumann, Stein)

<u>Ductilité</u>

Il est intéressant de noter que la ductilité des alliages fer-aluminium, à température ambiante, est aussi fortement influencée par la teneur en aluminium (Figure 2.10) [Morris *et al.*, 2007]. Pour les alliages ayant comme structure ordonnée DO_3 ou B2, la ductilité est beaucoup plus faible [Morris et Morris-Munoz, 1999]. Cependant, les propriétés de ductilité peuvent être améliorées par un traitement thermomécanique approprié et par ajout de certains éléments comme le bore, le nobium et le titane par exemple [Vedula, 1994] [Brux *et al.*, 2002].

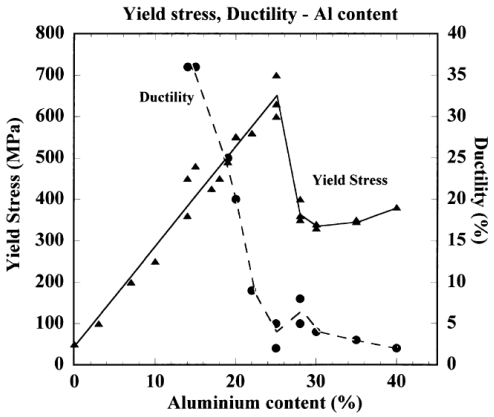


Figure 2.10 Influence de la teneur en aluminium (at. %) sur la limite d'élasticité et sur la ductilité d'alliages Fe-Al [Morris *et al.*, 2007]

Aptitude à l'emboutissage

Les effets de l'addition d'aluminium sur l'aptitude à l'emboutissage (coefficient d'écrouissage n, coefficient d'anisotropie normale ou coefficient de Lankford moyen r_m) ont été étudiés.

Le coefficient d'écrouissage n pour les aciers ferritiques fer-aluminium n'évolue pas de manière importante en augmentant la teneur en aluminium. Les valeurs enregistrées sont comprises entre 0.21 et 0.19 pour des concentrations comprises entre 6 et 9 % en poids d'aluminium (Figure 2.11). Ce sont des valeurs de n que l'on retrouve pour des aciers classiques emboutis [Frommeyer *et al.*, 2000].

La valeur du coefficient d'anisotropie normal r_m décroît lorsque la teneur en aluminium augmente. Par exemple, pour un alliage fer-aluminium contenant une petite quantité de titane, on obtient des valeurs comprises entre 1.35 pour un Fe-5%Al et 1 pour un Fe-8.5%Al (Figure 2.11) [Frommeyer *et al.*, 2000] ce qui n'est pas favorable à l'emboutissage. Cependant des alliages Fe-Al à haut r_m ($r_m \approx 2,5$) ont pu être obtenus [Frommeyer *et al.*, 2000].

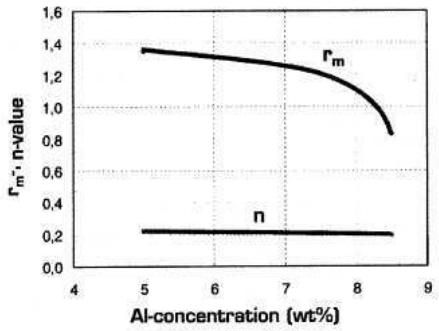


Figure 2.11 Valeurs moyennes de r_m et de n en fonction de la teneur en aluminium [Frommeyer *et al.*, 2000]

2.1.2.3 Effet de l'ajout de certains éléments

Le domaine de la solution solide peut être affecté par des éléments d'addition.
Selon Palm et Inden [1995], la structure ordonnée B2 est stabilisée par l'introduction de carbone. Ainsi la transition B2 → A2 se fera à une température plus élevée en présence de carbone (Figure 2.12).
Selon Morris *et al.* [1995], les éléments Si et Nb stabilisent fortement la structure DO_3.

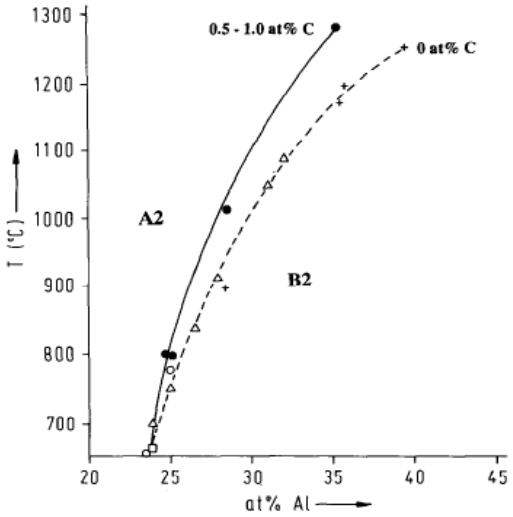
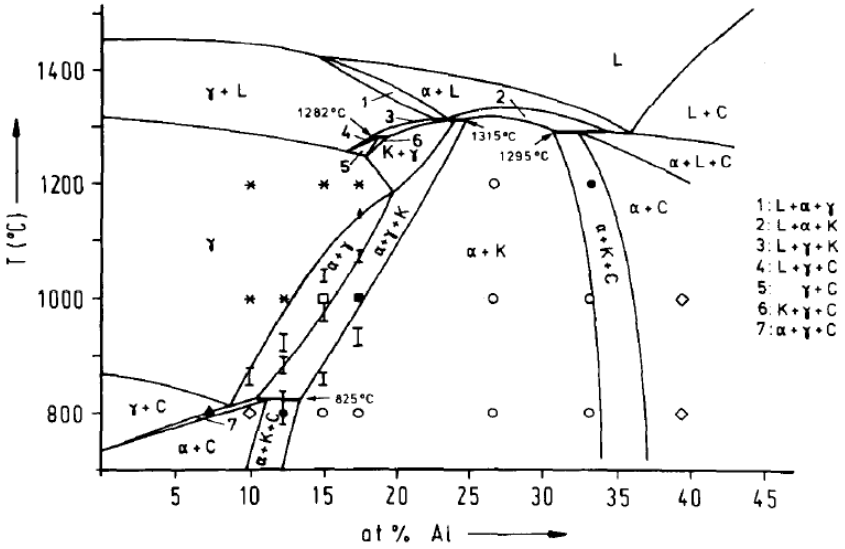
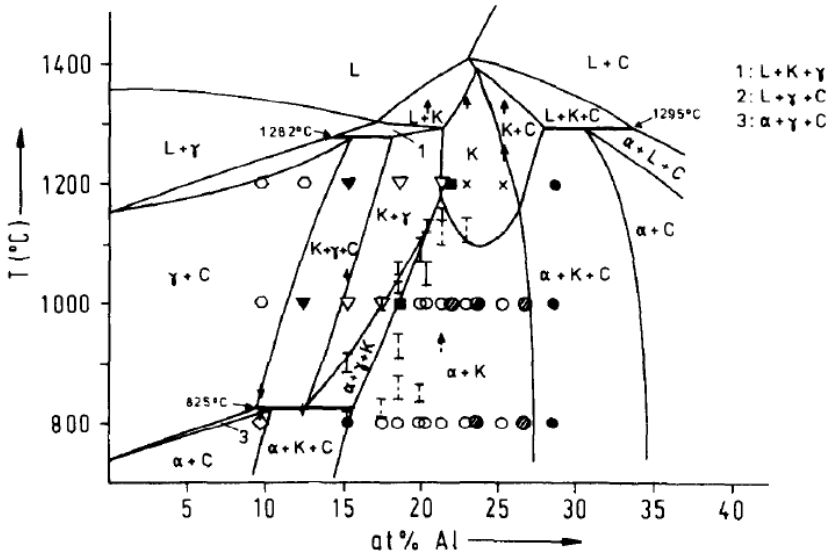


Figure 2.12 Variation de la température de transition entre la structure A2 et B2 due à l'addition de carbone [Palm et Inden, 1995]

L'addition de carbone à un alliage fer-aluminium élargit le domaine austénitique γ en température et en concentration (Figure 2.13) [Palm et Inden, 1995].
Néanmoins, l'austénite n'est pas stable à basse température et se décompose en un mélange de ferrite et de carbures κ (κ précipite aux joints de grains en raison de sa faible solubilité dans la ferrite). Les carbures κ ont une structure du type pérovskite (Figure 2.14) et ont pour formule $Fe_{4-y}Al_yC_x$ avec selon Palm et Inden [1995] : $0.42 \leq x \leq 0.71$ et $0.8 \leq y \leq 1.2$.



a. Diagramme de phases Fe-Al-C pour une teneur en carbone de 5 at.%



b. Diagramme de phases Fe-Al-C pour une teneur en carbone de 10.5 at.%

Figure 2.13 Diagramme de phases Fe-Al-C pour différentes teneur en carbone [Palm et Inden, 1995]

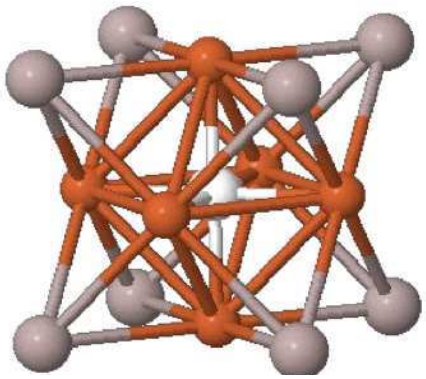


Figure 2.14 Structure des carbures κ (en blanc: C ; en gris: Al ; en orangé: Fe) [Connétable et Maugis, 2008]

Le paramètre de maille (a) des carbures κ obéit à la formule suivante [Palm et Inden, 1995] :

$$a\ (nm) = 0.3625 + (0.00014 \times at.\%\ Al) + (0.00072 \times at.\%\ C)$$

2.1.3 Alliages Fe-Al-Mn-C

Les alliages Fe-Al-Mn-C ont subi d'importants développements durant ces dernières années car ils possèdent une résistance élevée, une capacité d'écrouissage élevée et une ductilité assez forte [Frommeyer *et al.*, 2000]. Ils sont donc de bons candidats pour remplacer les aciers inoxydables conventionnels qui contiennent des éléments relativement chers comme le nickel et le chrome. La densité du manganèse (7,4) étant proche de celle du fer (7,8), l'ajout du manganèse sert essentiellement à l'obtention d'une structure duplex austéno-ferritique.

Beaucoup d'auteurs ont étudié des alliages Fe-Al-Mn-C, généralement à matrice austénitique, possédant entre 20 et 30 % de manganèse. On peut, à titre d'exemple, citer les références suivantes : [Kim *et al.*, 1989] [Ishida *et al.*, 1990] [Yang *et al.*, 1990] [Hwang *et al.*, 1991] [Chao *et al.*, 1996] [Hwang et Liu, 1997] [Choo *et al.*, 1997] [Li *et al.*, 1999] [Han, 2000] [Cheng et Lin, 2002] [Kimura *et al.*, 2004] [Wang *et al.*, 2007]. Ces travaux portent essentiellement sur les transformations de phases et les propriétés mécaniques de ces alliages.

Par contre, très peu d'études concernent notre type de nuance à matrice ferritique Fe-Al-Mn-C possédant moins de manganèse (dans le cas présent 5%).

2.1.3.1 Diagramme de phases Fe-Al-Mn

Les trois digrammes de phases binaires Fe-Al, Fe-Mn et Al-Mn constituant le diagramme de phases ternaire Fe-Al-Mn sont représentés en Figure 2.15 [Umino *et al.*, 2006].

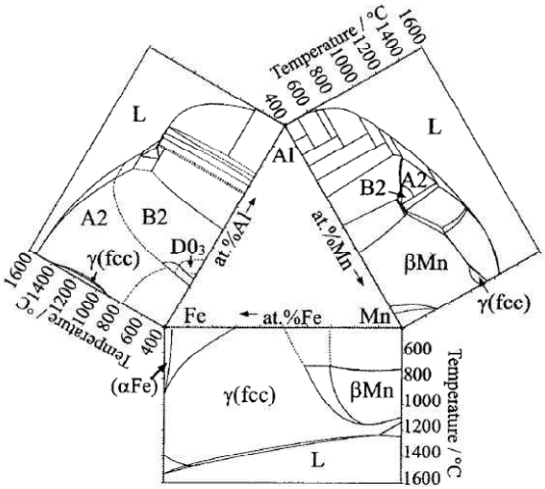


Figure 2.15 Diagrammes de phases binaires constituant le système ternaire Fe-Al-Mn [Umino *et al.*, 2006]

Le ratio entre aluminium, manganèse et carbone a une forte influence sur les phases en présence (Figure 2.16, Figure 2.17) [Liu *et al.*, 1996] [Umino *et al.*, 2006] et donc sur les propriétés mécaniques [Chao et Liu, 2002].

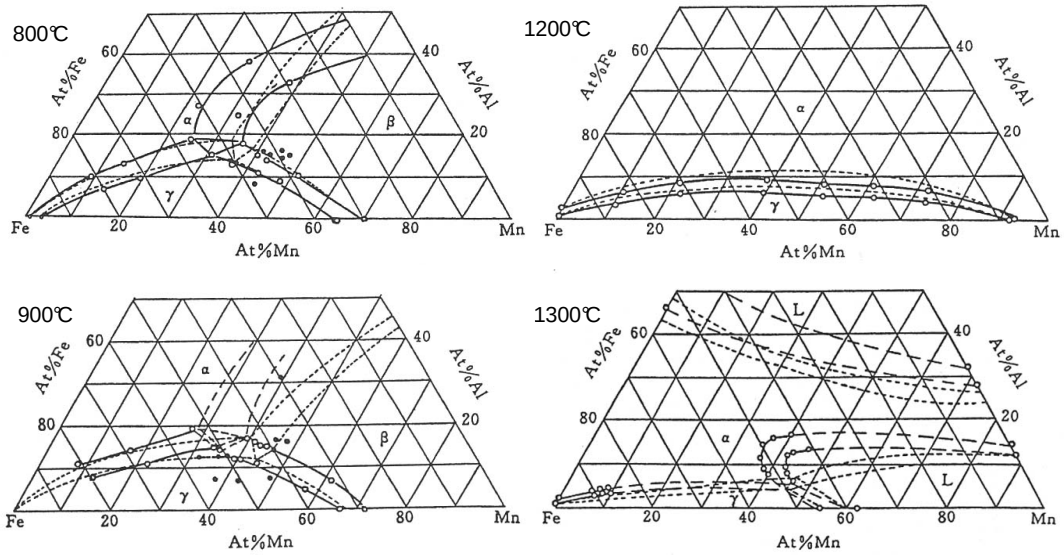


Figure 2.16 Sections isothermes à 800°C, 900°C, 1200°C et 1300°C du diagramme de phases Fe-Al-Mn [Liu *et al.*, 1996]

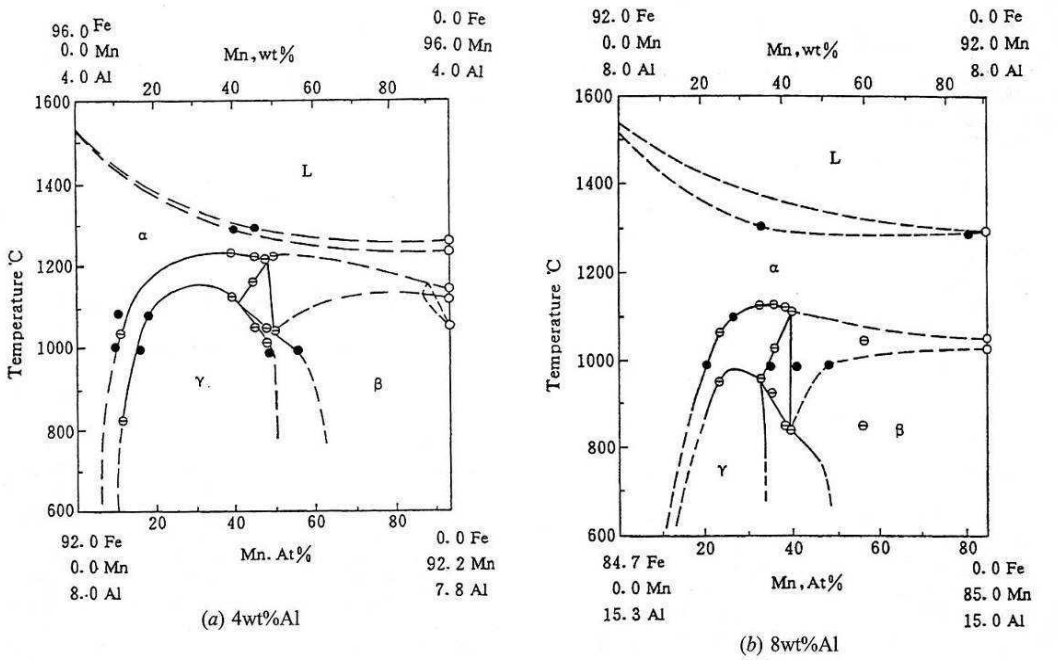


Figure 2.17 Diagrammes pseudo binaires Fe-Mn pour a) 4 wt%Al et b) 8 wt%Al [Liu *et al.*, 1996]

2.1.3.2 Influence de la quantité de manganèse sur les propriétés mécaniques

Chao et Liu [2002] ont étudié l'influence de la quantité de manganèse sur les propriétés mécaniques d'alliages de compositions Fe-10%Al-xMn-1%C avec des valeurs de x comprises entre 5 et 40 % (Tableau 2.1). Ces alliages sont plus chargés en carbone que la nuance étudiée par la suite. Les tableaux et les figures ci-dessous montrent les résultats qu'ils ont obtenus (Tableau 2.2, Figure 2.18) :

Alloy	Al	Mn	C	Fe
A (5Mn)	9.95	5.12	0.96	Bal.
B (10Mn)	9.88	9.85	0.98	Bal.
C (15Mn)	10.08	14.89	1.02	Bal.
D (20Mn)	9.91	20.06	0.97	Bal.
E (25Mn)	9.87	24.87	0.98	Bal.
F (30Mn)	10.02	30.45	1.03	Bal.
G (35Mn)	9.93	34.88	0.97	Bal.
H (40Mn)	10.05	39.73	1.02	Bal.

Tableau 2.1 Compositions chimiques des alliages étudiés (% en masse)

Alloy	A	B	C	D	E	F	G	H
α phase (%)	55.4	43.7	33.1	23.4	15.7	7.5	2.6	0.0

Tableau 2.2 Fraction de phase α pour les alliages étudiés

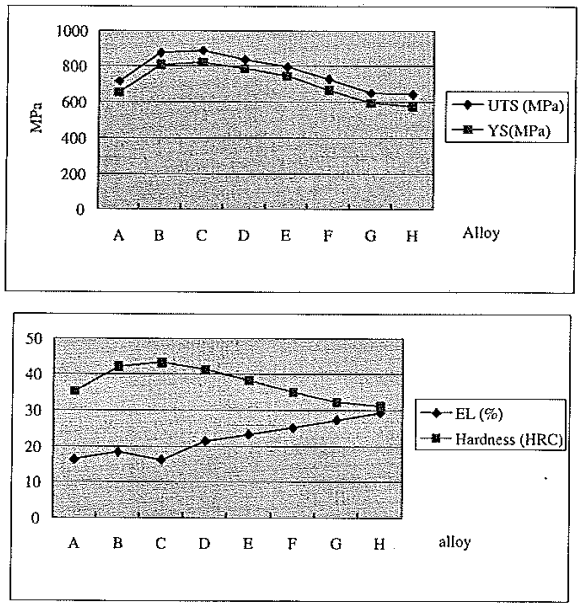


Figure 2.18 Propriétés mécaniques des alliages étudiés
obtenues par essais de traction à une vitesse de $3.5x10^{-4}$ s^{-1} et par microdureté Rockwell

2.1.3.3 Etudes antérieures menées à ArcelorMittal

De nombreuses études ont été menées à ArcelorMittal sur des nuances Fe-Al-Mn-C de compositions diverses [Zuazo, 2009] [Garat, 2010].

Les teneurs en aluminium varient entre 7 et 10% en poids afin d'abaisser la densité d'au moins 10 % et les teneurs en manganèse varient entre 1,6 et 15,3% en poids afin d'éviter d'avoir des structures à matrice austénitique.

Parmi ces nuances, trois familles ont été distinguées :

- Les *hautes* teneurs en manganèses : teneur en Mn d'environ 15% en poids.
- Les teneurs *moyennes* en manganèse : teneur en Mn comprise entre 4,5 et 8% en poids.
- Les *basses* teneurs en manganèse : teneur en Mn comprise entre 1,6 et 4% en poids.

Les phases qui peuvent découler d'un système quaternaire Fe-Al-Mn-C dans ces limites de composition sont :

- Ferrite (CC)
- Austénite (CFC)
- Austénite ordonnée, $L1_2$, (CFC), c'est une phase hors équilibre qui correspond à l'intermédiaire entre le désordre et l'ordre parfait
- Phase Kappa (κ)
- Cémentite
- Structure de type DO_3
- Martensite 18R, c'est une structure CFC, complexifiée par la présence de défauts d'empilement distribués de façon périodique

Les différentes étapes de transformations de phases lors d'un refroidissement lent ont été mises en évidence par Zuazo [2009] (Figure 2.19).

A haute température, il y a germination puis croissance d'austénite préférentiellement sur les joints de grains ferritiques.

Ensuite, dans les zones enrichies en aluminium, la diffusion du carbone permet la formation autour de l'austénite, d'un anneau de Kappa. L'austénite se trouvant appauvrie en carbone, il peut donc parfois se former de la ferrite entre l'austénite et Kappa.

Deux microstructures peuvent ensuite apparaître en fonction de la teneur en manganèse et carbone :

- une transformation eutectique : austénite → ferrite + Kappa
- une décomposition spinodale : austénite → austénite + Kappa

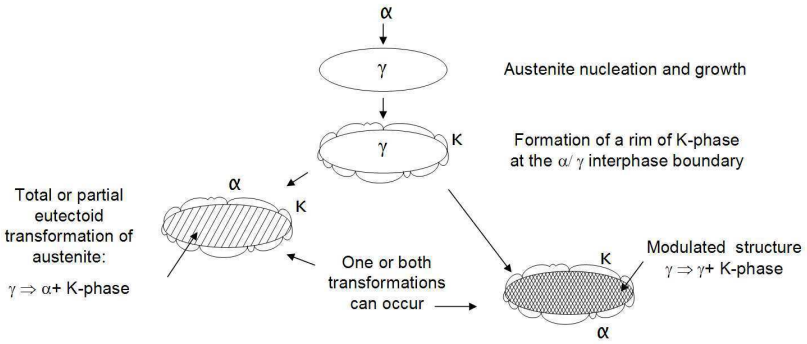


Figure 2.19 Différentes étapes des transformations de phases lors d'un refroidissement lent [Zuazo, 2009]

Des pseudo-diagrammes "TTT" montrant les différents domaines de phases en fonction de la température ainsi que les proportions de phases en présence lors d'un refroidissement lent ont été déterminés pour les trois familles de nuances définies précédemment (Figure 2.20).

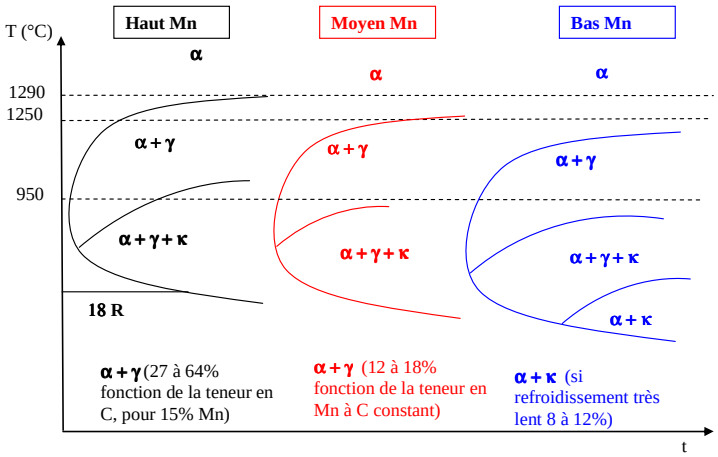


Figure 2.20 Types de microstructures que l'on peut obtenir en fonction de la teneur en manganèse lors d'un refroidissement lent [Garat, 2010]

Les propriétés mécaniques des différents aciers ont été caractérisées grâce à des essais de traction. Les éprouvettes on été prélevées suivant le sens long puis tractionnées selon la norme NF A 03-151. Des aciers à hautes caractéristiques mécaniques (résistance mécanique de 650 à 820MPa et allongement de 15% à 45%) et basses densités (densité d'environ 7g/cm^3) ont été obtenus en faisant varier la composition chimique et les conditions de laminage à chaud.

En tôle à chaud, pour ce type de nuance, trois familles de microstructures peuvent être distinguées :

- Les structures ferrite + austénite :

Elles sont obtenues pour des rapports Mn/Al supérieurs à 1. L'austénite est stable et macle en cas de déformation. Ces types de structures diminuent fortement le carbone en solution solide dans la ferrite, car il se trouve piégé dans l'austénite. Quand la teneur en manganèse augmente, l'allongement à rupture fait de même ($A_r \approx 45\%$), contrairement à la résistance qui reste stable (environ 650MPa). Elles se laminent très bien à froid.

- Les structures ferrite + austénite + kappa :

Elles sont obtenues pour des rapports Mn/Al inférieurs à 1. Elles semblent moins efficaces pour piéger le carbone. Elles ont les résistances mécaniques les plus élevées (820MPa), grâce à la phase kappa, mais l'allongement à rupture diminue ($A_r \approx 15\%$). La ferrite est plus difficile à faire recristalliser et la précipitation de kappa sur les joints de grains ferritiques diminue la laminabilité à froid. Le kappa peut prendre différentes formes, lamellaire, îlots, décomposition spinodale.

- Les structures ferrite + kappa :

Elles sont obtenues pour des rapports Mn/Al inférieurs à 1. Ce sont actuellement les microstructures qui présentent le plus faible compromis résistance (560 MPa), allongement (11%), avec de grosses difficultés pour faire recristalliser la ferrite en tôle à chaud.

2.2 Laminage des tôles à chaud

2.2.1 Traitement thermomécanique [Fabrègue]

Quelle que soit leur utilisation finale, les produits sidérurgiques subissent, au cours de leur fabrication, au moins une étape de mise en forme à chaud. La vocation initiale de cette mise en forme, ici le laminage, est l'obtention de caractéristiques géométriques données. Des études ont montré qu'au cours du laminage, la structure métallurgique de l'acier évolue en permanence. Ces travaux ont en outre permis de cerner les phénomènes métallurgiques mis en jeu et de déterminer les paramètres (mécaniques, thermiques ou chimiques) qui les contrôlent. Dès lors, en jouant sur ces différents paramètres dans le respect des contraintes imposées par les outils industriels, il est théoriquement possible de modifier la structure et, donc, les propriétés finales du produit. De ce fait le laminage devient un traitement thermomécanique. Il est important de noter que l'optimisation des schémas de laminage est tout aussi fondamentale pour les produits qui subissent ultérieurement des étapes de mise en forme à froid. C'est le cas des tôles pour l'automobile. Il est important de distinguer les produits plats (tôles fortes et tôles à chaud) des produits longs (barres et fils) ne serait-ce qu'en raison des différences de géométrie finale. Ici, nous nous intéressons aux tôles à chaud. Contrairement au cas des tôles fortes, le laminage à chaud ne constitue pas nécessairement la dernière étape de fabrication du produit. L'obtention de l'épaisseur désirée est essentielle de même qu'un niveau satisfaisant de planéité. L'outil dédié au laminage des tôles à chaud est le train à bandes (Figure 2.21). Il est divisé en cinq zones ayant des rôles métallurgiques distincts : le four de réchauffage, le train dégrossisseur, le train finisseur, la table de sortie et la bobineuse. Vu par le métallurgiste, le laminage proprement dit n'est qu'une succession de déformations (les passes) et de temps d'attente (les interpasses) pendant lesquels la structure de l'acier pourra évoluer.

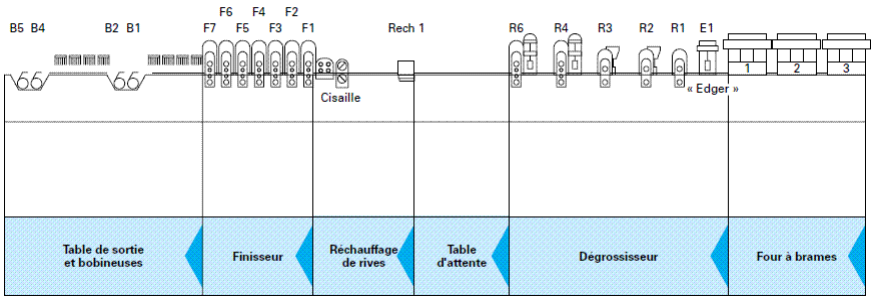


Figure 2.21 Vue générale d'un train à bandes [Fabrègue]

2.2.2 Schéma de laminage à chaud industriel standard

Le tableau ci-dessous donne, à titre d'exemple, un schéma de laminage à chaud industriel standard utilisé par ArcelorMittal (Figure 2.22) :

	Température (℃)	Epaisseur (mm)	Réduction (%)	Déformation	Temps minimum (s)	Refroidissement (℃/s)
	1200	250				
R1	1192	175	30.0	0.41	20.0	0.4
R2	1184.6	124.5	28.9	0.39	18.5	0.4
R3	1177.8	85.9	31.0	0.43	17.0	0.4
R4	1168.6	55.3	35.6	0.51	23.0	0.4
R5	1084.6	31.6	42.9	0.65	12.0	7
F1	1042.6	18.6	41.1	0.61	6.0	7
F2	1018.6	11.8	36.6	0.53	3.0	8
F3	994.6	7.6	35.6	0.51	3.0	8
F4	970.6	5.4	28.9	0.40	3.0	8
F5	954.6	4	25.9	0.35	2.0	8
F6	938.6	3	25.0	0.33	2.0	8
F7	922	2.5	16.7	0.21		

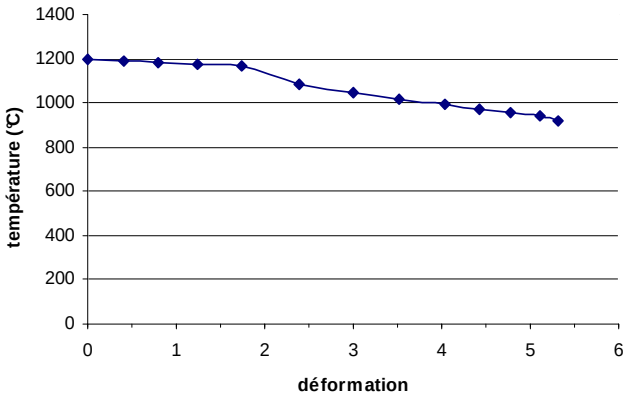


Figure 2.22 Schéma de laminage à chaud industriel standard

Lors de ce laminage, la brame passe d'une épaisseur de 250mm à une épaisseur de 2.5mm avec des températures comprises entre 1200 et 900°C environ en 12 passes. La déformation cumulée est égale à $\overline{\varepsilon} = 5{,}3$.

2.3 Déformation à chaud

2.3.1 Mécanismes de déformation à chaud [Montheillet]

2.3.1.1 Deux grands types de comportement

La déformation à chaud est généralement définie comme étant une opération de mise en forme effectuée à une température T telle que T/T_{fusion} (T_{fusion} : température du solidus) soit supérieure à 0,5. L'une des conséquences de la déformation à chaud des alliages métalliques est l'accroissement important de la densité de dislocations dans chacun des grains (écrouissage) ce qui a pour conséquence une augmentation de la contrainte d'écoulement et de l'énergie interne, force motrice pour la restauration et la recristallisation. Le comportement du matériau dépend principalement de son énergie de défaut d'empilement. L'examen des relations entre contrainte d'écoulement et déformation équivalente, permet de distinguer deux types de métaux ou alliages métalliques : les matériaux à *forte* et à *faible* énergie de défaut d'empilement.

Dans les matériaux à forte énergie de défaut d'empilement, soit quelques 10^{-1} J/m^2 (aluminium, fer α, titane β, aciers ferritiques), la courbe contrainte-déformation à chaud présente d'abord un domaine d'écrouissage, puis un maximum relativement peu accentué, suivi d'un lent adoucissement conduisant à un domaine stationnaire, dans lequel la contrainte d'écoulement reste constante. Celui-ci n'est parfois atteint qu'après une déformation très élevée (parfois $\bar{\varepsilon} > 20$), qui ne peut être obtenue qu'au moyen d'essais de torsion. Un tel comportement est associé aux processus de recristallisation dynamique continue (RDC) et de recristallisation dynamique géométrique (RDG).

Dans les matériaux à faible énergie de défaut d'empilement, soit quelques 10^{-2} J/m^2 (cuivre, laitons, fer γ, aciers austénitiques), la phase d'écrouissage est généralement suivie d'un maximum unique, plus prononcé que dans le cas précédent. Le régime stationnaire est atteint pour des déformations beaucoup plus faibles ($\bar{\varepsilon} < 1$). De plus, aux faibles vitesses de déformation et aux températures élevées, le palier stationnaire n'est atteint qu'après une série d'oscillations d'amplitude décroissante. Ce comportement est lié au processus de recristallisation dynamique discontinue (RDD).

La contrainte d'écoulement dépend de la vitesse de déformation et de la température. Dans tous les cas, elle augmente lorsque la vitesse de déformation $\dot{\bar{\varepsilon}}$ augmente ou lorsque la température T diminue.

2.3.1.2 Déformations faibles ou modérées

Aux déformations faibles ou modérées ($\bar{\varepsilon} < 1$), c'est-à-dire approximativement jusqu'au maximum de la courbe contrainte-déformation, la combinaison des processus d'écrouissage et de restauration dynamique se traduit par une évolution microstructurale analogue à la formation des cellules d'écrouissage observée lors de la déformation à froid des mêmes matériaux. Dans ce domaine, on observe une augmentation progressive de la densité de dislocations. Toutefois, contrairement au cas de la déformation à froid, cet accroissement lié à l'écrouissage est modéré par la restauration dynamique : le mouvement des dislocations est facilité par les mécanismes de glissement dévié et de montée, en particulier dans les métaux à forte énergie de défaut d'empilement. Ainsi une partie des dislocations peut être éliminée, soit au cours d'annihilations par paires, soit par absorption dans les joints de grains. Simultanément, les dislocations s'organisent en sous-joints subdivisant les grains initiaux en sous-grains (Figure 2.23 étapes I à III), conformément à la théorie de Holt [Holt, 1970].

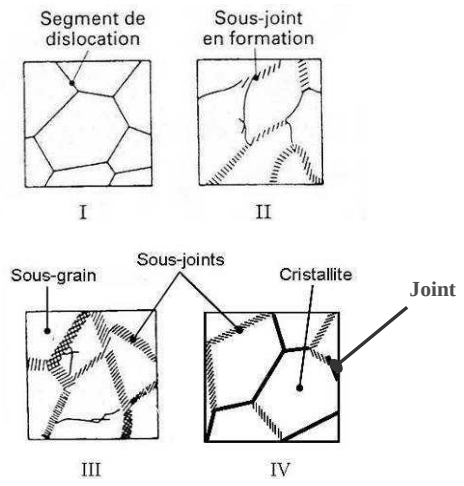


Figure 2.23 Représentation schématique du processus de restauration dynamique [Montheillet]

Les transformations microstructurales dans le domaine des déformations faibles ou modérées résultent donc d'un équilibre entre l'écrouissage (création de dislocations) et la restauration dynamique (réarrangement et annihilation continue des dislocations).

Les sous-joints apparaissent comme des arrangements plans d'une, deux ou trois familles de dislocations parallèles. Au maximum de la courbe contrainte-déformation, la désorientation cristallographique moyenne entre sous-grains adjacents est de quelques degrés. L'angle de désorientation θ entre deux cristaux adjacents est le plus petit angle positif de rotation permettant d'amener les deux cristaux en coïncidence. La taille moyenne des sous-grains augmente lorsque la vitesse de déformation diminue ou lorsque la température augmente ; elle varie donc en sens inverse de la contrainte d'écoulement. Au cours de la déformation, les sous-grains demeurent approximativement équiaxes, alors que les grains initiaux sont de plus en plus déformés. Cette observation implique que les sous-grains se détruisent et se reforment continuellement pendant la déformation (ce phénomène est appelé repolygonisation) ou encore que les sous-joints subissent d'importants mouvements de migration.

Dans le cas des matériaux donnant lieu au mécanisme de recristallisation dynamique discontinue (RDD), les premiers germes de grains recristallisés apparaissent un peu avant le maximum de la contrainte, ce qui termine la phase d'écrouissage-restauration dynamique. En revanche, dans les matériaux où la RDD ne se produit pas, l'évolution progressive de la microstructure aux grandes déformations constitue ce qu'il est convenu d'appeler la recristallisation dynamique continue (RDC).

2.3.1.3 Déformations élevées

Recristallisations dynamiques continue (RDC) et géométrique (RDG)

Aux déformations élevées ($\bar{\varepsilon} >> 1$), le processus de RDC conduit à une microstructure illustrée par la Figure 2.24, dans laquelle les joints de grains sont représentés par des lignes noires et les sous-joints par des lignes grises.

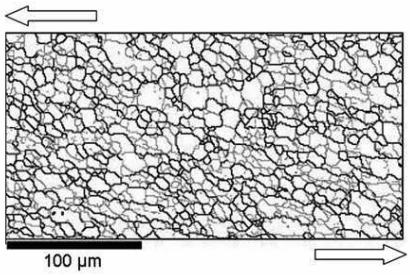
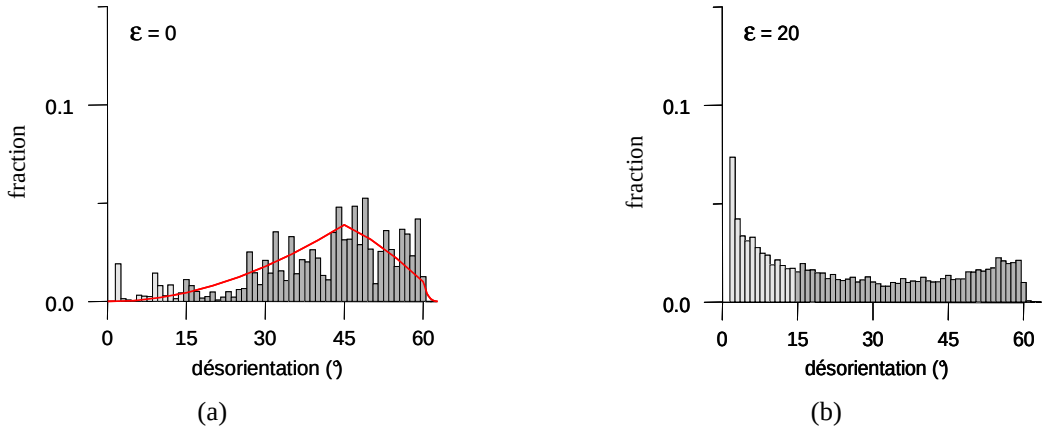


Figure 2.24 Microstructure résultant de la recristallisation dynamique continue d'un alliage Al-Mg-Si (AA6060) déformé en torsion à 400 °C et 0,1 s^{-1} jusqu'au régime stationnaire (ε = 20) [Montheillet, 2004]

On considère qu'une interface entre deux cristaux est un sous-joint lorsqu'elle correspond à une désorientation minimale $\theta < 15°$ et un joint pour $\theta \geq 15°$. Contrairement aux sous-joints, les joints de grains ne sont plus décrits en termes de dislocations, mais relèvent de la théorie des réseaux de coïncidence. Pour caractériser une telle microstructure, on introduit le terme de cristallite (Figure 2.23 étape IV), qui désigne dans un agrégat polycristallin une entité d'orientation cristalline uniforme et délimitée en partie par des joints de grains, en partie par des sous-joints. En revanche, on convient de réserver les termes de grains et de sous-grains à des éléments d'agrégats exclusivement délimités par des joints et des sous-joints, respectivement. Au cours de la déformation, une partie des sous-joints formés durant la phase d'écrouissage-restauration dynamique se transforment progressivement en joints en raison des rotations cristallines différentes des sous-grains adjacents. Cette création d'interfaces initialement à faible, puis à forte désorientation est illustrée par les histogrammes de la Figure 2.25 [Montheillet, 2004].



(a) (b)

Figure 2.25 Distribution des désorientations obtenue pour un alliage d'aluminium pour a) ε = 0 et b) ε = 20 [Montheillet, 2004]

Avant déformation ($\bar{\varepsilon} = 0$), la distribution des désorientations est proche de celle correspondant à un agrégat de cristaux d'orientation et de position aléatoires (représentée par la courbe rouge : distribution de MacKenzie), avec peu de sous-joints et un maximum de joints de désorientation voisine de 45°. Après déformation ($\bar{\varepsilon} = 20$) l'histogramme est complètement différent : la fraction de sous-joints est beaucoup plus grande, tandis que les joints se répartissent de manière à peu près uniforme entre 15° et la désorientation maximale possible. (Pour des cristaux de structure cubique, celle-ci a pour valeur $\cos^{-1}\left[\left(2\sqrt{2}-1\right)/4\right] \approx 62{,}8°$).

Un autre mécanisme générateur de "nouveaux grains" aux grandes déformations fait intervenir le changement de forme des grains initiaux qui s'accompagne de l'augmentation de la surface des joints par unité de volume. On observe que les joints de grains deviennent de plus en plus ondulés (ou dentelés) au cours de la déformation. Lorsque l'une au moins de leurs dimensions devient suffisamment faible, les grains peuvent subir des "pincements" locaux conduisant à leur fragmentation (Figure 2.26). Ce processus est qualifié de recristallisation dynamique géométrique (RDG).

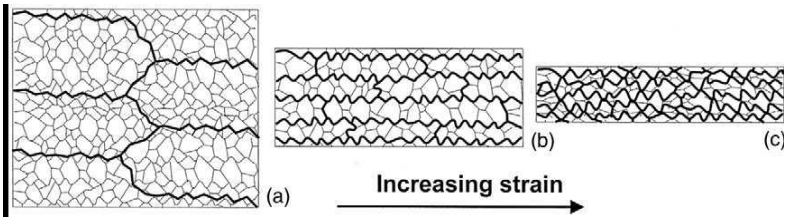


Figure 2.26 Représentation schématique du mécanisme de recristallisation dynamique géométrique [Humphreys et Hatherly, 2004]

Il est vraisemblable que les deux mécanismes de RDC et RDG opèrent simultanément.

Recristallisation dynamique discontinue (RDD)

Dans les matériaux à faible énergie de défaut d'empilement, les dislocations sont fortement dissociées et par conséquent peu mobiles. Leur réarrangement en sous-joints est donc difficile et le processus de restauration dynamique décrit dans le paragraphe précédent peu efficace. L'écrouissage est donc important, ce qui conduit à l'accumulation locale d'importantes densités de dislocations dans le matériau. L'énergie élastique ainsi stockée constitue une force motrice suffisante pour provoquer, à température élevée, la germination de nouveaux grains : pour une déformation critique $\overline{\varepsilon}_c$, légèrement inférieure à la déformation $\overline{\varepsilon}_m$ correspondant au maximum de la courbe contrainte-déformation [$\overline{\varepsilon}_c \approx (5/6)\overline{\varepsilon}_m$] [Jonas *et al.*, 2009], des germes de nouveaux grains apparaissent dans le matériau écroui. Un germe est une région de faible volume (de l'ordre du micromètre), contenant une faible densité de dislocations et séparé de la matrice environnante par des interfaces à forte désorientation. Il semble que plusieurs mécanismes soient susceptibles de produire des germes, tels que par exemple la rotation accélérée d'un sous-grain particulier, la coalescence de sous-grains adjacents ou la migration locale d'un joint de grains à l'intérieur d'un grain voisin. Ces germes apparaissent le plus souvent à proximité des joints de grains initiaux. Les nouveaux grains ainsi créés croissent alors au détriment des anciens grains écrouis, la migration des joints de grains

entraînant ainsi une diminution de l'énergie élastique du système. La contrainte d'écoulement passe alors par un maximum et la structure initiale déformée est rapidement remplacée par une structure recristallisée, ce qui empêche le déclenchement des processus plus lents de RDC et RDG.

C'est alors la recristallisation dynamique discontinue (RDD) qui définit l'évolution structurale du matériau. La suite du processus dépend du rapport entre la taille de grains initiale D_0 du matériau et la taille moyenne D_S des grains atteinte au régime stationnaire, celle-ci ne dépendant pour un matériau donné que de la température et de la vitesse de déformation imposées.

On distingue donc deux cas :

a) Si la recristallisation conduit à un affinement des grains (plus précisément, si $D_0 > 2\,D_s$), la recristallisation dynamique se produit "en collier" à partir des joints des grains initiaux déformés (Figure 2.27 a). Les nouveaux grains recristallisés envahissent progressivement les anciens à partir de leur périphérie, ce qui produit une décroissance de la contrainte d'écoulement. Cependant, les grains recristallisés se déforment sous l'action de la sollicitation imposée, de telle sorte que lorsque les grains initiaux ont entièrement disparu, l'état d'écrouissage du matériau est fortement hétérogène. La recristallisation dynamique va donc se poursuivre de manière non synchronisée, certaines zones du matériau se trouvant au stade de germination, et d'autres au stade de croissance-écrouissage des grains. Ceci se traduit par l'apparition d'une contrainte d'écoulement stationnaire après un maximum unique de la courbe $\sigma_0 - \bar{\varepsilon}$.

b) Si le processus conduit à un grossissement des grains (plus précisément si $D_0 < 2\,D_s$), la croissance des premiers grains recristallisés aux joints des grains initiaux déformés est rapidement limitée par leur interaction mutuelle (Figure 2.27 b). Ainsi, la première vague de recristallisation, qui se traduit par une première décroissance de la courbe contrainte-déformation, ne permet pas aux grains recristallisés d'atteindre leur taille stationnaire D_s. L'ensemble du matériau s'écrouit à nouveau de manière relativement homogène, jusqu'au déclenchement d'une deuxième vague de recristallisation accompagnée d'une deuxième décroissance de la courbe $\sigma_0 - \bar{\varepsilon}$, et ainsi de suite. La recristallisation dynamique se produit donc de manière synchronisée, ce qui se traduit par les oscillations successives de la contrainte d'écoulement. Finalement, le développement progressif d'hétérogénéités d'écrouissage dans le matériau conduit à l'amortissement des oscillations et à l'apparition d'une contrainte stationnaire.

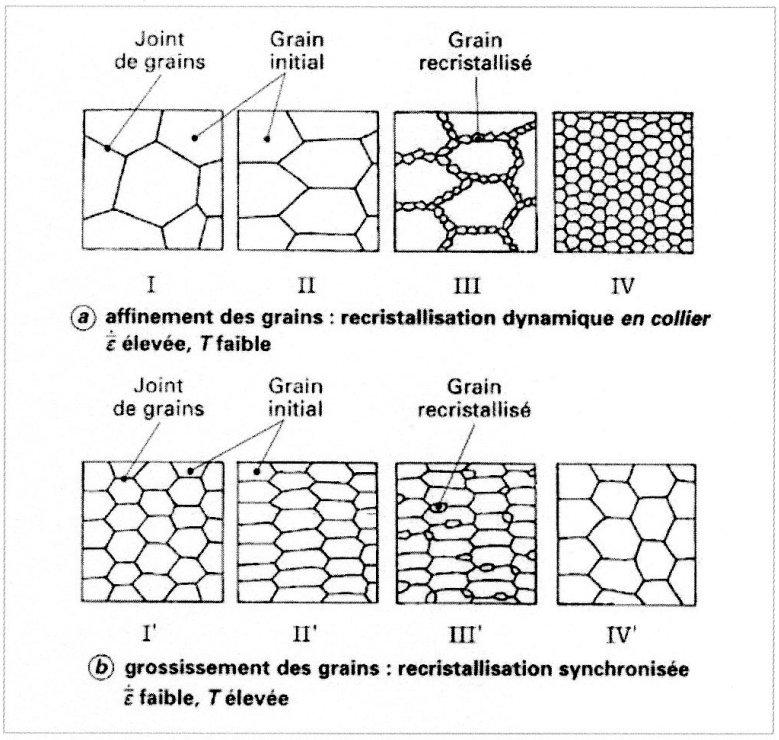


Figure 2.27 Modifications structurales subies au cours de la déformation à chaud dans le cas de la RDD [Montheillet]

Quelle que soit la nature de la phase transitoire, la microstructure est constituée au régime stationnaire d'un agrégat de grains à divers stade de leur existence : après germination, chacun d'entre eux croît au détriment de ses voisins, puis sa taille passe par un maximum ; le grain décroît alors au bénéfice de son voisinage, avant de disparaître. Les propriétés globales du matériau au régime stationnaire (contrainte d'écoulement, taille moyenne des grains, etc.) résultent de la moyenne des propriétés instantanées d'un grain à tous les stades de son existence.

De manière analogue aux sous-grains produits par la restauration dynamique ou aux cristallites issues de la RDC, la taille moyenne D_s des grains recristallisés au régime stationnaire augmente lorsque la vitesse de déformation diminue ou lorsque la température augmente. Il en résulte que, partant d'une taille initiale de grains D_0 constante, on observera une courbe à maxima multiples (grossissement des grains) aux faibles vitesses de déformation et aux températures élevées, correspondant à une contrainte d'écoulement faible. En revanche, on observera une courbe à maximum unique (affinement des grains) aux vitesses de déformation élevées et aux basses températures, correspondant à une contrainte d'écoulement élevée (Figure 2.28).

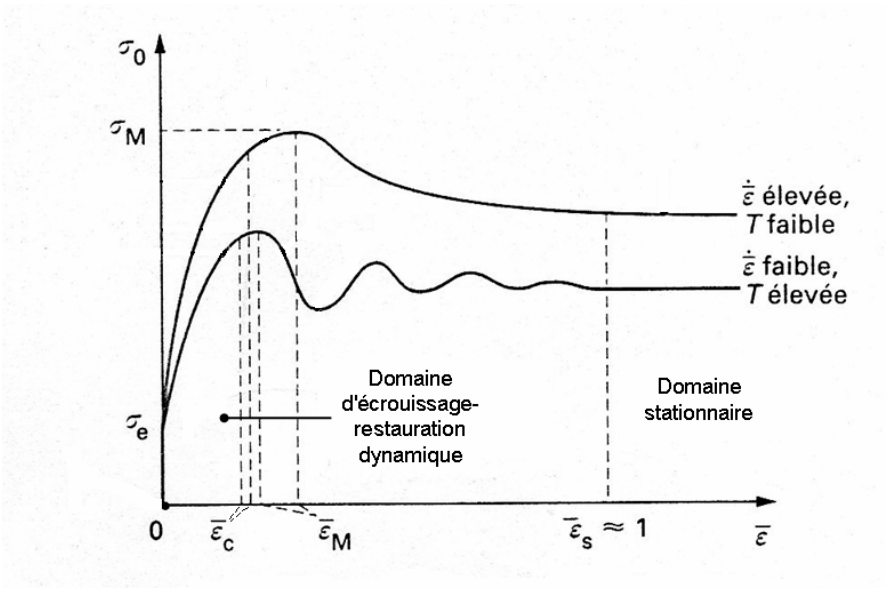


Figure 2.28 Courbes contrainte-déformation types rencontrées dans le cas d'un processus de RDD

Existence d'une transition RDC / RDD

La recristallisation dynamique discontinue a généralement lieu, comme nous l'avons vu, dans les matériaux à faible énergie de défaut d'empilement. Elle opère par germination et croissance de nouveaux grains, qui remplacent l'ancienne microstructure.

Dans certains cas, les mécanismes de RDD et de RDC peuvent se produire dans des matériaux de haute énergie de défaut d'empilement, en fonction de la température, de la vitesse de déformation ou de la pureté.

Certains auteurs comme Tanaka *et al.* [1999] ont mis en évidence l'apparition de la recristallisation dynamique discontinue dans de l'aluminium de haute pureté 5N (99,999%Al) déformé en compression. Les courbes contrainte-déformation obtenues présentent de fortes oscillations, typique de la RDD. Ces auteurs ont ensuite étudié l'effet de l'ajout de Si dans un monocristal [111] d'aluminium 5N. Pour le monocristal qui contient 2 ppm de Si, déformé en compression uniaxiale à 533K, on observe des oscillations de la contrainte au cours de la déformation alors que pour le monocristal contenant 25 ppm de Si déformé dans les même conditions, les oscillations disparaissent (Figure 2.29).

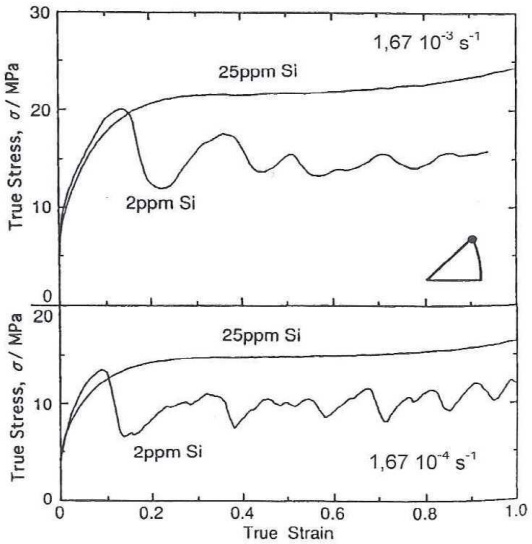


Figure 2.29 Effet de la teneur en Si sur la courbe contrainte-déformation d'un aluminium 5N, déformé en compression à 533K et à une vitesse de $1{,}67 \times 10^{-3}$ s^{-1} (en haut) ou $1{,}67 \times 10^{-4}$ s^{-1} (en bas) [Tanaka *et al.*, 1999]

Les mécanismes élémentaires contrôlant la recristallisation dynamique discontinue et la recristallisation dynamique continue sont les mêmes (écrouissage, restauration dynamique et migration des joints) mais les cinétiques sont différentes dans les deux cas.

La Figure 2.30 illustre les différents facteurs qui ralentissent l'activation de la recristallisation dynamique discontinue dans les matériaux à forte énergie de défaut d'empilement.

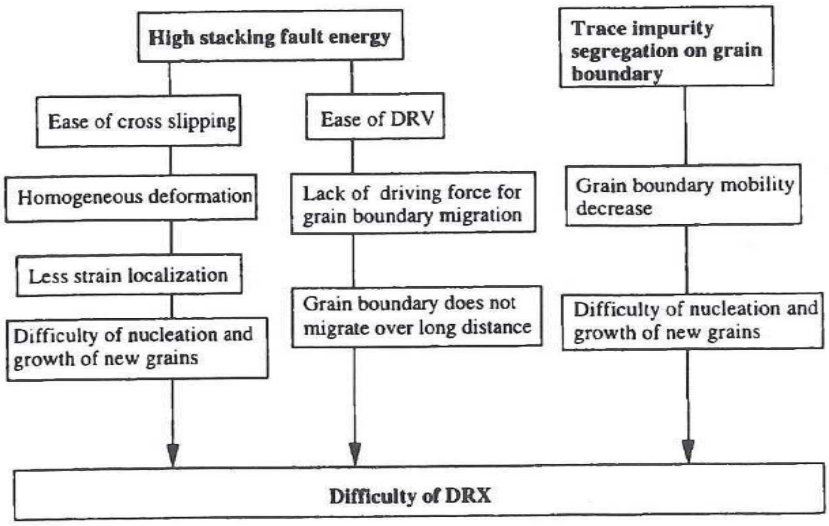


Figure 2.30 Corrélations entre les facteurs qui contrôlent la recristallisation dynamique discontinue [Tanaka *et al.*, 1999]

La facilité du glissement dévié favorise la restauration dynamique et une déformation homogène. L'uniformité de la déformation rend difficile la germination et la croissance de nouveaux grains. De plus, la restauration dynamique diminue la force motrice de migration des joints de grains. La très haute pureté quant à elle, entraîne une plus grande mobilité des joints. Dans ce cas, la recristallisation dynamique discontinue a lieu. Mais la ségrégation d'une faible teneur d'impuretés aux joints de grains réduit la mobilité de ceux-ci et il se produit alors de la recristallisation dynamique continue. Pour que la recristallisation dynamique discontinue ait lieu dans un matériau à forte énergie de défaut d'empilement, il faut donc atteindre une très grande pureté afin que la migration des joints devienne prépondérante par rapport à la restauration dynamique. Tanaka *et al.* traduisent ceci sous forme d'un diagramme (Figure 2.31) spécifiant les domaines dans lesquels se produisent la recristallisation dynamique discontinue (RDD) et la recristallisation dynamique continue (RDC).

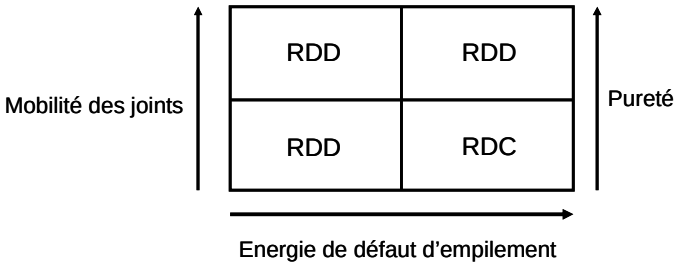


Figure 2.31 Domaines d'apparition de la recristallisation dynamique discontinue et de la recristallisation dynamique continue [d'après Tanaka *et al.*, 1999]

D'autres auteurs ont mis en évidence l'existence d'une compétition entre les deux mécanismes de déformation à chaud dans du fer α, des aciers bas carbone et des aciers inoxydables ferritiques.

Glover et Sellars [1973] montrèrent que dans le fer α de haute pureté déformé par torsion, dans un domaine de température compris entre 500°C et 880°C, l'évolution des microstructures est contrôlée par la restauration dynamique à toute déformation lorsque la valeur du paramètre de Zener Hollomon (Z) est plus grande qu'une valeur critique. En dessous de cette valeur critique, se produit de la recristallisation dynamique discontinue. Une déformation critique doit cependant être atteinte afin d'activer la RDD.
Les figures ci-dessous montrent des exemples de courbes contrainte-déformation obtenues à l'aide d'essais de torsion pour différentes températures et vitesses de déformation (Figure 2.32) et deux microstructures types (Figure 2.33).

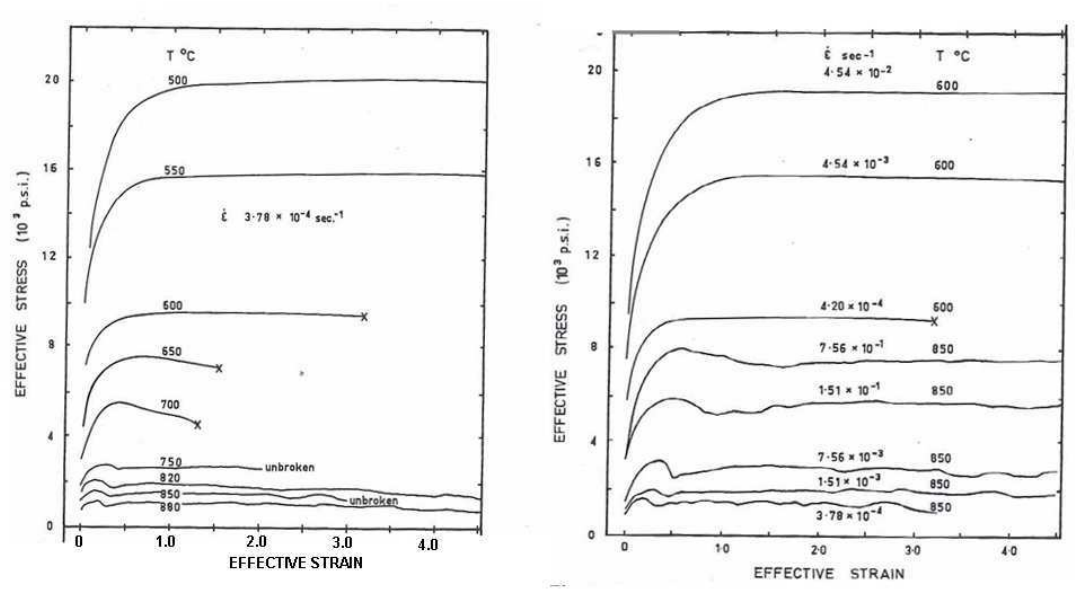
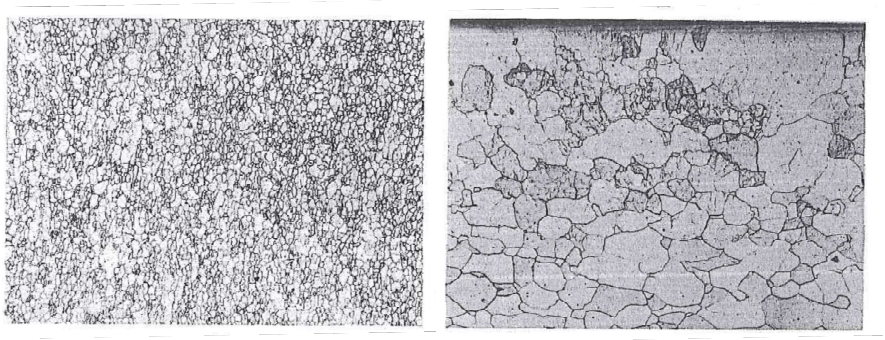


Figure 2.32 Courbes contrainte-déformation pour le fer α étudié déformé dans différentes conditions [Glover et Sellars, 1973]



T = 600°C – $V_{déf}$ = 4,54.10^{-3} s^{-1}
Z = 1,91 x 10^{14} s^{-1}
ε = 8,5
grandissement : x 170

T = 850°C – $V_{déf}$ = 7,56.10^{-3} s^{-1}
Z = 6,46 x 10^{10} s^{-1}
ε = 0,37
grandissement : x 28

Figure 2.33 Microstructures obtenues pour le fer α étudié déformé dans différentes conditions [Glover et Sellars, 1973]

Sur la Figure 2.32, les courbes contrainte-déformation présentent de fortes oscillations, typique de la RDD, pour les essais réalisés aux températures les plus élevées. Sur les microscopies optiques de la Figure 2.33, nous pouvons observer, dans la microstructure de gauche, la présence d'une sous-structure importante (Z élevé) signe d'une restauration dynamique alors que dans la microstructure de droite, nous pouvons observer des grains recristallisés vierges de sous-structure, signe de la recristallisation dynamique discontinue (Z faible). Les grandissements sont donnés à titre indicatif étant donné qu'il n'y a pas d'échelle sur les micrographies optiques.

Tsuji *et al.* [1997] ont travaillé sur un acier IF déformé en compression à 850°C, à des vitesses de déformation comprises entre 10^{-3} s^{-1} et 10 s^{-1} et à une déformation d'environ 0,8. Ils ont mis en évidence qu'il était possible, dans certaines conditions, d'avoir de la recristallisation dynamique discontinue. En plus des études précédentes, un microscope électronique à transmission (MET) a été utilisé afin de confirmer que les nouveaux grains recristallisés étaient bien séparés des autres grains par des angles de désorientation supérieurs à 15° (joints de grains) et non par des sous-joints. Ainsi, ils ont pu mettre en évidence qu'à des vitesses de déformation de 10 s^{-1} et 1 s^{-1} il ne se produisait que de la restauration dynamique alors qu'à des vitesses de déformation plus faibles (à partir de 10^{-1} s^{-1}), il se produisait de la recristallisation dynamique discontinue. On peut observer ci-dessous les distributions des désorientations obtenues à l'aide d'une analyse par MET pour deux vitesses de déformation différentes (Figure 2.34) :

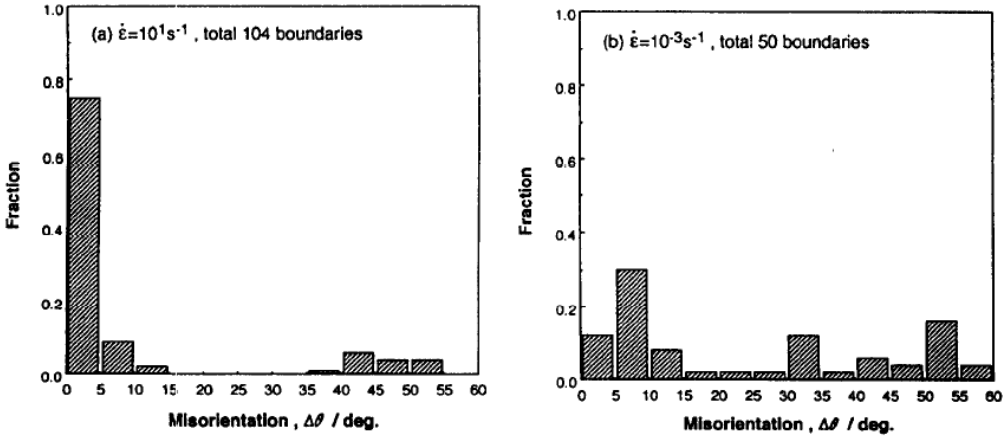


Figure 2.34 Distribution des angles de désorientation pour deux échantillons déformés à une température de 850°C jusqu'à une déformation de 0.8 pour une vitesse de 10 s^{-1} à gauche et 10^{-3} s^{-1} à droite [Tsuji *et al.*, 1997]

Sur la distribution des angles de désorientation de gauche, 86% des parois sont inférieures à 15° ce qui montre une présence très importante de sous-joints alors que sur celle de droite, 48% des parois sont des joints de grains. Ces résultats confirment l'activation de la recristallisation dynamique discontinue pour des vitesses de déformation faibles.

Plusieurs laboratoires japonais ont travaillé sur des aciers bas carbone et l'activation de la recristallisation dynamique discontinue a aussi été mise en évidence dans certaines conditions. Murty *et al*. [2005a, 2005b, 2007] ont ainsi étudié l'effet des paramètres de déformation en utilisant notamment, comme méthode d'analyse, la technique de diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD).

Murty *et al*. [2007] ont confirmé les résultats précédents : pour des valeurs de Z élevées, seule la restauration dynamique se produit alors que pour des valeurs de Z faibles, la recristallisation dynamique discontinue intervient. On peut observer ci-dessous les résultats qu'ils ont obtenus après déformation par compression à une vitesse de 0.01 s^{-1} et des températures comprises entre 723 K et 1073K pour un acier ultra bas carbone (Figure 2.35 et Figure 2.36).

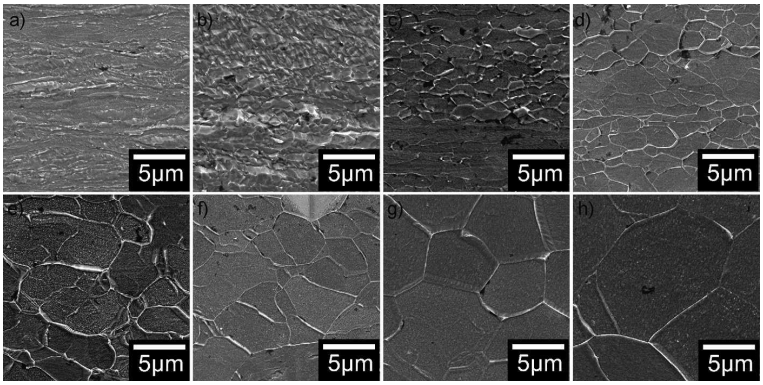


Figure 2.35 Microstructures des échantillons déformés à une vitesse de 0.01 s^{-1} et à une température de (a) 723K, (b) 773K, (c) 823K, (d) 873K, (e) 923K, (f) 973K, (g) 1023K et (h) 1073K observés à une déformation de 4 [Murty *et al*., 2007]

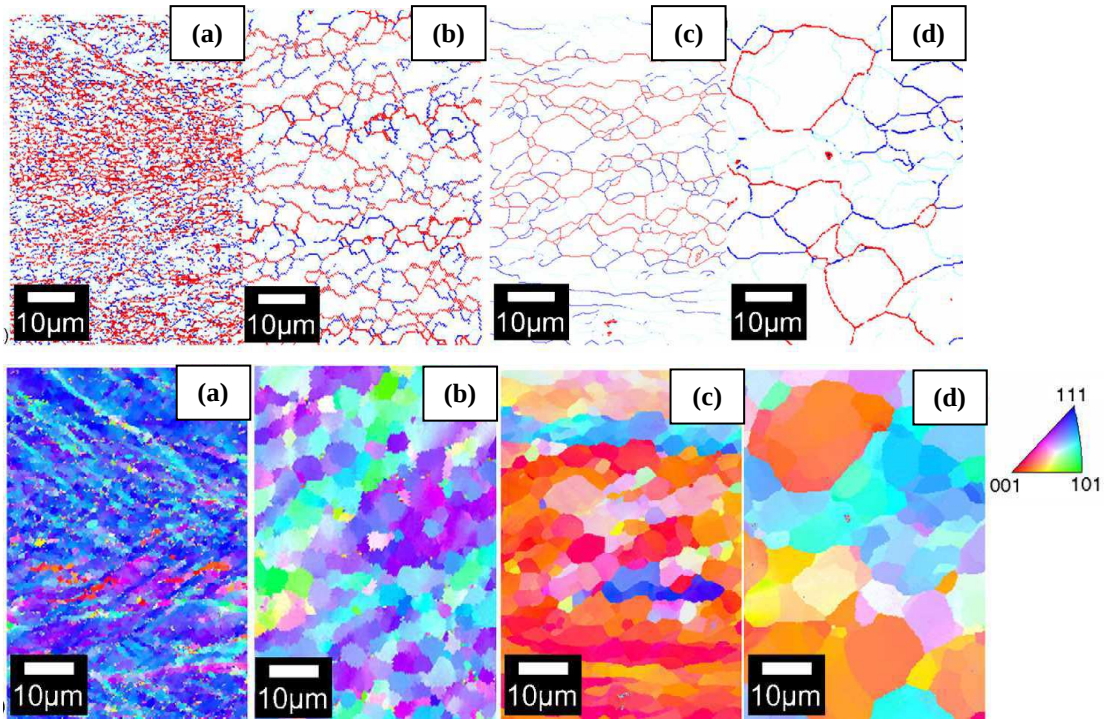
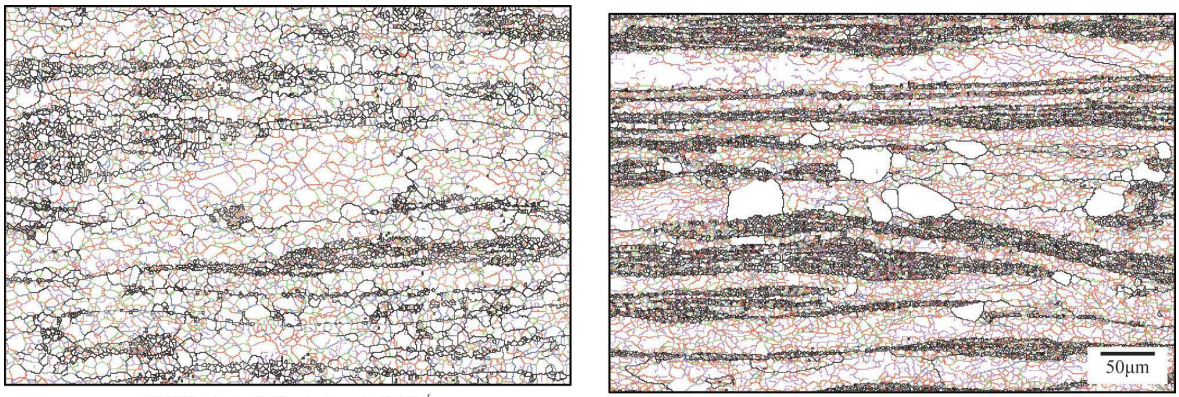


Figure 2.36 Echantillons déformés à 0.01s^{-1}, à ε = 4 et à 773K (a), 873K (b), 923K (c), 1023K (d)
En haut : cartographies EBSD représentant les sous-joints (en bleu) et les joints de grains (en rouge)
En bas : figures de pôles inverses selon la direction normale ND
[Murty *et al*., 2007]

Sur la Figure 2.35, nous pouvons observer qu'à des températures de 723K et 773K, les grains sont allongés (de forme pancake) alors que pour les températures supérieures (à partir de 823K), les grains sont de forme équiaxe avec des frontières bien nettes. Les résultats de la Figure 2.36 confirment le fait que les grains équiaxes sont bien séparés des autres grains par des joints de grains. La même série d'essais réalisée à une vitesse de $1s^{-1}$ montre que l'apparition de grains équiaxes se produit à des températures plus élevées (au dessus de 873K). On observe donc bien que la recristallisation dynamique discontinue se produit plus facilement pour des valeurs de Z faibles.

Kang et Torizuka [2007] ont eux aussi étudié, par compression plane, l'évolution des microstructures d'un acier ultra bas carbone en fonction des conditions de déformation mais à des vitesses plus élevées ($10s^{-1}$ et $30s^{-1}$). Pour des températures comprises entre 923K et 1123K, ils ont observé la présence de grains équiaxes synonymes de recristallisation dynamique discontinue.

Hinton et Beynon [2007] ont étudié l'évolution de la microstructure d'un acier inoxydable ferritique AISI430 en compression plane à une déformation de 0.62, une température de 960°C et à deux vitesses de déformation différentes : 0.16 s^{-1} et 16 s^{-1}. On peut observer ci-dessous les résultats obtenus (Figure 2.37) :



960°C, strain 0.62, strain rate 0.16s^{-1} *960°C, strain 0.62, strain rate 16s^{-1}*

Figure 2.37 Cartographies EBSD montrant l'effet de la vitesse de déformation sur la microstructure
Désorientations : en noir : > 15°, en gris : >10°, en bleu : >7.5°, en vert : >5°, en rouge : >2.5°, en violet : >1°
[Hinton et Beynon, 2007]

A la vitesse de déformation la plus faible, les sous grains sont mieux définis et on observe une présence plus importante de sous-joints de désorientation comprise entre 5° et 14° que pour l'essai réalisé à la vitesse la plus élevée. Ceci se vérifie sur la distribution des angles de désorientation (Figure 2.38) :

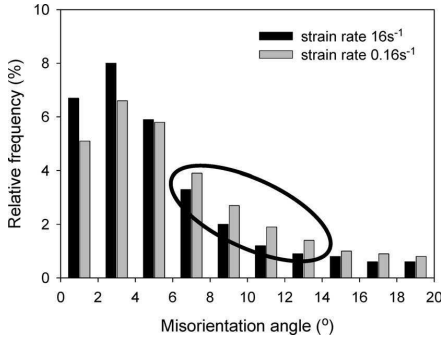


Figure 2.38 Distribution des angles de désorientation pour les deux essais réalisés (L'angle de détection minimale est de 1°) [Hinton et Beynon, 2007]

Ceci est interprété par le fait qu'à une vitesse de déformation faible, le temps de l'essai, étant plus long, permet l'activation de la recristallisation dynamique continue.

D'après l'analyse des microstructures et des courbes contrainte-déformation (pas d'oscillations), les auteurs interprètent les microstructures obtenues aux vitesses de déformation élevées comme étant le signe d'un mécanisme de recristallisation statique. En effet, la restauration dynamique n'est plus aussi efficace et une importante énergie est stockée dans le matériau, permettant la recristallisation statique. La Figure 2.39 illustre la synthèse des résultats obtenus par les auteurs :

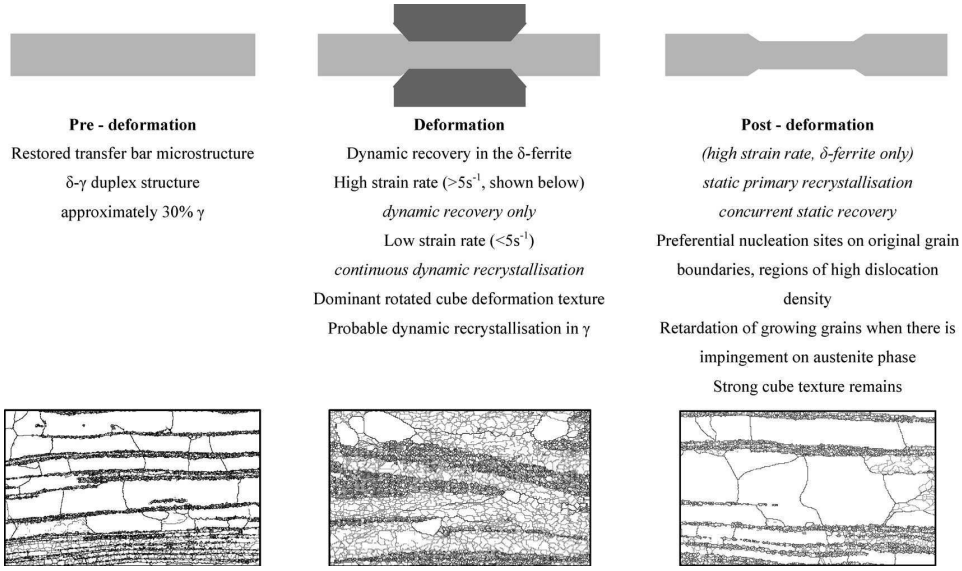


Figure 2.39 Synthèse des résultats concernant les mécanismes de recristallisation de l'acier inoxydable AISI430 [Hinton et Beynon, 2007]

Aux vitesses de déformation faibles (inférieures à 5 s^{-1}) se produit de la recristallisation dynamique continue alors qu'aux vitesses de déformation élevées (supérieures à 5 s^{-1}) se produit de la restauration dynamique suivie d'un mécanisme recristallisation statique.

2.3.1.4 Evolution structurale après déformation à chaud

Les structures résultant des processus de restauration dynamique et de recristallisation dynamique continue ou discontinue ne sont pas stables. Durant le refroidissement final, ou bien entre les passes dans les procédés multipasses, elles se transforment donc de manière statique, c'est-à-dire en l'absence de vitesse de déformation imposée. L'évolution de la microstructure peut s'accompagner d'une modification de la texture cristallographique en favorisant le développement de grains d'orientations particulières.

Oliveira [2003] a étudié des aciers inoxydables ferritiques stabilisés (Fe-11%Cr-Ti, Fe-11%Cr-Ti-Nb et Fe-11%Cr-Nb). Ces aciers, à forte énergie de défaut d'empilement, donnent lieu à un mécanisme de recristallisation dynamique continue. Oliveira [2003] a effectué des essais de maintien en température après des essais de torsion pour évaluer la stabilité de la microstructure. La Figure 2.40, la Figure 2.41 et la Figure 2.42 illustrent les résultats qu'il a obtenu pour l'acier Fe-11%Cr-Ti déformé à 900°C, à une vitesse de $1s^{-1}$ et à une déformation de 20 pour différents temps de maintien en température :

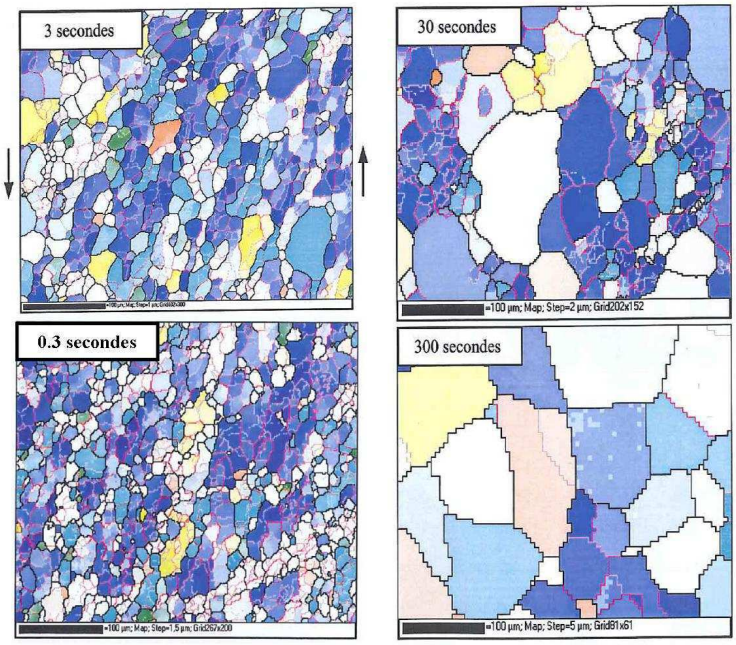
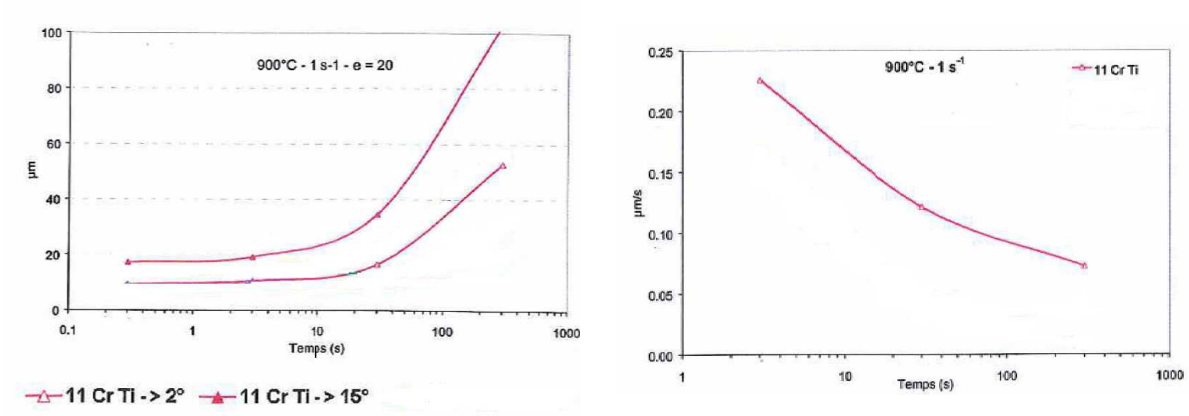


Figure 2.40 Cartographies EBSD de l'acier Fe-11%Cr-Ti déformé à 900°C, $1s^{-1}$ et $\varepsilon = 20$ après différents temps de maintien en température

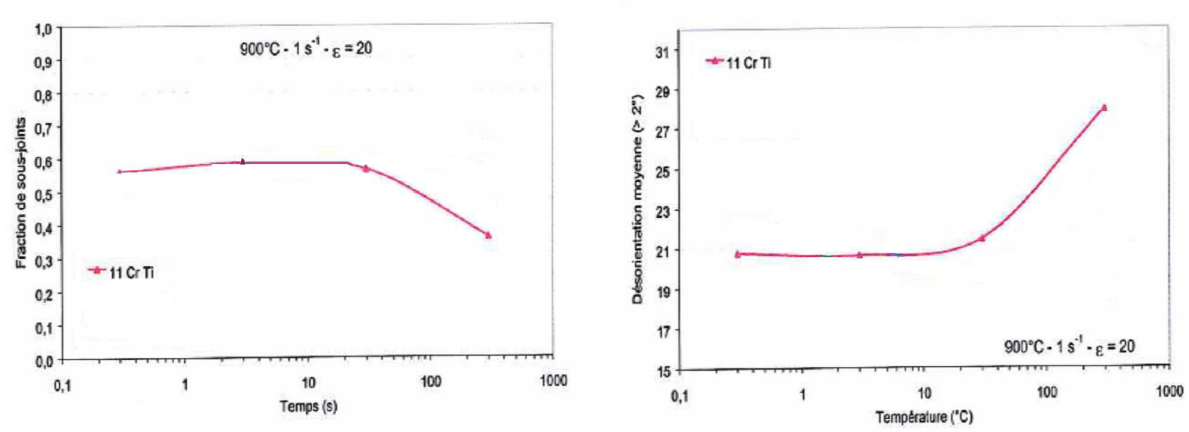
Après les différents temps de maintien en température, les microstructures évoluent de manière significative. Une croissance importante des cristallites et des grains est observée. Les vitesses de migration des joints des cristallites se situent entre 0.22 µm/s durant les premières seconde du maintien et diminuent à environ 0.07 µm/s pour les temps de maintien important.



a. Taille des grains et des cristallites b. Vitesse de migration des joints des cristallites

Figure 2.41 Caractérisation de l'évolution des microstructures de l'acier Fe-11%Cr-Ti déformé à 900°C, $1s^{-1}$ et ε = 20 après différents temps de maintien en température

La proportion de sous-joint et la désorientation moyenne des interfaces évoluent aussi avec le temps de maintien en température (Figure 2.42). Il se produit une diminution de la fraction de sous-joints et une augmentation de la désorientation moyenne des interfaces à partir d'un temps de maintien en température de 30 secondes.



a. b.

Figure 2.42 Evolutions de la fraction de sous-joints (a) et de la désorientation moyenne des interfaces (b) en fonction du temps de maintien en température

2.3.2 Rhéologie

Nous allons définir ici toutes les grandeurs rhéologiques qui seront déterminées par la suite.

2.3.2.1 Loi pseudoplastique

A partir des courbes contrainte-déformation, il sera vérifié que le matériau obéit à la loi pseudoplastique classique suivante :

$$\sigma = K \cdot Z^m = K \cdot \dot{\varepsilon}^m \cdot \exp\left(\frac{m \cdot Q}{R \cdot T}\right)$$

Où K est une constante

Z est le paramètre de Zener-Hollomon, $Z = \dot{\varepsilon} \cdot \exp\left(\frac{Q}{R \cdot T}\right)$

$\dot{\varepsilon}$ est la vitesse de déformation équivalente (s^{-1})

m est le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation

Q est le coefficient de sensibilité à la température ou énergie d'activation apparente ($J.mol^{-1}$)

R est la constante universelle des gaz, $R = 8.314\ J.mol^{-1}.K^{-1}$

T est la température (K)

2.3.2.2 Paramètres macroscopiques

Le paramètre m correspondant à la sensibilité à la vitesse de déformation a pour expression :

$$m = \left.\frac{\partial \ln\sigma}{\partial \ln\dot{\varepsilon}}\right|_{T,\varepsilon}$$

Il caractérise la dépendance de la contrainte d'écoulement vis-à-vis de la vitesse de déformation à une température donnée. Il est déterminé expérimentalement à un taux de déformation donné.

Le paramètre Q correspondant à la sensibilité à la température ou énergie d'activation apparente a pour expression :

$$Q = \frac{R}{m} \cdot \left. \frac{\partial \ \ln \sigma}{\partial \ 1/T} \right|_{\dot{\varepsilon}, \varepsilon}$$

Il caractérise la dépendance de la contrainte vis-à-vis de la température à une vitesse de déformation donnée. Il est déterminé expérimentalement à un taux de déformation donné.

2.3.2.3 Paramètres microscopiques

A partir des courbes contrainte-déformation, il est aussi possible de déduire des coefficients de restauration noté r (recovery) et d'écrouissage noté h (hardening) qui permettent d'évaluer quelle est la part respective de ces mécanismes lors de la déformation.

Pour cela, on utilise des lois de comportement physiques décrivant l'évolution de la densité de dislocations en fonction de la déformation :

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = \frac{d\rho^{+}}{d\varepsilon} - \frac{d\rho^{-}}{d\varepsilon}$$

Le terme $\frac{d\rho^{+}}{d\varepsilon}$ correspond à la création de dislocations (écrouissage).

Le terme $\frac{d\rho^{-}}{d\varepsilon}$ correspond à l'élimination de dislocations (restauration).

La contrainte d'écoulement est reliée à la densité de dislocations par la relation classique suivante [Basinski, 1959] [Sandström et Lagneborg, 1975]

$$\sigma = \alpha \cdot \mu \cdot b \cdot \sqrt{\rho} \qquad 2\text{-}1$$

avec α : constante proche de l'unité (sans dimension)
μ : module de cisaillement élastique (Pa)
b : module du vecteur de Burgers (m)

Le module de cisaillement élastique μ varie avec la température. L'expression du module de cisaillement élastique du fer pur en fonction de la température est donnée par Frost et Ashby [1982] :

$$\mu(T) = \mu_0 \cdot \left(1 + \frac{T - 300}{T_M} \cdot \frac{T_M \cdot d\mu}{\mu_0 \cdot dT}\right) \qquad 2\text{-}2$$

avec $\mu_0 = 6{,}4.10^4$ MPa (à 300 K)

$T_M = 1810$ K

$\frac{T_M \cdot d\mu}{\mu_0 \cdot dT} = -0{,}81$

Le vecteur de Burgers pour une structure cubique centrée a pour expression : $\vec{b} = \frac{a}{2} \cdot \langle 111 \rangle$

Le module du vecteur de Burgers pour un acier Fe-8%Al a donc pour valeur : $b = 2{,}5.10^{-10}$ m

Plusieurs lois de comportement physiques ont été élaborées. Les plus souvent utilisées sont celles proposées par Estrin et Mecking [1984] et par Laasraoui et Jonas [1991]. Ces lois d'écrouissage-restauration dynamique permettent de décrire le comportement à chaud du métal, de la limite d'élasticité, jusqu'au début du domaine où la recristallisation dynamique (RDC ou RDD) devient active.

Le modèle de Estrin et Mecking utilise la relation microscopique suivante :

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = h \cdot \sqrt{\rho} - r \cdot \rho \qquad 2\text{-}3$$

avec h : paramètre caractérisant l'écrouissage (m^{-1})

r : paramètre caractérisant la cinétique de restauration dynamique (sans dimension)

Après intégration de l'équation 2-3 et utilisation de la relation 2-1, on déduit la loi de comportement macroscopique suivante :

$$\sigma = \sigma_s - (\sigma_s - \sigma_e) \cdot \exp\left[-\frac{r}{2} \cdot (\varepsilon - \varepsilon_e)\right] \qquad 2\text{-}4$$

avec σ_e : limite d'élasticité $\sigma_e = \alpha \cdot \mu \cdot b \cdot \sqrt{\rho_0}$

σ_s : contrainte d'écoulement en régime stationnaire $\sigma_s = \alpha \cdot \mu \cdot b \cdot \frac{h}{r}$

Le modèle de Laasraoui et Jonas utilise la relation microscopique suivante :

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = h - r \cdot \rho \qquad 2\text{-}5$$

avec h : paramètre caractérisant l'écrouissage (m^{-2})
r : paramètre caractérisant la cinétique de restauration dynamique (sans dimension)

Après intégration de l'équation 2-5 et utilisation de la relation 2-1, on en déduit la loi de comportement macroscopique suivante :

$$\sigma = \left[\sigma_s^2 - \left(\sigma_s^2 - \sigma_e^2\right) \cdot \exp\left[-r\left(\varepsilon - \varepsilon_e\right)\right]\right]^{1/2} \qquad 2\text{-}6$$

avec σ_e : limite d'élasticité $\sigma_e = \alpha \cdot \mu \cdot b \cdot \sqrt{\rho_0}$

σ_s : contrainte d'écoulement en régime stationnaire $\sigma_s = \alpha \cdot \mu \cdot b \cdot \sqrt{\frac{h}{r}}$

Laasraoui et Jonas montrent que les variations de h avec la vitesse de déformation sont négligeables et que ses variations avec la température sont principalement attribuées à la dépendance en température du module de cisaillement élastique μ. Après correction, ils constatent que h ne dépend pas des conditions de déformation.
En ce qui concerne la restauration dynamique, les mêmes auteurs montrent que le paramètre r est sensible à la température, à la vitesse de déformation et à la taille de grain initiale.

Les résultats concernant les valeurs de r et de h montrent une forte dispersion, en raison de la difficulté de déterminer expérimentalement chaque paramètre. Toutes les interprétations physiques liées aux variations de r et de h doivent, par conséquent, être considérées avec précaution.

Dans la présente étude, la relation microscopique utilisée pour la détermination des coefficients h et r est celle proposée par Laasraoui et Jonas. Ce choix est arbitraire. Néanmoins, cette relation est utilisée afin de pouvoir comparer les résultats obtenus avec d’autres travaux portant sur des alliages analogues.

2.3.3 Texture

On appelle texture l'existence d'orientations cristallographiques préférentielles des grains. L'étude des changements des orientations préférentielles pendant la recristallisation est primordiale étant donné que leur contrôle peut permettre de réduire les phénomènes de roping apparaissant lors des étapes de mise en forme à froid.

2.3.3.1 Texture de torsion

Baczynski et Jonas [1996] ont étudié la recristallisation dynamique d'alliages cubiques centrés (fer α et deux aciers IF) déformés à chaud par torsion (cisaillement).
Les principales orientations idéales en termes de plan de cisaillement et de direction de cisaillement et aussi en termes d'angles d'Euler (φ_1 ; Φ ; φ_2), selon la convention de Bunge [Baczynski et Jonas, 1996] sont données dans le Tableau 2.3. La figure de pôles {110} représentant ces orientations idéales est donnée en Figure 2.43. Ces orientations se situent sur deux fibres : la fibre {110}<uvw> qui est obtenue par la rotation d'une direction <110> parallèle à l'axe z, et la fibre {hkl}<111> qui correspond à la rotation autour d'une direction <111> parallèle à l'axe θ.
Pour conserver la symétrie de l'essai de torsion (symétrie monoclinique), certaines orientations idéales comme E1/E2 et J1/J2 doivent apparaître par paires. Elles sont appelées symétriques d'ordre deux. Les orientations D1, D2 et F sont quant à elles déjà symétriques par rapport à l'axe r (le centre de la figure de pôle) et peuvent alors être présentes sans orientations complémentaires. Elles sont appelées auto-symétriques.

orientations	plan de cisaillement rθ	direction de cisaillement θ	φ1	Φ	φ2
D1	$\{11\bar{2}\}$	$<111>$	125.3	45.0	0.0
D2	$\{\bar{1}\bar{1}2\}$	$<111>$	54.7	45.0	0.0
E1	$\{01\bar{1}\}$	$<111>$	39.2	65.9	26.6
E2	$\{0\bar{1}1\}$	$<111>$	90.0	35.3	45.0
F	$\{110\}$	$<001>$	180.0	45.0	0.0
J1	$\{0\bar{1}1\}$	$<\bar{2}11>$	30.0	54.7	45.0
J2	$\{1\bar{1}0\}$	$<\bar{1}\bar{1}2>$	90.0	54.7	45.0

Tableau 2.3 Les principales orientations idéales rencontrées lors d'un essai de torsion

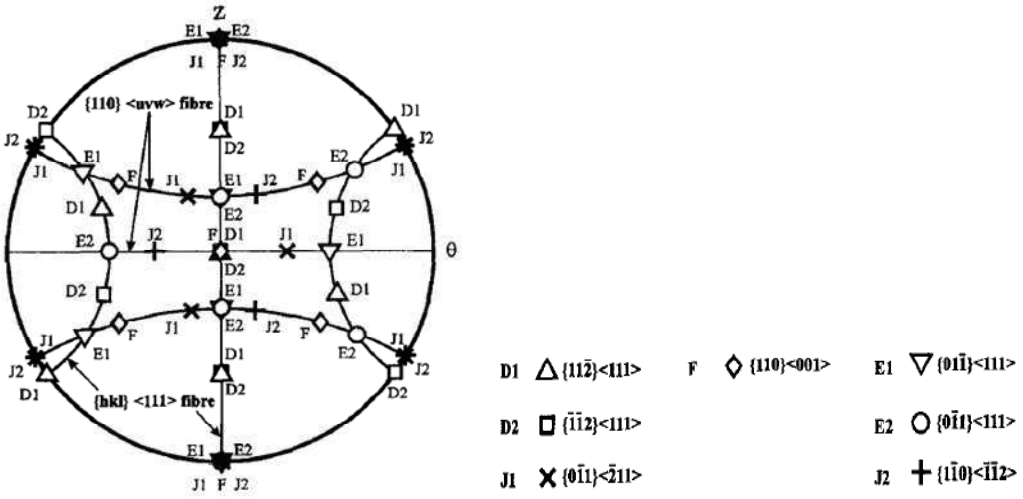


Figure 2.43 Figure de pôles {110} représentant les orientations idéales observées durant un essai de torsion [Baczynski et Jonas, 1996]

Dans le cas d'un cisaillement négatif, l'orientation la plus intense au domaine stationnaire pour un matériau cubique centré est l'orientation D2 $\{\bar{1}\bar{1}2\}<111>$ [Montheillet *et al.*, 1984] [Baczynski et Jonas, 1996] [Baczynski *et al.*, 1998] [Oliveira, 2003] [Oliveira *et al.*, 2004] [Lim, 2008].

Il est intéressant de noter que des résultats symétriques sont obtenus lors d'un cisaillement positif c'est-à-dire que D1 devient l'orientation la plus intense [Oliveira, 2003].

La prédominance de D1 ou de D2 en fonction du sens de cisaillement est un phénomène qui reste encore mal compris.

2.3.3.2 Texture de laminage

Les deux principales fibres rencontrées dans les aciers ferritiques sont (Figure 2.44) :

- La fibre α définie par {hkl} <110> ou encore en terme d'angles d'Euler (0°, Φ, 45°)

Les directions <110> sont parallèles à la direction de laminage DL.

- La fibre γ définie par {111} <uvw> ou encore (φ_1, 55°, 45°)

Les directions <111> sont parallèles à la direction normale DN.

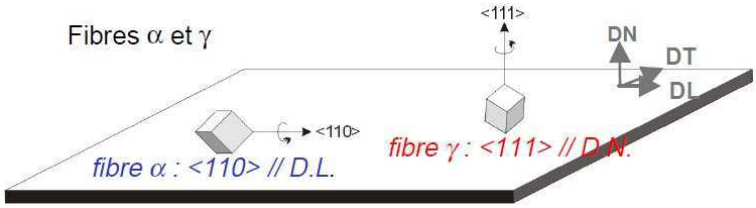


Figure 2.44 Les deux principales fibres rencontrées dans les aciers ferritiques

Afin de décrire les principales orientations idéales, nous utiliserons la nomenclature adoptée par Samajdar *et al.* [1998] (Tableau 2.4).

orientations	φ1	Φ	φ2
H	0	0	45
E1	0	55	45
E2	60	55	45
F1	30	55	45
F2	90	55	45
I	0	35	45

Tableau 2.4 Les principales orientations idéales rencontrées lors du laminage

Ces orientations sont caractérisées par la même valeur de φ_2. Il est donc commode de représenter les textures des aciers ferritiques par des iso-ODF dans une coupe de l'espace d'Euler à $\varphi_2 = 45°$ (Figure 2.45).

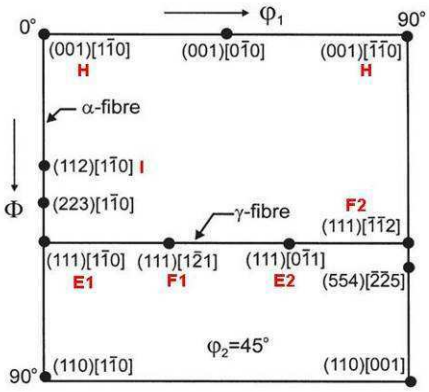


Figure 2.45 Orientations préférentielles représentées dans la coupe de l'espace d'Euler à $\varphi_2 = 45°$ d'après [Humphreys et Hatherly, 2004]

2.4 Synthèse

2.4.1 Composition des alliages industriels étudiés

Il est intéressant de noter que l'aluminium est un élément alphagène et le manganèse un élément gammagène.
Le premier alliage qui sera étudié est un acier ferritique à toute température Fe-8%Al.
Les 8% en poids d'aluminium permettent d'abaisser la densité d'environ 10% par rapport aux aciers rencontrés classiquement c'est-à-dire d'avoir une densité aux alentours de 7g/cm^3.
Le deuxième alliage qui sera étudié est un acier multiphasé Fe-8%Al-5%Mn-0.2%C.
Comme pour le cas précédent, les 8% d'aluminium permettent d'abaisser la densité d'environ 10%. Comme nous ne souhaitons pas avoir des structures à matrice austénitique, il est nécessaire de rester en dessous de 15% en manganèse. Avec 5% de manganèse, nous obtenons des structures à matrice ferritique possédant de l'austénite et des phases kappa. Les caractéristiques mécaniques sont intéressantes (une résistance mécanique comprise entre 650 et 700MPa et un allongement compris entre 10 et 15%).

2.4.2 Mécanismes de déformation à chaud

Les alliages industriels étudiés sont des aciers ferritiques qui possèdent, par conséquent, une structure cubique centrée. Ce sont donc des matériaux à forte énergie de défaut d'empilement. Généralement ces alliages subissent un processus de recristallisation dynamique continue (RDC) et de recristallisation dynamique géométrique (RDG). Cependant, d'après cette étude bibliographique, il a été montré que plusieurs mécanismes de déformation à chaud étaient possibles en fonction des conditions de déformation. Il sera donc important, dans notre étude, de balayer une large plage en termes de vitesses de déformation et de températures afin de mettre en évidence les mécanismes de déformation qui se produisent dans ces nuances.
Des alliages modèles de haute pureté Fe-8%Al, Fe-15%Al et Fe-8%Al-20ppmC ont été fabriqués à l'Ecole des Mines de Saint-Etienne afin d'étudier les effets spécifiques de l'aluminium et du carbone en solution solide. De plus, ces alliages modèles, possédant une grande mobilité des joints de grains, ont permis d'observer un mécanisme de recristallisation dynamique discontinue.

Chapitre III

Procédure expérimentale

3 Procédure expérimentale

3.1 Matériaux étudiés

L'étude porte sur deux aciers "industriels" fournis par ArcelorMittal :

- un acier ferritique Fe-8%Al (2 coulées : AM0222 et 2127)
- un acier multiphasé Fe-8%Al-5%Mn-0.2%C (coulée 1982).

De plus, afin de pouvoir étudier les effets spécifiques de l'aluminium et du carbone en solution solide, trois alliages de haute pureté dits modèles ont été fabriqués à l'Ecole des Mines de Saint-Etienne :

- un acier Fe-8%Al
- un acier Fe-8%Al-20ppmC
- un acier Fe-15%Al

3.1.1 Alliage industriel Fe-8%Al

3.1.1.1 Coulée AM0222

<u>Laminage</u>

Le lingot de Fe-8%Al (AM0222) a été laminé en 3 passes (Tableau 3.1) :

passe	température (℃)	épaisseur (mm)	réduction (%)	déformation ($\bar{\varepsilon}$)
		137		
1	1200	110	19.7	0.25
2	1160	85	22.7	0.30
3	1115	58	31.8	0.44

Tableau 3.1 Les différentes passes de laminage imposées au matériau Fe-8%Al AM0222

La déformation cumulée est égale à 1.

Composition chimique du matériau

La composition chimique de l'alliage industriel Fe-8%Al (AM0222) est donnée dans le Tableau 3.2 :

composition	Al	Mn	C	Ti	S	Si	Cr	P
10^{-3} % poids	8150	100	8.6	62	0.6	64	14	7

Tableau 3.2 Composition chimique de l'alliage Fe-8%Al AM0222 étudié en millièmes de pourcent en poids

3.1.1.2 Coulée 2127

Laminage

Le lingot de Fe-8%Al (2127) a été laminé en 5 passes (Tableau 3.3) :

passe	température (℃)	épaisseur (mm)	réduction (%)	déformation ($\bar{\varepsilon}$)
		60		
1	≈ 1130	43	28.3	0.39
2	1100	26	39.5	0.58
3	1090	15	42.3	0.64
4	1045	7,9	47.3	0.74
5	1005	5	36.7	0.53

Tableau 3.3 Les différentes passes de laminage imposées au matériau Fe-8%Al 2127

La déformation cumulée est égale à 2,9.

Composition chimique du matériau

La composition chimique de l'alliage industriel Fe-8%Al (2127) est donnée dans le Tableau 3.4 :

composition	Al	Mn	C	Ti	S	N
10^{-3} % poids	8130	115	7	50	0.7	1

Tableau 3.4 Composition chimique de l'alliage Fe-8%Al 2127 étudié en millièmes de pourcent en poids

Les deux alliages industriels Fe-8%Al, de compositions chimiques voisines, n'ont pas subi le même chemin de déformation. L'alliage Fe-8%Al 2127 a été laminé en 5 passes avec une réduction par passe plus importante. Sa déformation cumulée est trois fois plus importante que pour l'alliage Fe-8%Al AM0222. Les microstructures de ces deux alliages seront très certainement différentes.

3.1.2 Alliage industriel Fe-8%Al-5%Mn-0.2%C (coulée 1982)

Laminage

Le lingot de Fe-8%Al-5%Mn-0.2%C a été laminé en 3 passes (Tableau 3.5)

passe	température (℃)	épaisseur (mm)	réduction (%)	déformation ($\bar{\varepsilon}$)
		60		
1	1200	43	28.3	0.38
2	1140	26	39.5	0.58
3	1125	14	46.2	0.71

Tableau 3.5 Les différentes passes de laminage imposées au matériau Fe-8%Al-5%Mn-0.2%C

La déformation cumulée est égale à 1,68.

Composition chimique du matériau

La composition chimique de l'alliage industriel Fe-8%Al-5%Mn-0.2%C est donnée dans le Tableau 3.6 :

composition	Al	Mn	C	Ti	Si	S	P	N
10^{-3} % poids	7750	4570	195	?	245	1	6	3

Tableau 3.6 Composition chimique de l'alliage Fe-8%Al-5%Mn-0.2%C en millièmes de pourcent en poids

3.1.3 Alliages modèles

3.1.3.1 Fusion en nacelle d'argent

L'élaboration des trois alliages modèles a été effectuée à l'Ecole des Mines de Saint-Etienne par fusion en nacelle d'argent sous atmosphère contrôlée (Figure 3.1) :

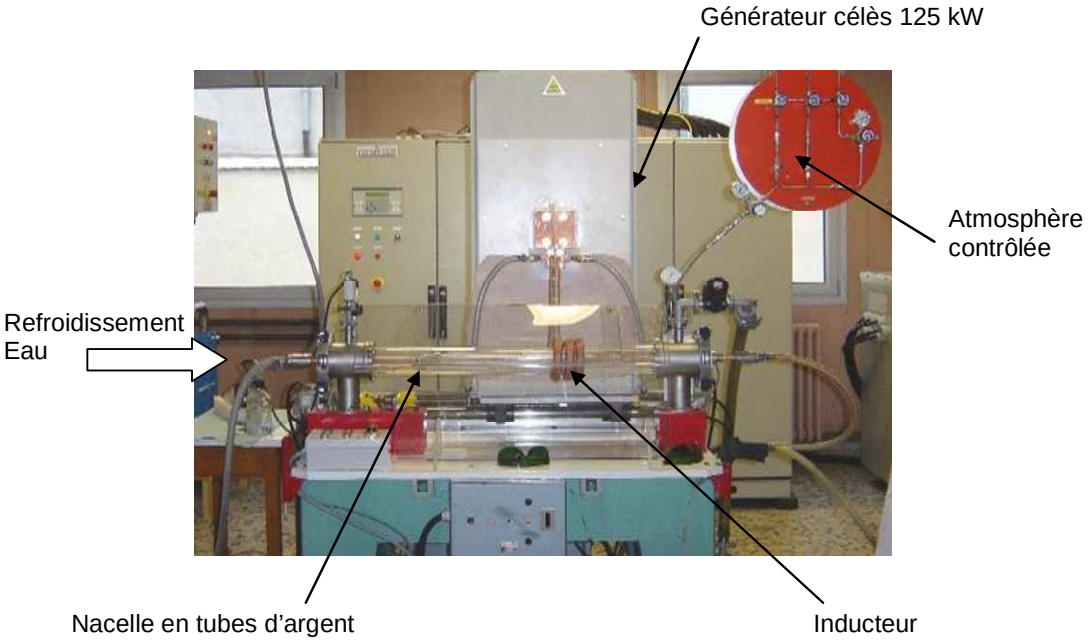


Figure 3.1 Dispositif permettant la fabrication d'alliages de haute pureté

L'élaboration se compose de deux étapes : la purification du fer puis l'introduction des éléments d'alliage. Le procédé de purification du fer nécessite six fusions successives. Les trois premières fusions permettent de décarburer le métal et sont réalisées sous argon. Les trois dernières fusions, sous hydrogène, servent à éliminer l'oxygène excédentaire. Le fer ainsi purifié possède une très faible teneur en impuretés. Les éléments d'alliage (aluminium, carbone) sont alors introduits en quantité voulue et plusieurs fusions d'homogénéisation sont ensuite effectuées pour obtenir le lingot final.

Cette technique permet d'obtenir des lingots d'environ 2kg avec des teneurs en soufre et azote inférieures à 5ppm et des teneurs en carbone et oxygène inférieures à 10ppm.

3.1.3.2 Mise en forme

Les lingots sont ensuite mis en forme à chaud par pilonnage et par martelage rotatif. Le produit obtenu est une barre cylindrique de diamètre 13mm environ.

3.1.3.3 Composition chimique des alliages modèles

La composition chimique de l'alliage modèle Fe-8%Al est donnée dans le Tableau 3.7 :

composition	Al	C	S	O	N
10^{-3} % poids	8200	0.6	0.2	0.7	0.1

Tableau 3.7 Composition chimique de l'alliage modèle Fe-8%Al en millièmes de pourcent en poids

La composition chimique de l'alliage modèle Fe-8%Al-20ppmC est donnée dans le Tableau 3.8 :

composition	Al	C	S	O	N
10^{-3} % poids	8300	2.4	0.1	0.7	0.1

Tableau 3.8 Composition chimique de l'alliage modèle Fe-8%Al-20ppmC en millièmes de pourcent en poids

La composition chimique de l'alliage modèle Fe-15%Al est donnée dans le Tableau 3.9 :

composition	Al	C	S	O	N
10^{-3} % poids	14950	1	0.2	1	0.1

Tableau 3.9 Composition chimique de l'alliage modèle Fe-15%Al en millièmes de pourcent en poids

3.2 Essais mécaniques

Il existe de nombreux procédés de mise en forme des métaux. Ils ont la particularité, d'une part, que les déformations plastiques peuvent atteindre de grandes amplitudes, d'autre part, qu'ils s'effectuent souvent à températures et à vitesses élevées. Si les gammes de températures utilisées pour la mise en forme des métaux sont relativement aisées à reproduire en laboratoire, la nature des procédés industriels et la taille des pièces induisent en général de forts gradients de température ainsi que de rapides variations de celle-ci au cours du temps (refroidissement dû aux pertes de chaleur dans les outils ou aux surfaces libres, ou inversement auto-échauffement associé à la déformation plastique).
Les deux modes de déformation utilisés dans cette étude afin de simuler le laminage sont la torsion et la compression plane.

3.2.1 Essais de torsion

3.2.1.1 Intérêt des essais de torsion [François] [Montheillet et Desrayaud]

Dans l'essai de torsion usuel, la longueur de l'échantillon est maintenue constante, de telle sorte que sa forme globale demeure inchangée (conservation du volume en plasticité). Cette particularité permet d'imposer de très grandes déformations à chaud (en théorie illimitées) au matériau, à condition toutefois que l'on puisse assurer l'uniformité et la constance de la température tout au long de l'essai afin d'éviter une localisation de la déformation. Ainsi, l'essai de torsion est bien approprié à l'étude des états stationnaires typiques des grandes déformations à chaud. En revanche, le caractère non uniforme du tenseur des vitesses de déformation implique un traitement mathématique et informatique des données expérimentales pour en extraire les courbes contrainte-déformation.

3.2.1.2 Conditions expérimentales

L'éprouvette de torsion (Figure 3.2), échantillon cylindrique (plein) de section circulaire de longueur utile L et de rayon R, est fixée à l'une de ses extrémités et entraînée à l'extrémité opposée à la vitesse angulaire $\dot{\Omega} = 2\pi \dot{N}$ (rad/s) où $\dot{N}$ désigne la vitesse de rotation imposée en tours par seconde. Le champ de vitesse en tout point est un cisaillement simple dans le repère cylindrique local (rθz).

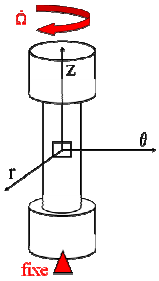


Figure 3.2 Représentation d'un essai de torsion

3.2.1.3 Analyse mécanique de l'essai de torsion [Montheillet et Desrayaud]

Afin de pouvoir simuler les opérations de laminage, il est préalablement nécessaire d'effectuer une étude cinématique afin de déterminer la déformation équivalente à la surface de l'éprouvette. De plus, pour pouvoir tracer les courbes contrainte-déformation, il est nécessaire de relier le couple de torsion enregistré lors de l'essai à la contrainte à la surface.
Ne seront donnés ici que les principaux résultats. Le détail des calculs est reporté en Annexe 7.1.

Etude cinématique

La déformation équivalente à la surface de l'éprouvette (r = R) a pour expression :

$$\bar{\varepsilon} = \frac{\Omega}{\sqrt{3}} \cdot \frac{R}{L} = \frac{2\pi N}{\sqrt{3}} \cdot \frac{R}{L} \qquad 3\text{-}1$$

avec Ω : angle de torsion imposé correspondant au nombre de tours $N = \frac{\Omega}{2\pi}$.

Ainsi, dans l'essai de torsion, la déformation équivalente varie linéairement de 0 sur l'axe de l'éprouvette à une valeur maximale à la surface de celle-ci (pour r = R).

Détermination de la contrainte d'écoulement

Fields et Backofen [1957] ont montré la possibilité de déduire du couple Γ (N.m), la valeur de la contrainte σ à la surface de l'éprouvette (r = R). Il sera ainsi possible de tracer les courbes contrainte-déformation.

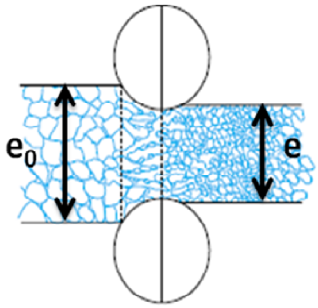
$$\sigma(R) = \frac{\sqrt{3}\Gamma}{2\pi R^3}\left(3 + \tilde{n} + \tilde{m}\right) \quad \text{avec} \quad \tilde{n} = \left.\frac{\partial \ln \Gamma}{\partial \ln N}\right|_{\dot{N}} \quad \text{et} \quad \tilde{m} = \left.\frac{\partial \ln \Gamma}{\partial \ln \dot{N}}\right|_{N} \qquad 3\text{-}2$$

Remarque :

Les formules (3-1) et (3-2) ne peuvent pas être directement appliquées aux valeurs trouvées en raison des discontinuités de la courbe dues au bruitage, qui empêchent de calculer correctement les dérivées. Il faut donc appliquer auparavant un lissage aux données. Pour cela, la courbe obtenue expérimentalement (couple-nombre de tours) est approchée par une fonction somme d'exponentielles. Cette fonction est ajustée en jouant sur les coefficients de façon à minimiser l'écart entre la courbe expérimentale bruitée et cette fonction. A partir de cette courbe lissée, $\tilde{n}$ peut être déterminé et ainsi σ peut être calculé. Pour $\tilde{m}$, une valeur égale à 0,18 (valeur rencontrée généralement) a été choisie. Compte tenu de sa faible influence sur la valeur de σ, cette valeur choisie est acceptable.

<u>Simulation du laminage</u> [François]

L'essai de torsion permet de simuler les opérations de laminage en s'arrangeant pour que les déformations plastiques équivalentes cumulées et leurs vitesses soient identiques.
La déformation plastique équivalente cumulée provoquée par le laminage est donnée par l'expression (Figure 3.3) :



$$\bar{\varepsilon} = \frac{2}{\sqrt{3}} \cdot \ln\left(\frac{e_0}{e}\right) \qquad 3\text{-}3$$

avec e_0 : épaisseur de la tôle à l'entrée
e : épaisseur à la sortie du laminoir

Figure 3.3 Schématisation d'une opération de laminage

La correspondance entre les déformations est donc assurée, selon les relations (3-1) et (3-3) si:

$$\pi \cdot N \cdot \frac{R}{L} = \ln\left(\frac{e_0}{e}\right)$$

La vitesse de l'essai peut également être choisie de manière à reproduire correctement la vitesse de déformation provoquée par le laminage.

3.2.1.4 Dispositif de torsion à chaud

Les essais de torsion à chaud ont été effectués sur la machine de torsion de l'Ecole des Mines de Saint-Etienne DELTA LAB NENE (Figure 3.4). Elle est constituée d'un arbre fixe vertical relié au capteur de couple et d'un arbre mobile qui entraîne l'échantillon.

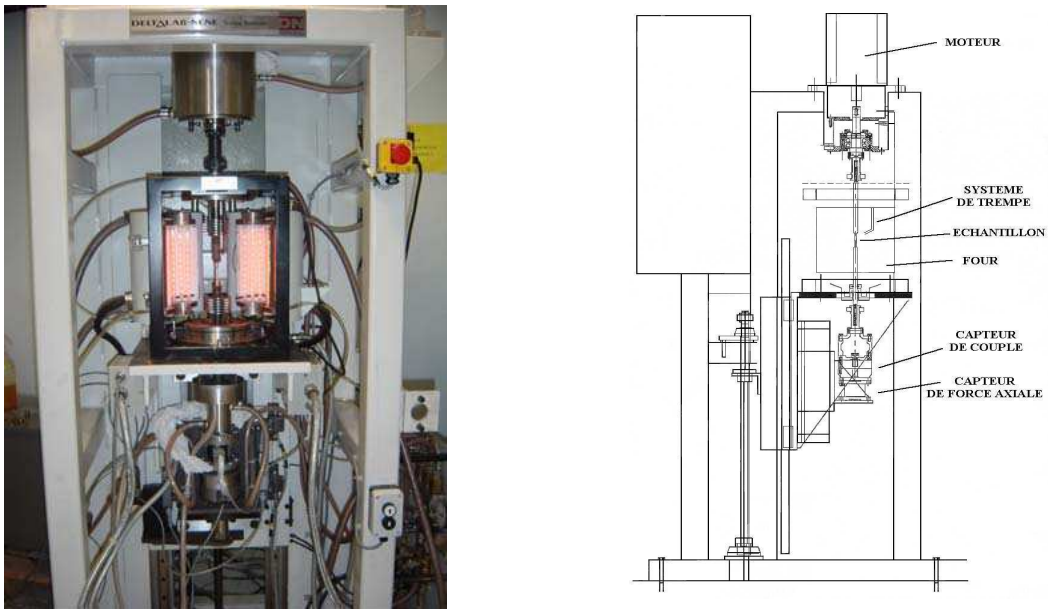


Figure 3.4 Dispositif de torsion à chaud

On voit ci-dessous (Figure 3.5), les dimensions "types" de l'éprouvette de torsion :

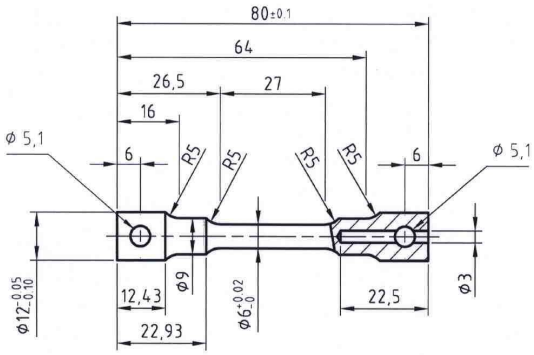


Figure 3.5 Géométrie de l'éprouvette de torsion (les dimensions sont indiquées en millimètres)

Toutes les éprouvettes ont été découpées de telle sorte que l'axe de torsion soit parallèle à la direction de laminage (pour les matériaux industriels laminés).

L'éprouvette est fixée à deux mors par le biais de goupilles qui permettent le maintien des têtes quel que soit le sens de rotation. Dans le cadre de ce travail, les essais de torsion sont réalisés dans un sens impliquant un cisaillement négatif (rotation dans le sens des aiguilles d'une montre). L'ensemble mors - échantillon est situé dans un tube en quartz dans lequel circule un gaz inerte (argon) afin d'atténuer les phénomènes d'oxydation à haute température.

La mise en température est réalisée par un four à rayonnement infrarouge piloté par un ordinateur afin de pouvoir contrôler précisément le cycle de montée en température pendant l'essai (Figure 3.6). Un thermocouple placé à l'intérieur de l'éprouvette mesure la température de l'échantillon et permet l'asservissement du four. Ce four permet de travailler à des températures pouvant aller jusqu'à 1200°C avec une homogénéité de la température le long de la partie utile de ± 2°C. Le refroidissement de la structure se fait grâce à un circuit d'eau dans des tuyaux internes. L'azote est également fourni pour refroidir les pieds des lampes.

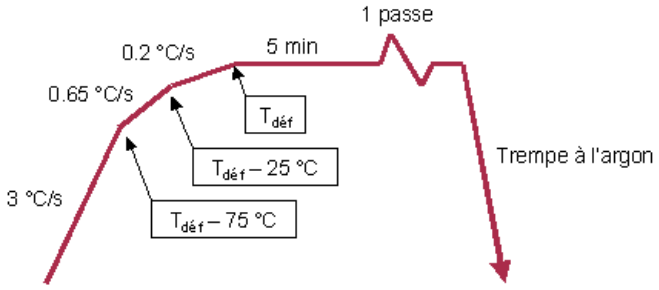


Figure 3.6 Cycle de montée en température utilisé pour les essais de torsion

De plus, cette machine est équipée d'un moteur auxiliaire qui accommode la variation de longueur de l'éprouvette pendant la chauffe. Ceci permet d'éviter que l'échantillon ne subisse un effort de compression du fait de sa dilatation. Après la fin de l'étape de chauffage, la distance entre les têtes est maintenue constante durant tout le reste de l'essai.

Une fois l'essai terminé, l'échantillon est trempé à l'argon et la fixation supérieure est immédiatement desserrée afin d'éviter la déformation axiale de l'échantillon due à sa contraction thermique. La trempe est déclenchée en moins de 0.5 s et la vitesse de trempe avoisine les 200°C/s durant les premières secondes.

Les résultats sont enregistrés par un ordinateur et comprennent le couple, le nombre de tours, le temps, la température et l'effort axial.

3.2.2 Essais de compression plane bi-poinçonnement à grande vitesse

3.2.2.1 Intérêt des essais de compression plane

Les essais de compression présentent certains inconvénients par rapport aux essais de torsion. En effet, ils présentent certaines difficultés de réalisation en raison des problèmes d'alignement des éprouvettes et des frottements sur les outils.

Cependant, les essais de compression présentent certains avantages. Le principal intérêt des essais de compression plane à chaud réside dans le fait que le chemin de déformation imposé est voisin de celui subi en laminage. Contrairement au cas de l’essai de torsion, la vitesse de déformation est théoriquement uniforme en l’absence de frottement entre l’échantillon et les outils, de telle sorte que l’entrée en régime de déformation plastique s’effectue pratiquement au même instant en tout point du matériau testé. De plus, le dispositif de compression plane du site d'ArcelorMittal permet d'effectuer des essais à des vitesses de déformation plus grandes qu'en torsion.

Les essais de compression plane bi-poinçonnement permettront ainsi d'obtenir des microstructures ainsi que des textures plus proches de celles obtenues en laminage à chaud.

3.2.2.2 Analyse mécanique de l’essai de compression plane bi-poinçonnement

Une des principales difficultés dans la réalisation et le dépouillement des essais de compression est la prise en compte des frottements sur les outils.

Les frottements jouent un rôle considérable aux températures élevées car les lubrifiants disponibles sont beaucoup moins efficaces qu'à température ambiante. Comme les frottements augmentent rapidement avec la déformation, celle-ci est généralement limitée à une valeur nominale de l'ordre de l'unité.

Contrainte d'écoulement [Evans et Scharning, 2004] [Montheillet et Desrayaud]

La contrainte d'écoulement expérimentale σ_{exp} instantanée est définie comme le rapport entre la force de compression F instantanée et l'aire S du plan de compression. En l'absence de frottement, σ_{exp} serait égale à la contrainte d'écoulement du matériau σ_0 (au rapport $\sqrt{3}/2$ près). Mais ce n'est pas le cas en réalité et une correction de frottement doit être effectuée pour déduire σ_0 de σ_{exp}. En négligeant l'élargissement parasite de l'échantillon, la contrainte σ_0 a pour expression :

$$\sigma_0 = \frac{\sqrt{3}}{2} \cdot \sigma_{exp} \cdot \left(1 + \overline{m}\frac{b}{2h}\right)^{-1}$$

avec $\overline{m}$: coefficient de frottement de Tresca compris entre 0 (contact parfaitement lubrifié) et 1 (contact collant)

b : demi-largeur du poinçon dans la direction d'élongation (dans notre cas b = 6 mm)

h : hauteur de l'échantillon à l'instant considéré

Déformation équivalente [Loveday *et al.*, 2006]

La déformation équivalente a pour expression :

$$\overline{\varepsilon} = \frac{\sqrt{2}}{3}\left[(\varepsilon_1 - \varepsilon_2)^2 + (\varepsilon_2 - \varepsilon_3)^2 + (\varepsilon_3 - \varepsilon_1)^2\right]^{1/2}$$

Dans le cas d'une déformation plane idéale on a : $\varepsilon_1 = -\varepsilon_3$; $\varepsilon_2 = 0$; $\varepsilon_3 = \ln(h/h_0)$

D'où : $\overline{\varepsilon} = \frac{\sqrt{2}}{3}\left[\varepsilon_3^2 + \varepsilon_3^2 + 4\varepsilon_3^2\right]^{1/2} = \frac{2}{\sqrt{3}} \cdot |\varepsilon_3| = \frac{2}{\sqrt{3}} \cdot \ln\left(\frac{h_0}{h}\right)$

Hétérogénéité de déformation [Note interne ArcelorMittal]

Les corrections de frottement sont déduites d'une analyse des essais supposant, en première approximation, que la déformation demeure uniforme dans l'échantillon. En réalité, des analyses plus détaillées, effectuées à l'aide de méthodes variationnelles ou en utilisant le calcul par éléments finis, ont montré des hétérogénéités de déformation.

La Figure 3.7 montre un exemple de simulation par éléments finis faisant apparaître les hétérogénéités de déformation. La déformation nominale est égale à 0,7.

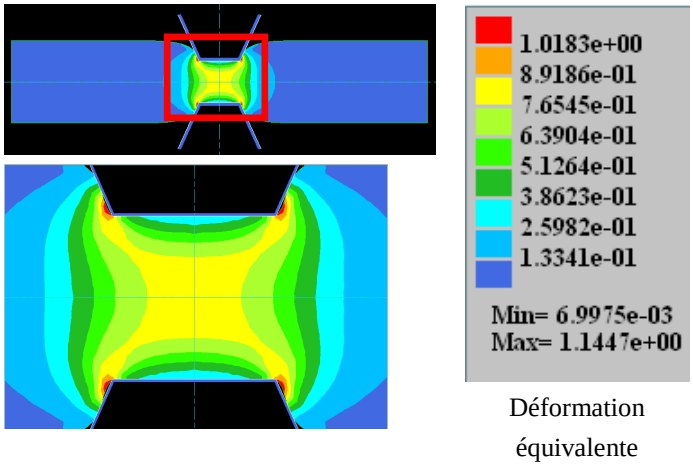


Figure 3.7 Résultats obtenus par simulation par éléments finis montrant les hétérogénéités de déformation dans une éprouvette de compression plane

Il sera donc important de bien sélectionner la zone à analyser par microscopie optique ou par EBSD.

3.2.2.3 Dispositif de compression plane

Les essais de compression plane bi-poinçonnement ont été effectués sur la machine de compression SERVOTEST du site d'ArcelorMittal Maizières (Figure 3.8).

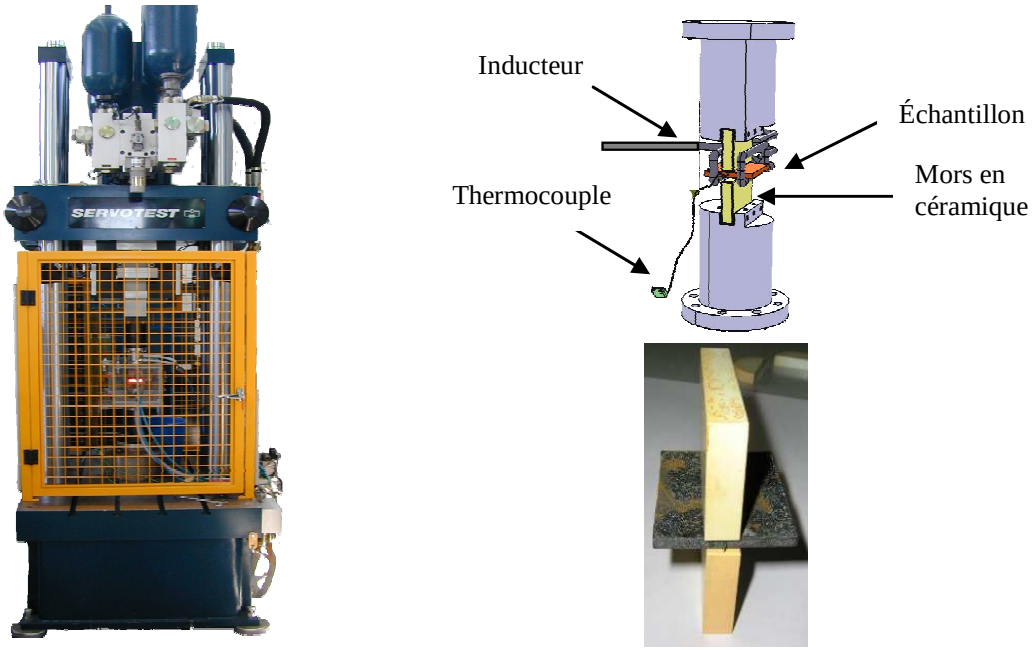
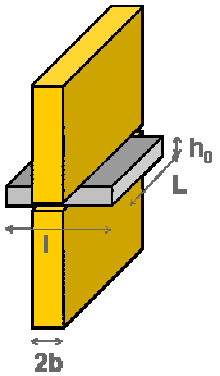


Figure 3.8 Dispositif de compression plane à grande vitesse

Les dimensions des éprouvettes de compression plane ont été choisies de manière à se rapprocher des recommandations de Loveday *et al.* [2006] (Figure 3.9) dans le but de minimiser les erreurs sur les mesures.



Valeurs recommandées :	Valeurs acceptables :
$\frac{h_0}{2b} = 0.67$	$\frac{h_0}{2b} \leq 0.67$
$\frac{L}{2b} = 5$	$\frac{L}{2b} \geq 2$
$\frac{l}{2b} = 3$	$\frac{l}{2b} \geq 3$

Figure 3.9 Configuration géométrique recommandée [Loveday *et al.*, 2006]

Dans notre cas, la largeur 2b des poinçons en céramique est égale à 12mm.

La Figure 3.10 montre les dimensions choisies pour l'éprouvette parallélépipédique de compression prenant en compte les contraintes géométriques des lopins disponibles :

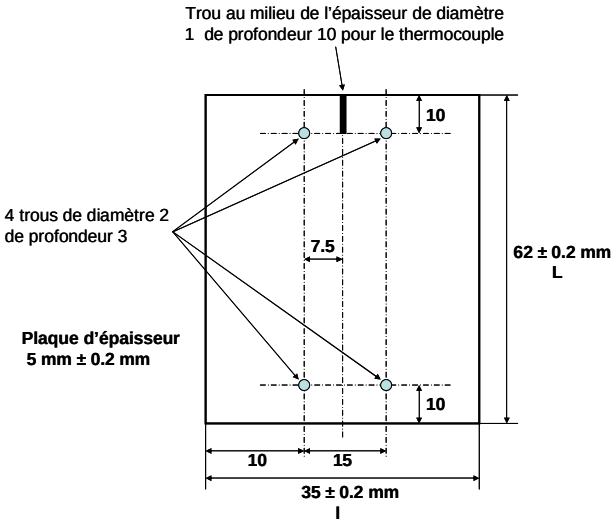


Figure 3.10 Géométrie de l'éprouvette de compression plane (les dimensions sont indiquées en millimètres)

La grande longueur L de l'éprouvette de compression est parallèle à la direction de laminage.

La machine de compression possède une force maximale de 500kN et des vitesses de déformation allant de 0,001s^{-1} à 100s^{-1} peuvent être imposées.

La mise en température est réalisée par induction et est pilotée par un ordinateur afin de pouvoir contrôler précisément le cycle de montée en température pendant l'essai (Figure 3.11). Un thermocouple placé à l'intérieur de l'éprouvette mesure la température de l'échantillon et permet l'asservissement du four. Ce four permet de travailler à des températures pouvant aller jusqu'à 1300°C. Les interfaces sont lubrifiées à l'aide de poudre de verre.

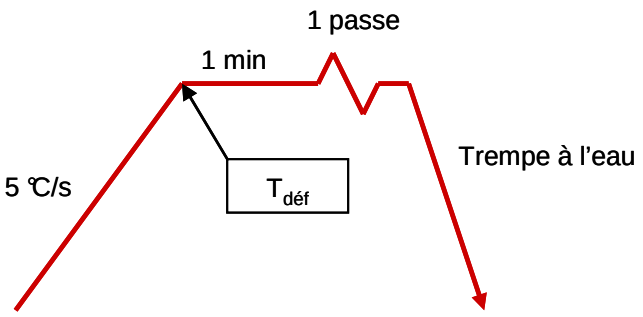


Figure 3.11 Cycle de montée en température utilisé pour les essais de compression

Une fois l'essai terminé, l'échantillon est extrait du dispositif pour être immergé dans de l'eau afin de figer la microstructure. Cette procédure est déclanchée manuellement, avec un délai lié à l'intervention humaine (1 à 2 secondes), et permet des vitesses de trempe de l'ordre de 400°C/s.

Les résultats sont enregistrés par un ordinateur et comprennent le temps, la température, la force et le déplacement.

3.3 Caractérisation de la microstructure

3.3.1 Prélèvement des échantillons

3.3.1.1 Essais de torsion

L'observation des échantillons au microscope optique ou au microscope électronique à balayage, après déformation à chaud par un essai de torsion, s'effectue sur un plan θz situé à une distance de 0.9 x Rayon (Figure 3.12).

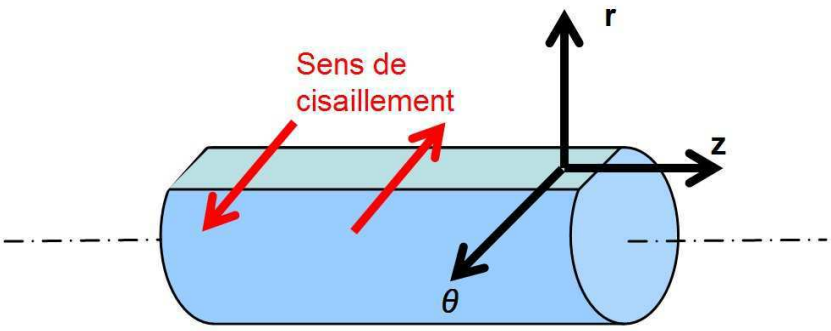


Figure 3.12 Plan d'observation des éprouvettes de torsion

3.3.1.2 Essais de compression plane

L'observation des échantillons au microscope optique ou au microscope électronique à balayage, après déformation à chaud par un essai de compression plane s'effectue sur un plan DL-DN (Figure 3.13).

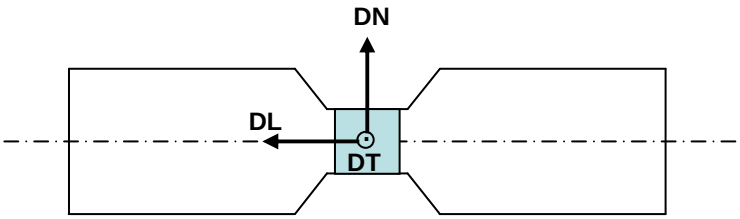


Figure 3.13 Plan d'observation des éprouvettes de compression plane

3.3.2 Microscopie optique

Après avoir été découpés et enrobés, les échantillons sont polis mécaniquement jusqu'à une granulométrie de ¼ de micron. Afin de pouvoir observer leur microstructure, on effectue une attaque chimique. Pour cela, une solution de nital 5% (5% en volume d'acide nitrique dans de l'éthanol) a été utilisée.

3.3.3 Microscopie électronique à balayage et EBSD

Afin de caractériser plus précisément la microstructure (sous-joints / joints de grains) et d'étudier la texture des échantillons déformés par un essai de torsion ou de compression, nous avons utilisé la technique de l'EBSD (electron backscattering diffraction - diffraction des électrons rétrodiffusés) sur un MEB équipé d'un FEG (field emission gun – canon à émission de champ). En comparaison avec la méthode conventionnelle d'analyse cristallographique qu'est la diffraction des rayons X, la technique EBSD a la particularité d'offrir une analyse beaucoup plus locale, nécessaire à la compréhension des mécanismes de recristallisation, mais présente aussi le grand intérêt de pouvoir fournir, à partir d'un grand nombre d'informations locales, une information globale et statistique sur plusieurs mm^2 de surface. Cette technique permet, de plus, d'étudier séparément différentes entités en fonction de leurs caractéristiques (les zones recristallisées / non recristallisées, les grains de petites tailles / grandes tailles, les grains appartenant à une orientation / une autre orientation …).

3.3.3.1 Principe du MEB [Ruste]

C'est une *microscopie*, c'est-à-dire essentiellement une technique d'observation, *électronique*, c'est-à-dire qu'elle utilise un faisceau d'électrons pour obtenir les informations sur la cible, *à balayage*, c'est-à-dire que l'image de la cible est obtenue, non pas comme dans un microscope classique par un traitement optique mais par un balayage du faisceau d'électrons focalisé sur la cible. Plus précisément, un microscope électronique est constitué d'une source d'électrons, le canon, d'une colonne électronique composée de plusieurs lentilles électromagnétiques, d'un dispositif de balayage et de différents détecteurs associés aux diverses émissions électroniques et électromagnétiques issues des interactions entre les électrons incidents et les atomes de la cible (Figure 3.14).
Les échantillons doivent supporter le vide sans le polluer et être conducteurs.

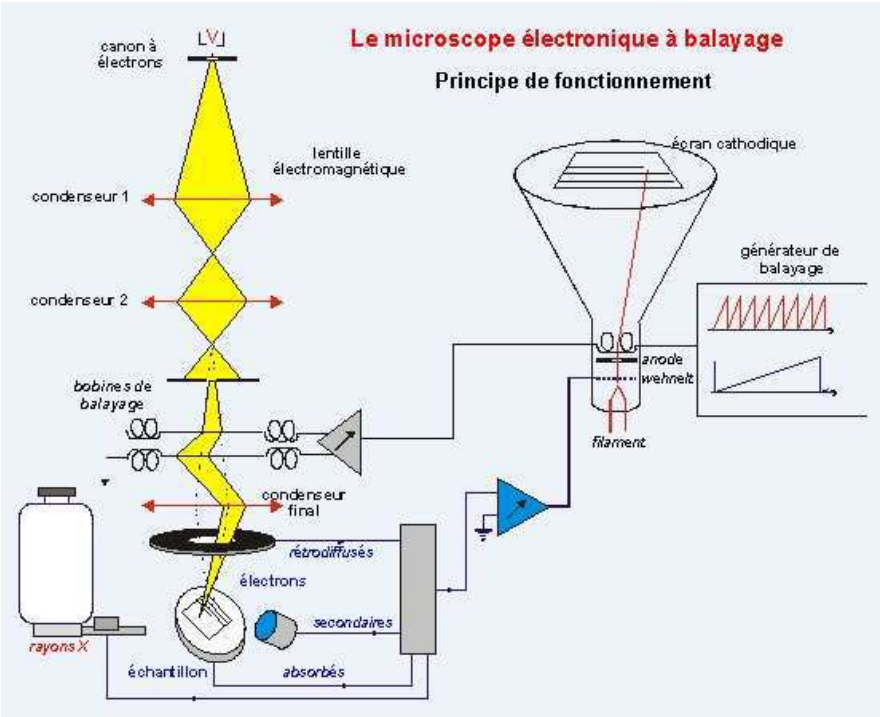


Figure 3.14 Schéma de principe de fonctionnement du microscope électronique à balayage [Ruste]

Le microscope électronique à balayage utilisé à l'Ecole des Mines de Saint-Etienne est un JEOL JSM 6500F possédant une résolution spatiale de 50 nm et une précision angulaire de 1°.

3.3.3.2 Principe de l'EBSD [Pouchou, 2004]

La technique de diffraction d'électrons rétrodiffusés (Electron Back Scattered Diffraction) permet de déterminer les orientations cristallographiques sur des matériaux mono- ou poly-cristallins. Elle peut être mise en œuvre en équipant un microscope électronique à balayage d'un détecteur spécifique EBSD. On utilise la diffraction des électrons rétrodiffusés pour obtenir sur un écran au phosphore un diagramme de diffraction constitué de pseudo-bandes de Kikuchi caractéristiques de l'orientation du grain analysé.

Principe de formation des bandes de Kikuchi

Lorsqu'un faisceau d'électrons traverse un solide cristallin, il se produit un phénomène de rétrodiffusion dans toutes les directions. La fraction d'électrons rétrodiffusés est d'autant plus importante que le numéro atomique de la cible est élevé et que l'angle d'inclinaison est grand. Certains électrons rétrodiffusés peuvent obéir à la loi de Bragg pour des familles de plans {hkl} et ainsi, diffracter à un angle θ_B.
Ils sortent de l'échantillon selon des directions contenues sur la surface d'un cône dont l'axe est normal aux plans diffractants et le demi-angle au sommet est égal à 90°-θ_B. Chaque famille de plans atomiques donne lieu à deux cônes de diffraction, un de chaque côté de la source diffractante. Cependant, comme l'angle de Bragg en diffraction électronique est de l'ordre de 0,5° pour les plans de bas indice, les lignes de réflexion apparaissent rectilignes et proches l'une de l'autre, formant ainsi un diagramme de bandes de Kikuchi dont la largeur représente un angle de $2\theta_B$ et dont le plan médian correspond à la trace du plan diffractant. Sur un écran au phosphore, on obtient un diagramme de diffraction constitué de pseudo-bandes de Kikuchi (Figure 3.15). L'intersection de ces plans correspond à un axe de zone. La mesure de θ_B permet ainsi d'indexer les lignes dans le cas où la structure du matériau est connue et de déterminer l'orientation des plans cristallographiques. Les lignes de Kikuchi formées par les électrons rétrodiffusés sont détectées par une caméra.

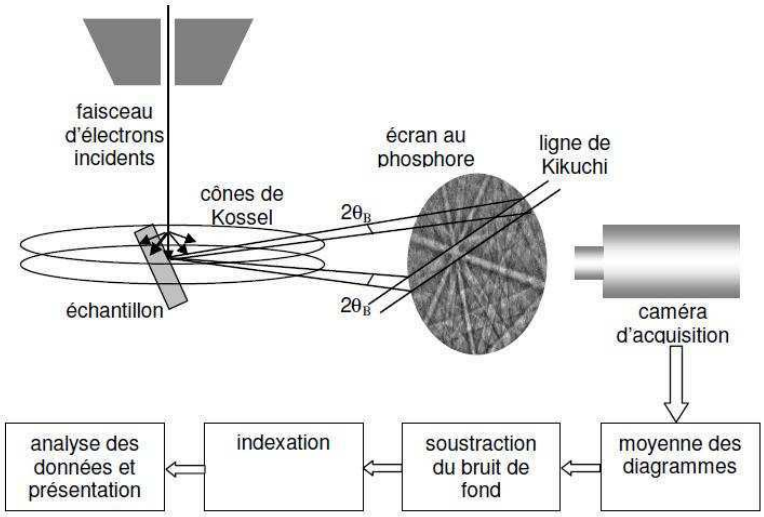


Figure 3.15 Principe de la technique EBSD [Humphreys, 2001] [Ringeval, 2006]

L'acquisition des figures puis leur indexation est réalisée de façon automatique grâce au logiciel d'analyse : Channel 5 – HKL Technology.

Préparation des échantillons

La faible profondeur d'échappement des électrons qui contribuent à la formation du diagramme EBSD impose une préparation d'échantillons adaptée. Celle-ci doit préserver la structure cristalline de l'échantillon au voisinage de la surface analysée, en éliminant le mieux possible les couches superficielles oxydées ou la contamination de surface, sans créer d'écrouissage superficiel ni de rugosité excessive.
Un polissage mécanique et automatique est donc d'abord effectué suivi d'un polissage électrolytique ou d'un polissage OP-S.
Le polissage électrolytique est fondé sur la dissolution anodique de la surface de l'échantillon plongé dans un électrolyte approprié (éthanol (77 mL), acide perchlorique (22 mL), éthylène glyco monobutyléther (11 mL)), sous une tension déterminée (20 V) et pendant un certain temps (30 s). L'avantage est l'obtention d'une surface sans raies de polissage et sans écrouissage.
Le polissage OP-S permet aussi l'obtention d'une surface sans raies de polissage et sans écrouissage. Il s'agit d'une suspension de polissage à base de silice colloïdale. Le temps de polissage est de 20min environ. Cette méthode possède l'avantage qu'il est aussi possible d'observer la microstructure à l'aide d'un microscope optique.

Paramètres d'analyse

Les analyses EBSD ont été effectuées à une inclinaison de 70° ce qui correspond à un bon compromis entre l'obtention d'une émission maximale d'électrons rétrodiffusés et la nécessité de limiter les effets néfastes de la rugosité résiduelle de l'échantillon. Une tension de 20 kV a été utilisée.
D'un point de vue expérimental, on aura généralement à trouver un compromis acceptable entre la dimension du champ exploré, le nombre de points analysés sur ce champ, et le temps d'acquisition en chaque point. Celui-ci doit être suffisant pour que la qualité des diagrammes obtenus soit acceptable, mais il ne doit pas conduire à un temps total d'expérience prohibitif.
Dans le cadre de ce travail, le pas d'acquisition se situe entre 0.1 et 3 µm en fonction de la taille des microstructures et des phénomènes à observer. De manière générale, un pas de 1 µm a été utilisé, permettant ainsi d'avoir une précision convenable et une surface analysée suffisante.
Faute de place, il arrive que seule une partie des cartographies EBSD obtenues soit présentée (la surface totale analysée est cependant indiquée entre parenthèses).

Représentation des résultats

Trois types principaux de représentation des résultats sont disponibles :

- Les cartographies : elles peuvent représenter les phases en présence, les joints et sous-joints d'un grain correspondant à un intervalle donné de désorientation, l'orientation locale, l'écart local à une orientation donnée…

- Les graphes de distribution : ils permettent de représenter diverses grandeurs telles que la distribution des tailles de grains, la distribution des désorientations associées aux diverses interfaces…

- Les figures de pôles et les fonctions de distribution des orientations : elles sont utilisées pour représenter la texture globale d'un échantillon

Chapitre IV

Résultats expérimentaux

4 Résultats expérimentaux

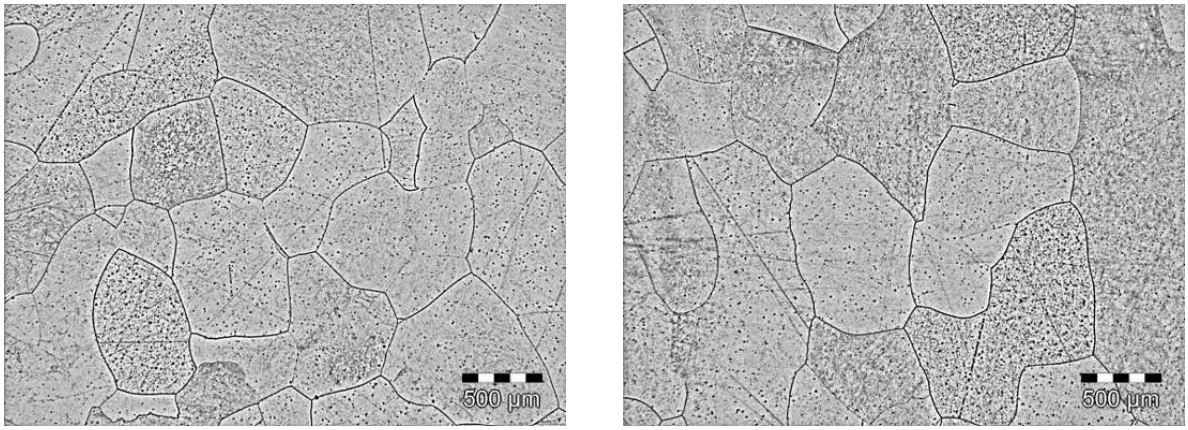
4.1 Caractérisation des états initiaux

4.1.1 Microstructure des états initiaux

4.1.1.1 Alliage industriel Fe-8%Al

Coulée AM0222

La microstructure de l'alliage industriel Fe-8%Al AM0222 à l'état initial, c'est-à-dire avant déformation par torsion ou par compression plane, est illustrée en Figure 4.1.
Sur les deux images (métallographie optique), la direction de laminage DL est verticale.



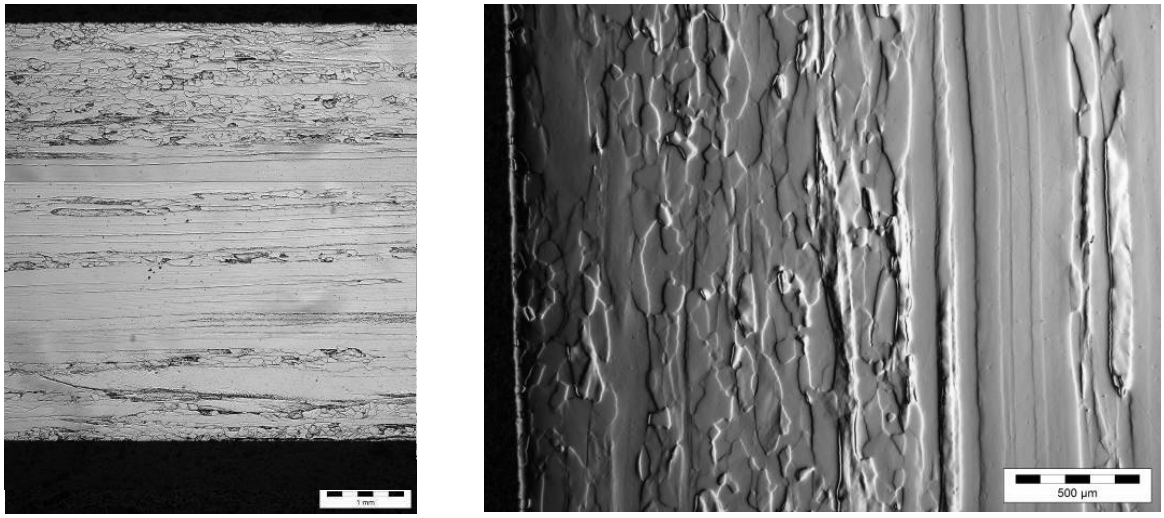
Plan DL – DT Plan DL - DN

Figure 4.1 Microstructure de l'état initial de l'alliage industriel Fe-8%Al AM0222

Cette nuance est entièrement recristallisée. Les grains sont équiaxes et ont une taille d'environ 800µm. Le matériau est morphologiquement isotrope.

Coulée 2127

La microstructure de l'alliage industriel Fe-8%Al 2127 à l'état initial est donnée à son tour en Figure 4.2.



Plan DL – DN (DL horizontale) Plan DL – DN (DL verticale)

Figure 4.2 Microstructure de l'état initial de l'alliage industriel Fe-8%Al 2127

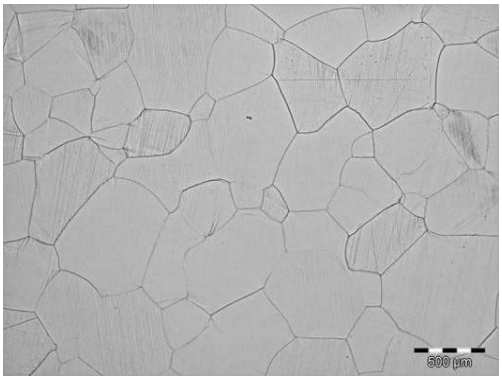
Cette nuance est partiellement recristallisée. A mi-épaisseur, de longs grains allongés selon la direction de laminage sont présents. De part et d'autre, proches de la surface, se trouvent des grains recristallisés ayant une taille d'environ 100µm.

4.1.1.2 Alliages modèles

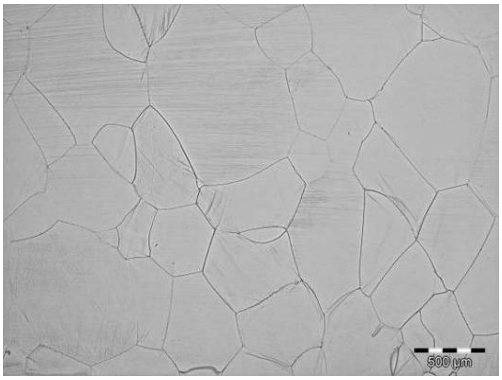
Plusieurs élaborations auront été nécessaires afin d'obtenir une structure relativement fine. Les premiers essais donnaient des grains millimétriques rendant l'usinage des éprouvettes difficile voire impossible, en raison d'une fragilité intergranulaire pouvant aller jusqu'à la rupture (notamment pour l'alliage Fe-15%Al).
La température et le temps de mise en forme ont donc dû être optimisés. La température retenue est de 1150°C et le temps moyen de la mise en forme (temps de réchauffage et temps de transformation par pilonnage et martelage) est de 1h10.

Fe-8%Al

La microstructure de l'alliage modèle Fe-8%Al après mise en forme par pilonnage et martelage rotatif est donnée en Figure 4.3 :



(a) Perpendiculairement à l'axe du cylindre



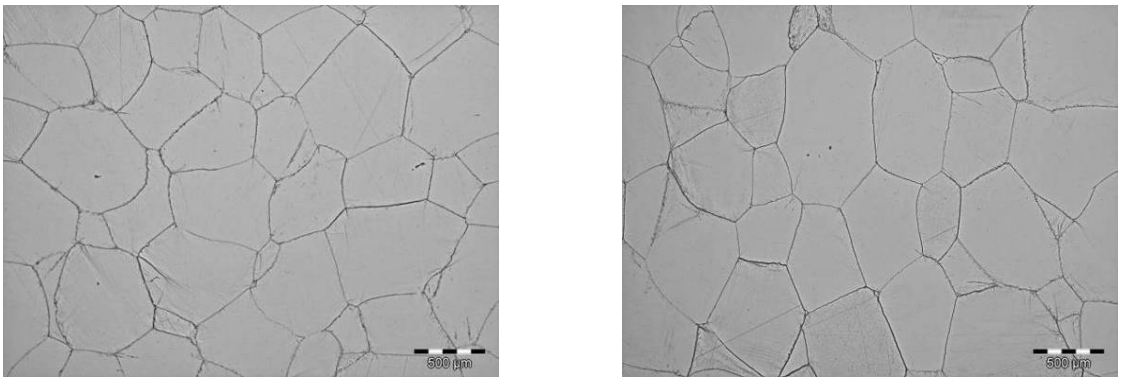
(b) Parallèlement à l'axe du cylindre

Figure 4.3 Microstructure de l'alliage modèle Fe-8%Al

Cette nuance est entièrement recristallisée. Les grains sont équiaxes et ont une taille d'environ 700µm.

Fe-8%Al-20ppmC

La microstructure de l'alliage modèle Fe-8%Al-20ppmC après mise en forme par pilonnage et martelage rotatif est donnée en Figure 4.4 :



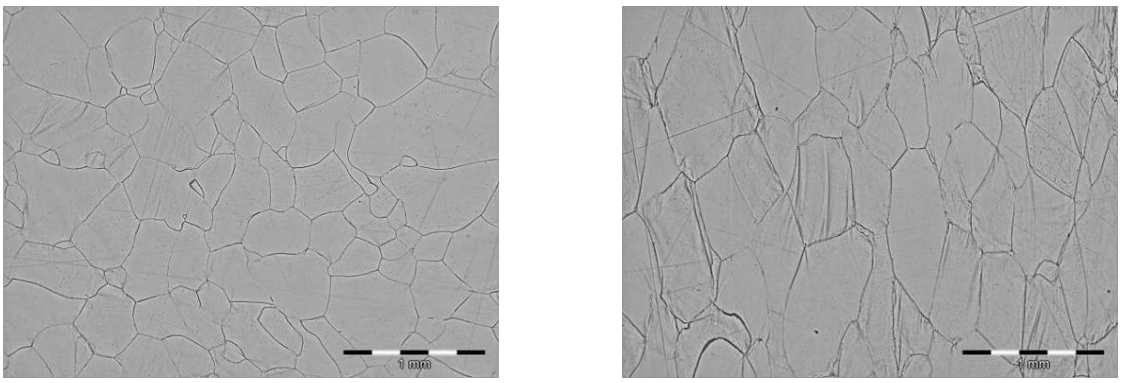
(a) Perpendiculairement à l'axe du cylindre (b) Parallèlement à l'axe du cylindre

Figure 4.4. Microstructure de l'alliage modèle Fe-8%Al-20ppmC

Cette nuance est également entièrement recristallisée. Les grains sont équiaxes et ont une taille d'environ 700µm.

Fe-15%Al

La microstructure de l'alliage modèle Fe-15%Al après mise en forme par pilonnage et martelage rotatif est donnée en Figure 4.5 :



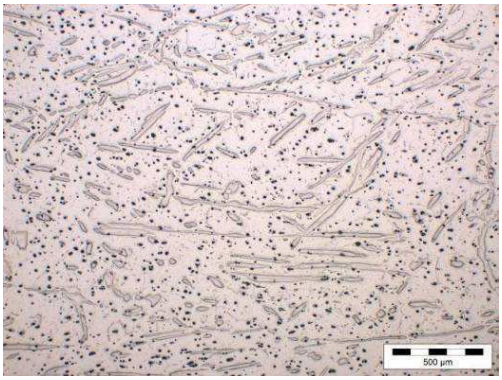
(a) Perpendiculairement à l'axe du cylindre (b) Parallèlement à l'axe du cylindre

Figure 4.5 Microstructure de l'alliage modèle Fe-15%Al

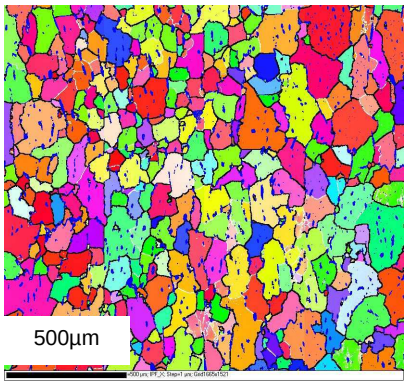
Les grains présentent dans ce cas un allongement significatif parallèle à l'axe du cylindre. Ils ont une taille d'environ 600µm.

4.1.1.3 Alliage industriel Fe-8%Al-5%Mn-0.2%C

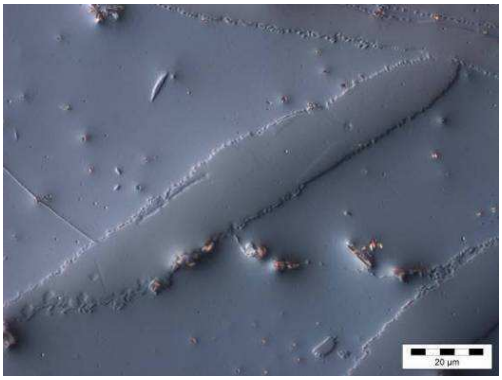
La microstructure de l'alliage industriel Fe-8%Al-5%Mn-0.2%C à l'état initial est illustrée en Figure 4.6.
Sur les micrographies optiques et sur la cartographie EBSD, la direction de laminage DL est verticale.



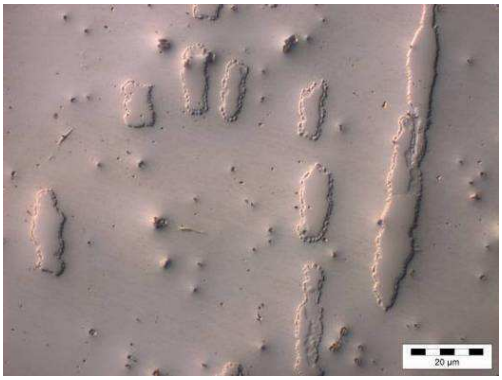
Plan DL – DT



Plan DL - DN



Plan DL – DT



Plan DL - DN

Figure 4.6 Microstructure de l'alliage industriel Fe-Al-Mn-C

La microstructure est complexe. La microscopie optique ne permet pas de déterminer avec certitude les constituants présents, bien que l'attaque Nital, par ses colorations sélectives, permette de distinguer au minimum deux phases différentes. Les grains ferritiques ont une taille d'environ 150 µm.

Les différentes phases seront étudiées plus précisément à l'aide de différentes techniques :

- diffraction des rayons X
- microscope électronique à balayage équipé de systèmes EBSD et EDS
- microsonde électronique

4.1.2 Caractérisation des phases en présence

4.1.2.1 Alliage industriel Fe-8%Al-5%Mn-0.2%C

Diffraction des rayons X

Le diffractogramme associé à l'alliage industriel Fe-Al-Mn-C est donné en Figure 4.7 :

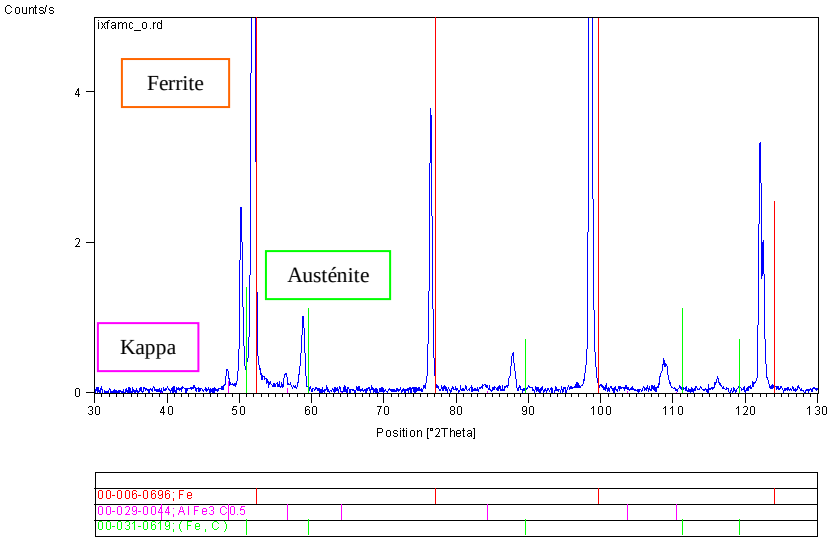


Figure 4.7 Diffractogramme associé à l'alliage industriel Fe-Al-Mn-C

Le diffractogramme met en évidence la présence de trois phases :

- une phase cubique centrée : ferrite (paramètre de maille a = 0,2895 nm)
- une phase cubique faces centrées : austénite (paramètre de maille a = 0,3654 nm)
- une phase carbure cubique : Kappa (paramètre de maille a = 0,3784 nm)

Ce diffractogramme permet aussi de déterminer les fractions volumiques des phases en présence (Tableau 4.1).

Phase	Ferrite	Austénite	Kappa
% volumique	86	13	1

Tableau 4.1 Tableau regroupant les pourcentages volumiques des trois phases en présence

Analyse EBSD

Une analyse EBSD a été effectuée afin de mettre en évidence les différentes phases en présence. La cartographie EBSD obtenue pour l'alliage industriel Fe-Al-Mn-C est donnée en Figure 4.8.

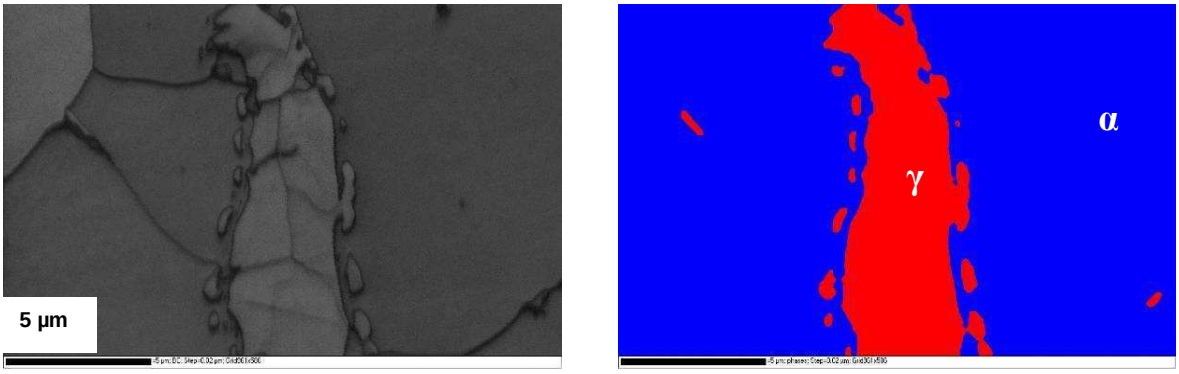


Figure 4.8 Cartographies EBSD obtenues pour l'alliage industriel Fe-Al-Mn-C

Sur la cartographie de droite (Figure 4.8), on remarque la présence de deux phases uniquement : en rouge l'austénite et en bleu la ferrite. Ceci s'explique par le fait que la phase Kappa, ayant une structure cristallographique CFC avec un paramètre de maille très proche de celui de la phase γ, est indexée comme étant de l'austénite.

Analyse EDS

Une analyse EDS a été effectuée afin de quantifier les teneurs en fer, aluminium et manganèse des trois phases. Sur l'image ci-dessous, se trouve au centre l'austénite γ "entourée" de phase Kappa (κ) et de ferrite α (Figure 4.9).

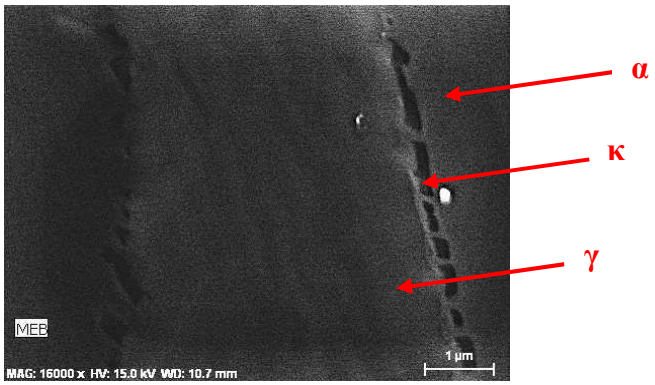
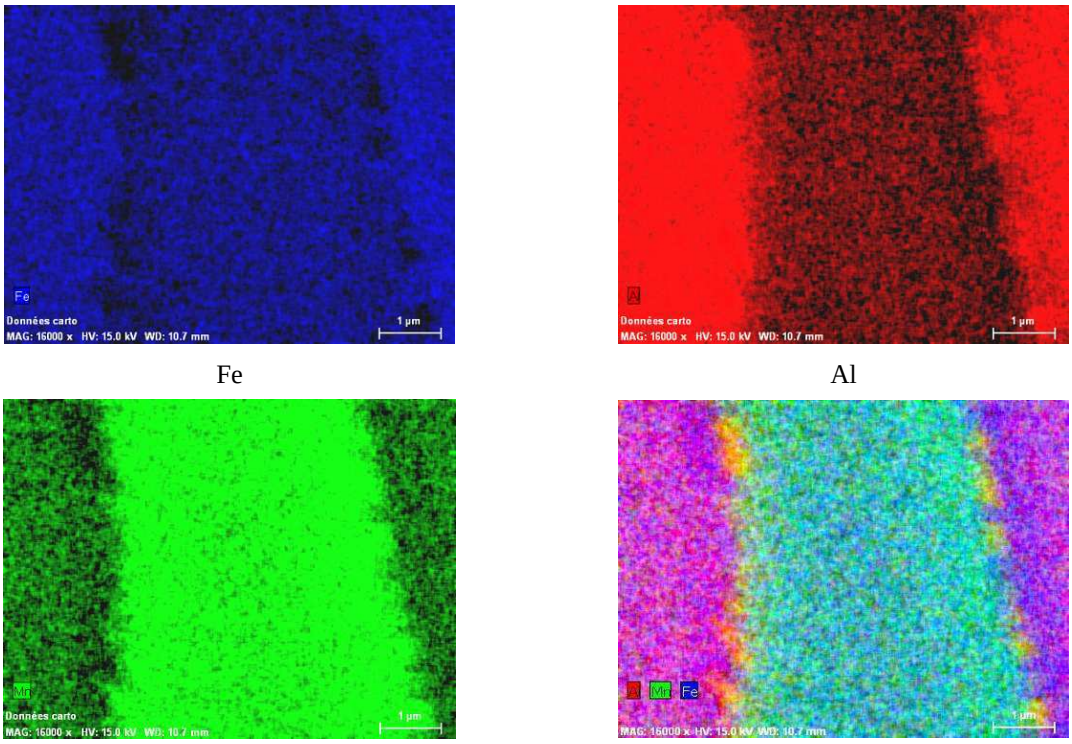


Figure 4.9 Image MEB de la zone analysée par EDS

Les cartographies mettant en évidence la présence des éléments fer, aluminium et manganèse sont données en Figure 4.10.



Fe Al

Mn Fe, Al et Mn

Figure 4.10 Cartographies mettant en évidence la présence de différents éléments

D'après ces cartographies en éléments, on observe une teneur en manganèse plus grande dans l'austénite que dans la ferrite et une teneur en aluminium plus grande dans la ferrite que dans l'austénite.

Des quantifications ont été effectuées dans trois zones différentes correspondant aux trois phases en présence (Figure 4.11).

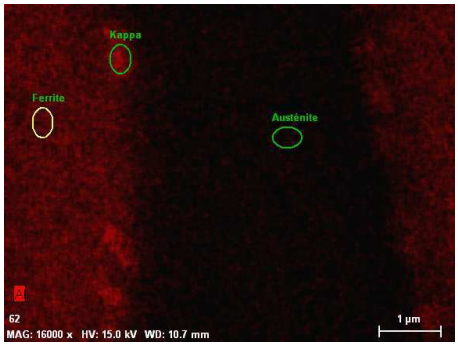


Figure 4.11 Zones analysées pour la quantification en éléments fer, aluminium, manganèse et silicium

Les résultats donnant les compositions en pourcentage massique et en pourcentage atomique des trois zones analysées correspondant aux trois phases sont indiqués dans le Tableau 4.2.

Kappa

Elément	Composition (%massique)	Composition (%atomique)
Fe	86,44	79,72
Al	7,61	14,52
Mn	5,75	5,39
Si	0,2	0,36

Austénite

Elément	Composition (%massique)	Composition (%atomique)
Fe	87,38	81,72
Al	6,17	11,94
Mn	6,23	5,92
Si	0,23	0,42

Ferrite

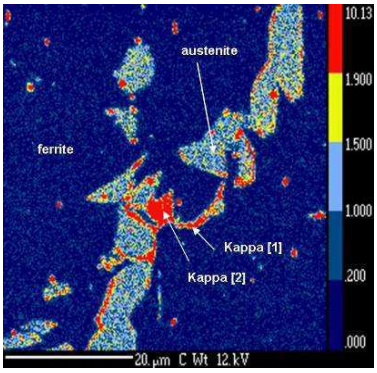
Elément	Composition (%massique)	Composition (%atomique)
Fe	87,72	81,14
Al	7,22	13,83
Mn	4,76	4,47
Si	0,31	0,56

Tableau 4.2 Tableau regroupant les compositions en éléments fer, aluminium, manganèse et silicium des trois phases en présence

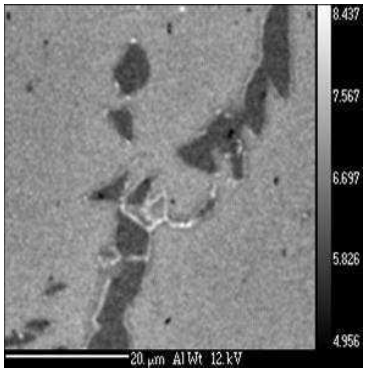
<u>Analyse par microsonde électronique</u> (pas d'analyse : 0,2µm)

Les résultats obtenus par analyse à la microsonde électronique sont donnés en Figure 4.12 et dans le Tableau 4.3 :

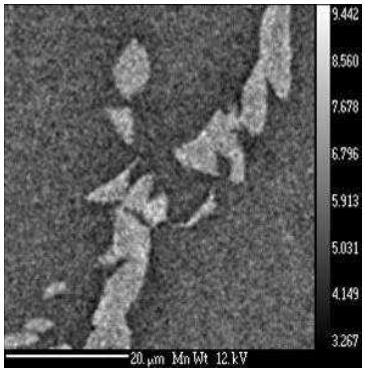
Cartographies en éléments :



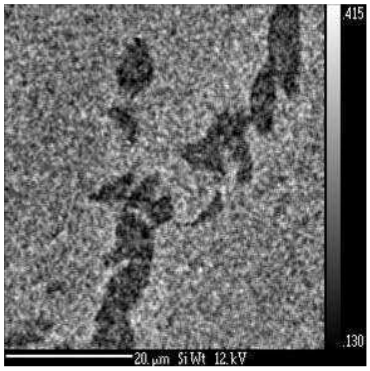
Carbone



Aluminium



Manganèse



Silicium

Figure 4.12 Cartographies en éléments

Quantifications :

Kappa [1]

Elément	Composition (%massique)	Composition (%atomique)
Al	9,072	15,322
Mn	6,073	5,035
Si	0,23	0,376
C	3,168	11,978

Kappa [2]

Elément	Composition (%massique)	Composition (%atomique)
Al	7,843	12,754
Mn	5,973	4,774
Si	0,191	0,3
C	4,217	15,404

Austénite

Elément	Composition (%massique)	Composition (%atomique)
Al	6,492	11,901
Mn	5,688	5,121
Si	0,234	0,412
C	1,146	4,72

Ferrite

Elément	Composition (%massique)	Composition (%atomique)
Al	7,558	14,305
Mn	4,479	4,163
Si	0,268	0,488
C	0,057	0,244

Tableau 4.3 Quantifications des éléments dans la ferrite, l'austénite et la phase Kappa

Les résultats ci-dessus sont en accord avec ceux obtenus par analyse EDS. Cette analyse par microsonde permet, en plus, de quantifier la quantité de carbone présent dans chaque phase.

4.1.2.2 Alliage industriel Fe-8%Al

Le diffractogramme met en évidence la présence d'une seule phase cubique centrée. Cet acier est bien entièrement ferritique (paramètre de maille a=0,2893 nm). Le paramètre de maille déterminé est en accord avec les résultats donnés par la Figure 2.8 [Buckley et Kaviani, 1998].

4.2 Comportement à chaud et paramètres rhéologiques

4.2.1 Essais de torsion

Une série d'essais de torsion à chaud (Tableau 4.4) a été effectuée afin de pouvoir déterminer les paramètres rhéologiques m et Q correspondant respectivement à la sensibilité à la vitesse de déformation et à la sensibilité à la température (énergie d'activation apparente). Les paramètres d'écrouissage (h) et de restauration dynamique (r) seront aussi déterminés au cours de cette étude et une nouvelle loi décrivant l'évolution de la densité de dislocations en fonction de la déformation sera proposée. La détermination de ces paramètres rhéologiques permettra ensuite de simuler les évolutions microstructurales liées aux phénomènes de recristallisation dynamique.

Vitesse de déformation (s^{-1})	0.1	0.1	0.1	0.3	0.3	0.3	1	1	1
Température de déformation (℃)	900	1000	1100	900	1000	1100	900	1000	1100

Tableau 4.4 Essais de torsion effectués permettant de calculer les paramètres rhéologiques

4.2.2 Courbes contrainte-déformation

Les courbes contrainte-déformation présentent d'abord un domaine d'écrouissage au cours duquel la contrainte croît au fur et à mesure que la déformation augmente, puis un maximum relativement peu accentué, suivi d'un lent adoucissement conduisant à un domaine stationnaire, dans lequel la contrainte d'écoulement reste constante. Celui-ci n'est atteint qu'après une déformation élevée, $\varepsilon = 10$ environ (cf. Figure 4.52).

4.2.2.1 Alliages industriels

Alliage industriel Fe-8%Al (coulée AM0222)

Les courbes contrainte-déformation obtenues par essais de torsion pour l'alliage industriel Fe-8%Al sont données en Figure 4.13 :

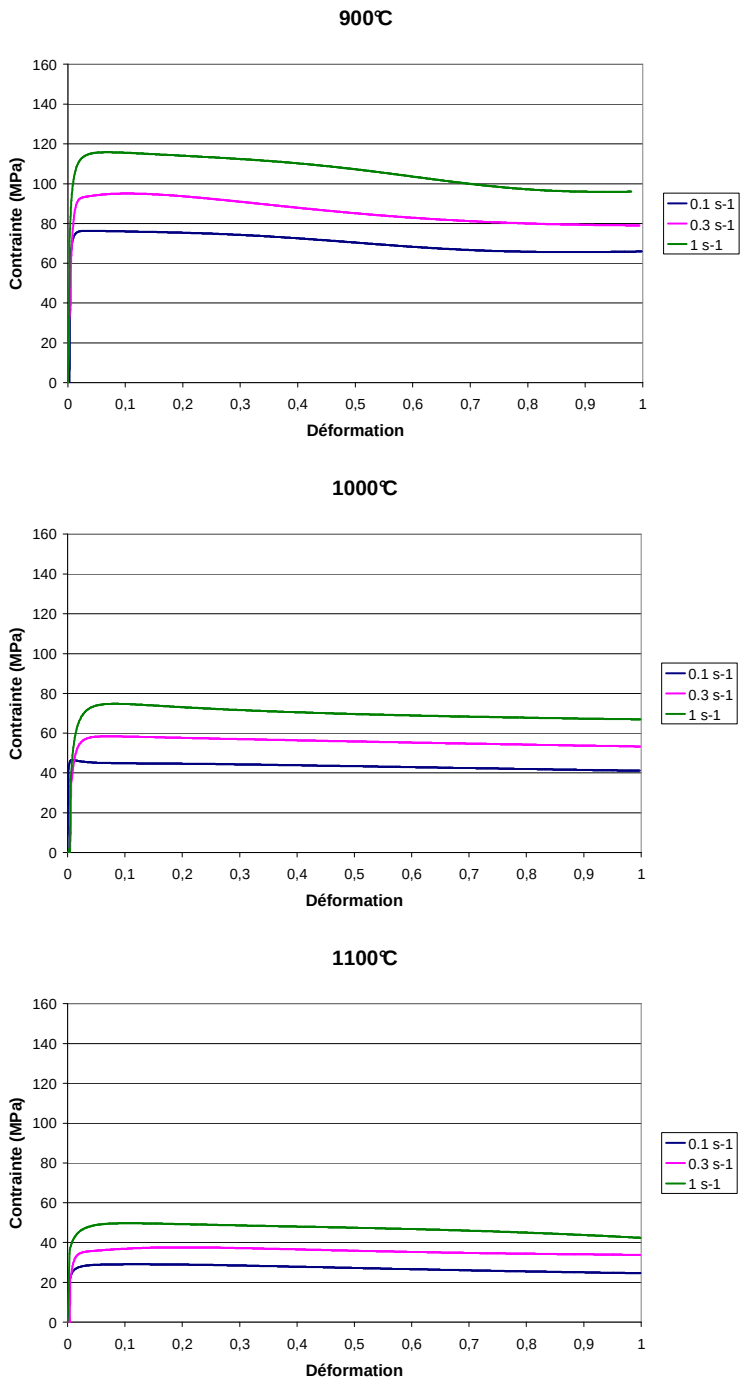


Figure 4.13 Courbes contrainte-déformation obtenues pour l'alliage industriel Fe-8%Al

Alliage industriel Fe-8%Al-5%Mn-0.2%C (coulée 1982)

Les courbes contrainte-déformation obtenues par essais de torsion pour l'alliage industriel Fe-8%Al-5%Mn-0.2%C sont données en Figure 4.14 :

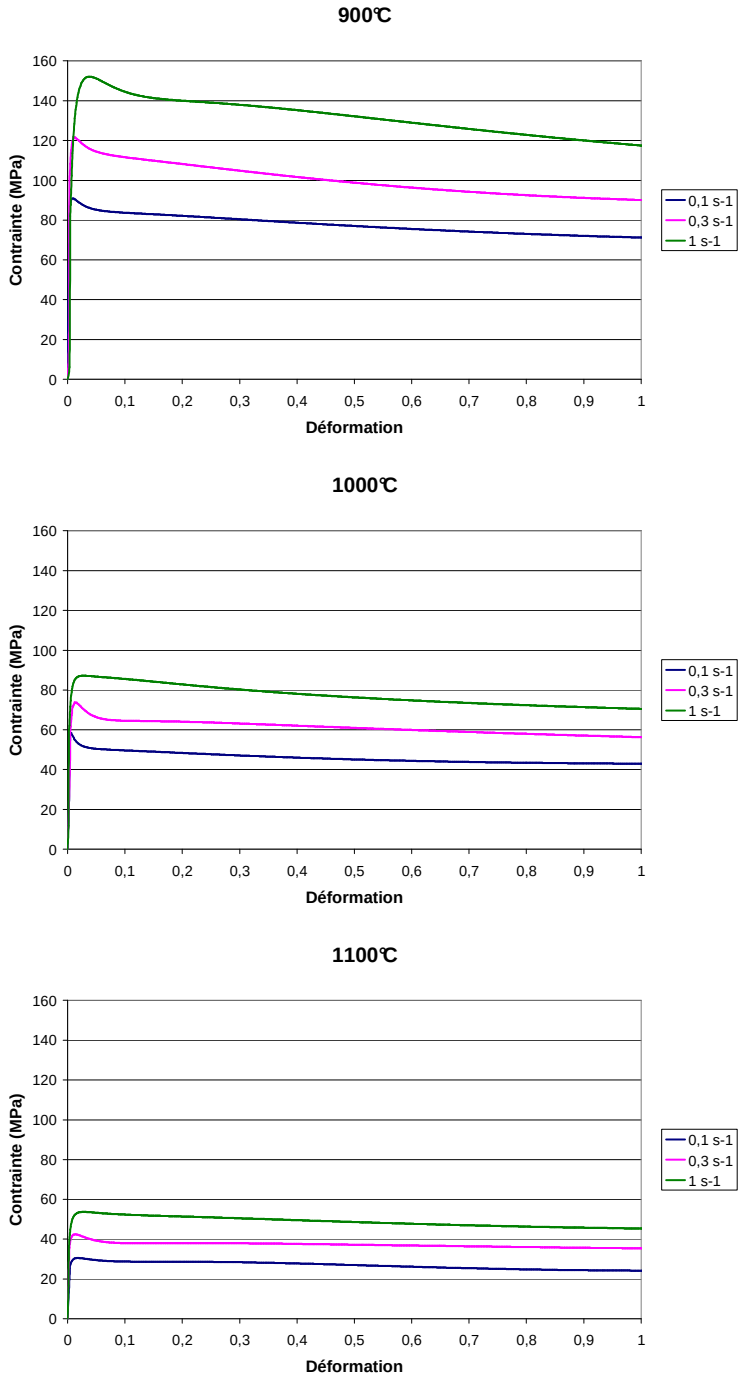


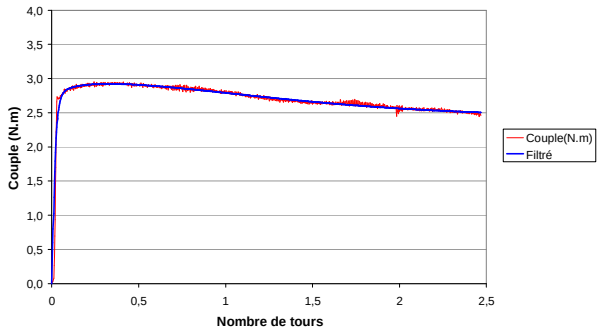
Figure 4.14 Courbes contrainte-déformation obtenues pour l'alliage industriel Fe-8%Al-5%Mn-0.2%C

4.2.2.2 Alliages modèles

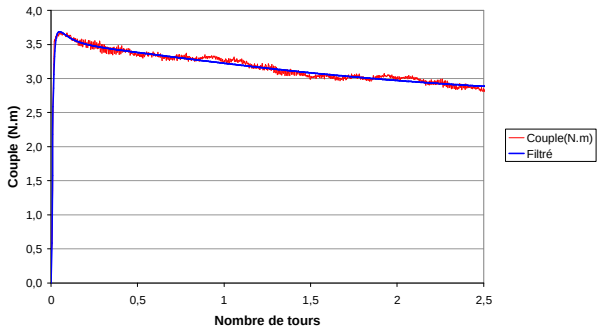
Les courbes couple - nombre de tours obtenues expérimentalement par les essais de torsion pour les alliages modèles présentent, dans certain cas, un important pic notamment pour l'alliage Fe-15%Al. Cependant, afin de déterminer la contrainte, il est nécessaire de calculer la dérivée du couple par rapport au nombre de tours, ce qui nécessite un lissage des courbes expérimentales pour lequel ce pic n'est pas pris en compte.

<u>Exemple du pic du couple observé expérimentalement</u>

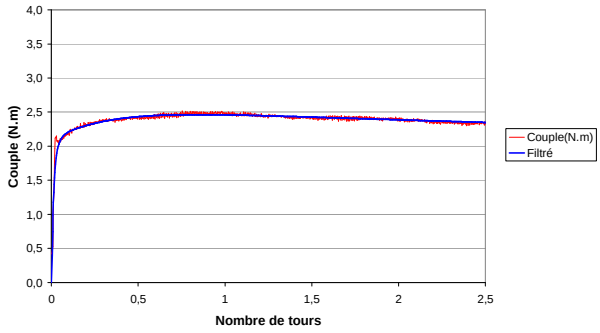
Les courbes couple – nombre de tours obtenues expérimentalement pour les différents alliages déformés à une température de 900°C et une vitesse de 0.3 s^{-1} sont données en Figure 4.15 :



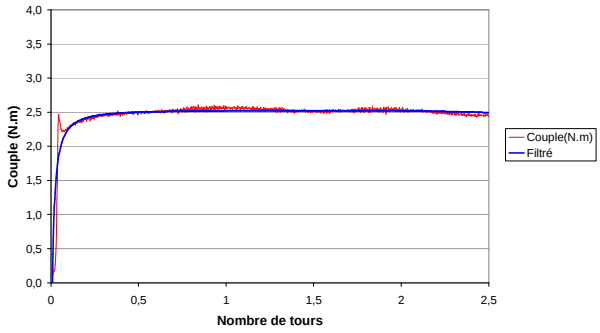
Alliage industriel Fe-8%Al



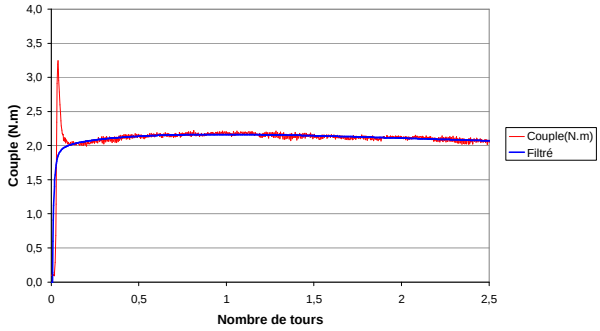
Alliage industriel Fe-8%Al-5%Mn-0.2%C



Alliage modèle Fe-8%Al



Alliage modèle Fe-8%Al-20ppmC



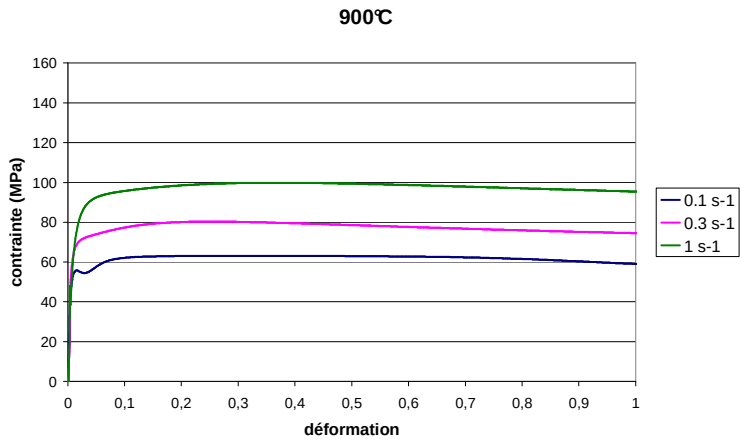
Alliage modèle Fe-15%Al

Figure 4.15 Courbes expérimentales couple – nombre de tours obtenues par essais de torsion sur les différentes nuances étudiées
Température : 900°C
Vitesse de déformation : $0.3s^{-1}$

Concernant les alliages industriels, aucun pic du couple n'est observé. Dans les alliages modèles, un pic du couple est observé dans certains cas. Pour les alliages Fe-8%Al et Fe-8%Al-20ppmC, un léger pic est parfois présent alors que pour l'alliage Fe-15%Al le pic est important. Un essai supplémentaire de torsion à chaud a été réalisé sur l'alliage Fe-15%Al (température de 900°C et une vitesse de 0.3 s^{-1}) avec non pas 5min de maintien à température avant déformation mais 1h afin de vérifier si ce pic était dû à des phénomènes de diffusion (passage d'une structure ordonnée à une structure désordonnée). Les valeurs du couple obtenu sont similaires au premier essai réalisé ne permettant pas de conclure sur la raison de l'existence de ce pic.

<u>Alliage modèle Fe-8%Al</u>

Les courbes contrainte-déformation obtenues par essais de torsion pour l'alliage modèle Fe-8%Al sont données en Figure 4.16 :



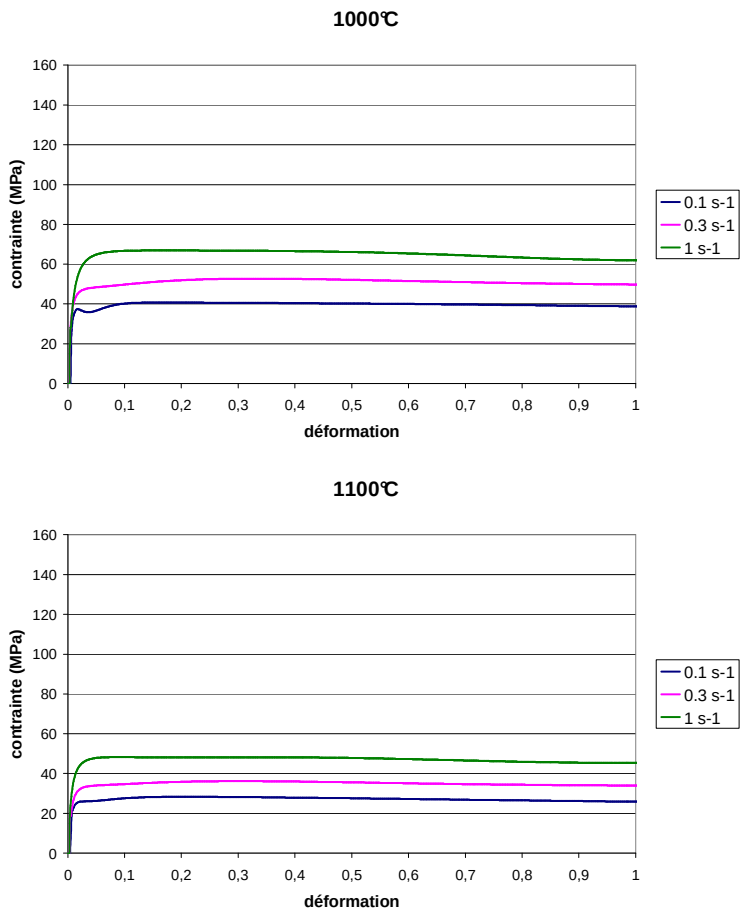
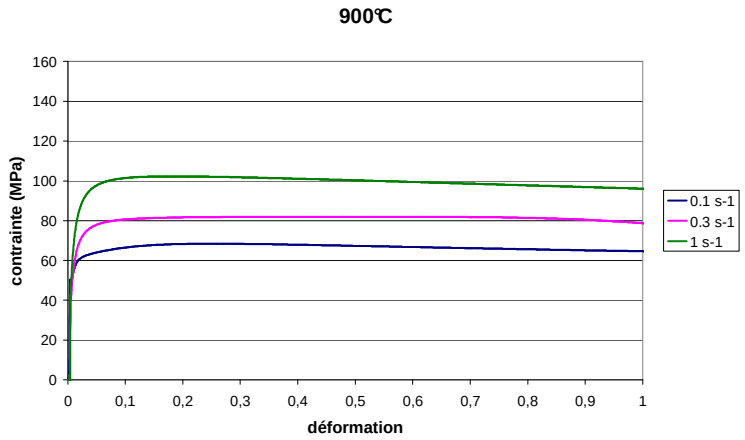


Figure 4.16 Courbes contrainte-déformation obtenues pour l'alliage modèle Fe-8%Al

Alliage modèle Fe-8%Al-20ppmC

Les courbes contrainte-déformation obtenues par essais de torsion pour l'alliage modèle Fe-8%Al-20ppmC sont données en Figure 4.17 :



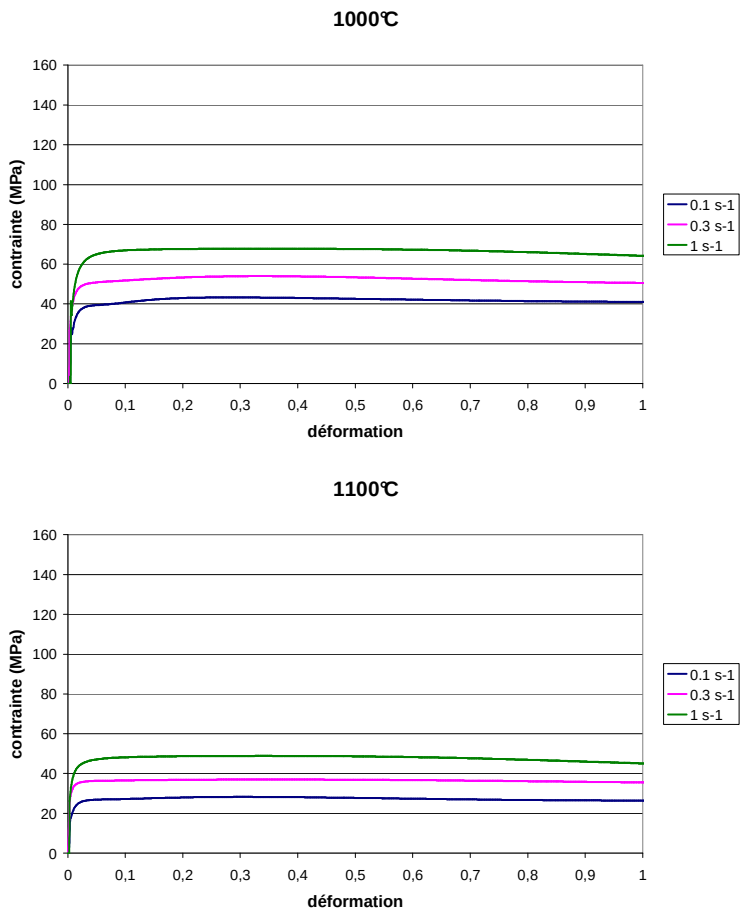
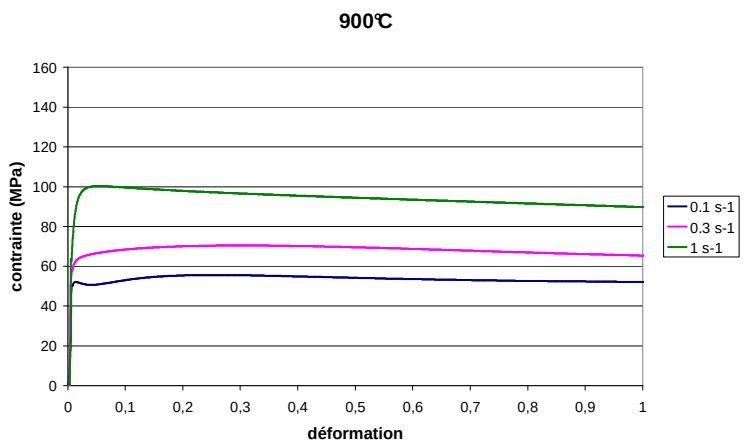


Figure 4.17 Courbes contrainte-déformation obtenues pour l'alliage modèle Fe-8%Al-20ppmC

Alliage modèle Fe-15%Al

Les courbes contrainte-déformation obtenues par essais de torsion pour l'alliage modèle Fe-15%Al sont données en Figure 4.18 :



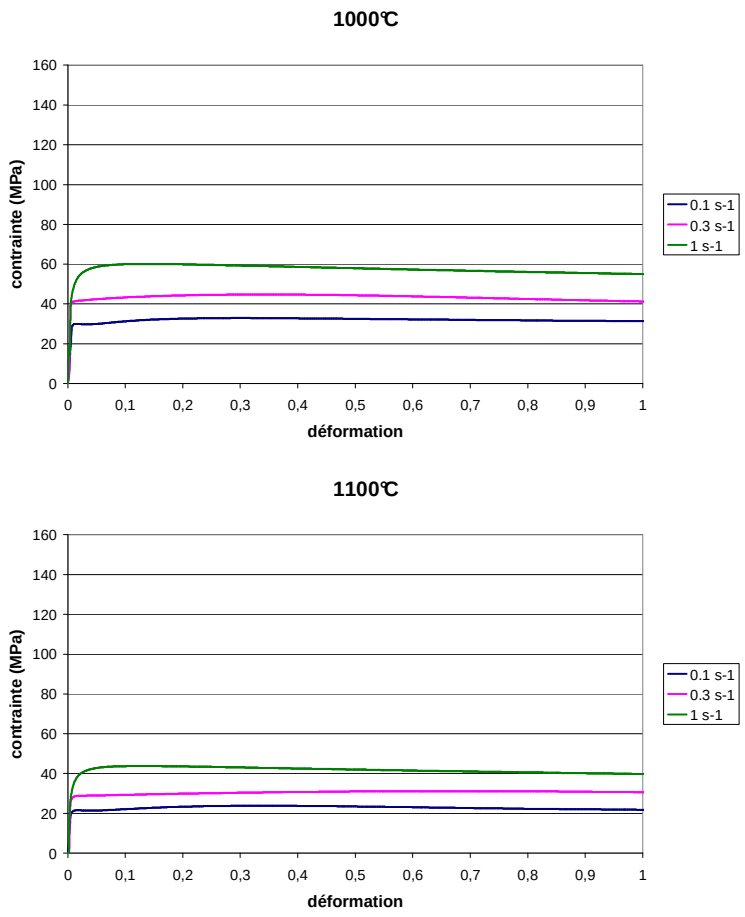
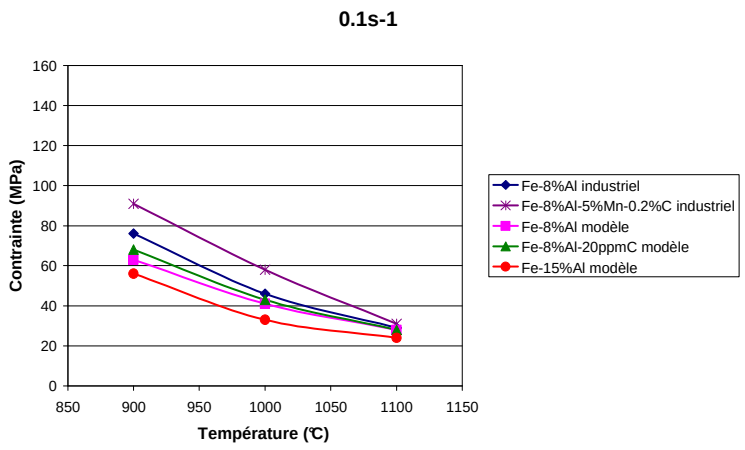


Figure 4.18 Courbes contrainte-déformation obtenues pour l'alliage modèle Fe-15%Al

4.2.2.3 Evolution de la contrainte maximale avec la température et la vitesse de déformation

Les courbes donnant l'évolution de la contrainte maximale avec la température et la vitesse de déformation pour l'ensemble des nuances sont données en Figure 4.19.



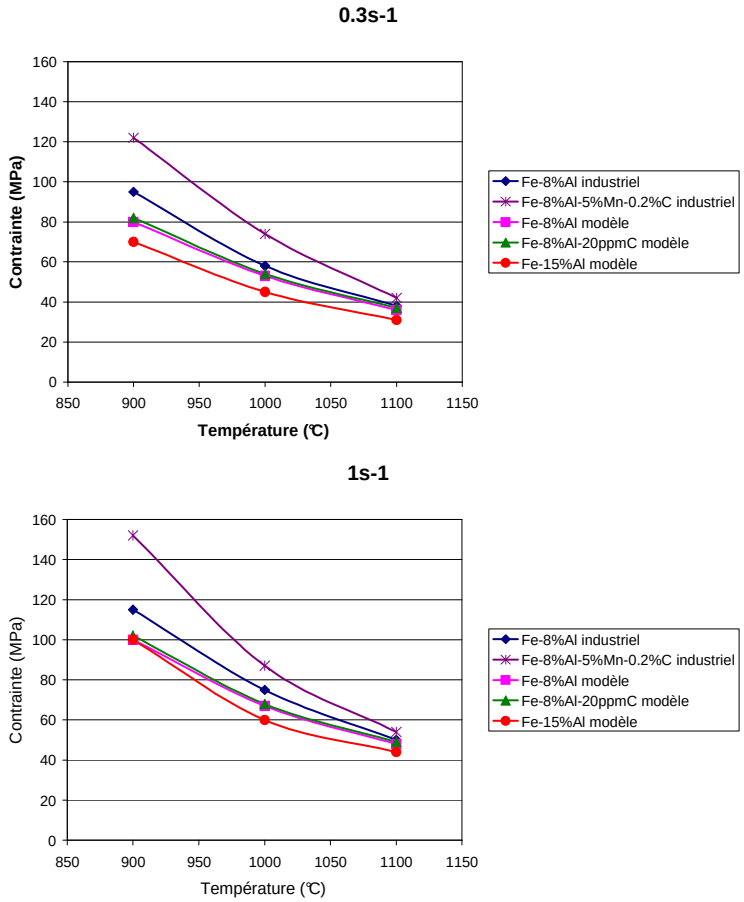


Figure 4.19 Evolution de la contrainte maximale avec la température et la vitesse de déformation

4.2.2.4 Discussion

Un résultat classique est vérifié (Figure 4.13, Figure 4.14, Figure 4.16, Figure 4.17, Figure 4.18 et Figure 4.19) : la contrainte σ augmente lorsque la température diminue ou lorsque la vitesse de déformation augmente.

Concernant les différentes nuances, les contraintes les plus élevées sont celles associées aux alliages industriels Fe-8%Al-5%Mn-0.2%C et Fe-8%Al. Puis dans l'ordre décroissant, nous trouvons l'alliage modèle Fe-8%Al-20ppmC, l'alliage modèle Fe-8%Al et enfin l'alliage modèle Fe-15%Al. Les trois nuances contenant une certaine quantité de carbone, en solution solide à ces températures élevées, (l'alliage industriel Fe-Al-Mn-C contient 0,2% de carbone, l'alliage industriel Fe-Al, 86ppm de carbone et l'alliage modèle Fe-Al-C, 24ppm de carbone) présentent donc les contraintes les plus élevées (effet durcissant du carbone). La raison pour laquelle l'alliage modèle Fe-15%Al possède une contrainte d'écoulement inférieure à celle de l'alliage modèle Fe-8%Al est moins évidente. Il est cependant intéressant de noter que Palm [2005] a aussi observé une très légère baisse de la limite d'élasticité entre un alliage Fe-9%Al et un alliage Fe-15%Al déformés à 700°C sans donner d'explication.

4.2.3 Détermination des paramètres rhéologiques

4.2.3.1 Paramètres macroscopiques

Paramètre m

Dans un premier temps, les trois courbes contrainte-déformation correspondant aux trois vitesses de déformation imposées à une température donnée sont tracées. Pour chaque température, deux valeurs de m sont déterminées. La première pour une déformation correspondant approximativement au maximum de la contrainte et la seconde pour une déformation égale à 1. Dans un second temps, deux graphes comportant chacun trois points $(\ln\dot{\varepsilon}_i\ ;\ \ln\sigma_i)$ sont tracés puis une régression linéaire est effectuée afin de déterminer la pente qui représente la valeur de m associée.

Exemple de détermination du paramètre m :

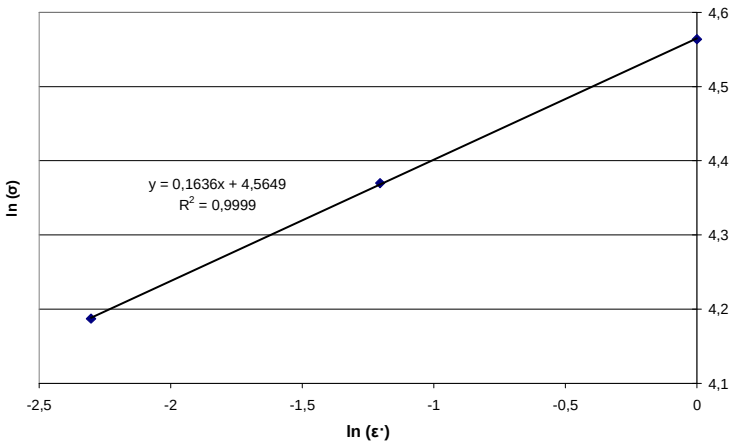


Figure 4.20 Détermination du paramètre m correspondant à l'alliage industriel Fe-8%Al associé à une température de 900°C et une déformation égale à 1

Bien que seulement trois valeurs soient utilisées pour déterminer une pente, le coefficient de corrélation est égal à 0,9999 ce qui permet d'avoir une très grande confiance dans les résultats.
Concernant l'ensemble des nuances, le coefficient de corrélation est toujours supérieur à 0,98.

Paramètre Q

Deux graphes (lnσ en fonction de 1/T pour les trois vitesses de déformation) correspondant aux deux déterminations différentes de la valeur de m [m($\sigma=\sigma_{max}$) et m(ε=1)] sont tracés. Connaissant la valeur de m pour chacune des trois températures et en calculant la valeur de la pente pour chacune des trois vitesses de déformation, l'énergie d'activation apparente Q associée à une vitesse de déformation et à une température données peut être déterminée.

Exemple de détermination du paramètre Q :

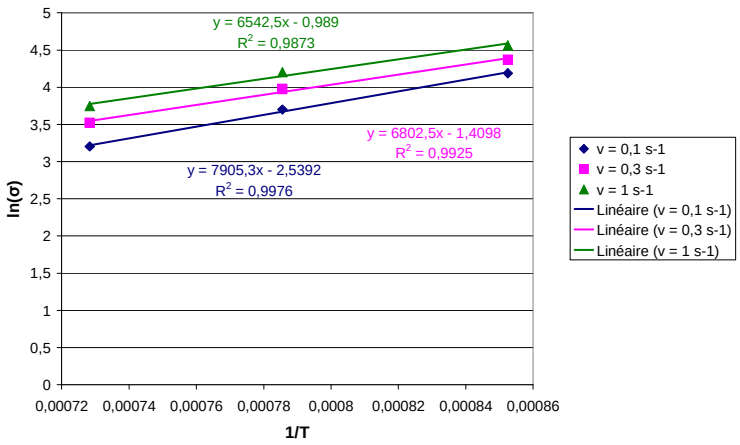


Figure 4.21 Graphique permettant la détermination du paramètre Q associé à une déformation égale à 1

Les coefficients de corrélation obtenus sont très bons. Concernant l'ensemble des nuances, le coefficient de corrélation est toujours supérieur à 0,98.

Alliage industriel Fe-8%Al

Sensibilité à la vitesse de déformation (m)

Les valeurs des coefficients de sensibilité à la vitesse de déformation obtenues pour l'alliage industriel Fe-8%Al sont données en Figure 4.22 :

$T_{déf}$ (°C)	m ($\sigma=\sigma_{max}$)	m (ε=1)
900	0,181	0,164
1000	0,210	0,219
1100	0,232	0,235

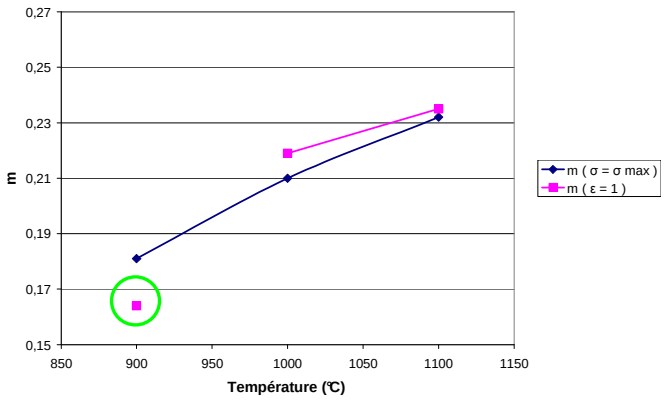


Figure 4.22 Valeurs des paramètres de sensibilité à la vitesse de déformation déterminées pour l'alliage industriel Fe-8%Al

Le point entouré par un cercle vert semble être un point aberrant. En effet, il semblerait qu'il se soit produit un auto-échauffement durant la fin de l'essai de torsion effectué à 900°C et à $1s^{-1}$ ayant pour conséquence une diminution de la contrainte et donc de la valeur de m associée (cf. Figure 4.13).

Sensibilité à la température – énergie d'activation apparente (Q)

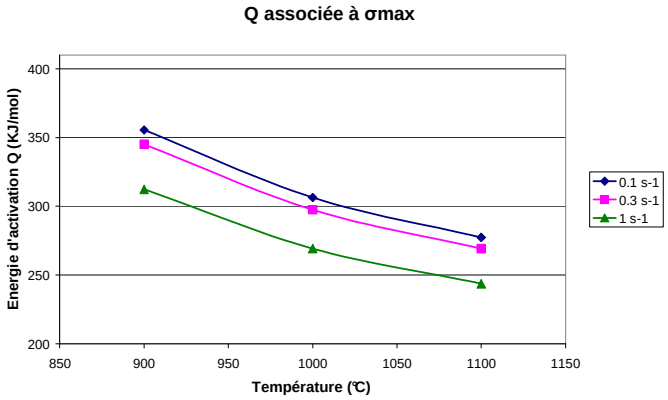
Les valeurs des énergies d'activation apparente associées à σ_{max} et à $\sigma_{\varepsilon=1}$ obtenues pour l'alliage industriel Fe-8%Al sont données dans le Tableau 4.5, le Tableau 4.6 et en Figure 4.23 :

$\dot{\varepsilon}$ (s^{-1})	0,1	0,1	0,1	0,3	0,3	0,3	1	1	1
$T_{déf}$ (°C)	900	1000	1100	900	1000	1100	900	1000	1100
Q (kJ/mol)	355	306	277	345	297	269	312	269	244

Tableau 4.5 Tableau regroupant les énergies d'activation apparente associées à σ_{max} pour l'alliage industriel Fe-8%Al

$\dot{\varepsilon}$ (s^{-1})	0,1	0,1	0,1	0,3	0,3	0,3	1	1	1
$T_{déf}$ (°C)	900	1000	1100	900	1000	1100	900	1000	1100
Q (kJ/mol)	401	300	280	345	258	241	332	248	231

Tableau 4.6 Tableau regroupant les énergies d'activation apparente associées à $\sigma_{\varepsilon=1}$ pour l'alliage industriel Fe-8%Al



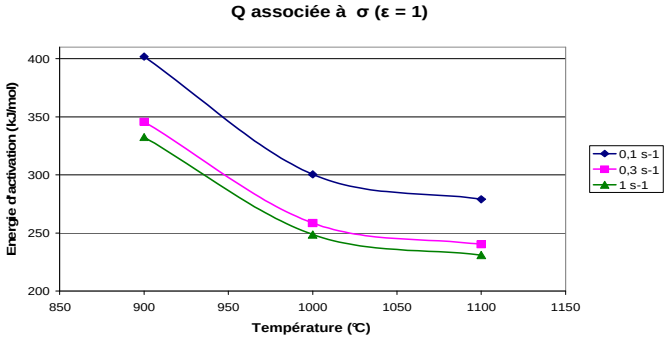


Figure 4.23 Représentation de l'énergie d'activation apparente associée à σ_{max} et $\sigma_{\varepsilon=1}$ en fonction de la température pour l'alliage industriel Fe-8%Al

Alliage industriel Fe-8%Al-5%Mn-0.2%C

<u>Sensibilité à la vitesse de déformation (m)</u>

Les valeurs des coefficients de sensibilité à la vitesse de déformation obtenues pour l'alliage industriel Fe-Al-Mn-C sont données en Figure 4.24 :

$T_{déf}$ (°C)	m ($\sigma=\sigma_{max}$)	m (ε=1)
900	0,215	0,217
1000	0,216	0,215
1100	0,243	0,235

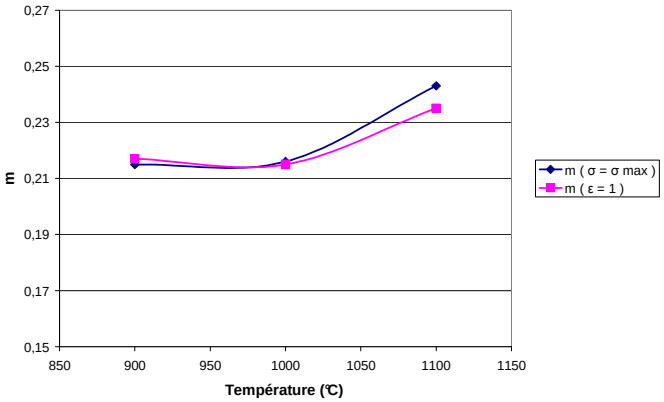


Figure 4.24 Valeurs des paramètres de sensibilité à la vitesse de déformation déterminées pour l'alliage industriel Fe-Al-Mn-C

Sensibilité à la température – énergie d'activation apparente (Q)

Les valeurs des énergies d'activation apparente associées à σ_{max} et à $\sigma_{\varepsilon=1}$ obtenues pour l'alliage industriel Fe-Al-Mn-C sont données dans le Tableau 4.7, le Tableau 4.8 et en Figure 4.25 :

$\dot{\varepsilon}$ (s^{-1})	0,1	0,1	0,1	0,3	0,3	0,3	1	1	1
$T_{déf}$ (°C)	900	1000	1100	900	1000	1100	900	1000	1100
Q (kJ/mol)	331	330	293	324	323	287	312	310	276

Tableau 4.7 Tableau regroupant les énergies d'activation apparente associées à σ_{max} pour l'alliage industriel Fe-Al-Mn-C

$\dot{\varepsilon}$ (s^{-1})	0,1	0,1	0,1	0,3	0,3	0,3	1	1	1
$T_{déf}$ (°C)	900	1000	1100	900	1000	1100	900	1000	1100
Q (kJ/mol)	306	309	282	288	291	266	293	296	271

Tableau 4.8 Tableau regroupant les énergies d'activation apparente associées à $\sigma_{\varepsilon=1}$ pour l'alliage industriel Fe-Al-Mn-C

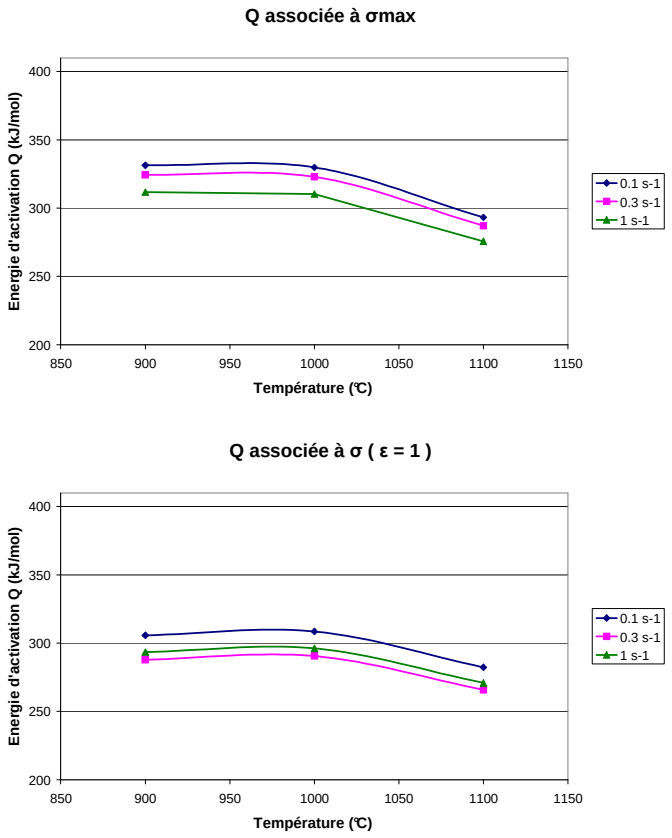


Figure 4.25 Représentation de l'énergie d'activation apparente associée à σ_{max} et $\sigma_{\varepsilon=1}$ en fonction de la température pour l'alliage modèle Fe-Al-Mn-C

Alliage modèle Fe-8%Al

<u>Sensibilité à la vitesse de déformation (m)</u>

Les valeurs des coefficients de sensibilité à la vitesse de déformation obtenues pour l'alliage modèle Fe-8%Al sont données en Figure 4.26 :

$T_{déf}$ (°C)	m ($\sigma=\sigma_{max}$)	m (ε=1)
900	0,198	0,209
1000	0,216	0,221
1100	0,233	0,244

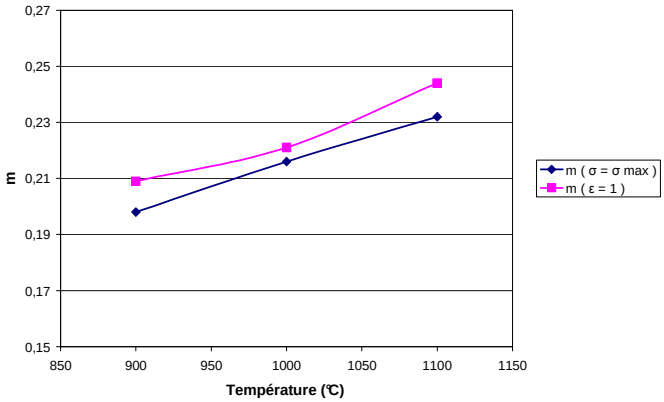


Figure 4.26 Valeurs des paramètres de sensibilité à la vitesse de déformation déterminées pour l'alliage modèle Fe-8%Al

Sensibilité à la température – énergie d'activation apparente (Q)

Les valeurs des énergies d'activation apparente associées à σ_{max} et à $\sigma_{\varepsilon=1}$ obtenues pour l'alliage modèle Fe-8%Al sont données dans le Tableau 4.9, le Tableau 4.10 et en Figure 4.27 :

$\dot{\varepsilon}$ (s^{-1})	0,1	0,1	0,1	0,3	0,3	0,3	1	1	1
$T_{déf}$ (°C)	900	1000	1100	900	1000	1100	900	1000	1100
Q (kJ/mol)	272	250	232	269	246	229	246	225	210

Tableau 4.9 Tableau regroupant les énergies d'activation apparente associées à σ_{max} pour l'alliage modèle Fe-8%Al

$\dot{\varepsilon}$ (s^{-1})	0,1	0,1	0,1	0,3	0,3	0,3	1	1	1
$T_{déf}$ (°C)	900	1000	1100	900	1000	1100	900	1000	1100
Q (kJ/mol)	264	249	226	251	237	215	238	225	204

Tableau 4.10 Tableau regroupant les énergies d'activation apparente associées à $\sigma_{\varepsilon=1}$ pour l'alliage modèle Fe-8%Al

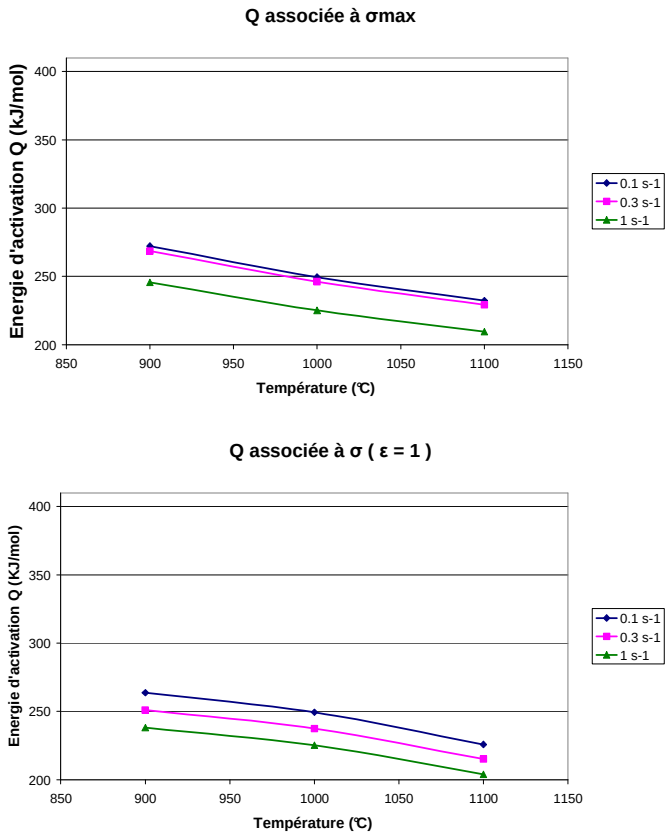


Figure 4.27 Représentation de l'énergie d'activation apparente associée à σ_{max} et $\sigma_{\varepsilon=1}$ en fonction de la température pour l'alliage modèle Fe-8%Al

Alliage modèle Fe-8%Al-20ppmC

<u>Sensibilité à la vitesse de déformation (m)</u>

Les valeurs des coefficients de sensibilité à la vitesse de déformation obtenues pour l'alliage modèle Fe-8%Al-20ppmC sont données en Figure 4.28 :

$T_{déf}$ (°C)	m ($\sigma=\sigma_{max}$)	m (ε=1)
900	0,173	0,172
1000	0,195	0,195
1100	0,237	0,232

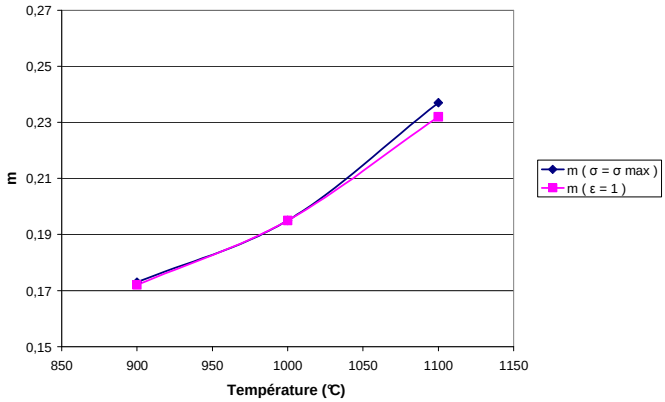


Figure 4.28 Valeurs des paramètres de sensibilité à la vitesse de déformation déterminées pour l'alliage modèle Fe-8%Al-20ppmC

Sensibilité à la température – énergie d'activation apparente (Q)

Les valeurs des énergies d'activation apparente associées à σ_{max} et à $\sigma_{\varepsilon=1}$ obtenues pour l'alliage modèle Fe-8%Al-20ppmC sont données dans le Tableau 4.11, le Tableau 4.12 et en Figure 4.29 :

$\dot{\varepsilon}$ (s^{-1})	0,1	0,1	0,1	0,3	0,3	0,3	1	1	1
$T_{déf}$ (°C)	900	1000	1100	900	1000	1100	900	1000	1100
Q (kJ/mol)	341	302	249	307	272	224	284	252	207

Tableau 4.11 Tableau regroupant les énergies d'activation apparente associées à σ_{max} pour l'alliage modèle Fe-8%Al-20ppmC

$\dot{\varepsilon}$ (s^{-1})	0,1	0,1	0,1	0,3	0,3	0,3	1	1	1
$T_{déf}$ (°C)	900	1000	1100	900	1000	1100	900	1000	1100
Q (kJ/mol)	348	307	258	310	273	230	294	259	218

Tableau 4.12 Tableau regroupant les énergies d'activation apparente associées à $\sigma_{\varepsilon=1}$ pour l'alliage modèle Fe-8%Al-20ppmC

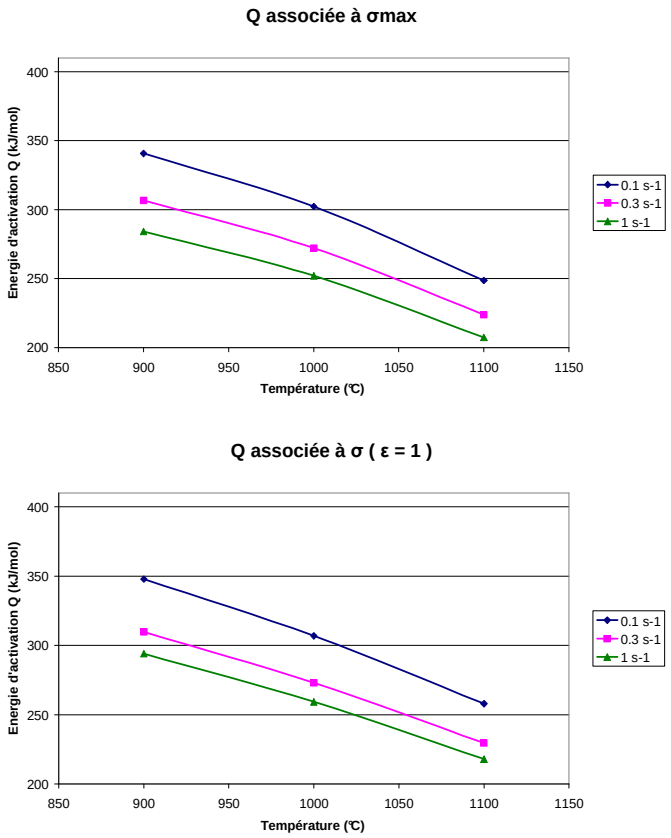


Figure 4.29 Représentation de l'énergie d'activation apparente associée à σ_{max} et $\sigma_{\varepsilon=1}$ en fonction de la température pour l'alliage modèle Fe-8%Al-20ppmC

Alliage modèle Fe-15%Al

<u>Sensibilité à la vitesse de déformation (m)</u>

Les valeurs des coefficients de sensibilité à la vitesse de déformation obtenues pour l'alliage modèle Fe-15%Al sont données en Figure 4.30 :

$T_{déf}$ (°C)	m ($\sigma=\sigma_{max}$)	m (ε=1)
900	0,241	0,236
1000	0,255	0,243
1100	0,258	0,260

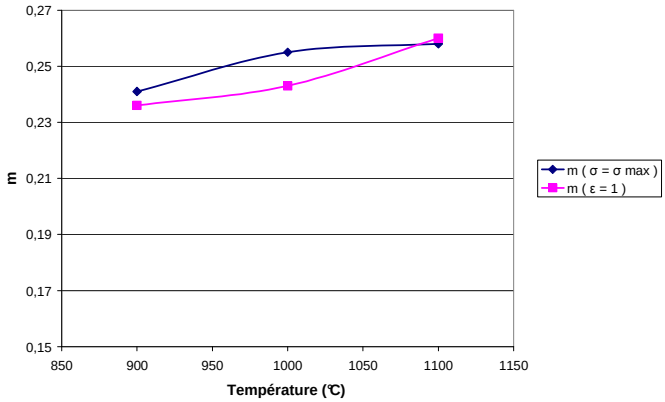


Figure 4.30 Valeurs des paramètres de sensibilité à la vitesse de déformation déterminées pour l'alliage modèle Fe-15%Al

Sensibilité à la température – énergie d'activation apparente (Q)

Les valeurs des énergies d'activation apparente associées à σ_{max} et à $\sigma_{\varepsilon=1}$ obtenues pour l'alliage modèle Fe-15%Al sont données dans le Tableau 4.13, le Tableau 4.14 et en Figure 4.31 :

$\dot{\varepsilon}$ (s^{-1})	0,1	0,1	0,1	0,3	0,3	0,3	1	1	1
$T_{déf}$ (°C)	900	1000	1100	900	1000	1100	900	1000	1100
Q (kJ/mol)	236	223	220	234	221	218	225	213	210

Tableau 4.13 Tableau regroupant les énergies d'activation apparente associées à σ_{max} pour l'alliage modèle Fe-15%Al

$\dot{\varepsilon}$ (s^{-1})	0,1	0,1	0,1	0,3	0,3	0,3	1	1	1
$T_{déf}$ (°C)	900	1000	1100	900	1000	1100	900	1000	1100
Q (kJ/mol)	248	240	225	238	231	216	232	225	210

Tableau 4.14 Tableau regroupant les énergies d'activation apparente associées à $\sigma_{\varepsilon=1}$ pour l'alliage modèle Fe-15%Al

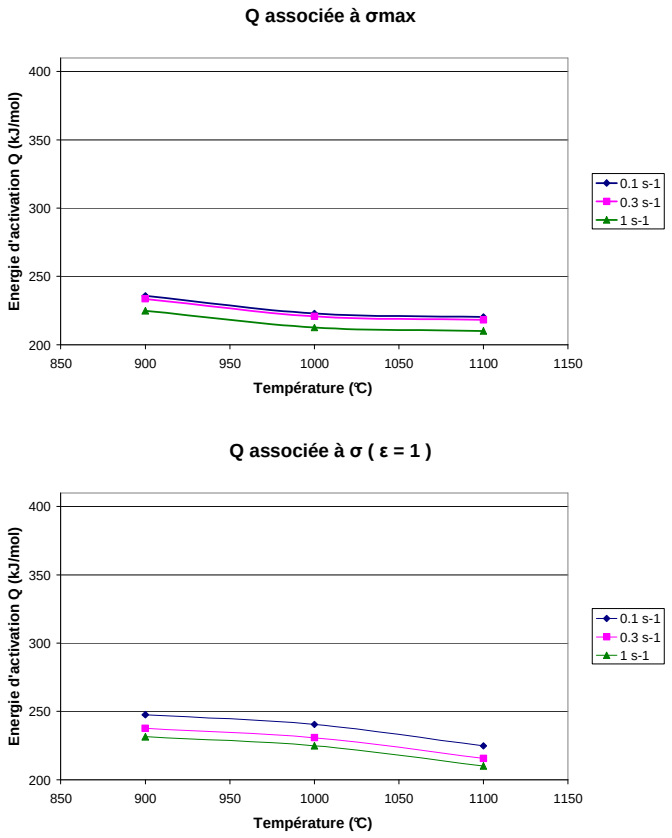


Figure 4.31 Représentation de l'énergie d'activation apparente associée à σ_{max} et $\sigma_{\varepsilon=1}$ en fonction de la température pour l'alliage modèle Fe-15%Al

4.2.3.2 Paramètres microscopiques

<u>Utilisation de la relation microscopique élaborée par Laasraoui et Jonas [1991]</u>

La détermination des deux coefficients h et r permet un bon recouvrement des courbes contrainte-déformation simulées et des courbes expérimentales dans le domaine des déformations modérées (cf. Figure 4.33), c'est-à-dire avant que les effets de la recristallisation dynamique interviennent (pour une déformation comprise entre ε_e, déformation associée à la limite d'élasticité, et la déformation associée aux (5/6).σ_{max} [Jonas *et al*., 2009]).

Proposition d'une nouvelle relation microscopique

Dans cette partie, nous proposons une nouvelle relation microscopique qui permet d'atteindre plus rapidement son asymptote (état stationnaire). L'évolution de la densité de dislocations en fonction de la déformation est de la forme suivante :

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = h \cdot \left[2 - \exp\left(\frac{r}{h} \cdot \rho\right)\right] \qquad 4\text{-}1$$

avec h : paramètre caractérisant l'écrouissage (m^{-2})

r : paramètre caractérisant la cinétique de restauration dynamique (sans dimension)

Après intégration de l'équation 4-1 et utilisation de l'équation 2-1, on en déduit la loi de comportement macroscopique suivante :

$$\sigma = \left[\frac{\sigma_s^2}{\ln 2} \cdot \ln\left(\frac{2}{1 - \left[1 - 2\exp\left(-\frac{\sigma_e^2 \cdot \ln 2}{\sigma_s^2}\right)\right] \cdot \exp\left[-2 \cdot r\left(\varepsilon - \varepsilon_e\right)\right]}\right)\right]^{1/2}$$

avec σ_e : limite d'élasticité $\sigma_e = \alpha \cdot \mu \cdot b \cdot \sqrt{\rho_0}$

σ_s : contrainte d'écoulement en régime stationnaire $\sigma_s = \alpha \cdot \mu \cdot b \cdot \sqrt{\frac{h}{r} \cdot \ln 2}$

Cette loi, appelée « loi exponentielle », présente bien l'avantage de conduire à un état stationnaire plus rapidement que celle proposée par Laasraoui et Jonas [1991] (Figure 4.32).

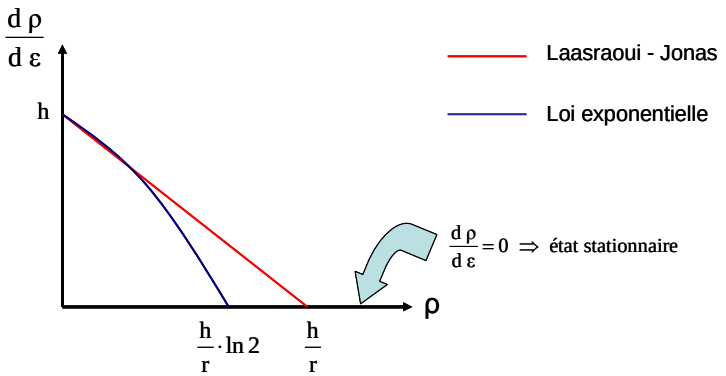


Figure 4.32 Représentation schématique des courbes dρ/dε = f (ρ) pour les deux lois utilisées

Les paramètres microscopiques obtenus avec cette nouvelle loi sont comparables à ceux obtenus avec la loi Laasraoui et Jonas [1991] étant donné qu'ils ont les mêmes dimensions.

On peut remarquer que si $\rho \ll 1$, on retrouve la relation de Laasraoui et Jonas en effectuant un développement limité d'ordre 1.

Les paramètres h et r seront systématiquement déterminés en utilisant les deux lois (*LJ* pour Laasraoui et Jonas et *LE* pour loi exponentielle).

Dans la partie modélisation de cette étude (chapitre V), la nouvelle loi proposée décrivant l'évolution de la densité de dislocations en fonction de la déformation sera utilisée et les résultats de la nuance Fe-8%Al AM0222 seront exploités à cette occasion.

<u>Exemple de courbes contrainte-déformation simulées grâce aux deux différentes lois</u>

La Figure 4.33 montre un exemple d'une courbe contrainte-déformation expérimentale (en noire) obtenue pour un essai réalisé à 900°C et à $1s^{-1}$ pour l'alliage industriel Fe-8%Al ainsi que les courbes simulées grâce à la détermination des coefficients h et r par l'intermédiaire de la loi de Laasraoui et Jonas (en rouge) et de la nouvelle loi proposée (en bleu).

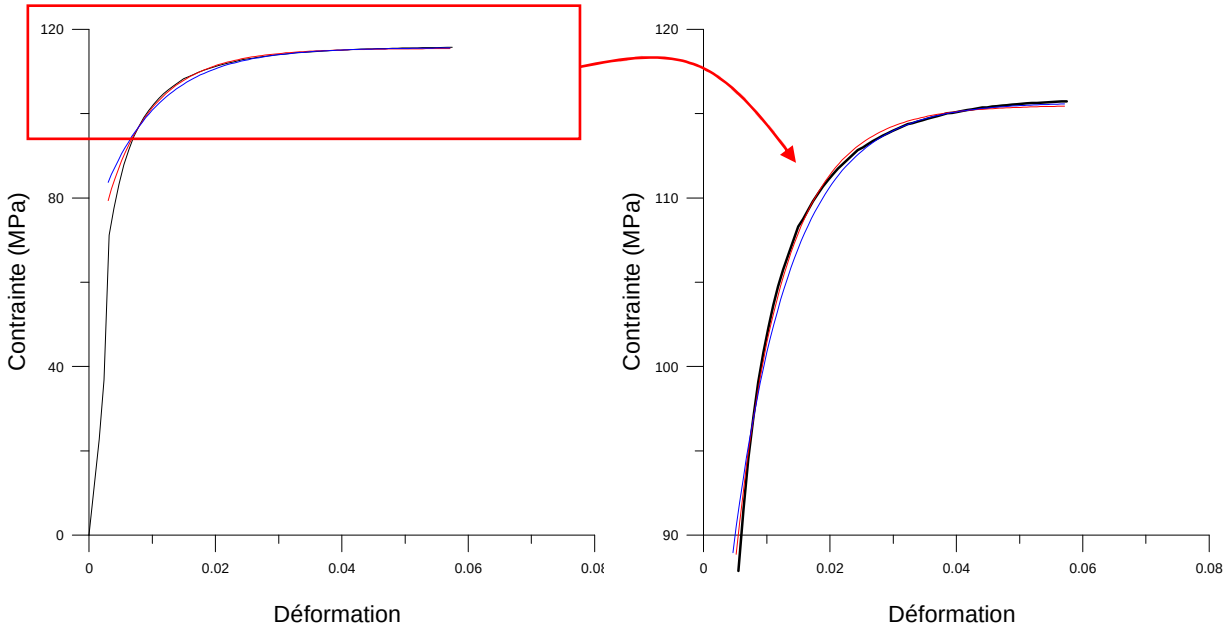


Figure 4.33 Exemple de courbes contrainte-déformation simulées

Dans ce cas, en utilisant la loi de Laasraoui et Jonas, on obtient r = 119 et h = $1{,}669.10^{16}$ m^{-2} et en utilisant la nouvelle loi proposée, r = 55 et h = $1{,}116.\ 10^{16}$ m^{-2}.

Alliage industriel Fe-8%Al

Paramètre de restauration dynamique (r)

Les valeurs des paramètres de restauration dynamique obtenues pour l'alliage industriel Fe-8%Al sont données dans le Tableau 4.15 et en Figure 4.34 :

$\dot{\varepsilon}$ (s^{-1})	0,1	0,1	0,1	0,3	0,3	0,3	1	1	1
$T_{déf}$ (°C)	900	1000	1100	900	1000	1100	900	1000	1100
r_{LJ}	196	73	87	126	106	76	119	76	65
r_{LE}	107	38	42	65	57	40	55	41	33

Tableau 4.15 Tableau regroupant les valeurs des paramètres de restauration dynamique pour l'alliage industriel Fe-8%Al

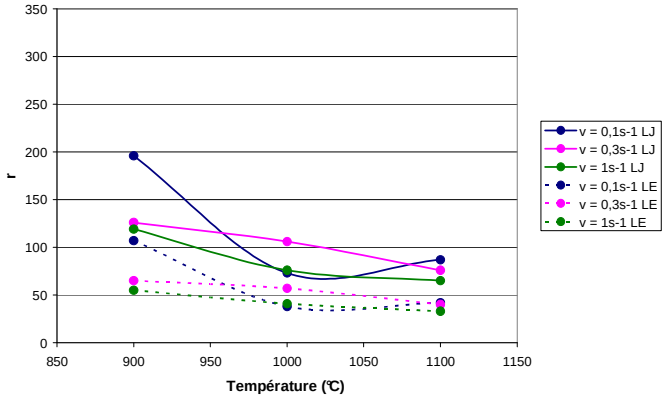


Figure 4.34 Evolution des valeurs des paramètres de restauration dynamique en fonction de la température pour l'alliage industriel Fe-8%Al

Paramètre d'écrouissage (h)

Les valeurs des paramètres d'écrouissage obtenues pour l'alliage industriel Fe-8%Al sont données dans le Tableau 4.16 et en Figure 4.35 :

$\dot{\varepsilon}$ (s^{-1})	0,1	0,1	0,1	0,3	0,3	0,3	1	1	1
$T_{déf}$ (°C)	900	1000	1100	900	1000	1100	900	1000	1100
h_{LJ} x 10^{-14} (m^{-2})	121,39	18,93	10,53	118,45	44,28	14,92	166,86	52,08	23,12
h_{LE} x 10^{-14} (m^{-2})	95,10	14,33	7,34	88,63	34,07	11,31	111,16	40,03	16,91

Tableau 4.16 Tableau regroupant les valeurs des paramètres d'écrouissage pour l'alliage industriel Fe-8%Al

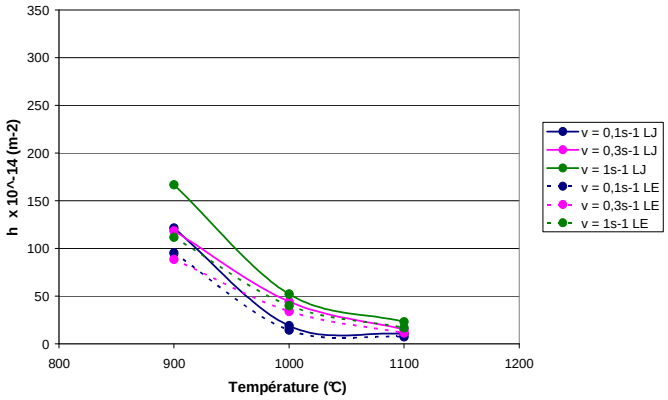


Figure 4.35 Evolution des valeurs des paramètres d'écrouissage en fonction de la température pour l'alliage industriel Fe-8%Al

Il faut signaler que ces coefficients r et h présentent une forte dispersion et leurs mesures doivent toujours être analysées avec précaution.

<u>Variation des paramètres h et r en fonction de la température et de la vitesse de déformation</u>

Dans le cas de cet alliage industriel Fe-8%Al, la variation des paramètres h et r en fonction de la température et de la vitesse de déformation a été étudiée.
En supposant que les paramètres h et r suivent une loi puissance en fonction de $\dot{\varepsilon}$ et une loi d'Arrhénius en fonction de T, on peut déduire un coefficient de sensibilité à la vitesse et une énergie d'activation apparente.

Compte tenu des travaux antérieurs [Chauvet-Sauvage, 2000] [Oliveira, 2003], les lois donnant h et r sont de la forme :

$$h = K_h \cdot \varepsilon^{m_h} \cdot \exp\left(\frac{m_h \cdot Q_h}{R \cdot T}\right)$$

$$r = K_r \cdot \varepsilon^{-m_r} \cdot \exp\left(\frac{-m_r \cdot Q_r}{R \cdot T}\right)$$

Les coefficients m_r et m_h sont déterminés en traçant les courbes $\ln(r) = f(\ln \varepsilon)$ et $\ln(h) = f(\ln \varepsilon)$ et en prenant la moyenne des trois pentes correspondant aux trois températures.

Ensuite, les coefficients Q_r et Q_h sont déterminés en traçant les courbes $\ln(r) = f(1/T)$ et $\ln(h) = f(1/T)$, en prenant la moyenne des trois pentes correspondant aux trois vitesses de déformation et en utilisant le coefficient m_r ou m_h déterminé précédemment.

Enfin, une optimisation numérique portant sur les paramètres K_r et K_h est effectuée afin que l'écart moyen global entre les valeurs expérimentales et théoriques soit minimisé.

Les résultats ainsi obtenus sont donnés dans le Tableau 4.17, en Figure 4.36 et en Figure 4.37.

K_r	m_r	Q_r (kJ/mol)	K_h (m^{-2})	m_h	Q_h (kJ/mol)
0,915	-0,12	360	$4,15 \times 10^9$	0,29	500

Tableau 4.17 Tableau regroupant les coefficients K_r, m_r, Q_r, K_h, m_h et Q_h pour l'alliage indutriel Fe-8%Al

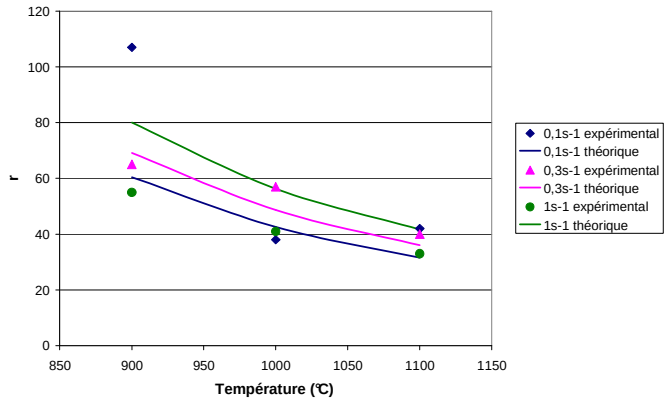


Figure 4.36 Evolution des valeurs des paramètres de restauration dynamique expérimentaux et théoriques en fonction de la température pour l'alliage industriel Fe-8%Al

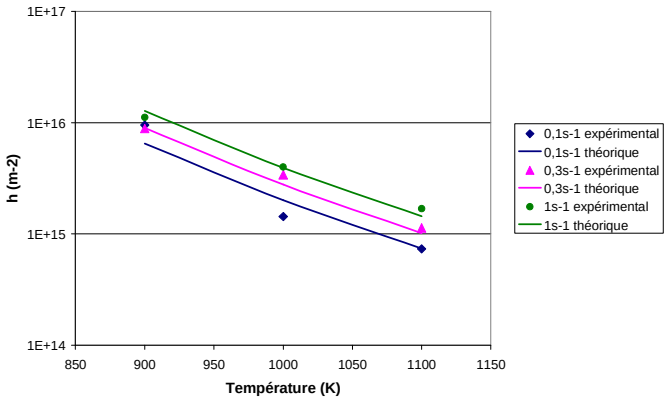


Figure 4.37 Evolution des valeurs des paramètres d'écrouissage expérimentaux et théoriques en fonction de la température pour l'alliage industriel Fe-8%Al

Alliage industriel Fe-8%Al-5%Mn-0.2%C

Paramètre de restauration dynamique (r)

Les valeurs des paramètres de restauration dynamique obtenues pour l'alliage industriel Fe-Al-Mn-C sont données dans le Tableau 4.18 et en Figure 4.38 :

$\dot{\varepsilon}$ (s^{-1})	0,1	0,1	0,1	0,3	0,3	0,3	1	1	1
$T_{déf}$ (°C)	900	1000	1100	900	1000	1100	900	1000	1100
r_{LJ}	105	216	322	192	237	329	115	241	245
r_{LE}	61	122	174	113	139	178	59	135	135

Tableau 4.18 Tableau regroupant les valeurs des paramètres de restauration dynamique pour l'alliage industriel Fe-Al-Mn-C

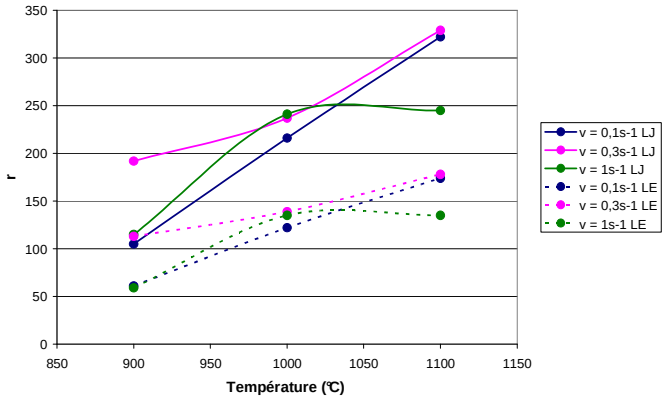


Figure 4.38 Evolution des valeurs des paramètres de restauration dynamique en fonction de la température pour l'alliage industriel Fe-Al-Mn-C

Paramètre d'écrouissage (h)

Les valeurs des paramètres d'écrouissage obtenues pour l'alliage industriel Fe-Al-Mn-C sont données dans le Tableau 4.19 et en Figure 4.39 :

$\dot{\varepsilon}$ (s^{-1})	0,1	0,1	0,1	0,3	0,3	0,3	1	1	1
$T_{déf}$ (°C)	900	1000	1100	900	1000	1100	900	1000	1100
h_{LJ} x 10^{-14} (m^{-2})	105,17	82,70	43,70	334,09	171,49	86,93	290,69	224,77	101,74
h_{LE} x 10^{-14} (m^{-2})	86,30	66,50	34,02	278,26	143,01	67,87	216,73	181,37	55,70

Tableau 4.19 Tableau regroupant les valeurs des paramètres d'écrouissage pour l'alliage modèle Fe-Al-Mn-C

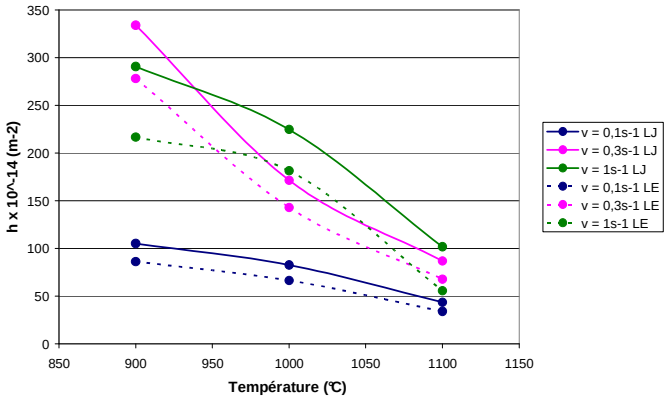


Figure 4.39 Evolution des valeurs des paramètres d'écrouissage
en fonction de la température pour l'alliage modèle Fe-Al-Mn-C

Alliage modèle Fe-8%Al

Paramètre de restauration dynamique (r)

Les valeurs des paramètres de restauration dynamique obtenues pour l'alliage modèle Fe-8%Al sont données dans le Tableau 4.20 et en Figure 4.40 :

$\dot{\varepsilon}$ (s^{-1})	0,1	0,1	0,1	0,3	0,3	0,3	1	1	1
$T_{déf}$ (°C)	900	1000	1100	900	1000	1100	900	1000	1100
r_{LJ}	20	20	29	43	48	69	50	63	82
r_{LE}	10	12	15	24	30	40	29	37	47

Tableau 4.20 Tableau regroupant les valeurs des paramètres de restauration dynamique
pour l'alliage modèle Fe-8%Al

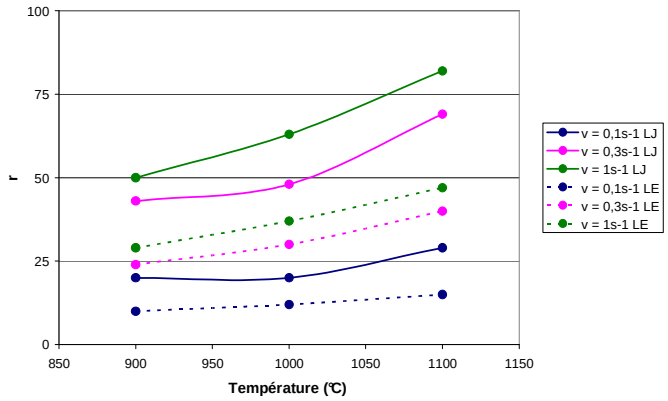


Figure 4.40 Evolution des valeurs des paramètres de restauration dynamique
en fonction de la température pour l'alliage modèle Fe-8%Al

Paramètre d'écrouissage (h)

Les valeurs des paramètres d'écrouissage obtenues pour l'alliage modèle Fe-8%Al sont donnés dans le Tableau 4.21 et en Figure 4.41 :

$\dot{\varepsilon}$ (s^{-1})	0,1	0,1	0,1	0,3	0,3	0,3	1	1	1
$T_{déf}$ (°C)	900	1000	1100	900	1000	1100	900	1000	1100
h_{LJ} x 10^{-14} (m^{-2})	8,27	4,33	3,26	28,02	15,33	12,47	50,48	34,50	27,69
h_{LE} x 10^{-14} (m^{-2})	6,33	3,44	2,52	22,75	13,98	10,31	42,57	28,68	22,63

Tableau 4.21 Tableau regroupant les valeurs des paramètres d'écrouissage pour l'alliage modèle Fe-8%Al

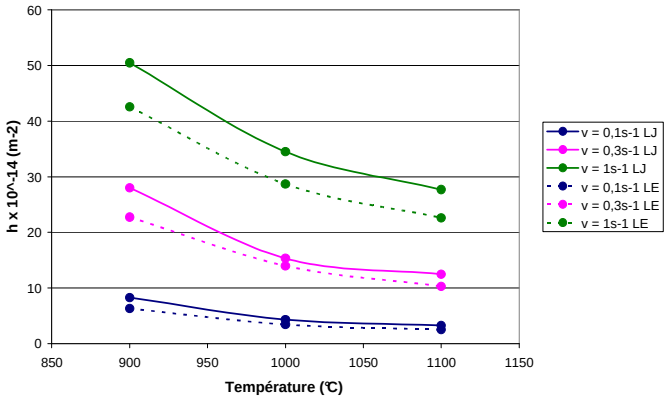


Figure 4.41 Evolution des valeurs des paramètres d'écrouissage en fonction de la température pour l'alliage modèle Fe-8%Al

Alliage modèle Fe-8%Al-20ppmC

Paramètre de restauration dynamique (r)

Les valeurs des paramètres de restauration dynamique obtenues pour l'alliage modèle Fe-8%Al-20ppmC sont données dans le Tableau 4.22 et en Figure 4.42 :

$\dot{\varepsilon}$ (s^{-1})	0,1	0,1	0,1	0,3	0,3	0,3	1	1	1
$T_{déf}$ (°C)	900	1000	1100	900	1000	1100	900	1000	1100
r_{LJ}	34	37	46	42	55	67	50	67	73
r_{LE}	18	21	26	22	29	35	25	35	39

Tableau 4.22 Tableau regroupant les valeurs des paramètres de restauration dynamique pour l'alliage modèle Fe-8%Al-20ppmC

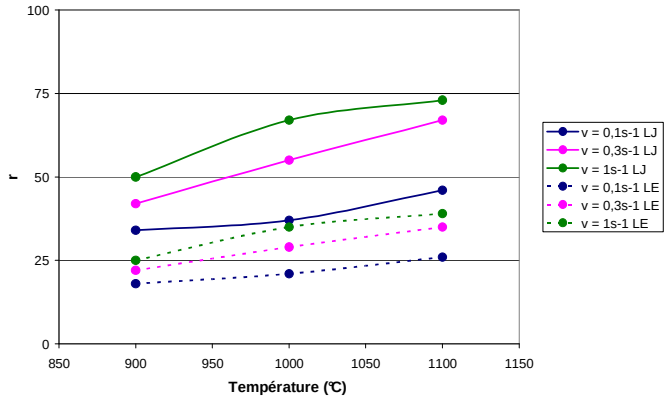


Figure 4.42 Evolution des valeurs des paramètres de restauration dynamique en fonction de la température pour l'alliage modèle Fe-8%Al-20ppmC

Paramètre d'écrouissage (h)

Les valeurs des paramètres d'écrouissage obtenues pour l'alliage modèle Fe-8%Al-20ppmC sont données dans Tableau 4.23 et en Figure 4.43 :

$\dot{\varepsilon}$ (s^{-1})	0,1	0,1	0,1	0,3	0,3	0,3	1	1	1
$T_{déf}$ (°C)	900	1000	1100	900	1000	1100	900	1000	1100
h_{LJ} x 10^{-14} (m^{-2})	16,51	8,06	5,15	29,38	15,33	13,07	54,33	37,16	24,69
h_{LE} x 10^{-14} (m^{-2})	12,70	6,58	4,12	21,86	14,43	9,88	39,97	28,18	19,16

Tableau 4.23 Tableau regroupant les valeurs des paramètres d'écrouissage pour l'alliage modèle Fe-8%Al-20ppmC

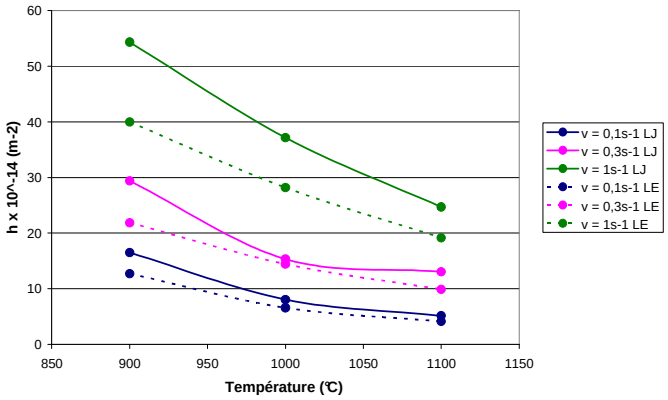


Figure 4.43 Evolution des valeurs des paramètres d'écrouissage en fonction de la température pour l'alliage modèle Fe-8%Al-20ppmC

Alliage modèle Fe-15%Al

Paramètre de restauration dynamique (r)

Les valeurs des paramètres de restauration dynamique obtenues pour l'alliage modèle Fe-15%Al sont données dans le Tableau 4.24 et en Figure 4.44 :

$\dot{\varepsilon}$ (s^{-1})	0,1	0,1	0,1	0,3	0,3	0,3	1	1	1
$T_{déf}$ (°C)	900	1000	1100	900	1000	1100	900	1000	1100
r_{LJ}	18	15	24	31	32	56	99	58	63
r_{LE}	10	8	13	17	18	75	51	32	34

Tableau 4.24 Tableau regroupant les valeurs des paramètres de restauration dynamique pour l'alliage modèle Fe-15%Al

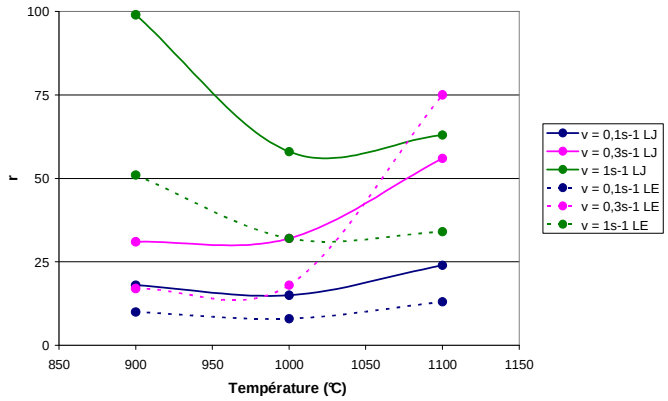


Figure 4.44 Evolution des valeurs des paramètres de restauration dynamique en fonction de la température pour l'alliage modèle Fe-15%Al

Paramètre d'écrouissage (h)

Les valeurs des paramètres d'écrouissage obtenues pour l'alliage modèle Fe-15%Al sont données dans le Tableau 4.25 et en Figure 4.45 :

$\dot{\varepsilon}$ (s^{-1})	0,1	0,1	0,1	0,3	0,3	0,3	1	1	1
$T_{déf}$ (°C)	900	1000	1100	900	1000	1100	900	1000	1100
$h_{LJ} \times 10^{-14}$ (m^{-2})	5,90	2,05	1,89	16,04	7,53	7,46	105,48	25,66	17,28
$h_{LE} \times 10^{-14}$ (m^{-2})	4,50	1,57	1,48	12,39	6,06	13,9	91,83	20,02	13,55

Tableau 4.25 Tableau regroupant les valeurs des paramètres d'écrouissage pour l'alliage modèle Fe-15%Al

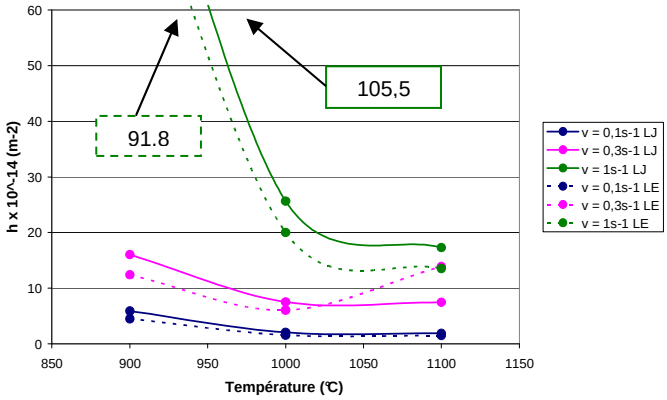


Figure 4.45 Evolution des valeurs des paramètres d'écrouissage en fonction de la température pour l'alliage modèle Fe-15%Al

4.2.4 Synthèse partielle

4.2.4.1 Sensibilité à la vitesse de déformation (m)

Les valeurs du coefficient m de sensibilité à la vitesse de déformation sont comprises entre 0,16 et 0,26. Ce sont des valeurs rencontrées classiquement. Par comparaison, Oliveira [2003] a obtenu des valeurs de m à 1100°C comprises entre 0,21 et 0,24.

Les trois points étant alignés sur chaque graphe $\ln \sigma = f(\ln \dot{\varepsilon})$ (coefficient de corrélation supérieur à 0,98) , le coefficient m est donc indépendant de la vitesse de déformation dans le domaine étudié (Figure 4.20).

De plus, en portant, pour les deux cas [m ($\sigma = \sigma_{max}$) et m ($\varepsilon = 1$)], la valeur de m en fonction de la température (Figure 4.22, Figure 4.24, Figure 4.26, Figure 4.28 et Figure 4.30), nous remarquons que lorsque la température augmente le coefficient m augmente.

Les valeurs de m associées au maximum des courbes contrainte-déformation pour les différentes nuances étudiées sont données en Figure 4.46 :

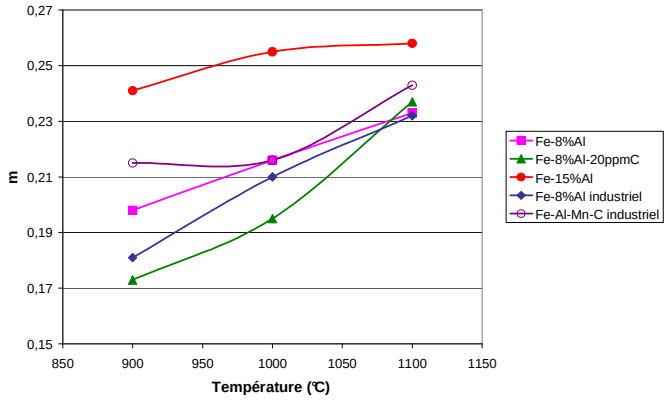


Figure 4.46 Evolution de m en fonction de la température pour les différentes nuances

D'après ce graphique, il semblerait que plus la teneur en aluminium augmente, plus le matériau est sensible à la vitesse de déformation.

4.2.4.2 Sensibilité à la température – énergie d'activation apparente (Q)

D'après les graphiques précédents (Figure 4.23, Figure 4.25, Figure 4.27, Figure 4.29 et Figure 4.31), l'énergie d'activation Q dépend de la vitesse de déformation et de la température : plus la vitesse de déformation est faible pour une température donnée, plus Q est élevée ; d'autre part plus la température est élevée pour une vitesse de déformation donnée plus Q est faible.

De plus, le produit m.Q ne dépend pas de la température (pour une vitesse de déformation donnée) (Figure 4.47) mais dépend de la vitesse de déformation (pour une température donnée).

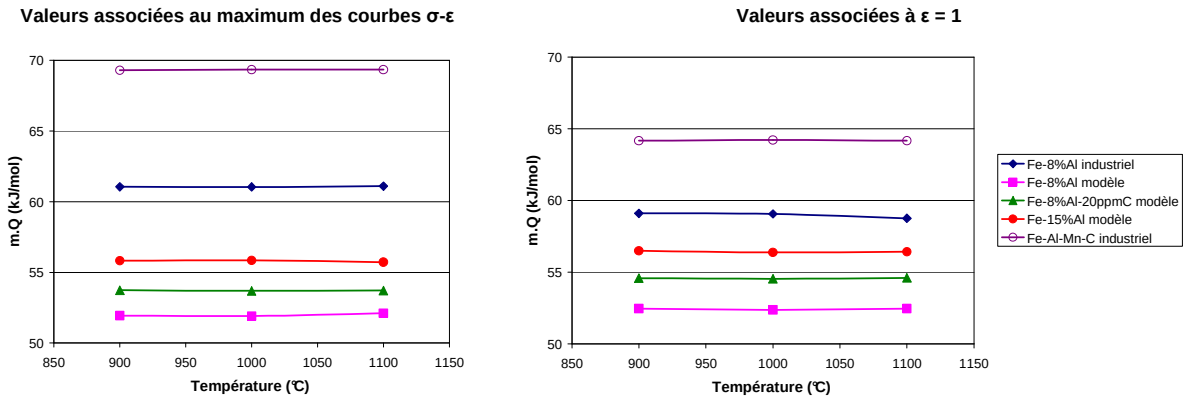


Figure 4.47 Indépendance du produit m.Q vis-à-vis de la température

Les valeurs de Q associées au maximum des courbes contrainte-déformation et pour une vitesse de déformation de 0,3 s^{-1} sont données en Figure 4.48 :

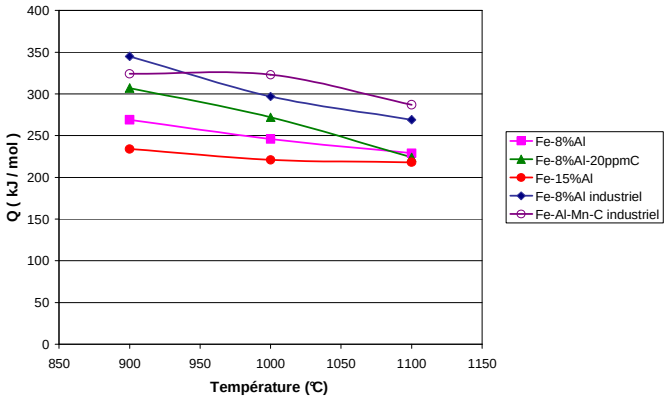


Figure 4.48 Evolution de Q en fonction de la température pour les différentes nuances

D'après ce graphique, il semblerait que plus la nuance est chargée en carbone plus l'énergie d'activation est grande. C'est un résultat en accord avec celui obtenu par Oliveira [2003].

Par comparaison, Oliveira [2003] et McQueen et Ryan [2002] ont respectivement obtenu des valeurs de Q comprises entre 220 et 260 kJ/mol et entre 168 et 402 kJ/mol pour des aciers ferritiques. Ces résultats sont en accord avec les valeurs de Q déterminées dans cette étude.

Les valeurs de Q obtenues ne sont pas très éloignées de l'énergie d'activation d'autodiffusion du fer α. Dans la littérature, on rencontre des valeurs comprises entre 240 kJ/mol [Frost et Ashby, 1982] et 280 kJ/mol [Seeger, 1998]. C'est un résultat que l'on retrouve généralement pour les métaux à forte énergie de défaut d'empilement ce qui traduit le fait que les mécanismes élémentaires de la restauration dynamique et de la recristallisation dynamique sont essentiellement contrôlés par l'autodiffusion [Montheillet].

4.2.4.3 Paramètre de restauration dynamique (r)

D'une manière générale, d'après les graphiques précédents (Figure 4.38, Figure 4.40, Figure 4.42 et Figure 4.44), le coefficient r augmente lorsque la température augmente. Ceci est en accord avec le fait que plus la température est élevée, plus le mécanisme de restauration dynamique est activé.

De plus, concernant les alliages modèles (Figure 4.40, Figure 4.42 et Figure 4.44), il semblerait que plus la vitesse de déformation est élevée, plus le coefficient r est important ce qui est en contradiction avec les résultats obtenus par Oliveira [2003].

Les valeurs de r des différentes nuances déterminées grâce à l'utilisation des deux lois décrivant l'évolution de la densité de dislocations avec la déformation pour une vitesse de déformation de 0,3 s^{-1} sont données en Figure 4.49 :

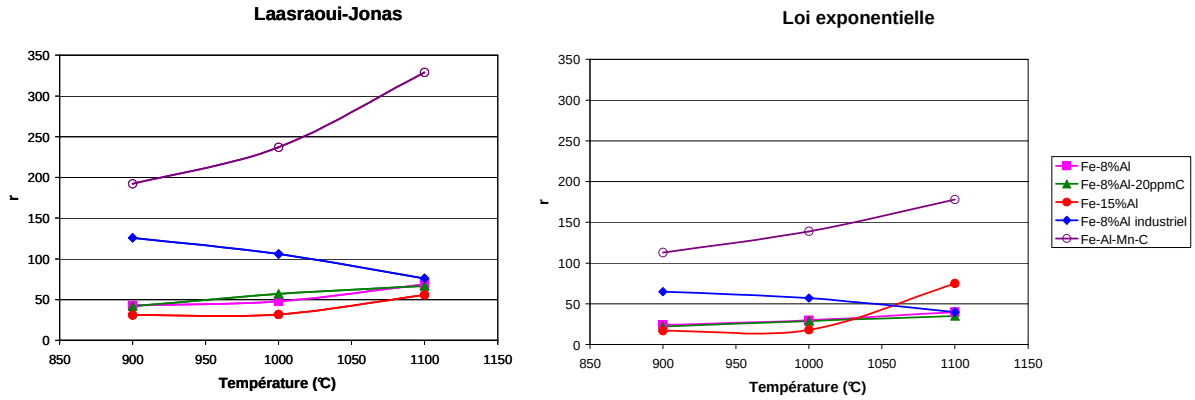


Figure 4.49 Evolution de r en fonction de la température pour les différentes nuances

D'après ce graphique, il semblerait que le coefficient r augmente lorsque la pureté du matériau diminue.

Par comparaison, Oliveira [2003] a obtenu, pour des aciers inoxydables ferritiques, des coefficients r plus faibles. Il a par exemple déterminé des coefficients r à 1100°C variant de 40 à 15 pour des vitesses de déformation variant respectivement de $0.1s^{-1}$ à $1s^{-1}$.

4.2.4.4 Paramètre d'écrouissage (h)

D'après les graphiques précédents (Figure 4.35, Figure 4.39, Figure 4.41, Figure 4.43 et Figure 4.45), le paramètre d'écrouissage h diminue lorsque la température augmente et lorsque la vitesse de déformation diminue. Ceci est en accord avec les résultats obtenus classiquement.

Les valeurs de h des différentes nuances déterminées grâce à l'utilisation des deux lois décrivant l'évolution de la densité de dislocations avec la déformation pour une vitesse de déformation de 0,3 s^{-1} sont données en Figure 4.50 :

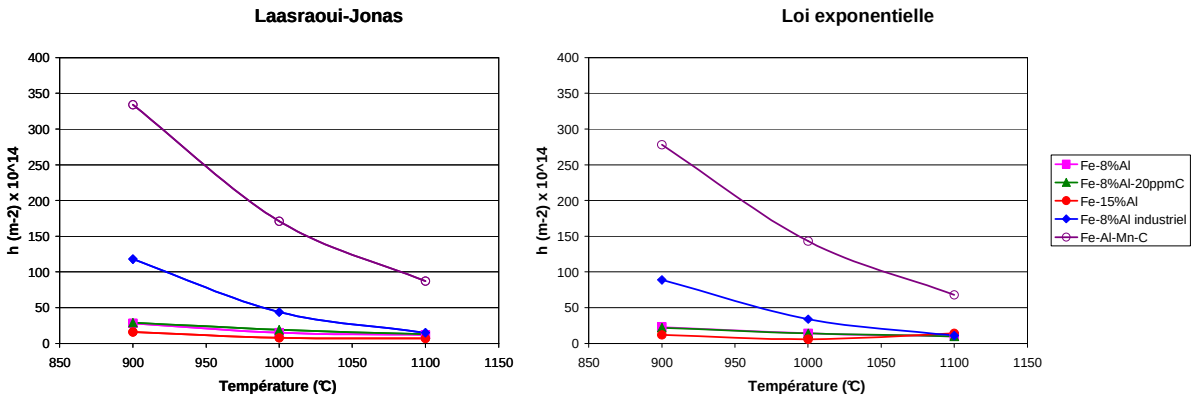


Figure 4.50 Evolution de h en fonction de la température pour les différentes nuances

Comme pour le coefficient r, nous pouvons remarquer que le coefficient h augmente lorsque la pureté du matériau diminue.

Par comparaison, Oliveira [2003] a aussi obtenu des coefficients h plus faibles. Il a déterminé des coefficients h variant entre 1.10^{14} m^{-2} (à une température de 1100°C et une vitesse de $0.1s^{-1}$) et 15.10^{14} m^{-2} (à une température de 900°C et une vitesse de $1s^{-1}$).

4.2.4.5 Comparaison entre la loi de Laasraoui et Jonas et la loi exponentielle

Grâce à la détermination des coefficients r et h, les deux lois microscopiques permettent un bon ajustement de la courbe expérimentale dans le domaine des déformations modérées c'est-à-dire avant que les effets de la recristallisation dynamique interviennent (Figure 4.33).

Les variations des coefficients r et h avec la température sont identiques pour les deux lois microscopiques mais l'utilisation de la nouvelle loi permet d'obtenir des coefficients plus faibles.

4.3 Mise en évidence de deux mécanismes de recristallisation différents

La déformation à chaud est définie comme étant une opération de mise en forme effectuée à une température T telle que T/T_{fusion} (T_{fusion} : température du solidus) soit supérieure à 0,5.

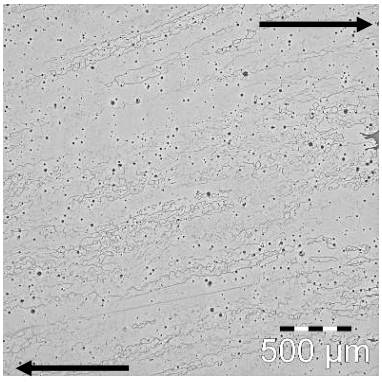
Dans le cadre de cette étude, nous avons travaillé à des températures comprises entre 900°C et 1100°C soit $0.6 \leq T/T_f \leq 0.72$ et des vitesses de déformation comprises entre $0{,}1s^{-1}$ et $50s^{-1}$.

4.3.1 Observations expérimentales

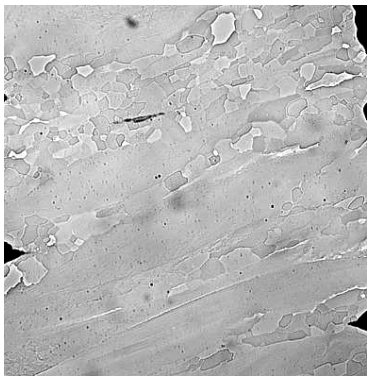
Deux essais préliminaires de torsion à chaud ont été effectués sur l'alliage industriel Fe-8%Al (AM0222) à une température de 1000°C et à deux vitesses de déformation différentes afin de mettre en évidence le ou les mécanisme(s) de recristallisation pouvant intervenir dans ce type d'alliage.
Un essai de torsion a été réalisé à une vitesse de déformation faible de $0{,}1s^{-1}$ et un second à une vitesse de déformation élevée de $10s^{-1}$ pour un taux de déformation égale à 2.

Les microstructures ont été observées par microscopie optique et par microscopie électronique à balayage couplée à l'EBSD (Figure 4.51).

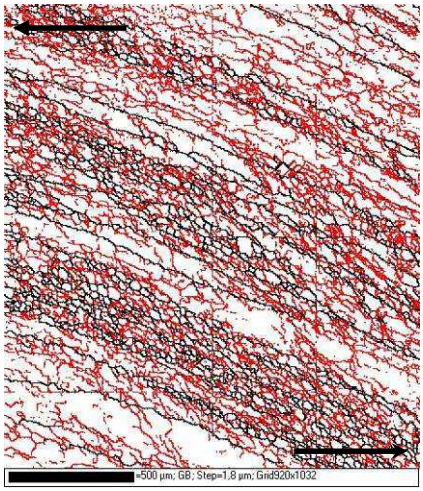
La convention de représentation des parois sur les cartographies EBSD est la suivante :
$2 \leq \theta < 15°$: paroi rouge (sous-joint)
$\theta \geq 15°$: paroi noire (joint)



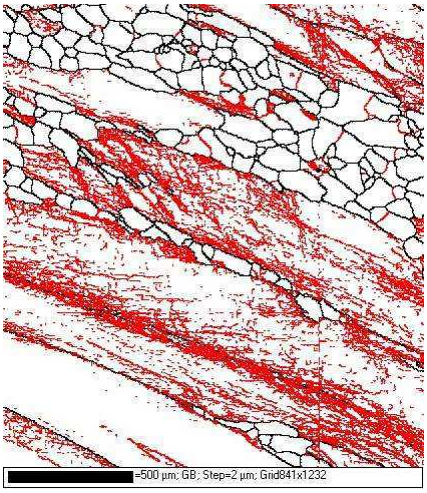
T = 1000°C, $\dot{\varepsilon}$ = $0{,}1s^{-1}$ et ε =2



T = 1000°C, $\dot{\varepsilon}$ = $10s^{-1}$ et ε =2



T = 1000°C, $\dot{\varepsilon}$ = 0,1s^{-1} et ε =2
(1656 x 1858 µm^2)



T = 1000°C, $\dot{\varepsilon}$ = 10s^{-1} et ε =2
(1682 x 2464 µm^2)

Figure 4.51 Types de microstructures rencontrées pour l'alliage industriel Fe-8%Al AM0222

Ces deux microstructures, totalement différentes, mettent en évidence l'existence de deux mécanismes de recristallisation distincts pouvant intervenir en fonction de la vitesse de déformation.

Pour l'essai réalisé à une vitesse de déformation faible, les grains sont allongés selon le sens de cisaillement. Un très grand nombre de sous-joints sont présents. La microstructure est composée de parois à forte désorientation et de parois à faible désorientation (cristallites). Ces observations suggèrent que le matériau subit un processus de recristallisation dynamique continue (RDC) et géométrique (RDG) à 1000°C et pour des faibles vitesses de déformation.

Pour l'essai réalisé à une vitesse de déformation élevée, la microstructure est composée de petits grains équiaxes sans sous-structure ainsi que de grains initiaux allongés selon le sens de cisaillement possédant une sous-structure importante avec des sous-joints moins distincts. Ces observations suggèrent que le matériau subit dans ce cas un processus de recristallisation dynamique discontinue (RDD) à 1000°C et pour des vitesses de déformation élevée.

Nous présenterons par conséquent dans la suite de cette étude, d'une part la recristallisation dynamique continue puis d'autre part la recristallisation dynamique discontinue et enfin la transition d'un mécanisme à l'autre en fonction de la vitesse de déformation et de la température.

4.3.2 Difficultés dans la caractérisation des états déformés

Les microstructures des états déformés présentent certaines particularités qui rendent leur caractérisation difficile. Ces difficultés, mises en avant par Lim [2008], comprennent :

4.3.2.1 La fragmentation sélective

Certains grains se fragmentent plus que d'autres. Le résultat est une distribution de taille de grains hétérogène qui rend difficile la détermination d'une moyenne caractéristique aux déformations étudiées d'environ 1-2. En particulier, l'importante variation de taille remet en question l'utilisation de la moyenne arithmétique habituelle.

4.3.2.2 La définition d'un grain

Dans les structures déformées, il existe de nombreuses parois de forte désorientation « ouvertes » ou « fermées ». Ainsi il peut y avoir des cristallites dont les parois se composent d'un mélange de sous-joints et de joints de grains. La notion de grain selon la définition conventionnelle, c'est-à-dire une entité cristalline entièrement délimitée par un joint de forte désorientation, n'est donc pas un moyen suffisant pour caractériser ces structures. En effet, la prise en compte de tous les joints, qu'ils soient « ouverts » ou « fermés », est importante car leur contribution aux propriétés mécaniques ne doit sans doute pas être négligée.

Etant donné ces difficultés, divers paramètres caractéristiques ont été introduits afin de permettre une meilleure description des microstructures déformées :

4.3.2.3 La distribution de taille pondérée par la surface des grains

Afin d'estimer la taille des grains (entités entièrement délimitées par une paroi de forte désorientation $\theta \geq 15°$), la notion de « diamètre du cercle équivalent » (DCE) à savoir le diamètre d'un cercle ayant la même surface que le grain en question a été introduite.

4.3.2.4 La distance moyenne entre joints de faible et de forte désorientation

Le calcul se fait grâce à la méthode classique des intercepts. Cette mesure renseigne sur l'espacement entre (et donc la densité de) tous les sous-joints ou joints de grains présents dans la microstructure. Elle constitue un autre moyen de caractérisation de la taille des sous-grains et des grains.

4.3.2.5 La distribution des angles de désorientation

Elle peut être corrélée ou non corrélée.
La distribution corrélée est la plus souvent utilisée. Les angles de désorientation sont mesurés entre points voisins. Elle permet de déterminer les proportions de parois de forte (%HAB) et de faible (%LAB) désorientation et de déterminer l'angle de désorientation moyen θ_m entre deux interfaces.
La distribution non corrélée contient quant à elle des informations concernant la désorientation entre points aléatoires qui ne se trouvent pas forcément côte à côte.

4.3.2.6 La fraction recristallisée

Nous considérons toujours le grain comme étant une entité entièrement délimitée par un joint de forte désorientation ($\geq$ 15°). La désorientation interne moyenne θ du grain est ensuite calculée grâce à une analyse EBSD à l'aide du logiciel Project Manager et une valeur critique θ_c est fixée. Pour $\theta \leq \theta_c$, le grain est considéré comme étant recristallisé et pour $\theta > \theta_c$, le grain est considéré comme étant déformé. Plusieurs valeurs de θ_c seront testées en fonction du mécanisme de recristallisation activé.

4.4 Recristallisation dynamique continue et géométrique (torsion)

Afin d'étudier la recristallisation dynamique continue et géométrique, les alliages ont été déformés à une vitesse de déformation faible ($0.1s^{-1}$).
L'évolution des microstructures après des maintiens en température (recristallisation post-dynamique) sera aussi analysée dans cette partie.

4.4.1 Evolution de la texture et de la microstructure avec la déformation de l'alliage industriel Fe-8%Al (torsion)

4.4.1.1 Essais de torsion

Les évolutions de la microstructure et de la texture en fonction de la déformation ont été étudiées sur l'alliage industriel Fe-8%Al (AM0222) au moyen d'essais de torsion effectués à une température de 1000°C et à une vitesse de $0.1s^{-1}$ (Tableau 4.26).

Déformation	ε = 1	ε = 2	ε = 5	ε = 10	ε = 15	ε = 25	ε = 50	ε = 100	ε = 200

Tableau 4.26 Ensemble des essais de torsion à chaud effectués

La courbe contrainte-déformation correspondant à l'essai de torsion mené jusqu'à une déformation de 100 est donnée en Figure 4.52.

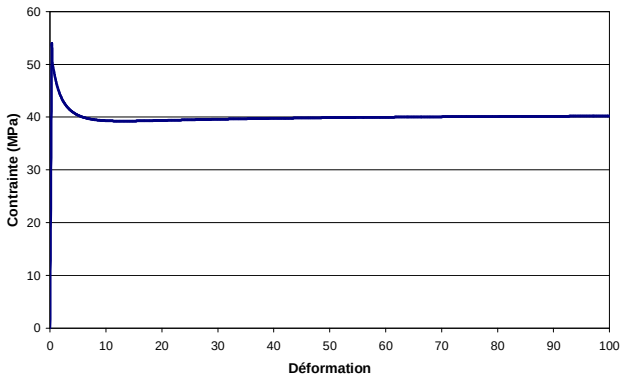


Figure 4.52 Courbe contrainte-déformation de l'essai de torsion mené jusqu'à une déformation de 100

Dans le cas de l'essai conduit jusqu'à une déformation de 200, la contrainte augmente légèrement aux grandes déformations (Figure 4.53). Ceci s'explique par le fait qu'il se produit du fluage du côté de la tête de l'éprouvette contenant le thermocouple.

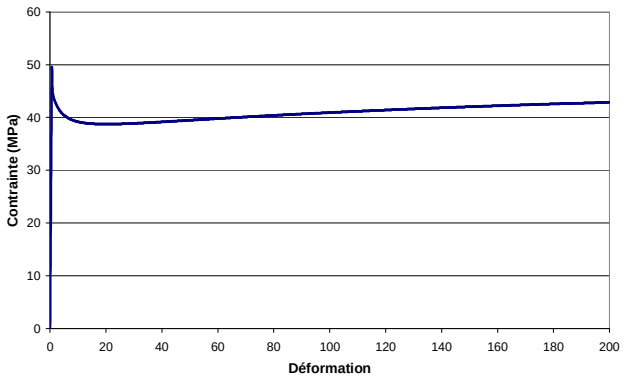
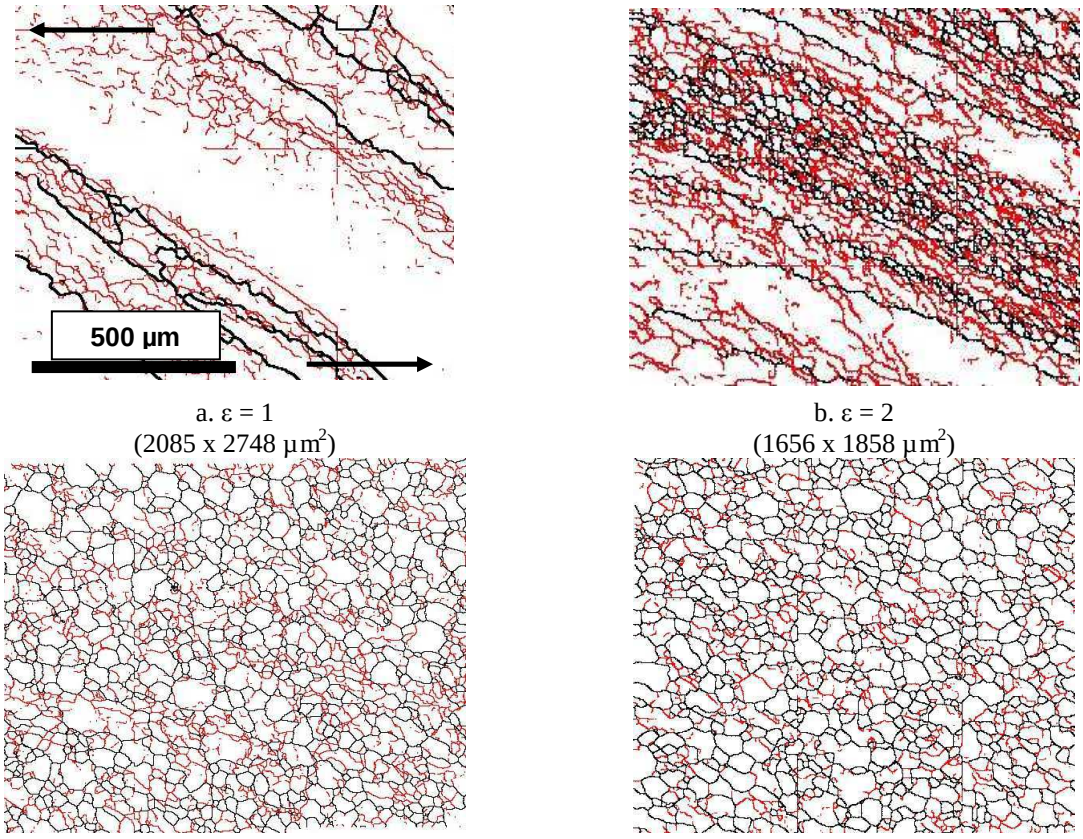


Figure 4.53 Courbe contrainte-déformation de l'essai de torsion conduit jusqu'à une déformation de 200

4.4.1.2 Evolution de la microstructure

Les microstructures obtenues par analyse EBSD sont données en Figure 4.54 :

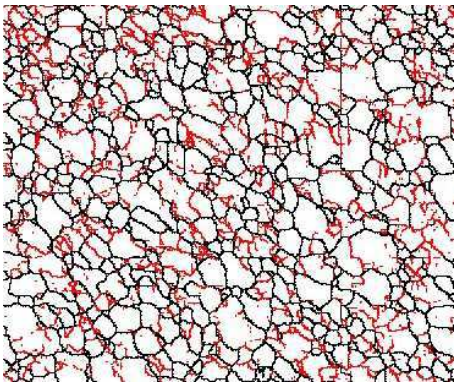


a. ε = 1
(2085 x 2748 µm^2)

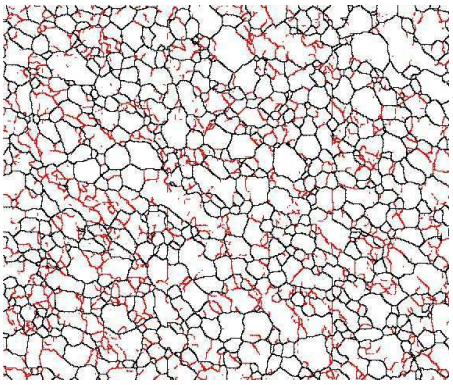
b. ε = 2
(1656 x 1858 µm^2)

c. ε = 5
(1242 x 938 µm^2)

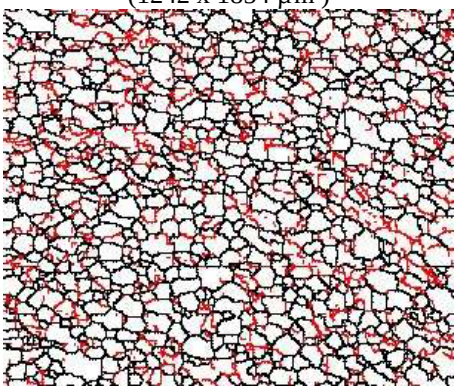
d. ε = 10
(1267 x 2193 µm^2)



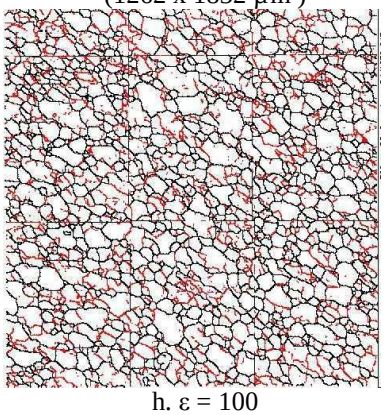
e. ε = 15
(1242 x 1854 µm^2)



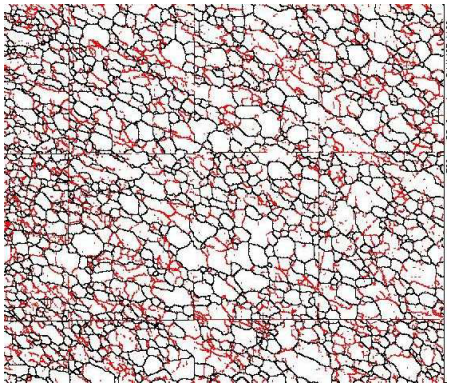
f. ε = 25
(1262 x 1832 µm^2)



g. ε = 50
(1242 x 1858 µm^2)



h. ε = 100
(947 x 1672 µm^2)



i. ε = 200
(1103 x 1407 µm^2)

Figure 4.54 Cartographies EBSD montrant l'évolution de la microstructure de l'alliage industriel Fe-8%Al

Toutes les cartographies sont à la même échelle.
La surface totale analysée par EBSD est indiquée entre parenthèses.
La convention de représentation des parois est la suivante :
$2 \leq \theta < 15°$: paroi rouge (sous-joint)
$\theta \geq 15°$: paroi noire (joint)

Sur la microstructure (a), les grains initiaux, bien visibles, sont allongés suivant le sens du cisaillement. On remarque l'apparition de sous-joints au voisinage des joints de grains.
Sur la microstructure (b), les grains initiaux sont encore plus allongés suivant le sens du cisaillement. Les joints de grains initiaux présentent des ondulations pouvant donner lieu à de la recristallisation dynamique géométrique. Les sous-joints envahissent tout le matériau.

La formation de parois à forte désorientation à l'intérieur des grains initiaux a débuté selon le mécanisme de recristallisation dynamique continue. La fragmentation s'avère sélective : certains grains sont plus fragmentés que d'autres.
A partir de la microstructure (c), il devient difficile, voire impossible, de distinguer les grains initiaux des grains recristallisés. On observe une microstructure bien fragmentée composée de cristallites dont les parois se composent d'un mélange de sous-joints et de joints de grains. On remarque qu'avec l'augmentation de la déformation, la structure devient de plus en plus fragmentée et de plus en plus fine.

Taille de la structure

Afin de caractériser la taille de la structure, deux outils ont été utilisés : la méthode des intercepts moyens et le diamètre du cercle équivalent (DCE).

Méthode des intercepts moyens

Afin de déterminer les distances moyennes entre parois de désorientation supérieure à 2° ($\theta \geq 2°$) et celles entre joints ($\theta \geq 15°$) pour les différents taux de déformation, 100 lignes dans le sens vertical (suivant l'axe z de l'éprouvette) et horizontal (perpendiculaire à l'axe z de l'éprouvette) sont utilisées. Cela représente un espacement entre les lignes d'environ 15µm.

L'évolution de la distance entre parois de désorientation supérieure à 2° en fonction de la déformation est donnée dans le Tableau 4.27 et en Figure 4.55 :

Déformation	selon z (µm)	perpendiculaire à z (µm)
1	45,0	49,8
2	17,8	19,2
5	17,4	20,4
10	21,7	22,9
15	21,6	22,7
25	23,8	21,8
50	20,8	22,4
100	18,6	19,4
200	17,5	18,5

Tableau 4.27 Distances entre parois de désorientation supérieure à 2° obtenues par la méthode des intercepts moyens

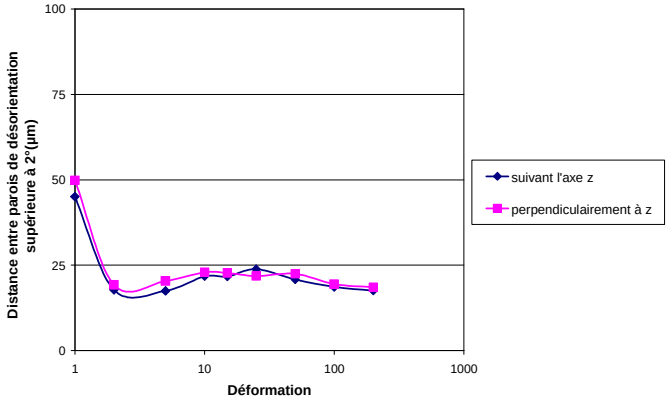


Figure 4.55 Evolution de la distance entre parois de désorientation supérieure à 2° en fonction de la déformation

L'évolution de la distance entre joints (HAB) en fonction de la déformation est donnée dans le Tableau 4.28 et en Figure 4.56 :

Déformation	selon z (µm)	perpendiculaire à z (µm)
1	177,7	217,2
2	56,1	71,7
5	35,6	44,3
10	35,2	41,1
15	40,4	44,9
25	40,2	41,3
50	30,8	38,0
100	26,7	30,8
200	26,6	31,7

Tableau 4.28 Distances entre joints obtenues par la méthode des intercepts moyens

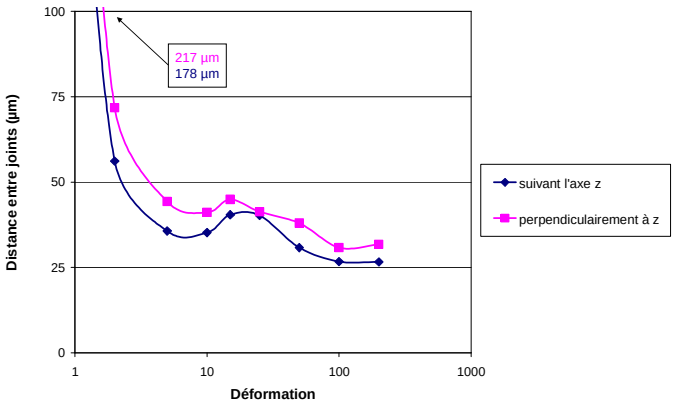


Figure 4.56 Evolution de la distance entre joints en fonction de la déformation

D'après la Figure 4.55, les distances moyennes entre deux parois de désorientation supérieure à 2°, que ce soit suivant l'axe z ou perpendiculairement à celui-ci, sont très proches quelle que soit la déformation. Les cristallites demeurent donc équiaxes au cours de la déformation.
D'après la Figure 4.56, la distance moyenne entre deux joints (HAB) est plus grande perpendiculairement à l'axe z que suivant cet axe, même à une très grande déformation.

Le diamètre du cercle équivalent (DCE)

La notion de « diamètre du cercle équivalent », à savoir le diamètre d'un cercle ayant la même surface que le grain mesuré, a été introduite. Le grain est entièrement délimité par une paroi de forte désorientation ($\theta \geq 15°$). Tous les grains ayant un diamètre inférieur à deux fois le pas de l'analyse EBSD ne sont pas pris en compte. Afin de tenir compte de l'influence des grains de taille importante non compris entièrement dans la cartographie, nous avons utilisé la fonction « Area and diameter weighted for border grains » de Channel 5, ce qui signifie que les grains en contact avec le bord de la cartographie sont considérés comme ayant une aire plus importante. L'aire d'un grain en contact avec un bord voit son aire multipliée par 2 et un grain en contact avec deux bords voit son aire multipliée par 4.

Les DCE obtenus pour les différents taux de déformation sont donnés en Figure 4.57. Le DCE pour $\varepsilon = 1$ n'est pas indiqué car le nombre de grains analysés n'est pas suffisant.

Déformation	DCE (µm)
2	62.4
5	52.2
10	48.0
15	53.5
25	49.5
50	44.1
100	34.5
200	35.7

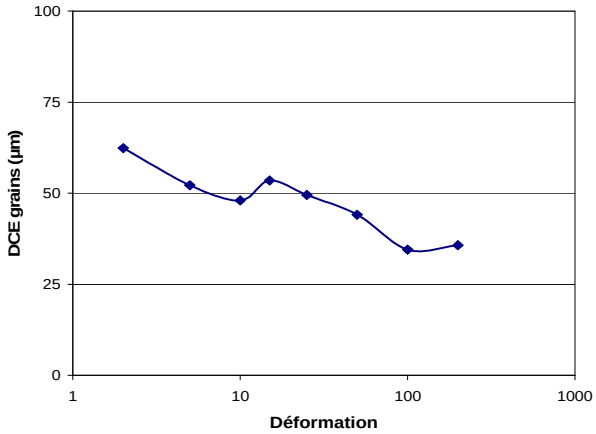


Figure 4.57 Evolution du DCE moyen des grains en fonction du taux de déformation

Le DCE diminue lorsque la déformation augmente puis semble se stabiliser (Figure 4.57). La structure s'affine donc jusqu'à un certain taux de déformation puis reste de taille constante (régime stationnaire).

La même étude a été effectuée non pas sur les grains (θ ≥15°) mais sur les cristallites (θ ≥2°). Les DCE obtenus pour les différents taux de déformation sont donnés en Figure 4.58 :

Déformation	DCE (µm)
1	38.1
2	22.1
5	24.4
10	28.1
15	29.9
25	27.7
50	27.8
100	21.1
200	15.7

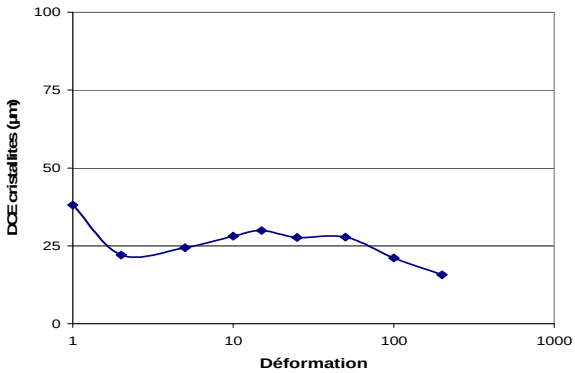
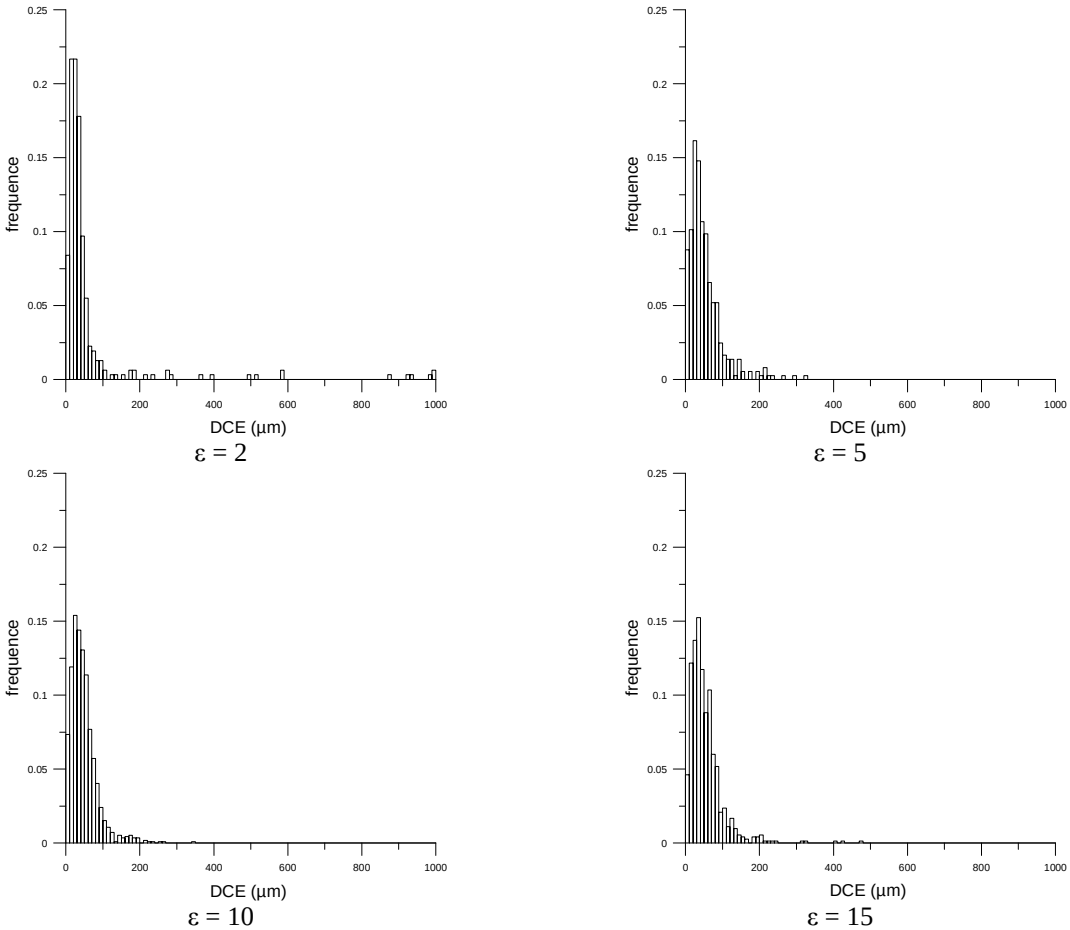


Figure 4.58 Evolution du DCE moyen des cristallites en fonction du taux de déformation

La taille des cristallites reste approximativement constante au cours de la déformation.

Afin de caractériser de manière plus précise la structure, les distributions des tailles de grains (DCE) ont été tracées (Figure 4.59) :



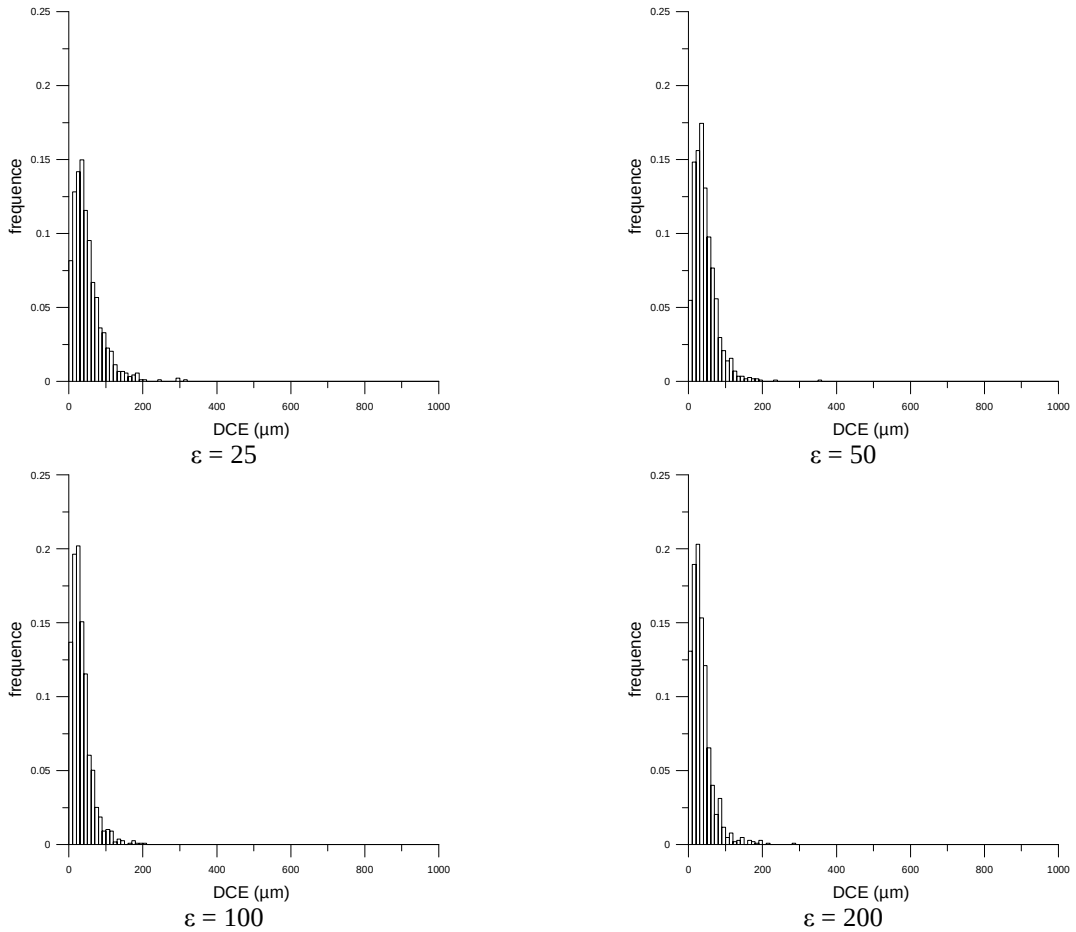


Figure 4.59 Distributions des tailles de grains obtenues pour l'alliage industriel Fe-8%Al à différents taux de déformation

Grâce à ces distributions des tailles de grains, l'évolution des proportions de grains ayant un DCE compris entre 0 et 50 µm, entre 50 et 100 µm et entre 100 et 200 µm en fonction de la déformation a été déterminée (Tableau 4.29 et Figure 4.60) :

Déformation	0 < DCE < 50 µm	50 < DCE < 100 µm	100 < DCE < 200 µm	0 < DCE < 200 µm
2	79,29	12,30	2,91	94,50
5	60,55	29,32	7,67	97,54
10	62,13	31,24	6,00	99,37
15	57,48	32,45	8,25	98,18
25	61,75	28,83	8,85	99,43
50	66,49	28,10	5,24	99,83
100	80,17	16,39	3,44	100
200	79,79	16,89	3,32	100

Tableau 4.29 Tableau regroupant les pourcentages de grains (%) ayant un DCE compris entre 0 et 50µm ; entre 50 et 100µm ; entre 100 et 200µm et entre 0 et 200µm en fonction de la déformation

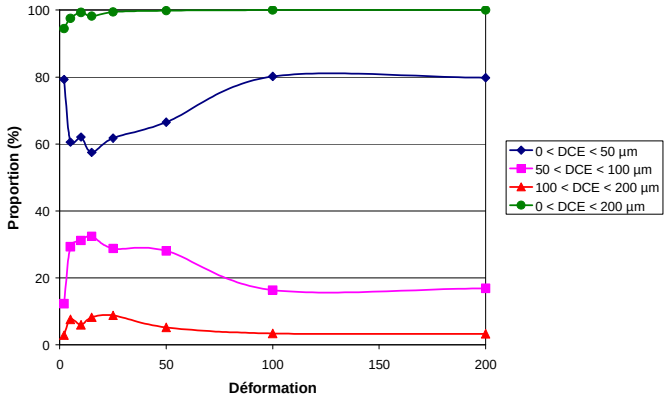


Figure 4.60 Evolution des proportions de grains ayant un DCE donné en fonction du taux de déformation

Ces résultats sont à mettre en relation avec la fraction surfacique et donc la fraction volumique de ces diverses classes de grains (Tableau 4.30 et Figure 4.61).

	% surfacique			
Déformation	0 < DCE < 50 µm	50 < DCE < 100 µm	100 < DCE < 200 µm	0 < DCE < 200 µm
2	4	4	4	12
5	12	31	30	73
10	18	45	31	94
15	12	35	28	75
25	14	36	39	89
50	23	47	28	98
100	30	38	27	95
200	30	38	25	93

Tableau 4.30 Tableau regroupant les pourcentages surfaciques des grains ayant un DCE compris entre 0 et 50µm ; entre 50 et 100µm ; entre 100 et 200µm et entre 0 et 200µm en fonction de la déformation

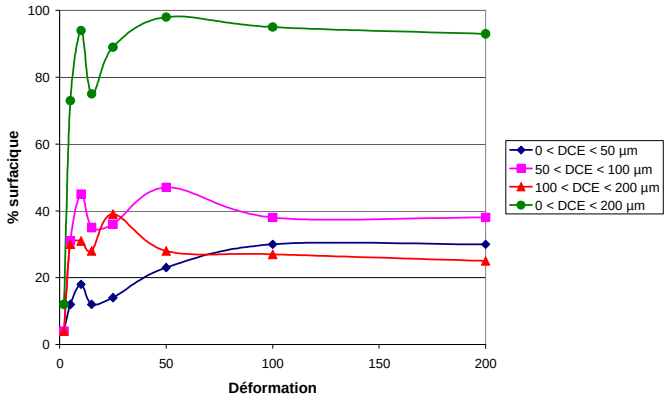
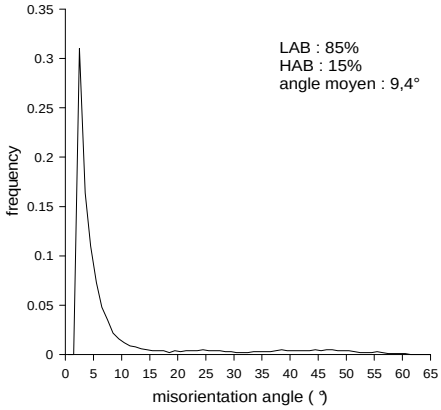


Figure 4.61 Evolution des pourcentages surfaciques associés aux catégories de grains ayant un DCE donné en fonction du taux de déformation

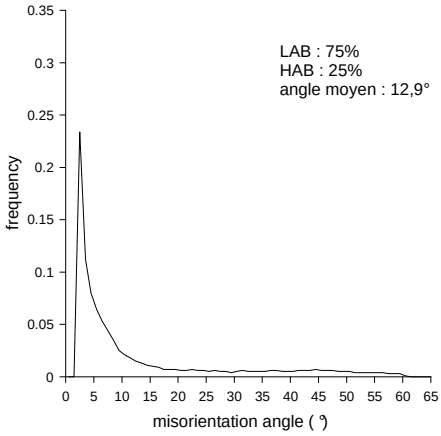
Distribution des angles de désorientation

Afin de déterminer les proportions de parois à fortes et à faibles désorientations, la distribution des angles de désorientation corrélée (l'angle de désorientation minimal détecté est estimé à 2°) est utilisée.

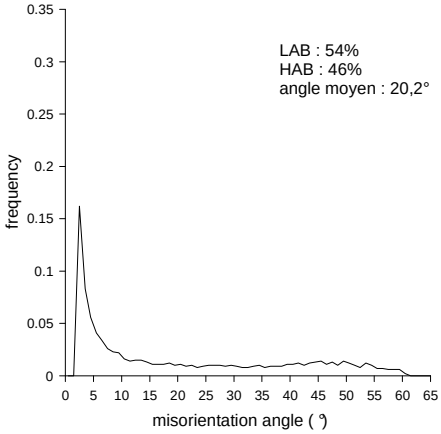
Les courbes représentant la distribution des angles de désorientation en fonction de la déformation sont données en Figure 4.62 et en Figure 4.63.



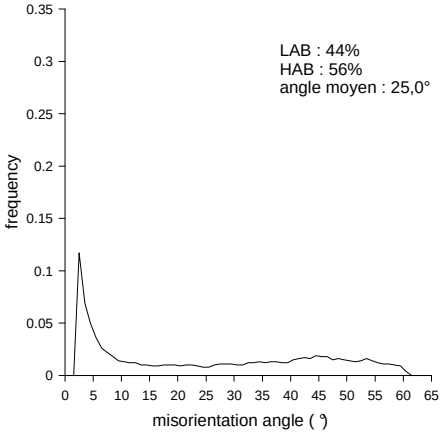
a. ε = 1



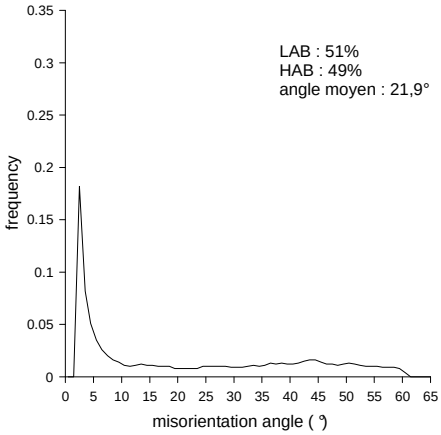
b. ε = 2



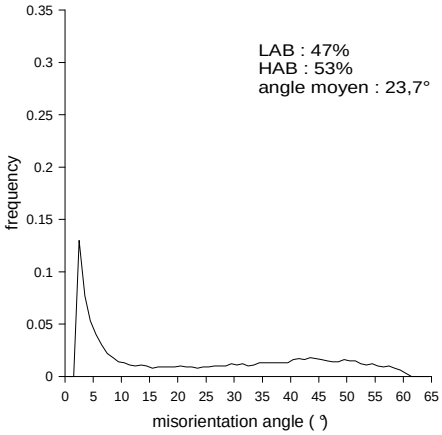
c. ε = 5



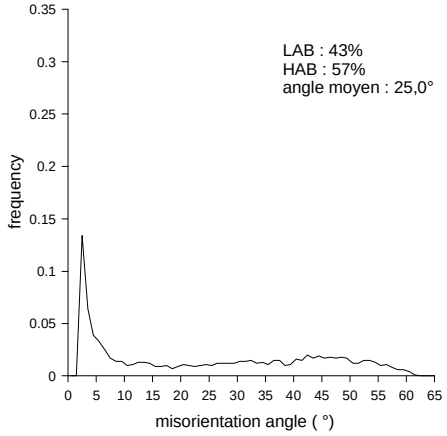
d. ε = 10



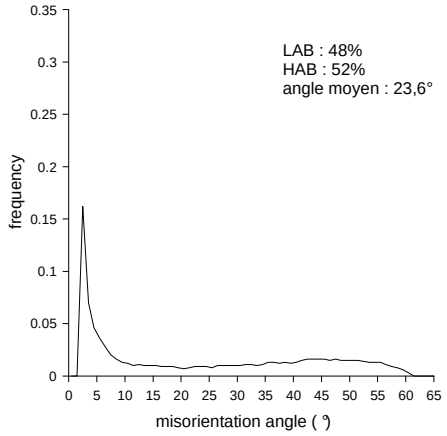
e. ε = 15



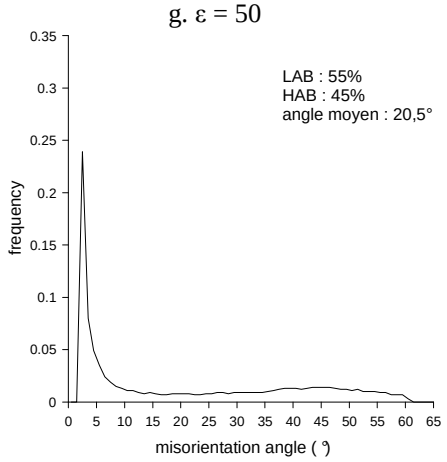
f. ε = 25



g. ε = 50



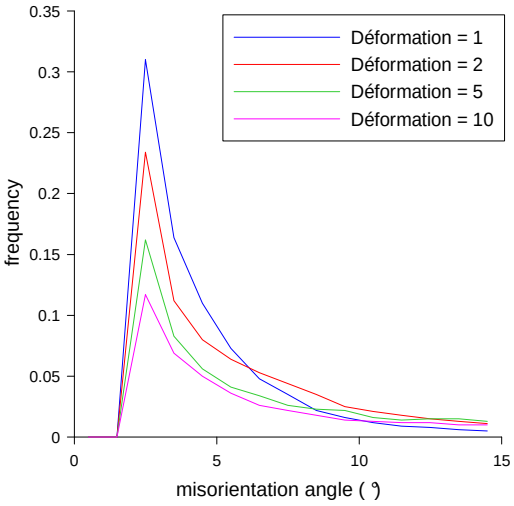
h. ε = 100



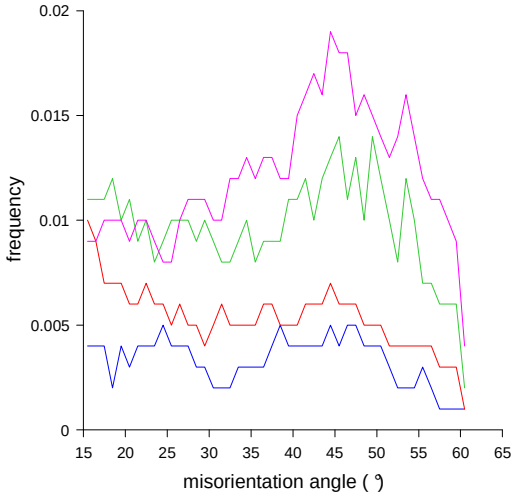
i. ε = 200

Figure 4.62 Ensemble des courbes représentant la distribution des angles de désorientation de l'alliage industriel Fe-8%Al à différents taux de déformation

Sur chaque graphique, les proportions de High Angle Boundaries HAB (parois fortement désorientées θ≥15°) et de Low Angle Boundaries LAB (parois faiblement désorientées θ<15°) sont indiquées. L'angle de désorientation moyen θ_m est aussi donné.



a) Sous-joints



b) Joints de grains

Figure 4.63 Distribution des angles de désorientation pour a) les sous-joints et b) les joints de grains

L'évolution de l'angle de désorientation θ_m moyen et des proportions de LAB et de HAB en fonction de la déformation est donnée en Figure 4.64 :

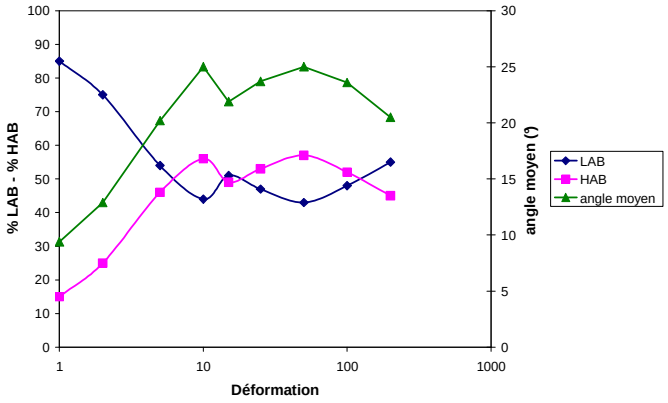


Figure 4.64 Evolution de la proportion de LAB et de HAB avec la déformation

D'après les courbes représentant la distribution des angles de désorientation à différents taux de déformation (Figure 4.62), on remarque que la fraction de parois de faible désorientation diminue lorsque la déformation augmente pour ensuite tendre vers un équilibre avec la fraction de parois de forte désorientation (Figure 4.64). Ceci traduit la formation progressive de nouvelles parois de forte désorientation en raison des rotations cristallines différentes des sous-grains adjacents (transformation de sous-joints en joints). L'angle de désorientation θ_m moyen aux grandes déformations est compris entre 20° et 25°. Ce sont des résultats similaires à ceux obtenus par Oliveira [2003] pour des aciers inoxydables ferritiques stabilisés et par Eghbali *et al.* [2007] pour un acier bas carbone. Il est aussi intéressant de noter que Chovet-Sauvage [2000] a obtenu des résultats analogues sur un alliage Al-Mg-Si déformé à chaud à 400°C et à une vitesse de 0.1 s^{-1}.

Fraction recristallisée

Les microstructures des états déformés présentent certaines particularités qui rendent leur caractérisation difficile. Afin de déterminer une "fraction recristallisée" (proportion de grains recristallisés) en accord avec les microstructures observées, plusieurs critères ont été testés.
Le grain est toujours considéré comme étant une entité entièrement délimitée par un joint de forte désorientation (≥15°). La désorientation interne moyenne θ du grain est ensuite calculée à l'aide du logiciel Project Manager et une valeur critique θ_c est fixée. Pour $\theta \leq \theta_c$, le grain est considéré comme étant recristallisé et pour $\theta > \theta_c$, le grain est considéré comme étant déformé. Plusieurs valeurs de θ_c ont été testées.

La cartographie EBSD de l'échantillon déformé de ε = 50 représentant la désorientation interne moyenne de chaque grain est donnée en Figure 4.65 :

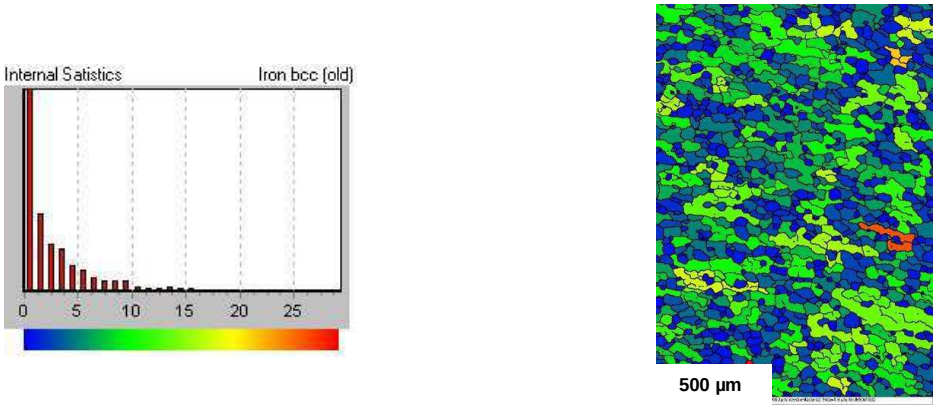
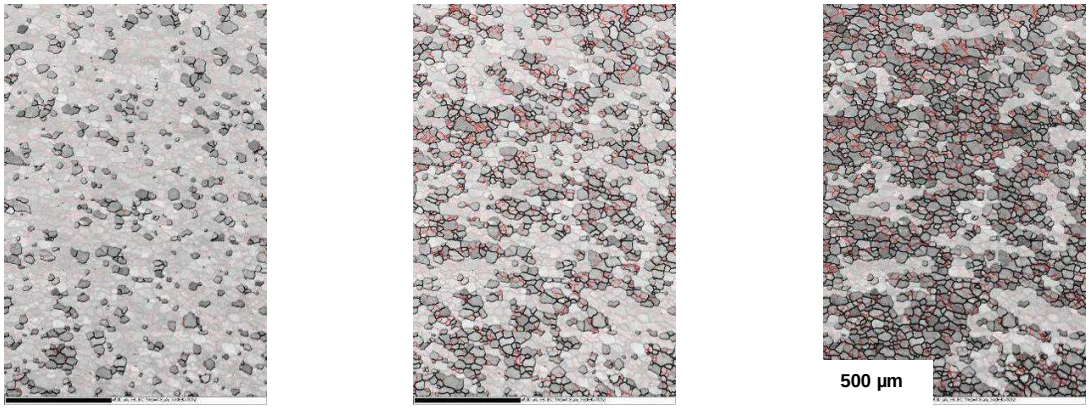


Figure 4.65 Cartographie EBSD de l'échantillon déformé de ε = 50 représentant la désorientation interne moyenne de chaque grain

Trois cartographies représentant les grains considérés comme étant recristallisés pour trois valeurs de θ_c différentes sont données en Figure 4.66 :



$\theta_c = 2°$ $\theta_c = 6°$ $\theta_c = 10°$

Figure 4.66 Cartographies EBSD représentant les grains considérés comme étant recristallisés en fonction de la valeur de θ_c fixée

Bien entendu, plus la valeur de θ_c fixée est grande, plus le nombre de grains dits "recristallisés" sera important et donc plus la fraction recristallisée (FR) sera grande (Tableau 4.31).

θ_c (°)	1	2	4	6	8	10	12	14	20
FR (%)	9	19	37	51	62	75	83	91	99

Tableau 4.31 Tableau regroupant les fractions recristallisées calculées pour les différents θ_c

Après avoir testé plusieurs valeurs de θ_c pour plusieurs états de déformation, il semblerait que la valeur de θ_c critique donnant la fraction recristallisée la plus en accord avec les microstructures observées soit $\theta_c = 10°$. Cette désorientation interne moyenne critique θ_c est fixée de manière subjective.

Ainsi, les fractions recristallisées déterminées grâce au critère défini précédemment ont pu être calculées pour les différentes déformations.

Les fractions recristallisées des différents états déformés sont données dans le Tableau 4.32 :

	ε = 2	ε = 5	ε = 10	ε = 15	ε = 25	ε = 50	ε = 100	ε = 200
Fraction recristallisée (%)	13%	51%	72%	60%	71%	75%	63%	58%

Tableau 4.32 Tableau regroupant les fractions recristallisées calculées pour les différents taux de déformation

4.4.1.3 Evolution de la texture

Figures de pôles

Pour des raisons évidentes de statistique, la figure de pôles {110} correspondant à l'échantillon déformé de ε = 1 ne sera pas donnée (taille de grains trop grande par rapport à la plage analysée).

Les figures de pôles {110} obtenues pour les différents taux de déformation sont données en Figure 4.67 :

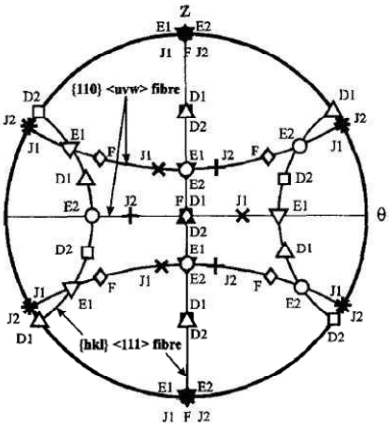


Figure de pôles {110} représentant les orientations idéales observées durant un essai de torsion [Baczynski et Jonas, 1996]

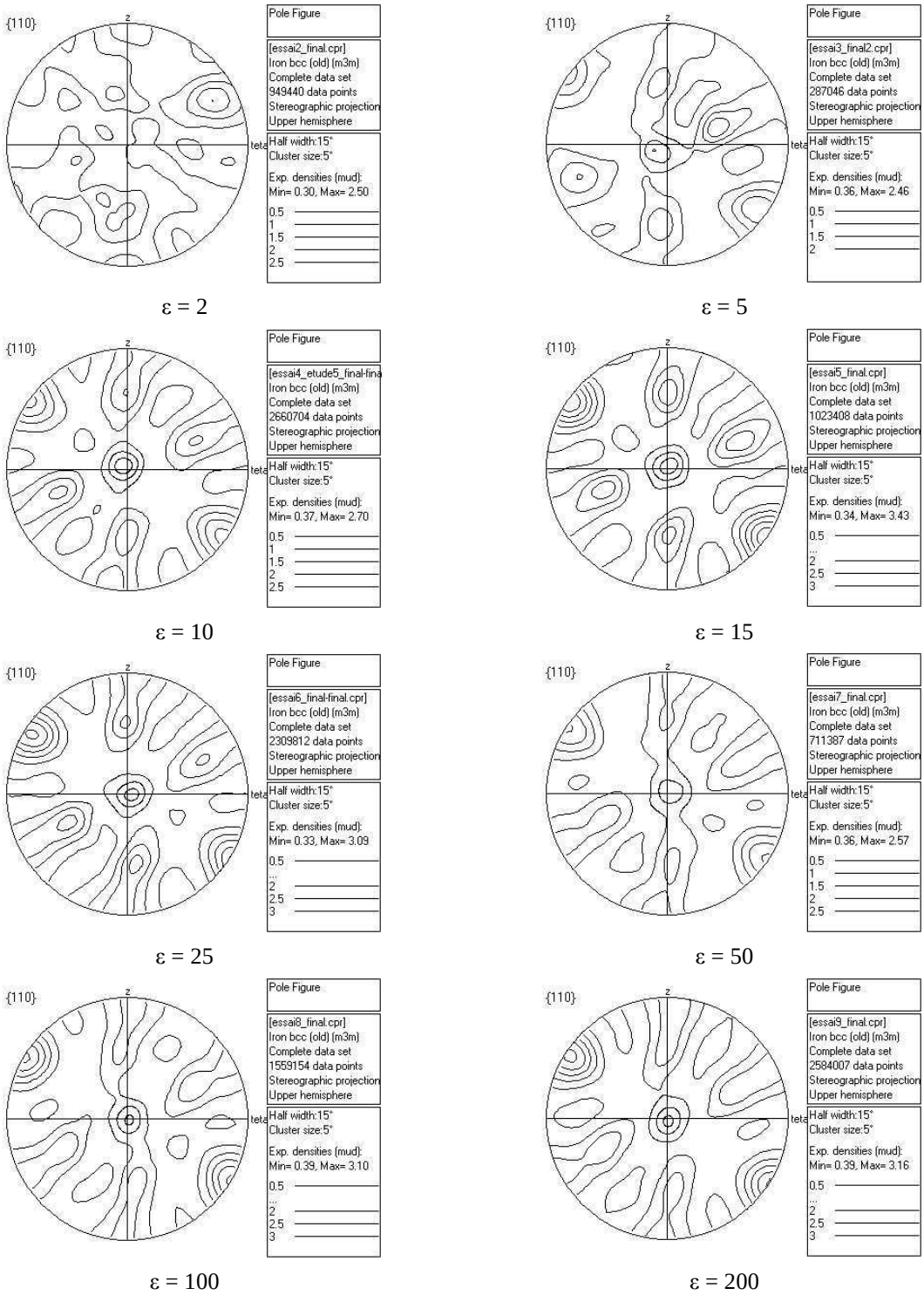


Figure 4.67 Figures de pôles montrant l'évolution de la texture

Dans le cas d'un cisaillement négatif, on obtient une texture de type D2 : $\{\bar{1}\bar{1}2\}<111>$

L'intensité maximale de D2 est observée pour ε = 15.

4.4.2 Evolution de la texture et de la microstructure avec la déformation de l'alliage industriel Fe-8%Al-5%Mn-0.2%C (torsion)

4.4.2.1 Essais de torsion

Afin d'étudier l'évolution de la microstructure et de la texture en fonction de la déformation des alliages industriels Fe-8%Al-5%Mn-0.2%C (1982), des essais de torsion ont été effectués à une température de 1000°C et à une vitesse de $0.1s^{-1}$ (Tableau 4.33).

Déformation	ε = 1	ε = 2	ε = 5	ε = 10	ε = 15

Tableau 4.33 Ensemble des essais de torsion à chaud effectués

La courbe contrainte-déformation correspondant à l'essai de torsion mené jusqu'à une déformation de 15 est donnée en Figure 4.68.

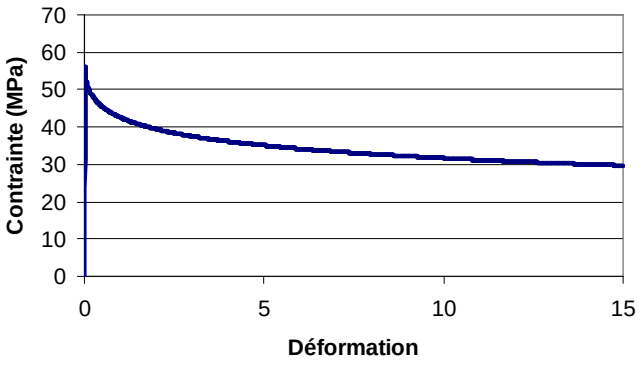
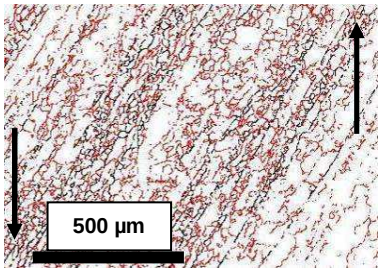


Figure 4.68 Courbe contrainte-déformation de l'essai de torsion mené jusqu'à une déformation de 15

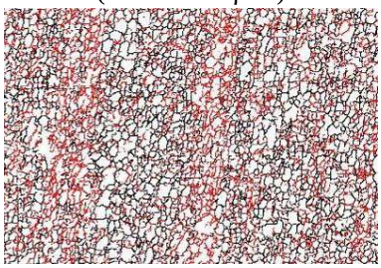
Des déformations supérieures à 15 n'ont pas pu être atteintes (rupture de l'éprouvette) ce qui montre une moins bonne ductilité à chaud de cette nuance par rapport à la nuance ferritique Fe-8%Al.

4.4.2.2 Evolution de la microstructure

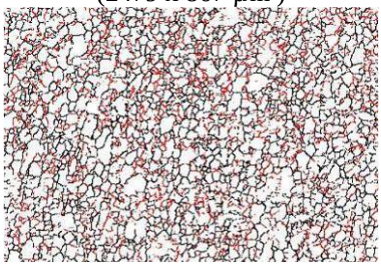
Les microstructures obtenues par analyse EBSD sont données en Figure 4.69 :



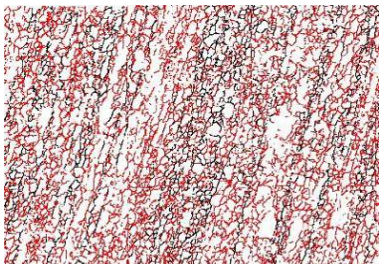
ε = 1
(2479 x 901 µm^2)



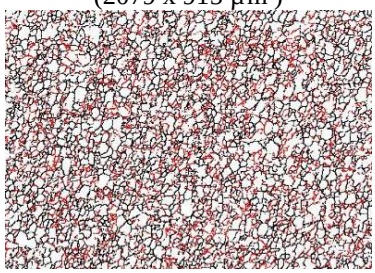
ε = 5
(2479 x 867 µm^2)



ε = 15
(1249 x 937 µm^2)



ε = 2
(2079 x 915 µm^2)



ε = 10
(1666 x 1249 µm^2)

Figure 4.69 Cartographies EBSD montrant l'évolution de la microstructure

Toutes les cartographies sont à la même échelle.

La surface totale analysée par EBSD est indiquée entre parenthèses.

La convention de représentation des parois est la suivante : $2 \leq \theta < 15°$: paroi rouge (sous-joint)

$\theta \geq 15°$: paroi noire (joint)

Comme dans le cas précédent, cette évolution de la microstructure au cours de la déformation est associée aux processus de recristallisations dynamiques continue et géométrique.

Taille de la structure

Afin de caractériser la taille de la structure ferritique, la méthode des intercepts moyens et le diamètre du cercle équivalent (DCE) ont été utilisés.

<u>Méthode des intercepts moyens</u>

Afin de déterminer les distances moyennes entre parois de désorientation supérieure à 2° ($\theta \geq 2°$) et celles entre joints ($\theta \geq 15°$) pour les différents taux de déformation et pour la phase ferritique, 100 lignes dans le sens vertical, perpendiculaire à l'axe z de l'éprouvette (espacées d'environ 10µm) et horizontal, suivant l'axe z de l'éprouvette (espacées d'environ 20µm) sont utilisées.

L'évolution de la distance entre parois de désorientation supérieure à 2° en fonction de la déformation est donnée dans le Tableau 4.34 et en Figure 4.70 :

Déformation	selon z (µm)	perpendiculaire à z (µm)
1	20,1	22,5
2	12,8	15,5
5	11,3	12,3
10	12,6	12,8
15	14,3	15,8

Tableau 4.34 Distances entre parois de désorientation supérieure à 2° obtenues par la méthode des intercepts moyens

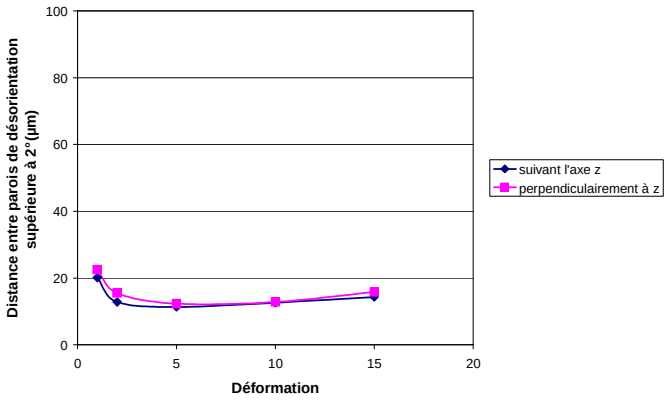


Figure 4.70 Evolution de la distance entre parois de désorientation supérieure à 2° en fonction de la déformation

Les distances moyennes entre deux parois de désorientation supérieure à 2°, que ce soit suivant l'axe z ou perpendiculairement à celui-ci, sont très proches quel que soit le taux de déformation. Les cristallites demeurent donc équiaxes au cours de la déformation.

L'évolution de la distance entre joints (HAB) ferritiques en fonction de la déformation est donnée dans le Tableau 4.35 et en Figure 4.71 :

Déformation	selon z (µm)	perpendiculaire à z (µm)
1	84,8	82,0
2	48,4	56,5
5	21,5	28,2
10	19,4	23,6
15	21,9	28,6

Tableau 4.35 Distances entre joints obtenues par la méthode des intercepts moyens

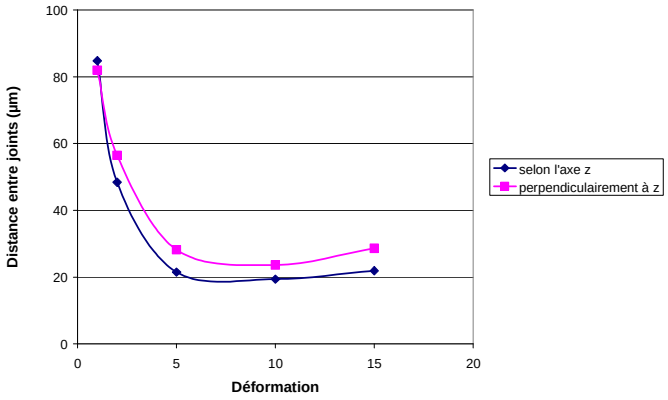


Figure 4.71 Evolution de la distance entre HAB en fonction de la déformation

La distance moyenne entre deux HAB est plus grande perpendiculairement à l'axe z que suivant cet axe, même à une très grande déformation.

Le diamètre du cercle équivalent (DCE)

Dans le cas de cette nuance multiphasée, nous prenons pour la définition d'un grain tout élément entièrement délimité par une paroi de forte désorientation $\theta \geq 15°$, une interface ferrite/austénite et/ou une interface ferrite/point non indexé.
Les DCE des grains ferritiques obtenus pour les différents taux de déformation (le DCE pour $\varepsilon = 1$ n'est pas indiqué car le nombre de grains analysés n'est pas assez grand) est donné en Figure 4.72 :

Déformation	DCE (µm)
2	32.7
5	23.0
10	22.3
15	25.1

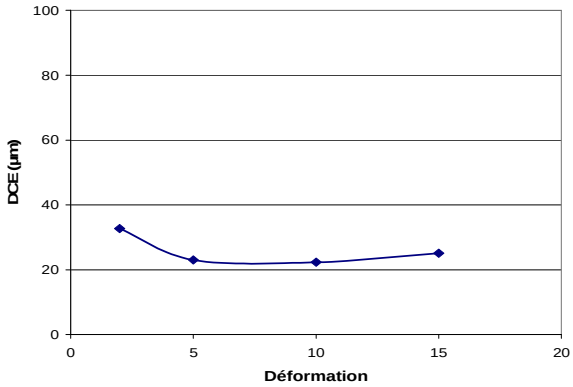


Figure 4.72 Evolution du DCE moyen en fonction du taux de déformation

Distribution des angles de désorientation

Afin de déterminer les proportions de parois à fortes et à faibles désorientations des grains ferritiques, les distributions des angles de désorientation corrélée concernant la phase cubique centrée ont été déterminées (l'angle de désorientation minimal détecté est estimé à 2°).

Les courbes représentant la distribution des angles de désorientation sont données en Figure 4.73 et en Figure 4.74. Sur chaque graphique, les proportions de High Angle Boundaries HAB (parois fortement désorientées $\theta \geq 15°$) et de Low Angle Boundaries LAB (parois faiblement désorientées $\theta < 15°$) sont indiquées. L'angle de désorientation moyen θ_m est aussi donné.

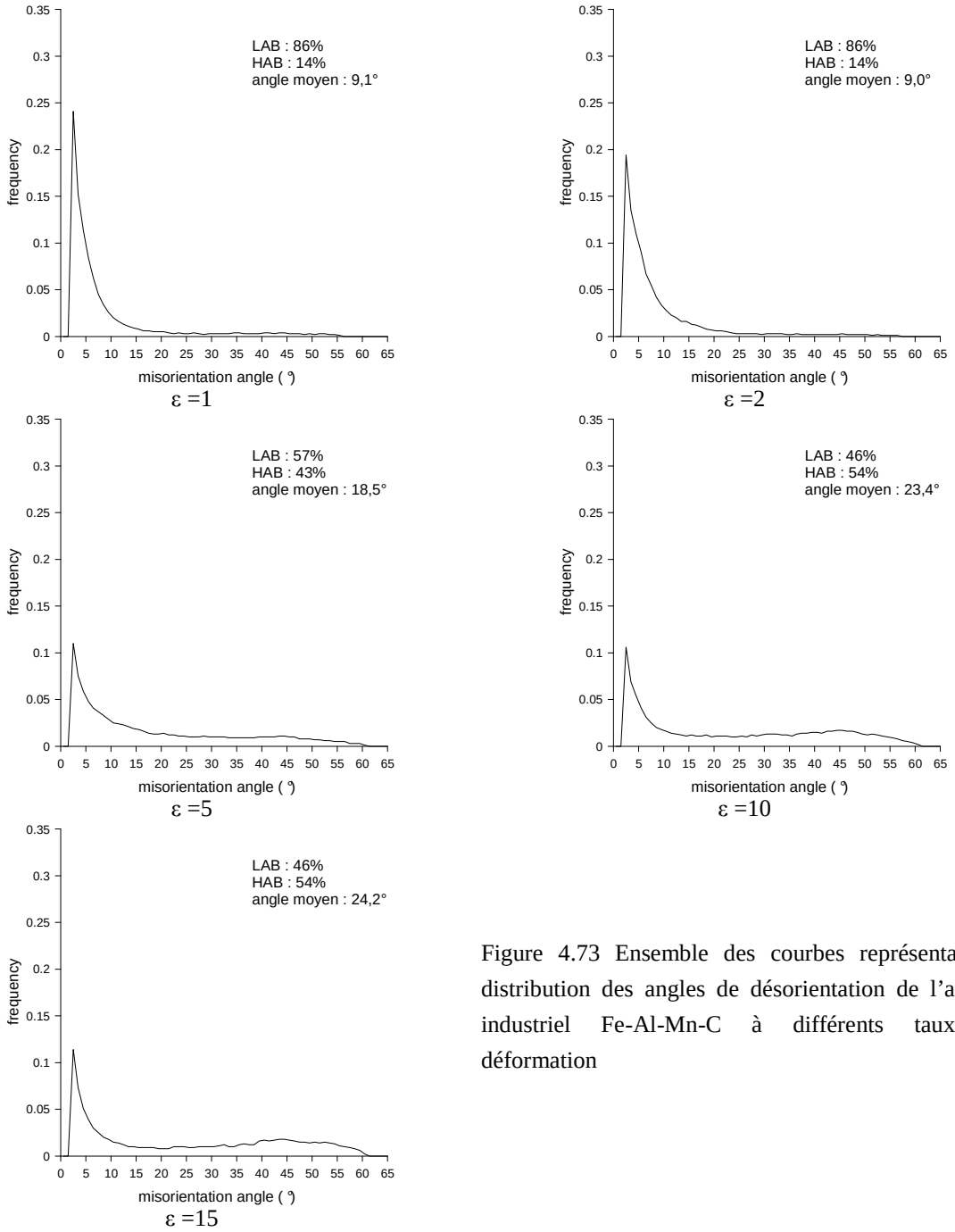
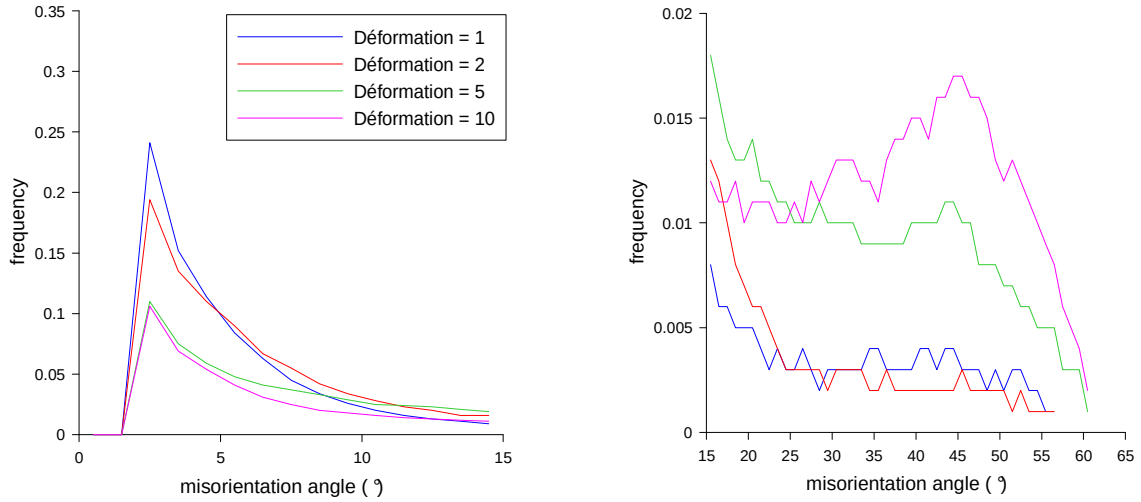


Figure 4.73 Ensemble des courbes représentant la distribution des angles de désorientation de l'alliage industriel Fe-Al-Mn-C à différents taux de déformation



a) Sous-joints b) Joints de grains

Figure 4.74 Distribution des angles de désorientation pour a) les sous-joints et b) les joints de grains

L'évolution de l'angle de désorientation θ_m moyen et de la proportion de LAB et de HAB en fonction de la déformation est donnée en Figure 4.75 :

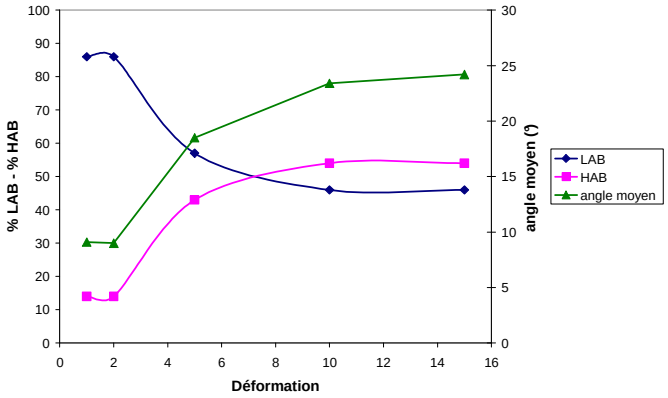


Figure 4.75 Evolution de la proportion de LAB et de HAB avec la déformation

D'après les courbes représentant la distribution des angles de désorientation à différents taux de déformation (Figure 4.73), on remarque que la fraction de parois de faible désorientation diminue lorsque la déformation augmente pour ensuite tendre vers un équilibre avec la fraction de parois de forte désorientation (Figure 4.75). Ceci traduit la formation progressive de nouvelles parois de forte désorientation en raison des rotations cristallines différentes des sous-grains adjacents (transformation de sous-joints en joints). L'angle de désorientation θ_m moyen aux grandes déformations est environ égal à 25°. Comme pour l'alliage étudié précédemment, ce sont des résultats similaires à ceux obtenus par Oliveira [2003], par Eghbali *et al.* [2007] et par Chovet-Sauvage [2000].

Fraction recristallisée

Les fractions recristallisées dans les différents états de déformation ont été déterminées en utilisant le même critère que décrit précédemment (θ_c = 10°).
Elles sont données dans le Tableau 4.36 :

	ε = 2	ε = 5	ε = 10	ε = 15
Fraction recristallisée (%)	14%	40%	71%	73%

Tableau 4.36 Tableau regroupant les fractions recristallisées calculées pour les différents taux de déformation

4.4.2.3 Evolution de la texture

Les figures de pôles {110} associées à la phase cubique centrée (ferrite) obtenues pour les différents essais de torsion sont données en Figure 4.76 :

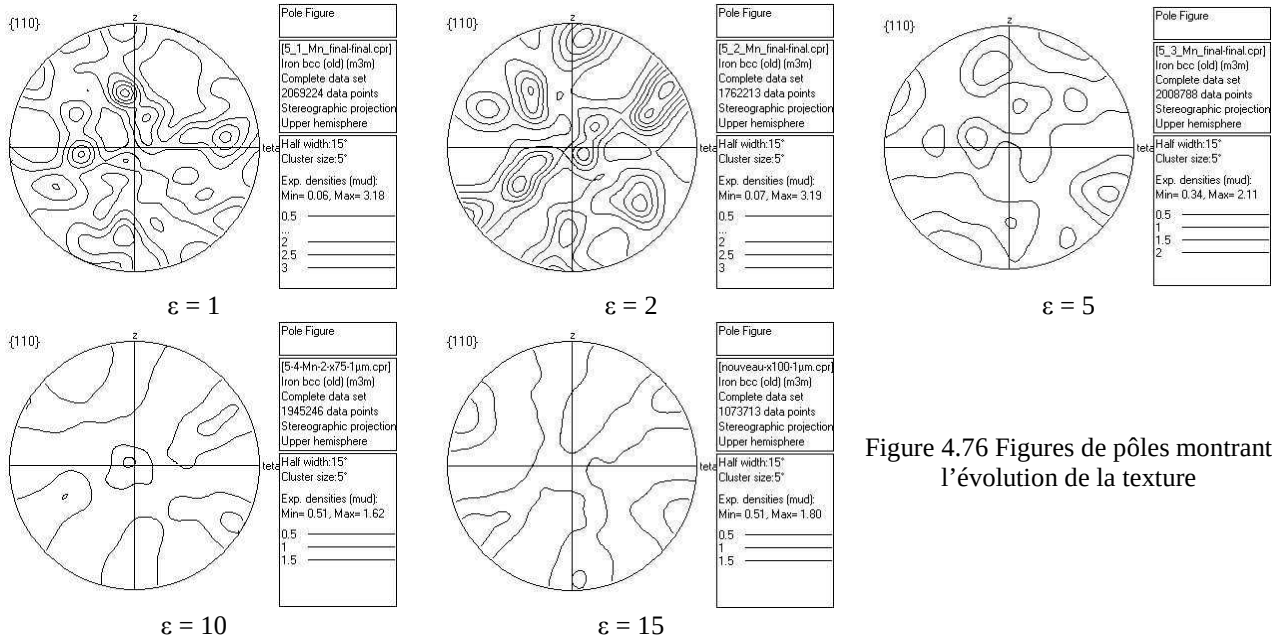


Figure 4.76 Figures de pôles montrant l'évolution de la texture

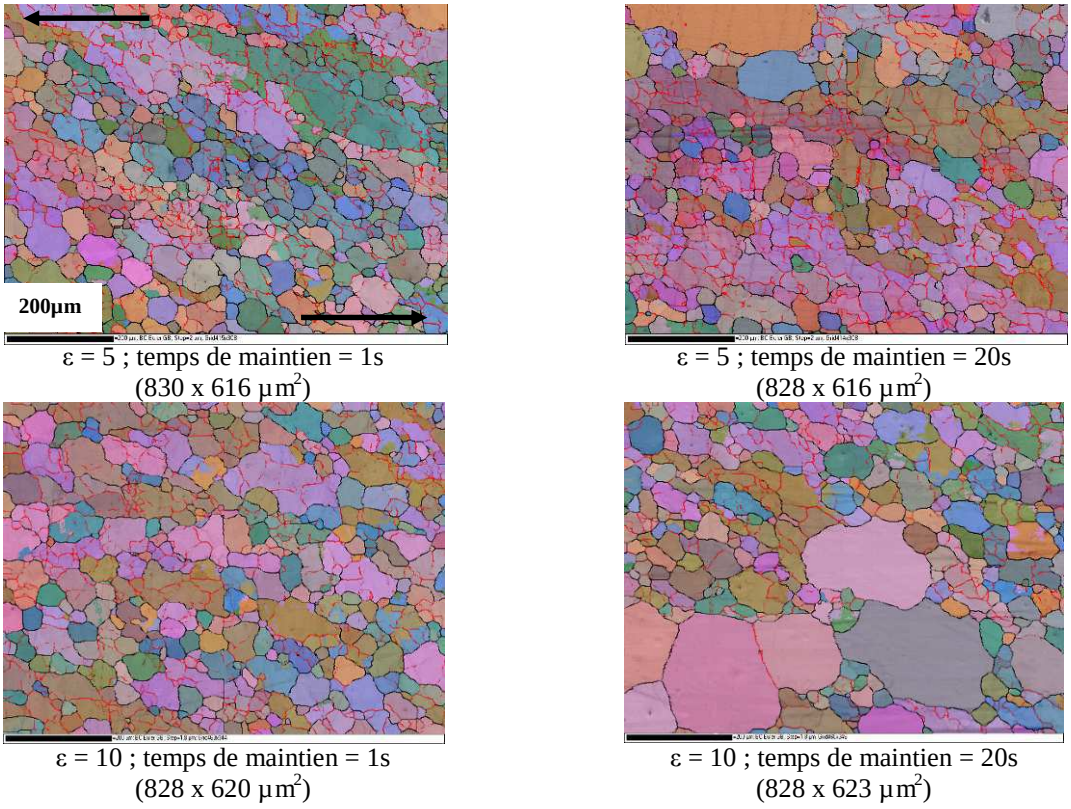
On obtient une texture très peu intense.

4.4.3 Evolution de la microstructure après maintien en température de l'alliage industriel Fe-8%Al et des alliages modèles (torsion)

4.4.3.1 Essais préliminaires

Pendant le laminage à chaud, des maintiens en température entre les passes successives ont lieu. Afin d'étudier la recristallisation post-dynamique (recristallisation se produisant en l'absence de vitesse de déformation imposée), quatre essais préliminaires de torsion à chaud ont été effectués sur l'alliage industriel Fe-8%Al (AM0222) afin d'observer l'évolution de la microstructure après différents temps de maintien avant la trempe.

Les résultats des analyses EBSD effectuées sur les quatre éprouvettes de torsion déformées à une vitesse de $0.1s^{-1}$ et à une température de 1000°C sont donnés en Figure 4.77.



ε = 5 ; temps de maintien = 1s (830 x 616 µm^2)

ε = 5 ; temps de maintien = 20s (828 x 616 µm^2)

ε = 10 ; temps de maintien = 1s (828 x 620 µm^2)

ε = 10 ; temps de maintien = 20s (828 x 623 µm^2)

Figure 4.77 Cartographies EBSD obtenues pour l'alliage industriel Fe-8%Al après différents temps de maintien

Il se produit un grossissement de certains grains (vierges de sous-joints) aux dépens des autres montrant que la structure n'est pas stable et qu'elle continue d'évoluer lors des temps interpasses.

4.4.3.2 Essais de torsion

Afin d'étudier de manière plus précise la recristallisation post-dynamique, une série d'essais (Tableau 4.37) de torsion à chaud (température de 1000°C et vitesse de déformation de 0,1s^{-1}) a été effectuée sur les alliages industriels Fe-8%Al (AM0222) ainsi que sur les trois nuances modèles.

déformation	temps de maintien (s)
ε = 2	1
ε = 2	20
ε = 2	100
ε = 2	1000
ε = 5	1
ε = 5	20
ε = 5	100
ε = 5	1000

Tableau 4.37 Essais de torsion effectués afin d'étudier la recristallisation statique

Après analyse par microscopie optique et EBSD des microstructures correspondant aux différents essais, il sera alors possible de déterminer l'évolution des tailles de grains et ainsi de déterminer des vitesses de migration des joints de grains.

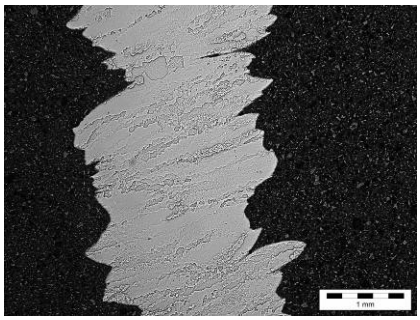
4.4.3.3 Evolution de la microstructure

Microstructures des différentes nuances

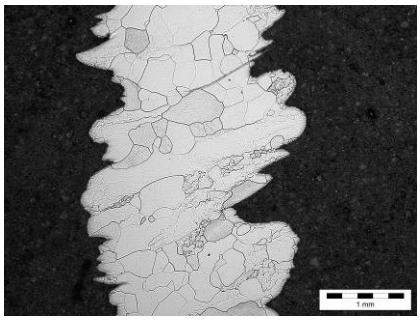
Les microstructures des différentes nuances obtenues après les temps de maintien en température sont données en Figure 4.78, en Figure 4.79, en Figure 4.80 et en Figure 4.81.

Sur les micrographies optiques, les plages observées sont dentelées. Il apparaît, en effet, des irrégularités à la surface de l'éprouvette de torsion, dues notamment à la taille de grains importante.

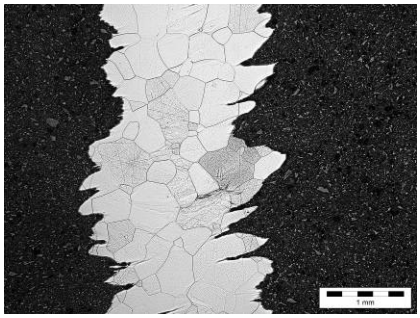
Alliage modèle Fe-8%Al (Figure 4.78)



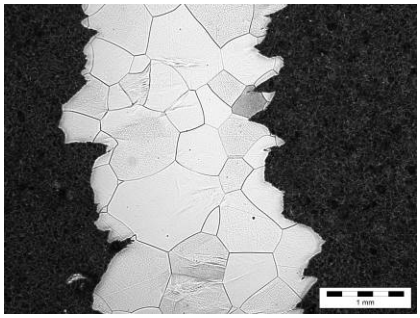
ε = 2 ; temps de maintien = 1s (EBSD)



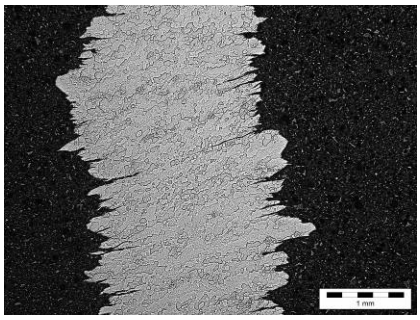
ε = 2 ; temps de maintien = 20s (analysis)



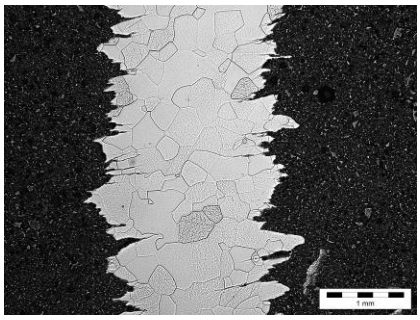
ε = 2 ; temps de maintien = 100s (analysis)



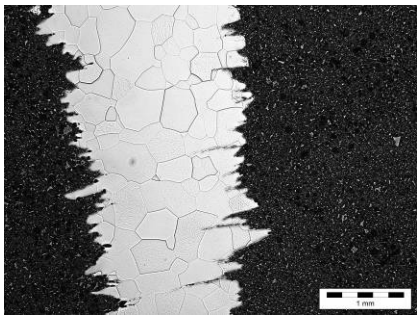
ε = 2 ; temps de maintien = 1000s (analysis)



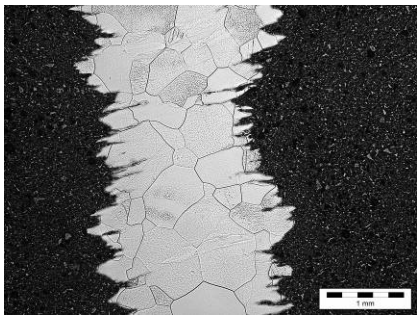
ε = 5 ; temps de maintien = 1s (EBSD)



ε = 5 ; temps de maintien = 20s (analysis)



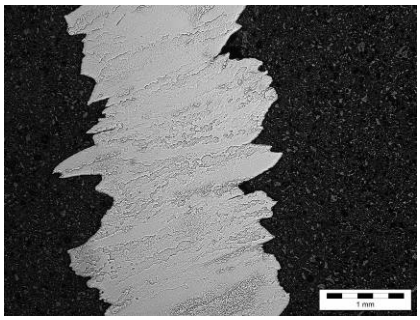
ε = 5 ; temps de maintien = 100s (analysis)



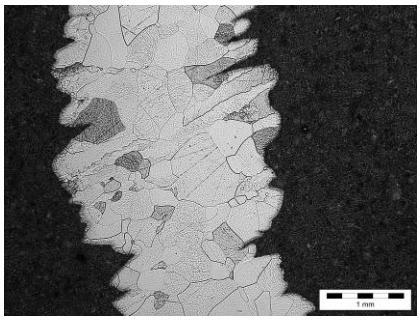
ε = 5 ; temps de maintien = 1000s (analysis)

Figure 4.78 Microstructures obtenues pour l'alliage modèle Fe-8%Al en fonction du taux de déformation et du maintien en température

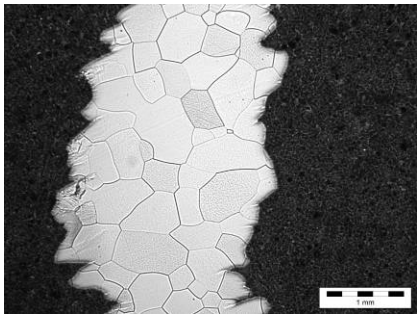
Alliage modèle Fe-8%Al-20ppmC (Figure 4.79)



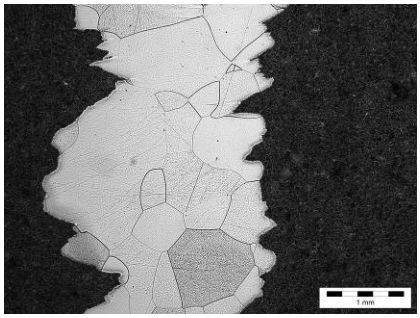
ε = 2 ; temps de maintien = 1s (EBSD)



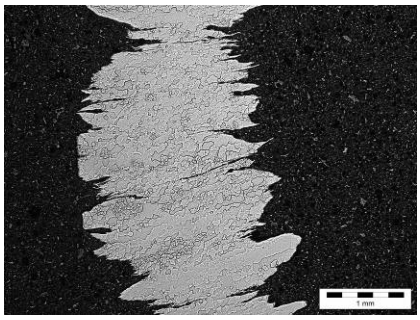
ε = 2 ; temps de maintien = 20s (analysis)



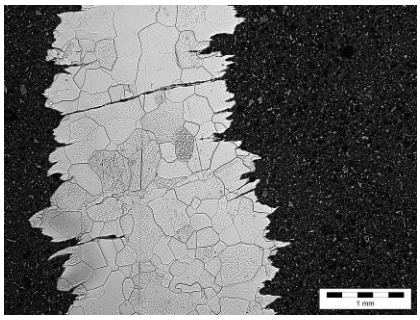
ε = 2 ; temps de maintien = 100s (analysis)



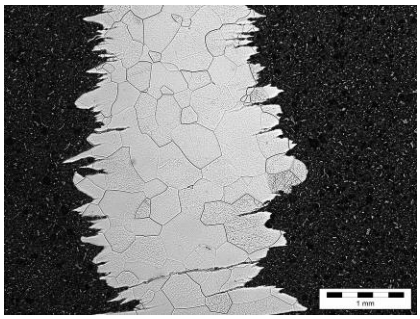
ε = 2 ; temps de maintien = 1000s (analysis)



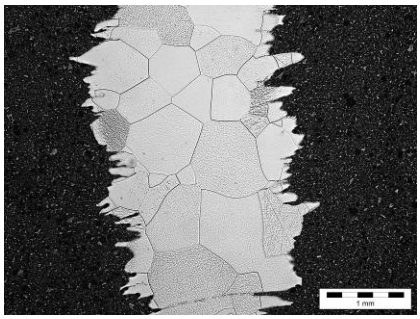
ε = 5 ; temps de maintien = 1s (EBSD)



ε = 5 ; temps de maintien = 20s (analysis)



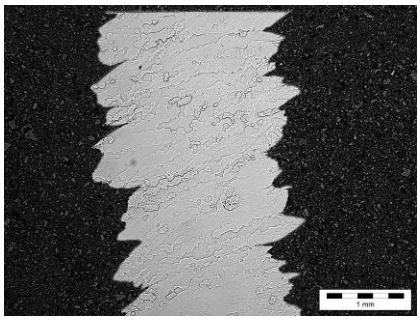
ε = 5 ; temps de maintien = 100s (analysis)



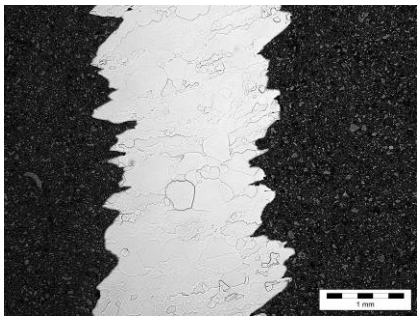
ε = 5 ; temps de maintien = 1000s (analysis)

Figure 4.79 Microstructures obtenues pour l'alliage modèle Fe-8%Al-20ppmC en fonction du taux de déformation et du maintien en température

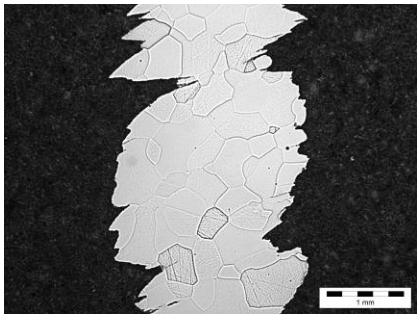
Alliage modèle Fe-15%Al (Figure 4.80)



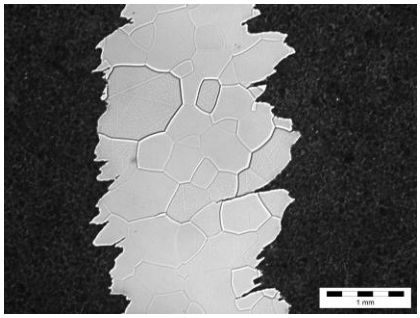
ε = 2 ; temps de maintien = 1s (EBSD)



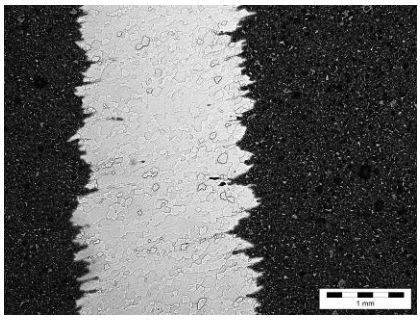
ε = 2 ; temps de maintien = 20s (Aphélion)



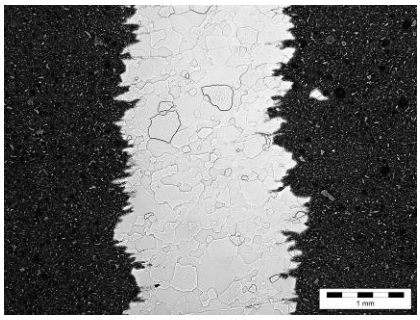
ε = 2 ; temps de maintien = 100s (analysis)



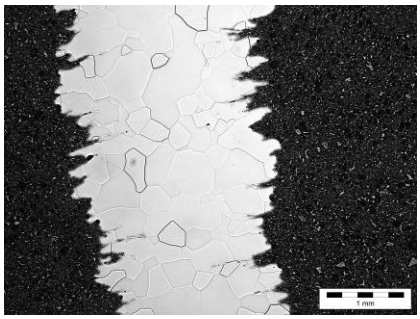
ε = 2 ; temps de maintien = 1000s (analysis)



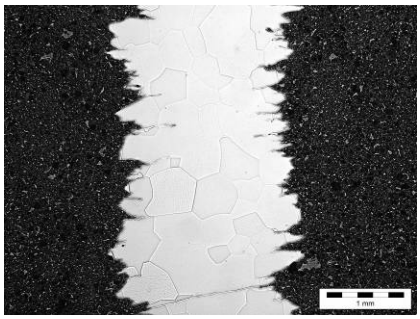
ε = 5 ; temps de maintien = 1s (EBSD)



ε = 5 ; temps de maintien = 20s (Aphélion)



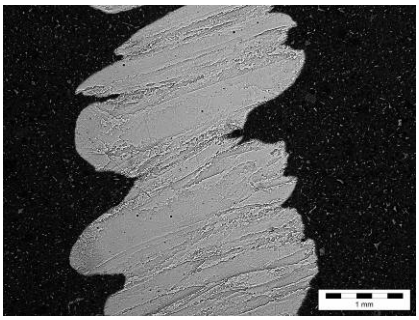
ε = 5 ; temps de maintien = 100s (analysis)



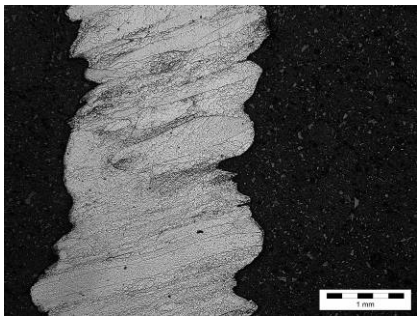
ε = 5 ; temps de maintien = 1000s (analysis)

Figure 4.80 Microstructures obtenues pour l'alliage modèle Fe-15%Al en fonction du taux de déformation et du maintien en température

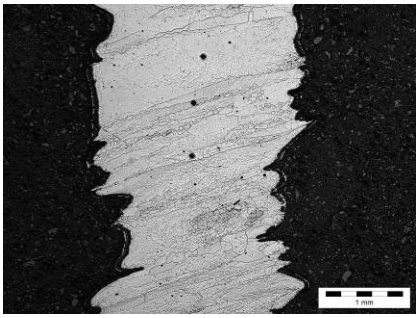
Alliage industriel Fe-8%Al (AM0222) (Figure 4.81)



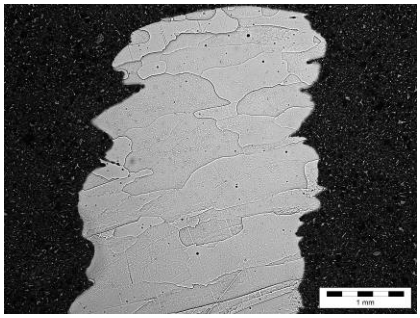
ε = 2 ; temps de maintien = 1s (EBSD)



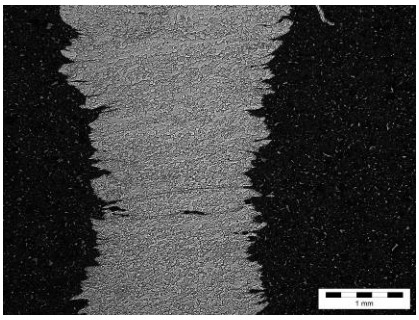
ε = 2 ; temps de maintien = 20s (EBSD)



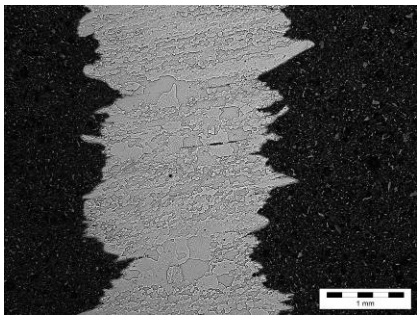
ε = 2 ; temps de maintien = 100s (EBSD)



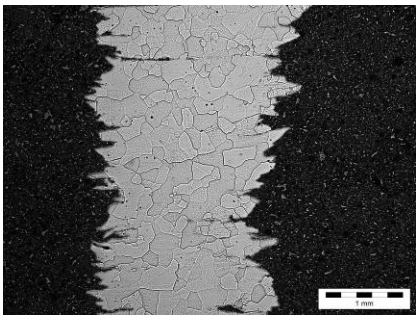
ε = 2 ; temps de maintien = 1000s (analysis)



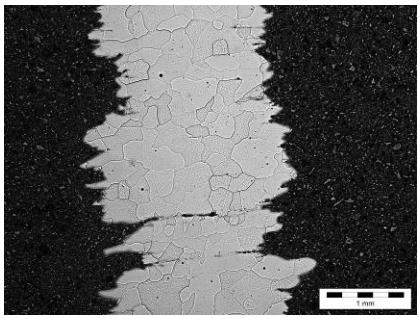
ε = 5 ; temps de maintien = 1s (EBSD)



ε = 5 ; temps de maintien = 20s (Aphélion)



ε = 5 ; temps de maintien = 100s (analysis)



ε = 5 ; temps de maintien = 1000s (analysis)

Figure 4.81 Microstructures obtenues pour l'alliage industriel Fe-8%Al en fonction du taux de déformation et du maintien en température

Evolution de la taille de grains

Les tailles de grains des nuances ferritiques ont été évaluées par différentes méthodes :

- EBSD permettant la détermination du DCE moyen
- Analyse d'images (Aphélion) permettant la détermination des intercepts moyens
- Moyenne des mesures des diamètres des grains (Analysis)

La méthode utilisée est indiquée entre parenthèses dans les figures précédentes.

Les résultats obtenus montrant l'évolution de la taille de grains des nuances ferritiques en fonction du temps de maintien sont donnés en Figure 4.82.

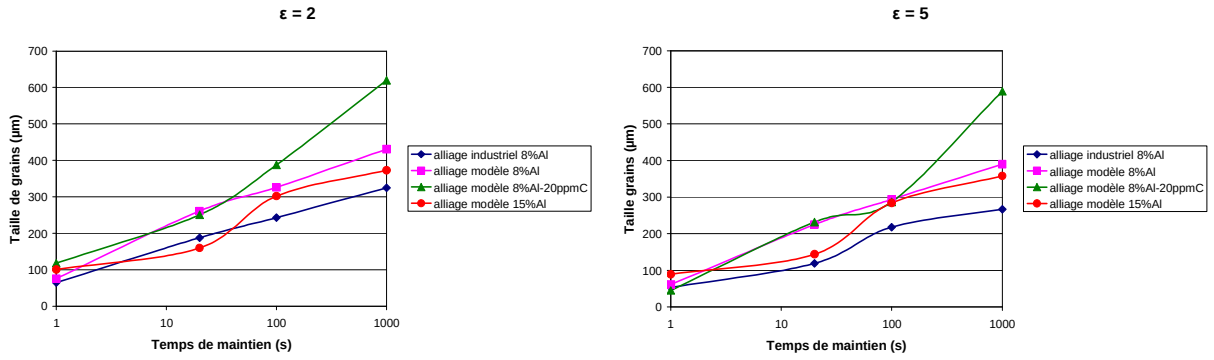


Figure 4.82 Evolution de la taille de grains pour les deux taux de déformation en fonction du temps de maintien

D'après ces résultats, des vitesses de migration des joints de grains ont été déterminées en faisant le rapport de la variation de la taille de grain sur la durée du maintien (Figure 4.83).

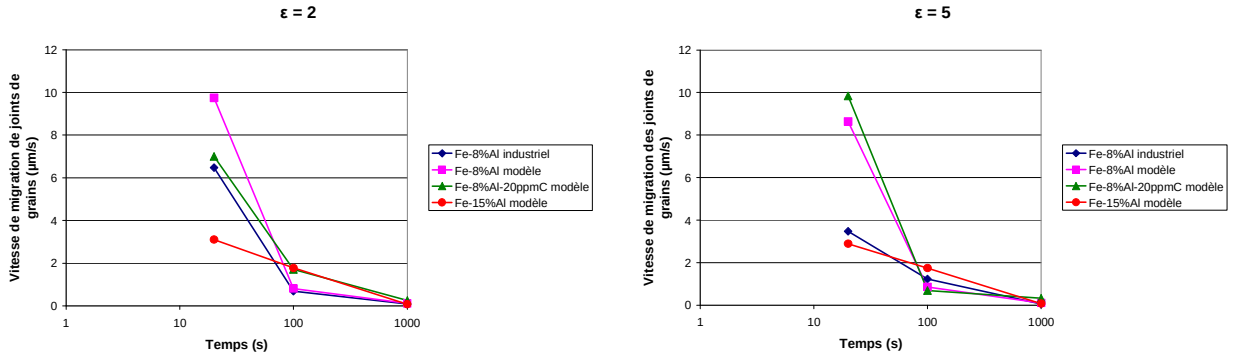


Figure 4.83 Evolution des vitesses de migration des joints de grains en fonction du temps de maintien

On observe sur la Figure 4.82, une importante augmentation de la taille de grains au cours des maintiens en température pour toutes les nuances. La nuance industrielle est celle possédant la taille de grains la moins grande. Ceci s'explique par le fait qu'elle contient de nombreux éléments (Ti, Si, Cr…) retardant mais n'empêchant pas l'important grossissement des grains.

Sur la Figure 4.83, on observe des vitesses de migration des joints de grains pouvant atteindre des valeurs de 10 µm/s au cours des premières secondes de maintien en température. Par comparaison, Oliveira [2003] a obtenu des valeurs de vitesses de migration de joints de grains pour les aciers inoxydables ferritiques stabilisés Fe-11%Cr-Ti, Fe-11%Cr-Ti-Nb et Fe-11%Cr-Nb plus faibles qui sont au maximum de 1.5µm/s pour une température de 1050°C et une vitesse de déformation de 1 s^{-1}.

Fraction recristallisée

Les fractions recristallisées ont été déterminées soit par EBSD (en utilisant le critère décrit précédemment : θ_c = 10°) soit manuellement à l'aide du logiciel Analysis (Figure 4.84).

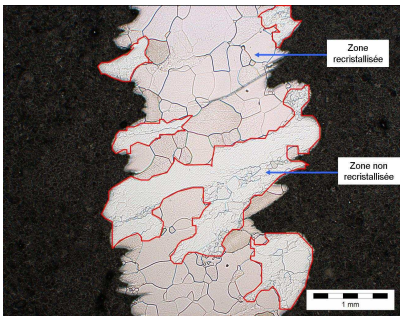


Figure 4.84 Détermination des surfaces recristallisée et non recristallisée à l'aide du logiciel Analysis (exemple de l'essai réalisé à 1000°C, 0.1s^{-1}, ε = 2, temps de maintien : 20s sur l'alliage modèle Fe-8%Al)

Les fractions recristallisées en fonction du taux de déformation et du temps de maintien en température sont données en Figure 4.85.

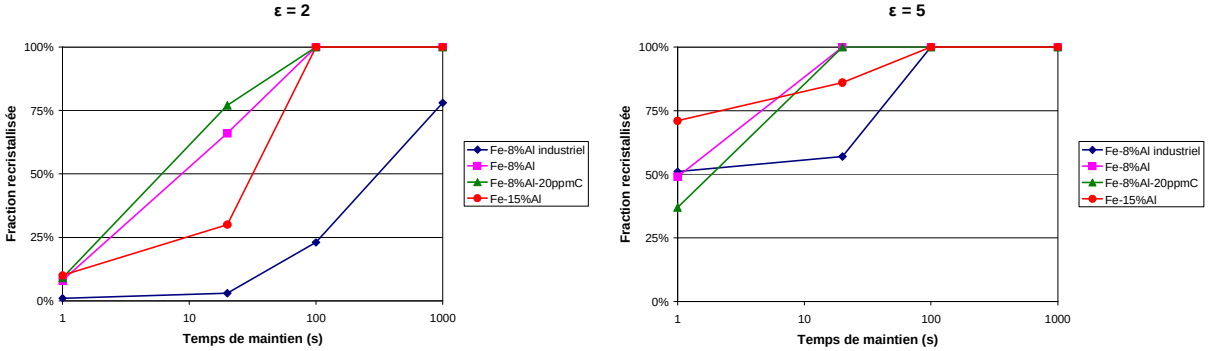


Figure 4.85 Graphiques donnant la fraction recristallisée en fonction du temps de maintien pour les deux déformations ε = 2 et ε = 5

Un résultat classique est observé : plus le taux de déformation est grand et plus le temps de maintien en température est important, plus la fraction recristallisée sera élevée.
La fraction recristallisée pour l'alliage industriel est généralement inférieure à celles des alliages modèles.

4.4.4 Evolution de la microstructure après maintien en température de l'alliage industriel Fe-8%Al-5%Mn-0.2%C (torsion)

4.4.4.1 Essais de torsion

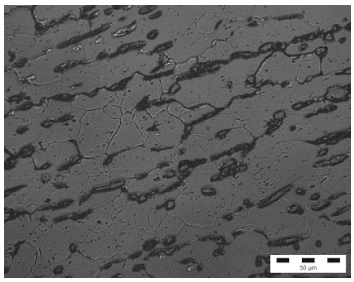
Afin d'étudier la recristallisation post-dynamique, une série d'essais de torsion à chaud (température de 1000°C et vitesse de déformation de 0,1s^{-1}) a été effectuée sur l'alliage industriel Fe-8%Al-5%Mn-0.2%C (1982) (Tableau 4.38).

déformation	temps de maintien (s)
ε = 2	1
ε = 2	20
ε = 2	100
ε = 5	1
ε = 5	20
ε = 5	100
ε = 5	1000

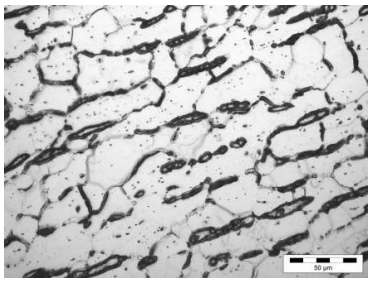
Tableau 4.38 Essais de torsion effectués afin d'étudier la recristallisation statique

4.4.4.2 Evolution de la microstructure

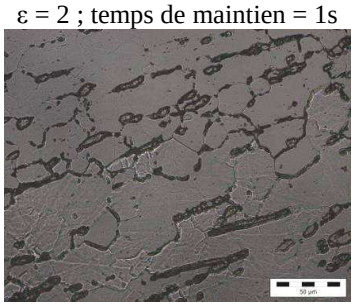
Les microstructures obtenues par microscopie optique après les temps de maintien en température sont données en Figure 4.86.



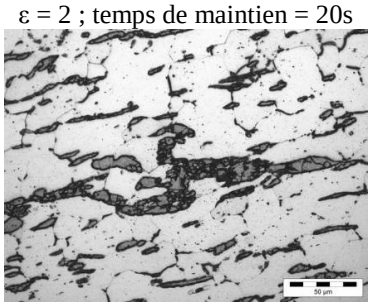
ε = 2 ; temps de maintien = 1s



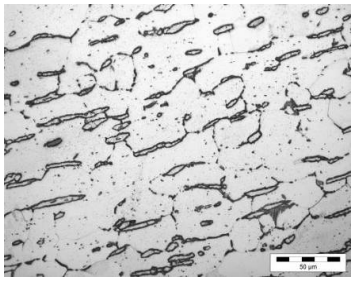
ε = 2 ; temps de maintien = 20s



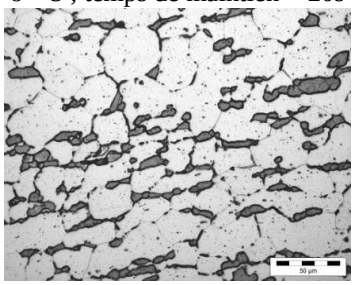
ε = 2 ; temps de maintien = 100s



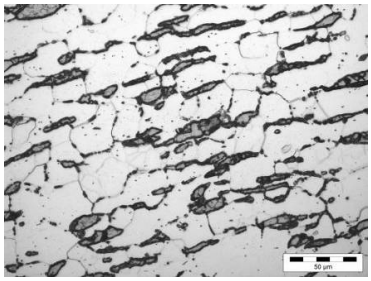
ε = 5 ; temps de maintien = 1s



ε = 5 ; temps de maintien = 20s



ε = 5 ; temps de maintien = 1000s



ε = 5 ; temps de maintien = 100s

Figure 4.86 Microstructures obtenues pour l'alliage industriel Fe-Al-Mn-C en fonction du taux de déformation et du maintien en température (l'austénite apparaît en gris sombre)

Evolution de la taille de grains

Les tailles de grains ferritiques moyennes ont été déterminées par analyse d'images grâce au logiciel Aphélion en mesurant les intercepts moyens.

Les résultats obtenus donnant les tailles de grains ferritiques de la nuance multiphasée en fonction du taux de déformation et du temps de maintien en température sont donnés dans le Tableau 4.39 et en Figure 4.87.

Déformation	Temps de maintien (s)	Taille moyenne (µm)	Ecart-type
2	1	26.6	12.4
2	20	25.4	10.8
2	100	25.4	11.7
5	1	20.8	9.6
5	20	24.5	12.6
5	100	24.5	11.6
5	1000	25.6	11.8

Tableau 4.39 Tableau regroupant les tailles de grains ferritiques moyennes déterminées par analyse d'images

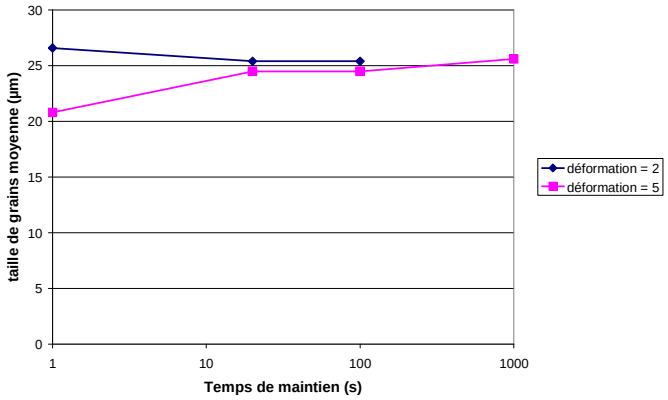


Figure 4.87 Evolution de la taille de grains pour les deux taux de déformation en fonction du temps de maintien

D'après ces résultats, la taille des grains ferritiques reste approximativement constante au cours du maintien, ce qui montre une grande stabilité de cette nuance avec la température. Contrairement au cas des nuances étudiées précédemment, les îlots d'austénite présents ici bloquent la croissance des grains ferritiques.

Ces résultats sont à comparer avec ceux obtenus par EBSD (chapitre 4.4.2 page 137) pour les échantillons déformés de $\varepsilon = 2$ et $\varepsilon = 5$.

Les résultats obtenus sont donnés dans le Tableau 4.40 :

Déformation	2	5
Temps de maintien (s)	0 / 1	0 / 1
Distance moyenne entre HAB ($\theta \geq 15°$) – EBSD (µm)	52.4	24.9
Distance moyenne entre parois $\theta \geq 2°$	14.1	11.8
DCE moyen (15°) – EBSD (µm)	32.7	23.0
Intercept moyen – Aphélion (µm)	26.6	20.8

Tableau 4.40 Tableau regroupant les résultats obtenus avec les deux méthodes utilisées

Les intercepts moyens obtenus "manuellement" à l'aide du logiciel Aphélion sont inférieurs aux distances moyennes entre HAB et aux DCE moyens calculés par EBSD. Ceci s'explique par le fait qu'en microscopie optique, après attaque chimique, il y a ambiguïté concernant les parois de faibles et de fortes désorientations. Des parois de faibles désorientations sont donc comptabilisées comme étant des parois de fortes désorientations entraînant une sous-estimation des intercepts par rapport aux valeurs déterminées par EBSD.

4.4.5 Bilan

Des essais de torsion à chaud ont été effectués sur l'ensemble des nuances industrielles et modèles à une température de 1000°C et à une vitesse de déformation faible de 0.1 s^{-1} afin de caractériser les mécanismes de recristallisation dynamique continue et géométrique. Des maintiens en température ont ensuite été effectués après déformation afin d'observer l'évolution de la microstructure après différents temps de maintien.

4.4.5.1 Recristallisations dynamiques continue et géométrique

Les alliages industriels et modèles déformés par torsion à une température de 1000°C et à une vitesse de déformation faible de 0.1 s^{-1} donnent lieu à un processus de recristallisation dynamique continue et géométrique. On observe, au cours de la déformation, un allongement des grains initiaux suivant le sens du cisaillement. Les joints de grains initiaux présentent des ondulations pouvant donner lieu à une recristallisation dynamique géométrique. Les sous-joints envahissent petit à petit l'ensemble du matériau. La formation de parois à forte désorientation à l'intérieur des grains initiaux débute selon le mécanisme de recristallisation dynamique continue. La microstructure, de plus en plus fragmentée, est composée de cristallites dont les parois se composent d'un mélange de sous-joints et de joints de grains. Au cours de la déformation, les cristallites demeurent approximativement équiaxes, alors que les grains initiaux sont de plus en plus déformés. Au fur et à mesure que le taux de déformation augmente, on observe une augmentation de la quantité de joints de grains (HAB) aux dépens des sous-joints (LAB) montrant la transformation progressive des sous-joints en joints de grains. Pour des déformations élevées, il se produit un équilibre entre la quantité de joints de grains et celle de sous-joints. L'angle de désorientation moyen des interfaces est d'environ 25°. En ce qui concerne la texture, l'orientation la plus intense au domaine stationnaire, dans le cas d'un cisaillement négatif, est $D2\{\bar{1}\bar{1}2\}<111>$.

4.4.5.2 Recristallisation post-dynamique

Des maintiens en température après déformation ont été effectués sur l'ensemble des nuances afin d'observer l'évolution de la microstructure après différents temps de maintien.

Concernant les alliages modèles, une importante augmentation de la taille de grains a été observée durant les maintiens en température. Les vitesses de migration des joints peuvent atteindre jusqu'à 10µm/s au cours des premières secondes de maintien.

Concernant l'alliage industriel Fe-8%Al, la croissance importante des grains semble retardée par la présence des éléments d'alliage et des impuretés.

Par contre, pour l'alliage industriel Fe-8%Al-5%Mn-0.2%C, la microstructure semble rester stable pendant les maintiens en température, les îlots d'austénite présents dans cette nuance bloquant la croissance des grains ferritiques.

4.5 Recristallisation dynamique discontinue (compression plane)

Afin d'étudier la recristallisation dynamique discontinue, les alliages industriels Fe-8%Al (2127) et Fe-8%Al-5%Mn-0.2%C (1982) ont été déformés à vitesse de déformation élevée.
L'évolution des microstructures après des maintiens en température (recristallisation post-dynamique) sera aussi analysée dans cette partie.

4.5.1 Mise au point du dispositif de compression plane – Essais préliminaires

Des essais préliminaires de compression plane à grande vitesse ont été effectués sur les nuances industrielles afin de mettre au point le dispositif (cf. partie 3.2.2.3 p. 61).

L'homogénéité de la température de part et d'autre de l'éprouvette a été vérifiée. Il se produit une différence maximale de 10°C entre le côté gauche et le côté droit de l'éprouvette lorsque l'essai est effectué à 1000°C, ce qui est acceptable.
Afin de limiter au maximum les frottements, les interfaces sont lubrifiées à l'aide de poudre de verre.
Afin de figer au mieux la microstructure après déformation, plusieurs systèmes de trempe ont été testés. La solution retenue est l'immersion totale de l'éprouvette dans un récipient rempli d'eau qui permet d'obtenir des vitesses de trempe allant jusqu'à 400°C/s (Figure 4.88). L'inconvénient de cette méthode tient du fait qu'il faut attraper l'éprouvette à l'aide d'une pince afin de la plonger dans le récipient entraînant un temps avant trempe de 1 à 2 secondes (délai lié à l'intervention humaine).

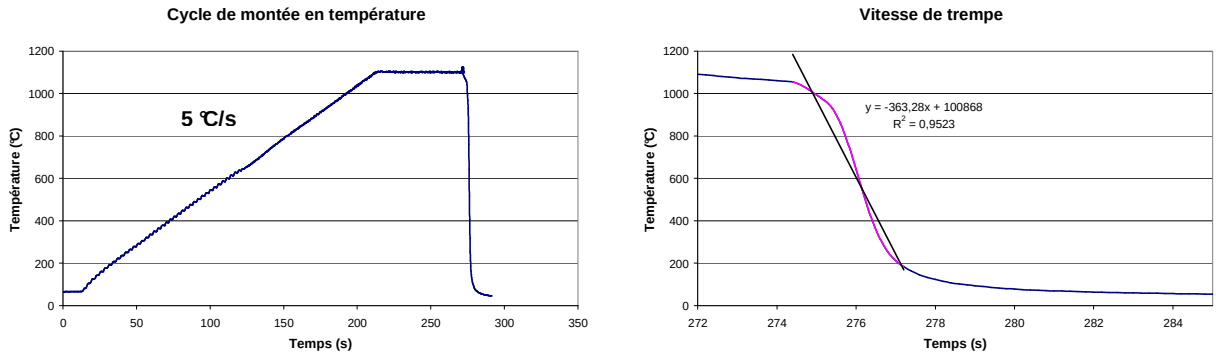


Figure 4.88 Cycle de montée en température utilisé pour les essais de compression plane et vitesse de trempe

4.5.1.1 Alliage industriel Fe-8%Al AM0222

La microstructure d'un échantillon déformé par compression plane à une température de 1000°C, une vitesse de $10s^{-1}$ et une déformation de 1,5 est donnée en Figure 4.89.

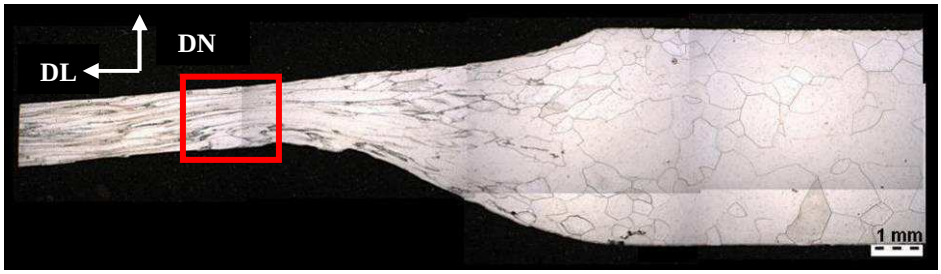
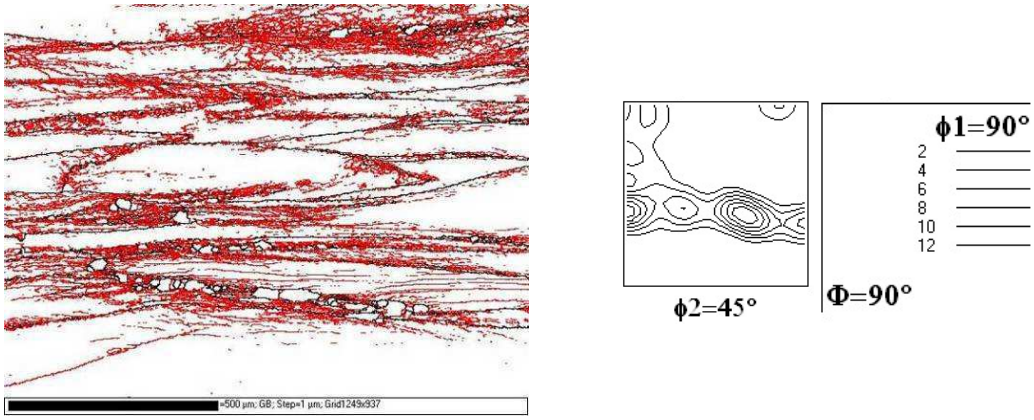


Figure 4.89 Plan DL-DN d'une éprouvette de compression plane

Le cadre rouge indique la zone analysée par EBSD pour chacun des échantillons déformés par compression plane. L'ensemble des cartographies dans ce chapitre seront orientées selon l'axe DL et DN donnés ci-dessus.

La cartographie EBSD représentant les joints de grains et les sous-joints obtenue pour cet échantillon ainsi que la fonction de distribution des orientations (ODF) associée sont données en Figure 4.90.



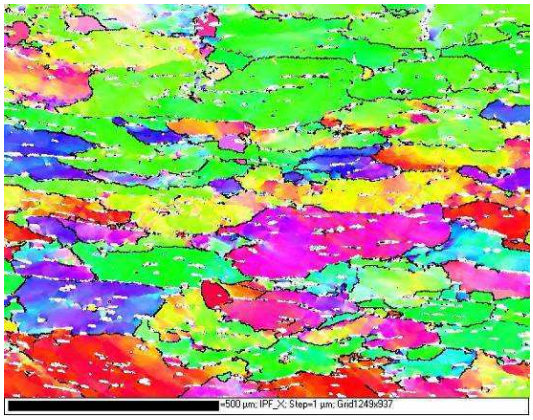
(1249 x 937 µm2)

Figure 4.90 A gauche : cartographie EBSD représentant les joints (parois noires) et sous-joints (parois rouges) à droite : la fonction de distribution des orientations associée

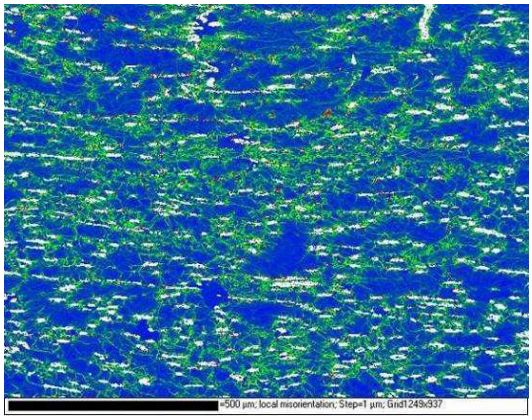
Sur cette cartographie EBSD, on remarque la présence de petits grains vierges de sous-structure entièrement délimités par des joints à proximité des joints de grains initiaux. Ceci est caractéristique du mécanisme de recristallisation dynamique discontinue en collier.
Sur l'ODF associée, une fibre γ intense est observée (voir section à φ_2=45°).

4.5.1.2 Alliage industriel Fe-8%Al-5%Mn-0.2%C

Les cartographies EBSD d'un échantillon déformé par compression plane à une température de 1000°C, une vitesse de $10s^{-1}$ et une déformation de 0,5 sont données en Figure 4.91.



Microstructure
(1249 x 937 μm^2)



Désorientation locale
(1249 x 937 μm^2)

Figure 4.91 Cartographies EBSD d'un échantillon Fe-Al-Mn-C

Sur la cartographie de droite, les désorientations locales (entre pixels voisins) supérieures à 1° sont représentées en vert. Les désorientations correspondantes aux sous-joints et aux joints de grains sont exclues.
La présence d'austénite (de couleur blanche sur les cartographies) dans la matrice ferritique entraîne un gradient de déformation, une désorientation locale favorisant ainsi l'écrouissage de l'alliage.

4.5.2 Evolution de la texture et de la microstructure avec la température et la vitesse de déformation de l'alliage industriel Fe-8%Al

4.5.2.1 Essais de compression plane

Afin d'étudier l'évolution de la microstructure et de la texture en fonction de la température et de la vitesse de déformation, des essais de compression plane à hautes vitesses de déformation ($10s^{-1}$ et $50s^{-1}$) ont été effectués à des températures de 1000°C et 1100°C et à une déformation de 0,5 et 1,5 sur l'alliage industriel Fe-8%Al 2127 (Tableau 4.41).

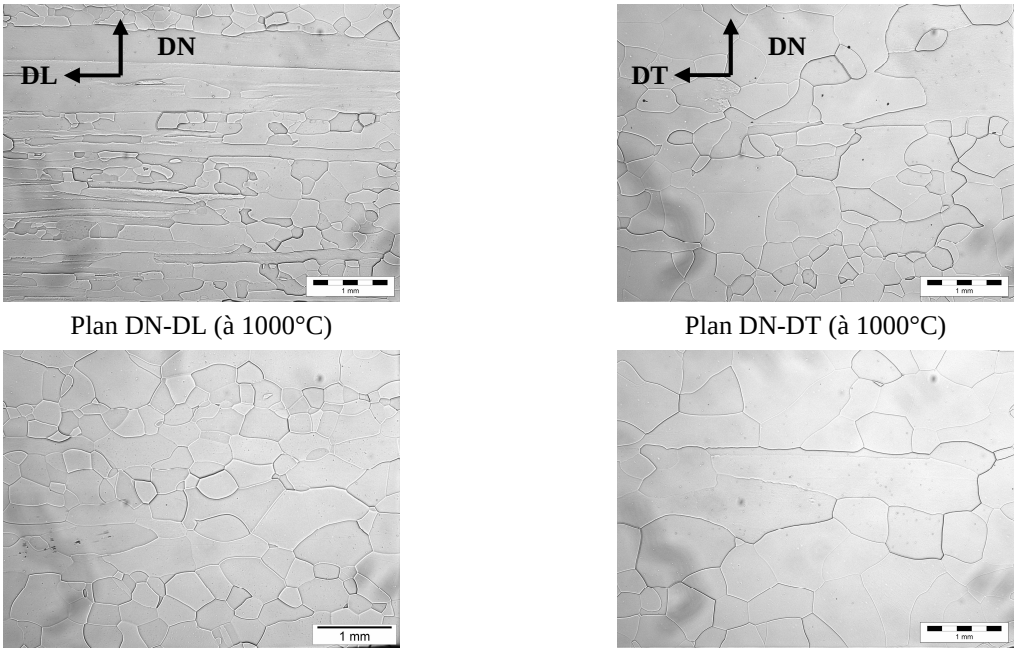
Température (℃)	Vitesse (s-1)	Déformation
1000	10	0,5
1000	10	1,5
1100	10	0,5
1100	10	1,5
1000	50	0,5
1000	50	1,5
1100	50	0,5
1100	50	1,5

Tableau 4.41 Essais de compression plane effectués sur l'alliage industriel Fe-8%Al (2127)

4.5.2.2 Microstructures initiales

La nuance Fe-8%Al 2127 étant partiellement recristallisée, la microstructure risque donc d'évoluer de manière non négligeable pendant le cycle de montée en température (montée + maintien de 1min).

Les microstructures obtenues après avoir effectué un cycle de montée en température jusqu'à 1000°C et 1100°C sont données en Figure 4.92.



Plan DN-DL (à 1000°C) Plan DN-DT (à 1000°C)

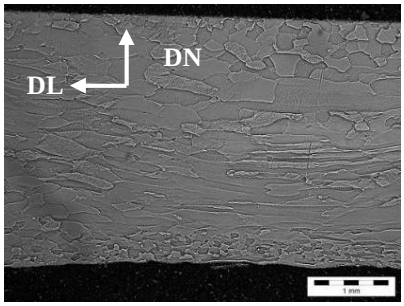
Plan DN-DL (à 1100°C) Plan DN-DT (à 1100°C)

Figure 4.92 Microstructures de la nuance Fe-8%Al (2127) après le cycle de chauffe

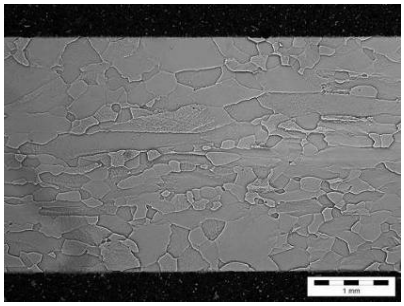
A 1100°C, après le cycle de montée en température, la nuance est quasiment recristallisée à 100%. A 1000°C, par contre, elle n'est toujours que partiellement recristallisée.

4.5.2.3 Evolution de la microstructure

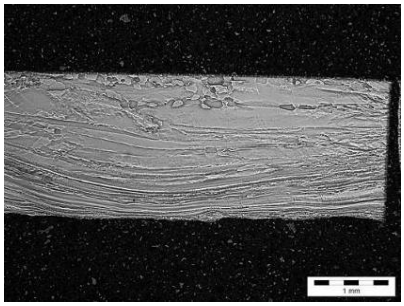
Les microstructures obtenues en microscopie optique pour les différents essais de compression plane sont données en Figure 4.93



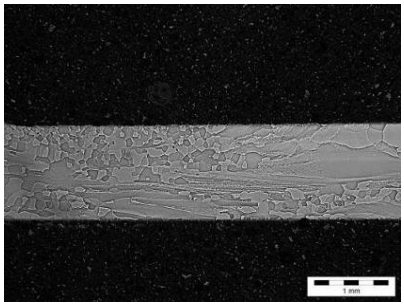
vitesse = $10s^{-1}$ température = 1000°C ε = 0.5



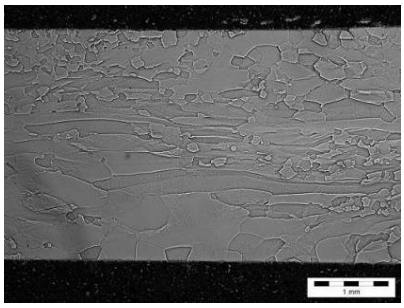
vitesse = $10s^{-1}$ température = 1100°C ε = 0.5



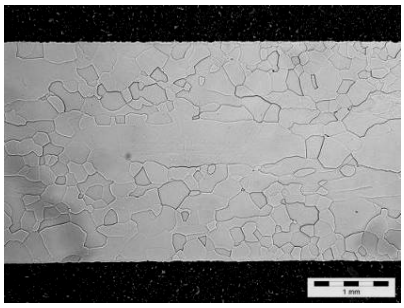
vitesse = $10s^{-1}$ température = 1000°C ε = 1.5



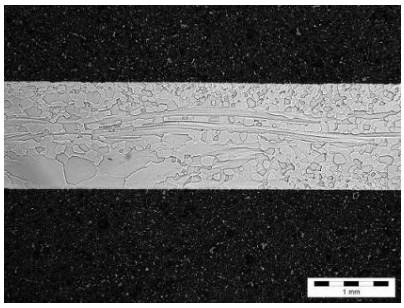
vitesse = $10s^{-1}$ température = 1100°C ε = 1.5 (EBSD)



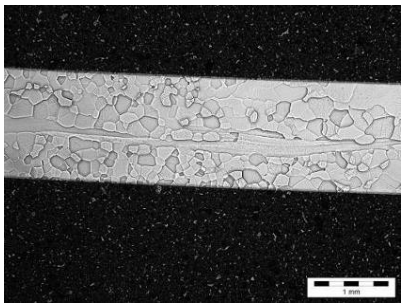
vitesse = $50s^{-1}$ température = 1000°C ε = 0.5



vitesse = $50s^{-1}$ température = 1100°C ε = 0.5



vitesse = $50s^{-1}$ température = 1000°C ε = 1.5 (EBSD)



vitesse = $50s^{-1}$ température = 1100°C ε = 1.5 (EBSD)

Figure 4.93 Microstructures obtenues pour les différents essais de compression plane

En fonction des conditions de déformation, on observe des proportions différentes de grains initiaux déformés et allongés selon la direction de laminage et de grains recristallisés équiaxes qui paraissent dépourvus de sous-structure. Ceci est caractéristique du mécanisme de recristallisation dynamique discontinue. On remarque que plus le taux de déformation est important, plus la température est élevée et plus la vitesse de déformation est grande, plus la fraction recristallisée est importante.

Taille de la structure

Les tailles de grains recristallisés ont été déterminées par microscopie optique à l'aide du logiciel Analysis. Seuls les grains entièrement fermés par des joints de grains ont été pris en compte. Il s'agit bien entendu ici d'une estimation car il se peut que des grains initiaux soient aussi comptabilisés dans le calcul de la moyenne.
Les catégories en tailles de grains utilisées sont données en Figure 4.94 :

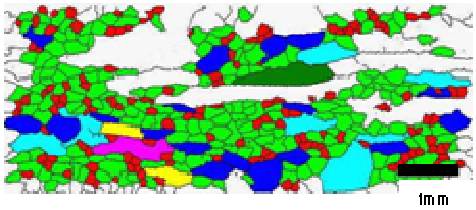
Taille de grains (µm)	couleur associée
0-200	
200-400	
400-600	
600-800	
800-1000	
1000-1200	
1200-1400	
1400-1600	
1600-1800	
1800-2000	

Figure 4.94 Code couleur utilisé pour représenter les différentes tailles de grains

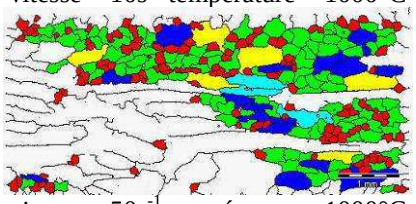
<u>ε = 0,5 :</u>

Les résultats obtenus sont donnés en Figure 4.95 et dans le Tableau 4.42 :

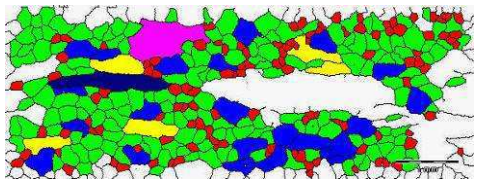
Taille de grains non déterminée



vitesse = $10s^{-1}$ température = 1000°C



vitesse = $10s^{-1}$ température = 1100°C



vitesse = $50s^{-1}$ température = 1000°C

vitesse = $50s^{-1}$ température = 1100°C

Figure 4.95 Cartographies représentant en couleur les grains analysés

Vitesse (s-1)	Température (°C)	Nombre de grains	Taille de grains (µm)	Ecart-type
10	1000	/	/	/
10	1100	369	253	154
50	1000	264	235	142
50	1100	313	257	152

Tableau 4.42 Tailles de grains déterminées pour les différents échantillons déformés à ε = 0.5

<u>ε = 1,5 :</u>

Les résultats obtenus sont donnés en Figure 4.96 et dans le Tableau 4.43 :

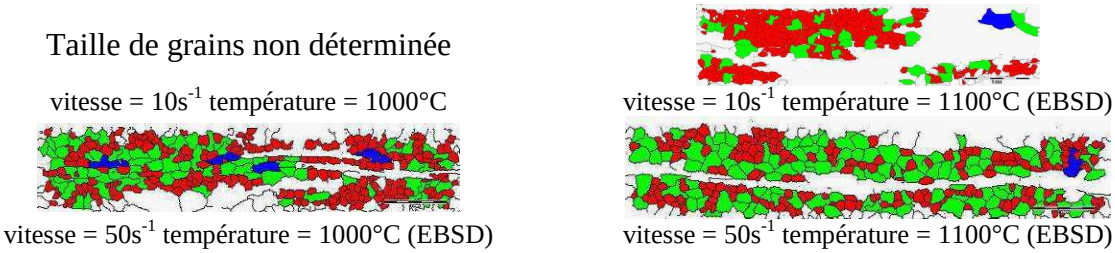


Figure 4.96 Cartographies représentant en couleur les grains analysés

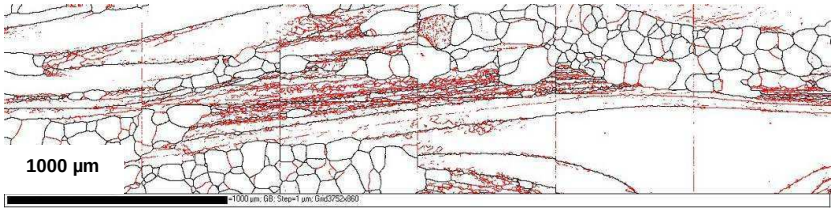
Vitesse (s-1)	Température (°C)	Nombre de grains	Taille de grains (µm)	Ecart-type
10	1000	/	/	/
10	1100	311	135	59
50	1000	295	172	73
50	1100	297	189	69

Tableau 4.43 Tailles de grains déterminées pour les différents échantillons déformés à ε = 1.5

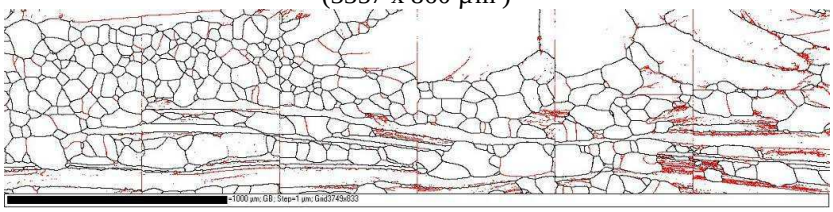
On remarque que plus le taux de déformation est important et plus la taille de grains est faible. De plus, on observe une très légère augmentation de la taille de grains lorsque la température de déformation est plus élevée.

4.5.2.4 Evolution de la texture

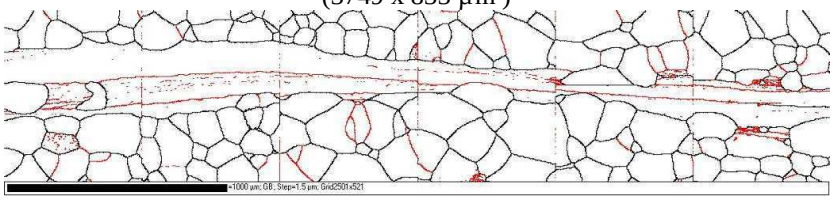
Afin d'étudier l'évolution de la texture, trois analyses EBSD ont été effectuées. Les cartographies représentant les joints de grains et les sous-joints sont données en Figure 4.97. Ces analyses EBSD confirment les observations réalisées par microscopie optique. On observe bien des grains initiaux allongés possédant une sous-structure importante et des grains recristallisés équiaxes totalement vierges de sous-structure.



vitesse = $10s^{-1}$ température = 1100°C
(3357 x 860 μm^2)



vitesse = $50s^{-1}$ température = 1000°C
(3749 x 833 μm^2)



vitesse = $50s^{-1}$ température = 1100°C
(3752 x 782 μm^2)

Figure 4.97 Cartographies EBSD représentant les joints de grains (parois noires) et les sous-joints (parois rouges) pour trois conditions de déformation différentes

Fibres α (<110> // DL) et γ (<111> // DN)

Les cartographies représentant les grains appartenant à la fibre α (en rouge) et à la fibre γ (en bleu) sont données en Figure 4.99. Une dispersion de 20° autour de chaque orientation idéale est permise (Figure 4.98).

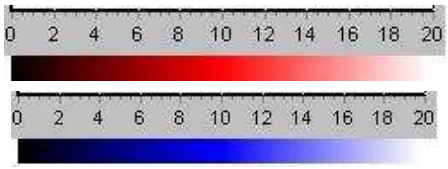
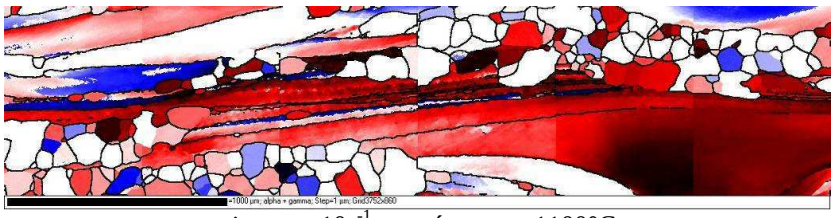
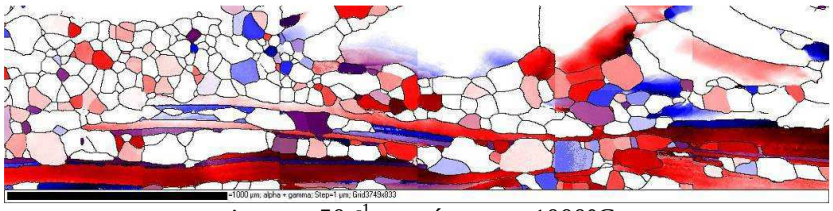


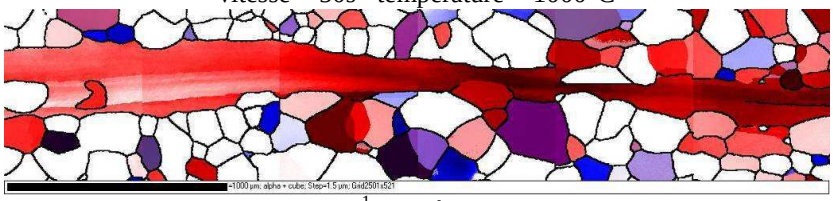
Figure 4.98 Code couleur utilisé pour représenter en rouge les grains appartenant à la fibre α et en bleu les grains appartenant à la fibre γ (dispersion de 20° permise)



vitesse = $10s^{-1}$ température = 1100°C



vitesse = $50s^{-1}$ température = 1000°C



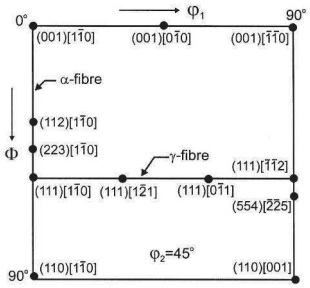
vitesse = $50s^{-1}$ température = 1100°C

Figure 4.99 Cartographies EBSD représentant les grains appartenant à la fibre α et ceux appartenant à la fibre γ

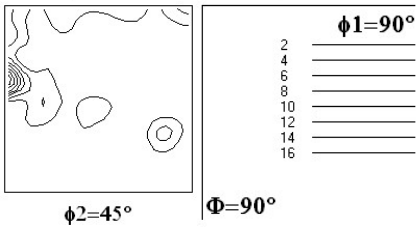
On remarque que les grains non recristallisés, allongés selon la direction de laminage, appartiennent majoritairement à la fibre α.

Fonction de distribution des orientations (ODF)

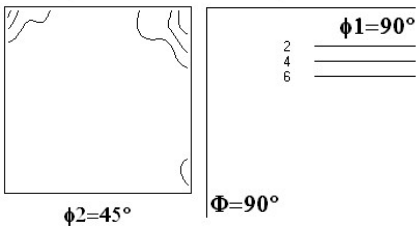
Grâce à ces analyses EBSD, les ODF associées à chaque condition de déformation ont aussi pu être déterminées (Figure 4.100).



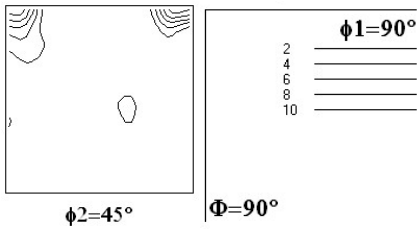
[Humphreys et Hatherly, 2004]



vitesse = $10s^{-1}$ température = 1100°C



vitesse = $50s^{-1}$ température = 1000°C

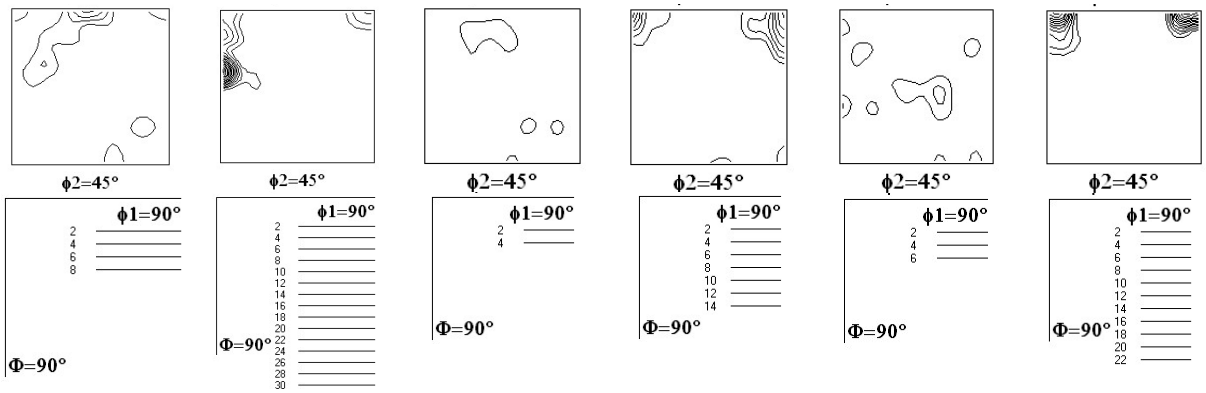


vitesse = $50s^{-1}$ température = 1100°C

Figure 4.100 ODF obtenues pour les différents essais de compression plane

On peut remarquer, de manière plus importante pour les essais réalisés à une vitesse de déformation de $50s^{-1}$, la présence majoritaire de l'orientation H cube tourné {001}<110>.

Afin d'étudier plus précisément les orientations préférentielles associées aux grains recristallisés ou non recristallisés, une nouvelle définition du grain recristallisé est adoptée pour ce type de mécanisme de recristallisation dynamique. Ici, nous considérerons qu'un grain est recristallisé lorsque sa désorientation interne moyenne est inférieure à 2°.
Les fonctions de distribution des orientations (ODF) associées à chaque catégorie de grains ont ainsi pu être déterminées (Figure 4.101).



Grains recristallisés | Grains non recristallisés | Grains recristallisés | Grains non recristallisés | Grains recristallisés | Grains non recristallisés
vitesse = $10s^{-1}$ | vitesse = $50s^{-1}$ | vitesse = $50s^{-1}$
température = 1100°C | température = 1000°C | température = 1100°C

Figure 4.101 Etude séparée des grains recristallisés ou non recristallisés

On remarque que les grains recristallisés n'ont pas d'orientations préférentielles. Il apparaît donc que le mécanisme de recristallisation dynamique discontinue a pour effet de randomiser (distribuer de manière aléatoire et uniforme) les orientations cristallographiques des grains.
Les grains non recristallisés, par contre, possèdent une orientation cube tourné {001}<110> intense. La présence et la stabilité de cette orientation ont été étudiées par plusieurs auteurs. On peut citer à titre d'exemples les travaux de Hutchinson [1989], Raabe *et al.* [1994] [2002], Senuma et Kawasaki [1994], Raabe [1995], Samajdar *et al.* [1997] [1998] [1999], Huh et Engler [2001] et Nave et Barnett [2004]. D'après ces études, il ressort que cette orientation cube tourné {001}<110> est connue pour avoir une faible énergie de déformation stockée et que par conséquent elle a une forte réticence à recristalliser. Il est enfin intéressant de noter que Kobayashi *et al.* [2004] ont aussi observé la difficulté à faire recristalliser une nuance Fe-26%Al-5%Cr (%atomique) par laminage à chaud et recuit (réduction de 82% à 800°C suivie d'un maintien à 1000°C pendant 20h). Ils ont obtenu une microstructure semblable à celle de notre étude : environ 50% de zones non recristallisées composées de longs grains et environ 50% de zones recristallisées composées de grains fins ne possédant pas de sous-joints à l'intérieur. Ils ont aussi mis en évidence que les zones non recristallisées étaient majoritairement composées de grains d'orientation {001}<110>.

4.5.3 Evolution de la texture et de la microstructure avec la température et la vitesse de déformation de l'alliage industriel Fe-8%Al-5%Mn-0.2%C

4.5.3.1 Essais de compression plane

Afin d'étudier l'évolution de la microstructure et de la texture en fonction de la température et de la vitesse de déformation, des essais de compression plane à hautes vitesses de déformation ($10s^{-1}$ et $50s^{-1}$) ont été effectués à des températures de 1000°C et 1100°C et à une déformation de 0,5 et 1,5 sur l'alliage industriel Fe-8%Al-5%Mn-0.2%C (Tableau 4.44). Le plan d'expérience adopté ici est le même que celui réalisé pour l'alliage industriel Fe-8%Al.

Température (℃)	Vitesse (s-1)	Déformation
1000	10	0,5
1000	10	1,5
1100	10	0,5
1100	10	1,5
1000	50	0,5
1000	50	1,5
1100	50	0,5
1100	50	1,5

Tableau 4.44 Essais de compression plane effectués

4.5.3.2 Evolution de la microstructure

Les cartographies EBSD sont représentées à l'aide d'un code couleur dépendant de l'orientation des grains. Nous utilisons la figure de pôle inverse (IPF) associée à l'axe DL (Figure 4.102).

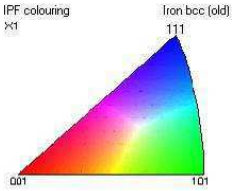
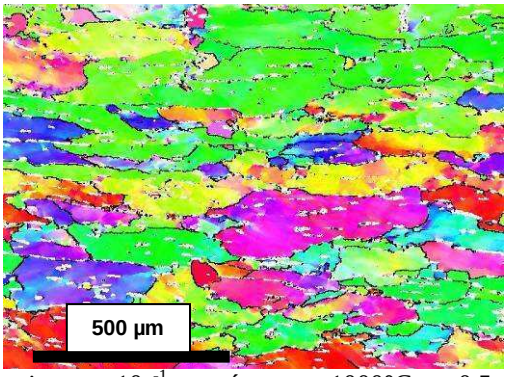


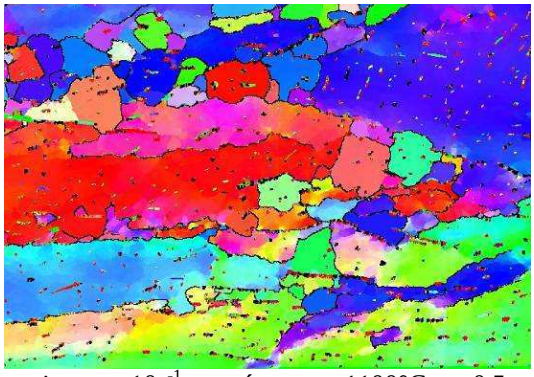
Figure 4.102 Code couleur utilisé pour les cartographies représentées dans cette étude

Les cartographies obtenues par analyse EBSD pour les différents essais de compression plane sont données en Figure 4.103.

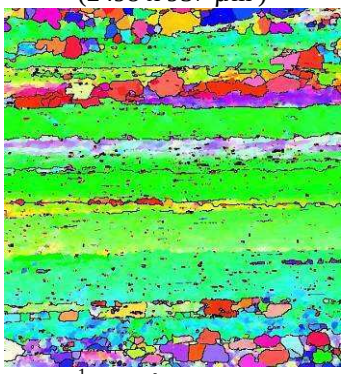
Dans cette étude, les tailles de grains n'ont pas été déterminées car le nombre de grains n'étaient pas suffisamment important. Il faudra donc être prudent concernant les analyses des fractions recristallisées et des fonctions de distribution des orientations.



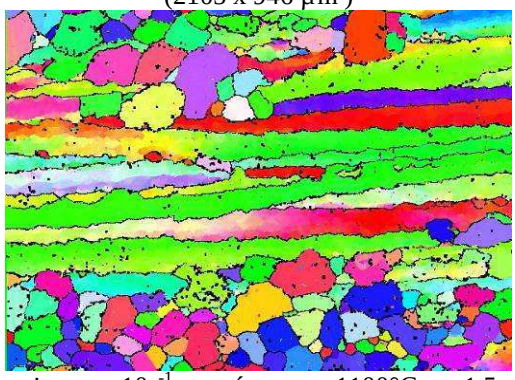
vitesse = $10s^{-1}$ température = 1000°C ε = 0.5
(2498 x 937 μm^2)



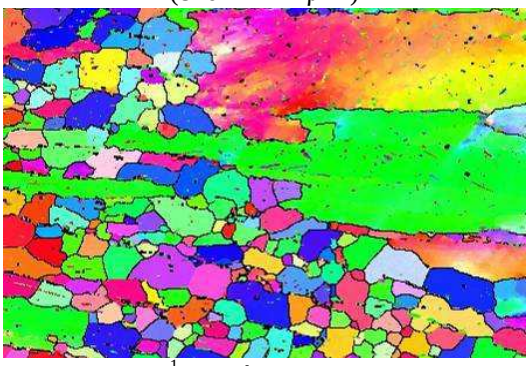
vitesse = $10s^{-1}$ température = 1100°C ε = 0.5
(2105 x 946 μm^2)



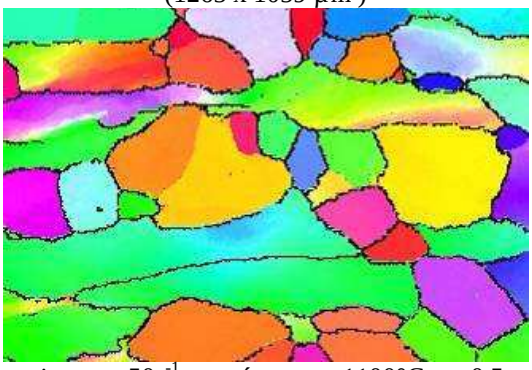
vitesse = $10s^{-1}$ température = 1000°C ε = 1.5
(840 x 1244 μm^2)



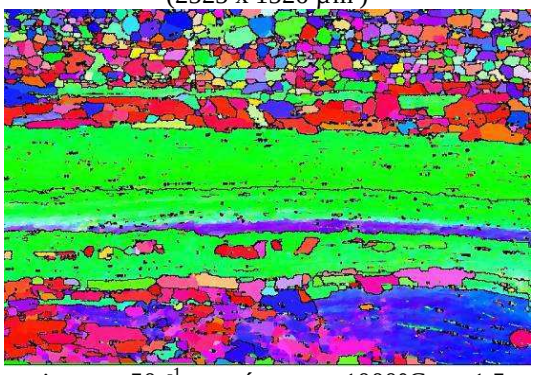
vitesse = $10s^{-1}$ température = 1100°C ε = 1.5
(1265 x 1059 μm^2)



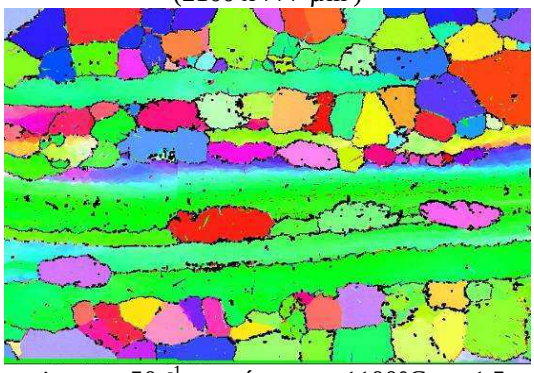
vitesse = $50s^{-1}$ température = 1000°C ε = 0.5
(2525 x 1526 μm^2)



vitesse = $50s^{-1}$ température = 1100°C ε = 0.5
(2100 x 777 μm^2)



vitesse = $50s^{-1}$ température = 1000°C ε = 1.5
(2106 x 935 μm^2)



vitesse = $50s^{-1}$ température = 1100°C ε = 1.5
(2103 x 937 μm^2)

Figure 4.103 Cartographies EBSD représentant les joints de grains (parois noires) obtenues pour les différents essais de compression plane (les couleurs dépendent de l'orientation des grains)

Nous pouvons d'ores et déjà remarquer que les grains non recristallisés apparaissent majoritairement en couleur verte ce qui signifie que leurs directions <110> sont parallèles à la direction de laminage DL, autrement dit qu'ils appartiennent à la fibre α.

Fraction recristallisée

Les fractions recristallisées ont été déterminées grâce aux analyses EBSD ; un grain recristallisé étant défini comme un grain possédant une désorientation interne moyenne inférieure à 2°.
Les résultats obtenus sont donnés dans le Tableau 4.45 et en Figure 4.104.

Température (°C)	Vitesse (s-1)	Déformation	Fraction re cristallisée	Numéro
1000	10	0,5	0,01	1
1000	10	1,5	0,14	
1100	10	0,5	0,03	2
1100	10	1,5	0,26	
1000	50	0,5	0,07	3
1000	50	1,5	0,15	
1100	50	0,5	0,27	4
1100	50	1,5	0,32	

Tableau 4.45 Fractions recristallisées déterminées grâce aux analyses EBSD

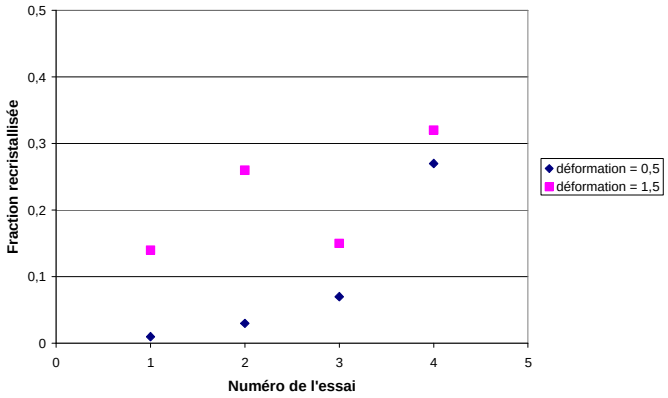


Figure 4.104 Graphique représentant les fractions recristallisées déterminées pour chaque essai

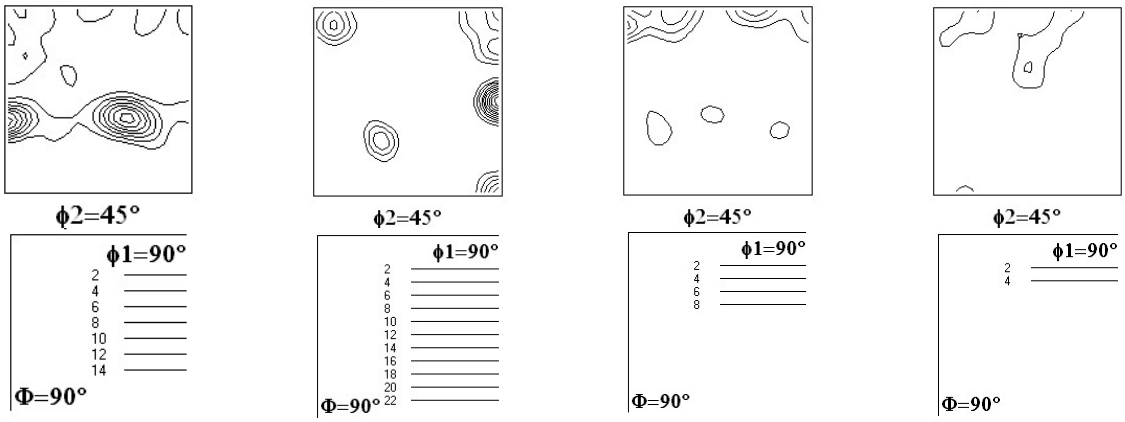
On observe ici aussi un résultat déjà obtenu précédemment pour la nuance Fe-8%Al (2127) : les fractions recristallisées les plus grandes sont obtenues aux températures et vitesses les plus élevées et pour les taux de déformation les plus importants.

4.5.3.3 Evolution de la texture

Fonction de distribution des orientations (ODF)

Les ODF associées aux différents essais sont données en Figure 4.105 et en Figure 4.106.

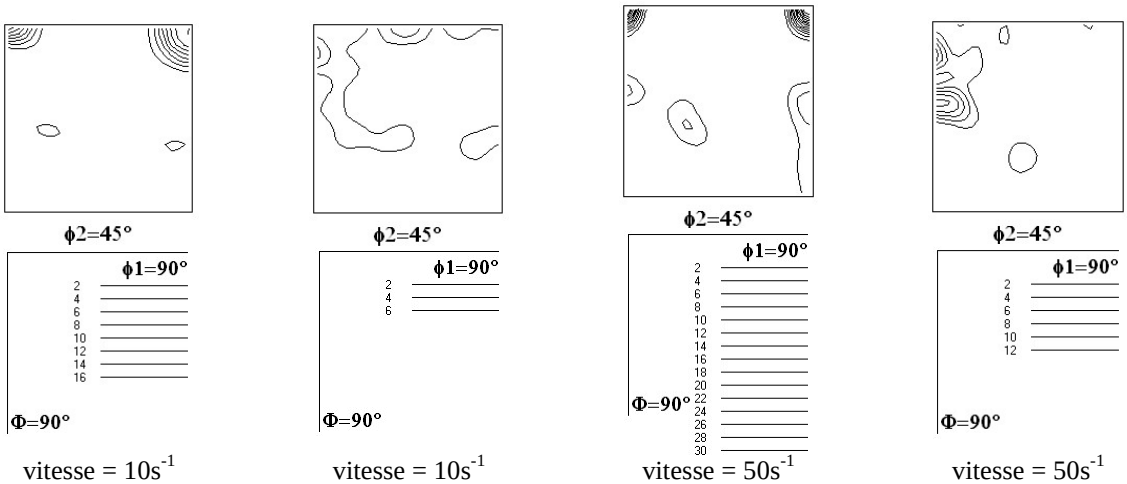
ε = 0,5 :



vitesse = $10s^{-1}$ température = 1000°C | vitesse = $10s^{-1}$ température = 1100°C | vitesse = $50s^{-1}$ température = 1000°C | vitesse = $50s^{-1}$ température = 1100°C

Figure 4.105 ODF obtenues pour les différents échantillons déformés à ε = 0.5

ε = 1,5 :



vitesse = $10s^{-1}$ température = 1000°C | vitesse = $10s^{-1}$ température = 1100°C | vitesse = $50s^{-1}$ température = 1000°C | vitesse = $50s^{-1}$ température = 1100°C

Figure 4.106 ODF obtenues pour les différents échantillons déformés à ε = 1.5

Ici aussi, généralement, on observe majoritairement l'orientation H cube tourné {001}<110> correspondant aux zones non recristallisées. De plus, dans certains cas (notamment pour l'essai réalisé à 1000°C, $10s^{-1}$ et ε=0.5), on remarque la présence plus ou moins intense de la fibre γ favorable à l'emboutissage.

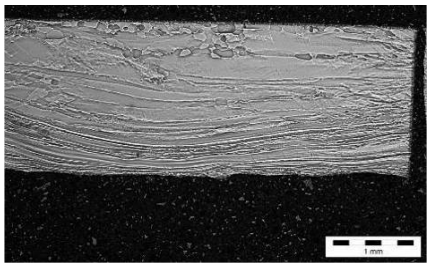
4.5.4 Evolution de la microstructure après maintien en température de l'alliage industriel Fe-8%Al

4.5.4.1 Essais de compression plane

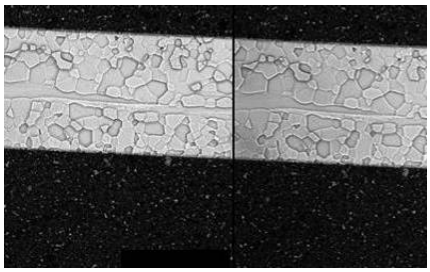
Afin d'étudier l'évolution de la microstructure de l'alliage industriel Fe-8%Al (2127) en fonction du temps de maintien, deux séries d'essais ont été effectuées à une déformation de 1,5. L'une à une température de 1000°C et à une vitesse de déformation de $10s^{-1}$ et une autre à une température de 1100°C et à une vitesse de déformation de $50s^{-1}$ suivies de temps de maintien de 2s, 20s et 100s.

4.5.4.2 Evolution de la microstructure

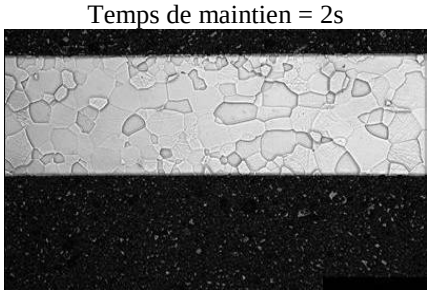
Les microstructures obtenues par microscopie optique sont données en Figure 4.107.



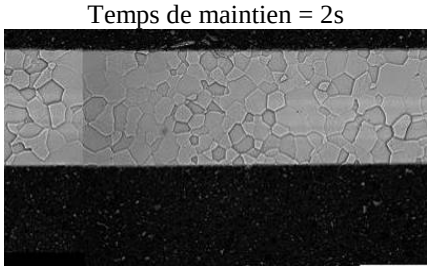
Température: 1000°C – Vitesse de déformation: $10s^{-1}$
Temps de maintien = 2s



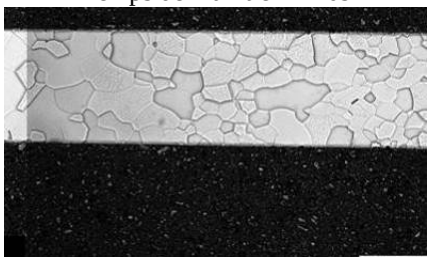
Température: 1100°C – Vitesse de déformation: $50s^{-1}$
Temps de maintien = 2s



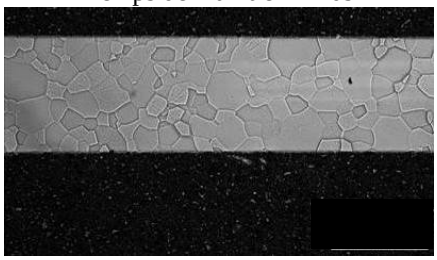
Température: 1000°C – Vitesse de déformation: $10s^{-1}$
Temps de maintien = 20s



Température: 1100°C – Vitesse de déformation: $50s^{-1}$
Temps de maintien = 20s



Température: 1000°C – Vitesse de déformation: $10s^{-1}$
Temps de maintien = 100s



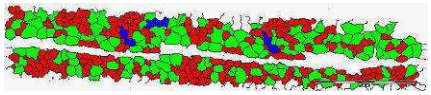
Température: 1100°C – Vitesse de déformation: $50s^{-1}$
Temps de maintien = 100s

Figure 4.107 Microstructures obtenues pour les différents essais de compression plane suivis d'un maintien en température

Taille de la structure

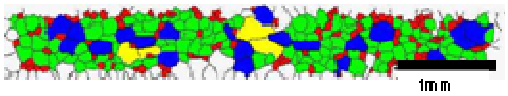
Les tailles de grains recristallisés ont été déterminées par microscopie optique à l'aide du logiciel Analysis. Les catégories en tailles de grains utilisées ont été données en Figure 4.94. Les résultats obtenus sont donnés en Figure 4.108, dans le Tableau 4.46 et en Figure 4.109 :

Taille de grains non déterminée



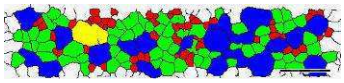
Température: 1000°C – Vitesse de déformation: $10s^{-1}$
Temps de maintien = 2s

Température: 1100°C – Vitesse de déformation: $50s^{-1}$
Temps de maintien = 2s



Température: 1000°C – Vitesse de déformation: $10s^{-1}$
Temps de maintien = 20s

Température: 1100°C – Vitesse de déformation: $50s^{-1}$
Temps de maintien = 20s



Température: 1000°C – Vitesse de déformation: $10s^{-1}$
Temps de maintien = 100s

Température: 1100°C – Vitesse de déformation: $50s^{-1}$
Temps de maintien = 100s

Figure 4.108 Cartographies représentant en couleur les grains analysés

Vitesse (s-1)	Température (℃)	Temps de maintien (s)	Nombre de grains	Taill e de grains (µm)	Ecart-type
10	1000	2	/	/	/
10	1000	20	250	238	113
10	1000	100	116	263	142
50	1100	2	396	178	68
50	1100	20	278	227	85
50	1100	100	146	258	118

Tableau 4.46 Tailles de grains déterminées pour les différents échantillons

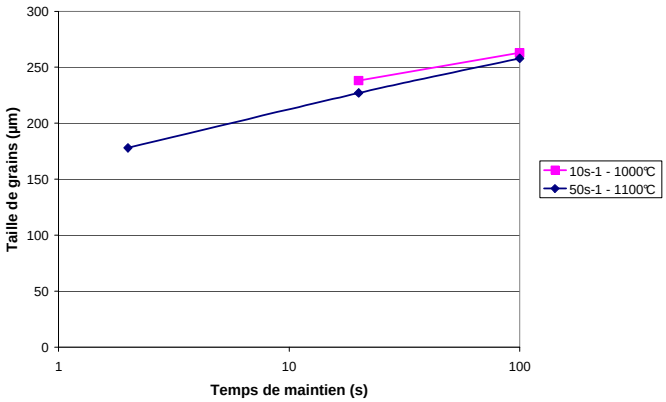
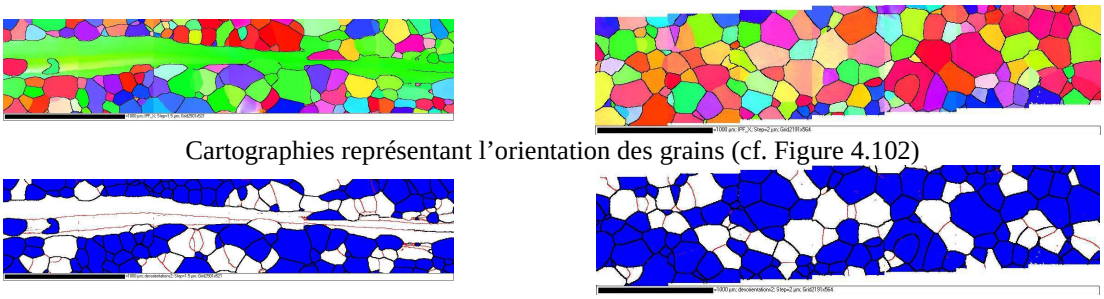


Figure 4.109 Graphique donnant la taille de grain en fonction du temps de maintien

On observe une augmentation de la taille de grains avec le maintien en température mais la vitesse de croissance apparente est moins importante que dans le cas de la recristallisation dynamique continue. Après 20 secondes de maintien en température, la nuance est entièrement recristallisée à 1000 et 1100°C.

4.5.4.3 Analyses EBSD

Des analyses EBSD ont été effectuées sur deux échantillons déformés et maintenus en température (température : 1100°C et vitesse de déformation : $50s^{-1}$).
Les cartographies obtenues sont données en Figure 4.110.

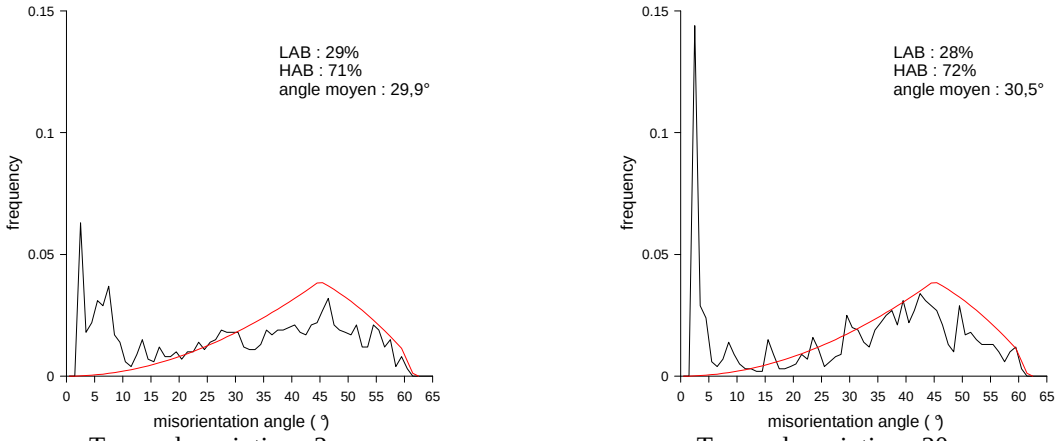


Cartographies représentant l'orientation des grains (cf. Figure 4.102)

En bleu sont représentés les grains recristallisés (désorientation interne moyenne inférieure à 2°)
Temps de maintien : 2s (3752 x 782 μm^2) Temps de maintien : 20s (4382 x 1128 μm^2)
Figure 4.110 Cartographies EBSD pour deux échantillons déformés à 1100°C et à $50s^{-1}$

En utilisant la définition adoptée précédemment pour déterminer les grains recristallisés (désorientation interne moyenne inférieure à 2°), on observe bien une augmentation de la fraction recristallisée avec le maintien en température.

Distribution des angles de désorientation (angle minimal de détection : 2°)
Les courbes représentant la distribution des angles de désorientation corrélée en fonction du temps de maintien sont données en Figure 4.111.

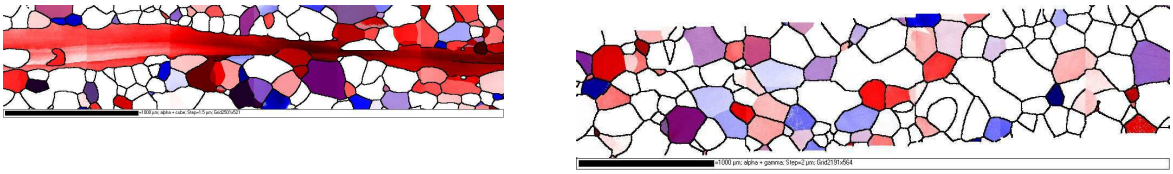


Temps de maintien : 2s Temps de maintien : 20s
Figure 4.111 Distributions des angles de désorientation
En rouge est représentée la distribution de MacKenzie

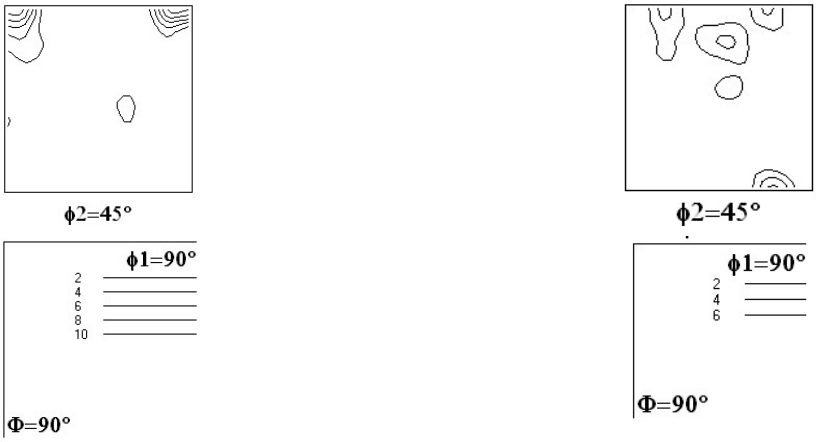
On remarque une très légère augmentation de la proportion de joints de grains ainsi que de l'angle de désorientation moyen avec le temps de maintien mais ces différences semblent peu significatives.

Texture

Les cartographies représentant les grains appartenant à la fibre α et à la fibre γ ainsi que les fonctions de distribution des orientations (ODF) associées aux deux analyses EBSD sont données en Figure 4.112.



Cartographies représentant les grains appartenant à la fibre α (en rouge) et à la fibre γ (en bleu) (dispersion de 20° autour de chaque orientation idéale permise)



Temps de maintien : 2s Temps de maintien : 20s

Figure 4.112 Cartographies représentant les grains appartenant à la fibre α en rouge et ceux appartenant à la fibre γ en bleu (en haut) et les ODF associées (en bas)

Après 20 secondes de maintien en température, la structure est recristallisée et ne possède plus de grains initiaux allongés appartenant à la fibre α. L'orientation H n'est plus présente sur la coupe à φ_2=45°. On observe une texture très peu intense sans orientations préférentielles.

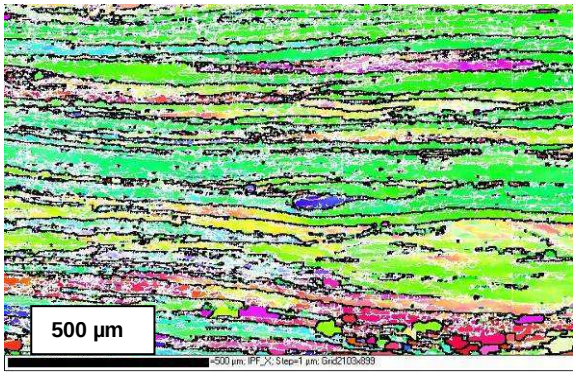
4.5.5 Evolution de la microstructure après maintien en température de l'alliage industriel Fe-8%Al-5%Mn-0.2%C

4.5.5.1 Essais de compression plane

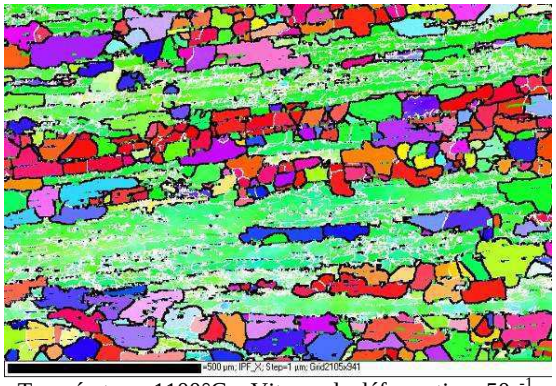
Afin d'étudier l'évolution de la microstructure de l'alliage industriel Fe-8%Al-5%Mn-0.2%C en fonction du temps de maintien, deux séries d'essais ont été effectuées à une déformation de 1,5. L'une à une température de 1000°C et à une vitesse de déformation de $10s^{-1}$ et une autre à une température de 1100°C et à une vitesse de déformation de $50s^{-1}$ suivies de temps de maintien de 2s, 20s et 100s. Le plan d'expérience adopté ici est le même que celui réalisé pour l'alliage industriel Fe-8%Al.

4.5.5.2 Evolution de la microstructure

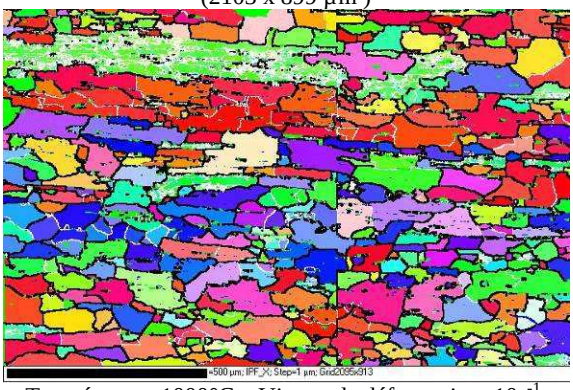
Les cartographies EBSD obtenues pour les différents essais sont données en Figure 4.113.



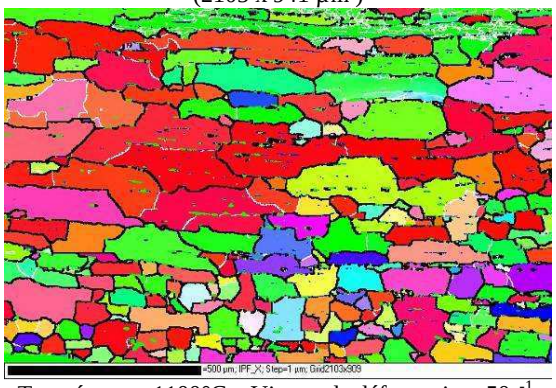
Température: 1000°C – Vitesse de déformation: $10s^{-1}$
Temps de maintien = 2s
(2103 x 899 μm^2)



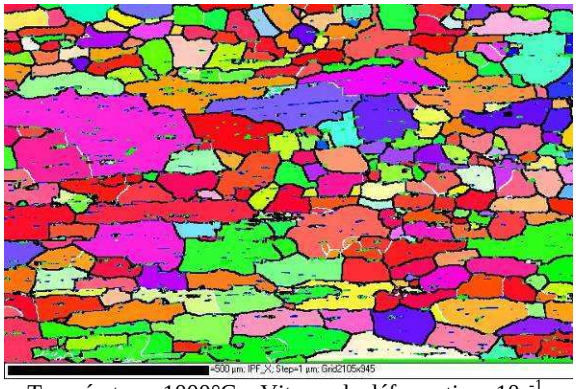
Température: 1100°C – Vitesse de déformation: $50s^{-1}$
Temps de maintien = 2s
(2105 x 941 μm^2)



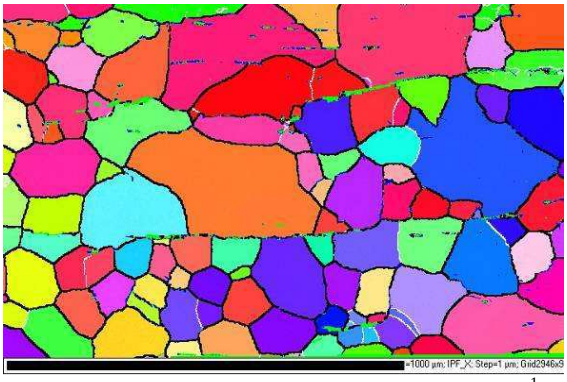
Température: 1000°C – Vitesse de déformation: $10s^{-1}$
Temps de maintien = 20s
(2095 x 913 μm^2)



Température: 1100°C – Vitesse de déformation: $50s^{-1}$
Temps de maintien = 20s
(2103 x 909 μm^2)



Température: 1000°C – Vitesse de déformation: $10s^{-1}$
Temps de maintien = 100s
(2105 x 945 μm^2)

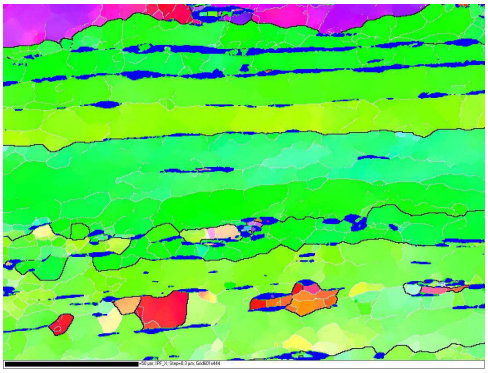


Température: 1100°C – Vitesse de déformation: $50s^{-1}$
Temps de maintien = 100s
(2946 x 956 μm^2)

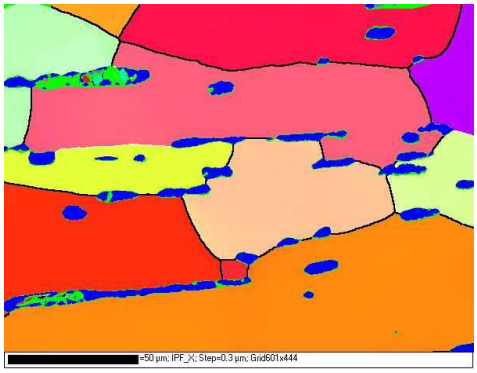
Figure 4.113 Cartographies EBSD représentant les joints de grains (parois noires) et les sous-joints (parois blanches) obtenues pour les différents essais de compression plane (les couleurs dépendent de l'orientation des grains ; cf. Figure 4.102)

Remarque :
De légères différences de microstructures apparaissent pour les essais réalisés à 1000°C-$10s^{-1}$ et à 1100°C-$50s^{-1}$ pour un temps de maintien minimum de 2 secondes (cf. étude précédente). Cette différence est très certainement due au temps avant trempe lié à l'intervention humaine entraînant une incertitude estimée de plus ou moins 2secondes.

Des cartographies EBSD a plus fort grossissement et avec un pas de 0.3µm ont été réalisées afin d'observer le blocage des joints de grains ferritiques par l'austénite. L'austénite est représentée de couleur bleue.
Les deux cartographies sont données en Figure 4.114.



Température: 1000°C – Vitesse de déformation: $10s^{-1}$
Temps de maintien = 2s
(180 x 133 μm^2)



Température: 1000°C – Vitesse de déformation: $10s^{-1}$
Temps de maintien = 100s
(180 x 133 μm^2)

Figure 4.114 Cartographies montrant le blocage des joints de grains ferritiques par l'austénite

Grâce à la présence d'austénite, les joints de grains ferritiques sont ainsi ralentis, voire bloqués, ce qui permet de freiner la croissance des grains ferritiques et ainsi d'obtenir une structure plus fine que celle de l'alliage Fe-8%Al.

Taille de la structure

Méthode des intercepts moyens :

Afin de déterminer les distances moyennes entre parois de désorientation supérieure à 2° ($\theta \geq 2°$) et celles entre joints ($\theta \geq 15°$) pour les différents taux de déformation, 100 lignes dans le sens vertical (suivant l'axe de compression) et horizontal (perpendiculaire à l'axe de compression) sont utilisées.
Les distances entre parois de désorientation supérieure à 2° et entre joints de grains sont données dans les Tableau 4.47 et Tableau 4.48 et en Figure 4.115.

Distances entre parois de désorientation supérieure à 2° (≥2°) :

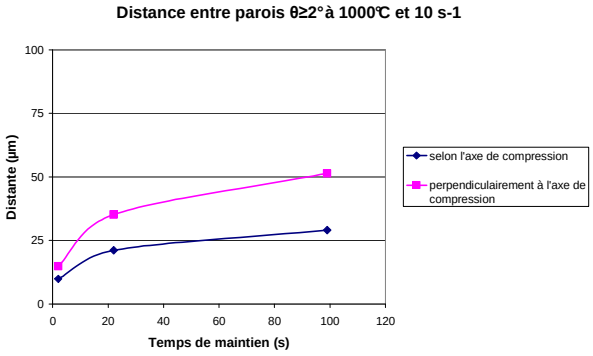
Température (℃)	Vitesse (s-1)	Temps de maintien (s)	s elon l'axe de compression (µm)	perpendiculairement à l'axe de compression (µm)
1000	10	2	9,8	14,9
1000	10	20	21,1	35,2
1000	10	100	29	51,4
1100	50	2	16,2	24,6
1100	50	20	29	49,8
1100	50	100	63,9	84,6

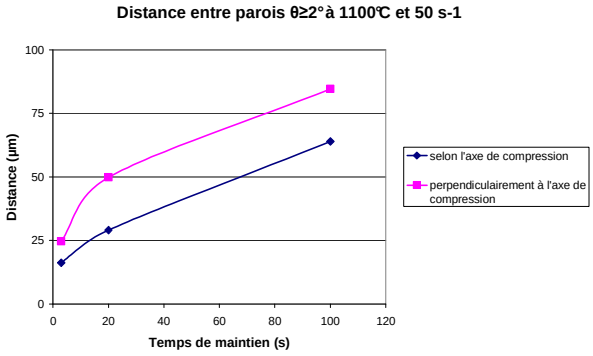
Tableau 4.47 Distances entre parois de désorientation supérieure à 2°

Distance entre joints de grains (≥15°) :

Température (℃)	Vitesse (s-1)	Temps de maintien (s)	s elon l'axe de compression (µm)	perpendiculairement à l'axe de compression (µm)
1000	10	2	23,7	52,8
1000	10	20	26,9	49,9
1000	10	100	30,8	57,4
1100	50	2	29,1	49,5
1100	50	20	34,4	62,3
1100	50	100	74,4	95,4

Tableau 4.48 Distances entre joints de grains





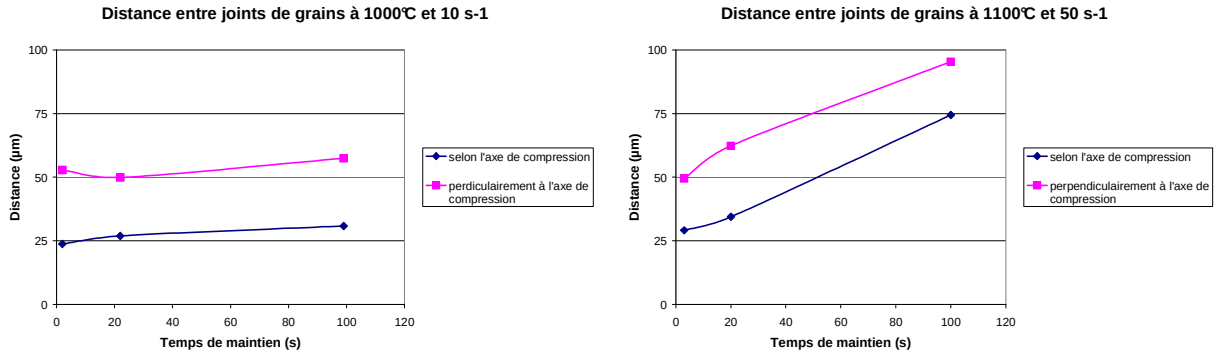
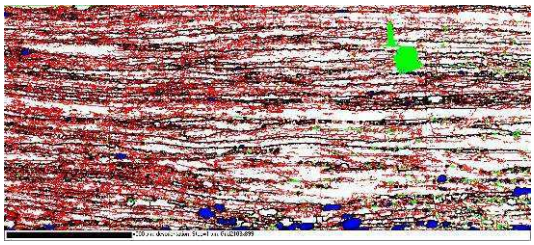


Figure 4.115 Evolution de la distance entre parois de désorientation supérieure à 2° et des joints de grains en fonction du temps de maintien

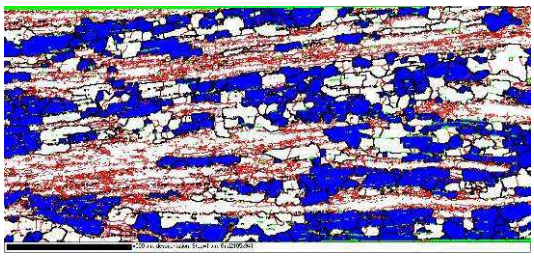
Globalement, on observe une augmentation de la taille de la structure avec le maintien en température. On remarque qu'au cours du maintien, la restauration statique fait que la distance entre parois (désorientation supérieure à 2°) rejoint progressivement celle entre joints de grains.

Fraction recristallisée

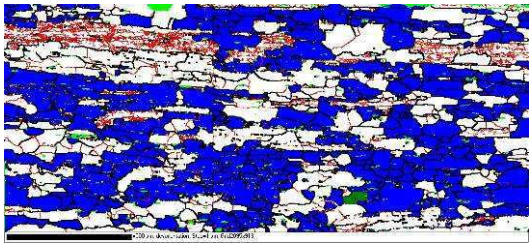
Les fractions recristallisées ont été déterminées en utilisant la même définition que précédemment : un grain recristallisé est un grain possédant une désorientation interne moyenne inférieure à 2°. Les cartographies EBSD sont données en Figure 4.116.



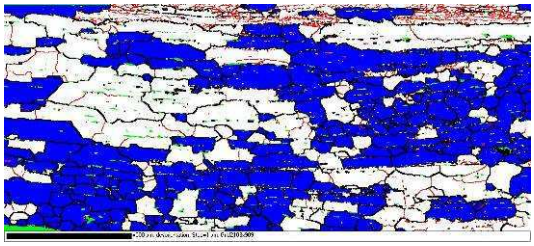
Température: 1000°C – Vitesse de déformation: $10s^{-1}$
Temps de maintien = 2s



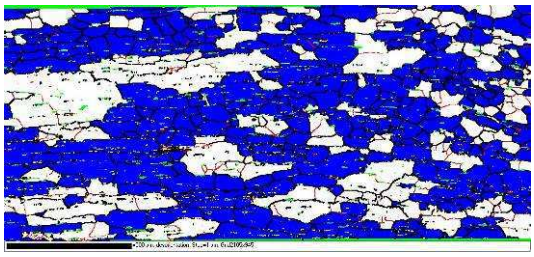
Température: 1100°C – Vitesse de déformation: $50s^{-1}$
Temps de maintien = 2s



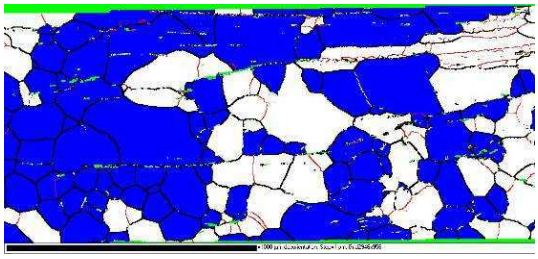
Température: 1000°C – Vitesse de déformation: $10s^{-1}$
Temps de maintien = 20s



Température: 1100°C – Vitesse de déformation: $50s^{-1}$
Temps de maintien = 20s



Température: 1000°C – Vitesse de déformation: $10s^{-1}$
Temps de maintien = 100s



Température: 1100°C – Vitesse de déformation: $50s^{-1}$
Temps de maintien = 100s

Figure 4.116 Cartographies EBSD représentant en bleu les grains possédant une désorientation interne moyenne inférieure à 2° (grains recristallisés)

Les résultats obtenus sont donnés en Figure 4.117.

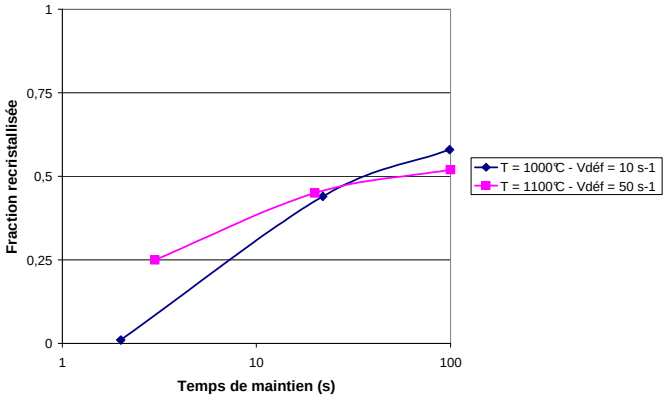
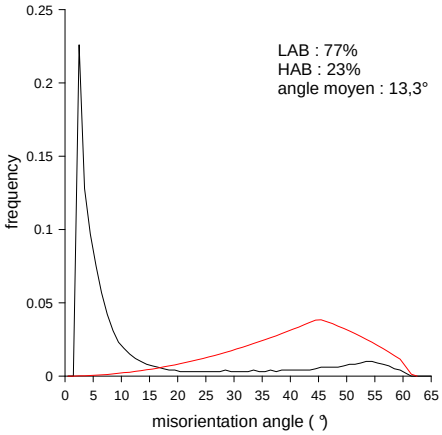


Figure 4.117 Fraction recristallisée en fonction du temps de maintien

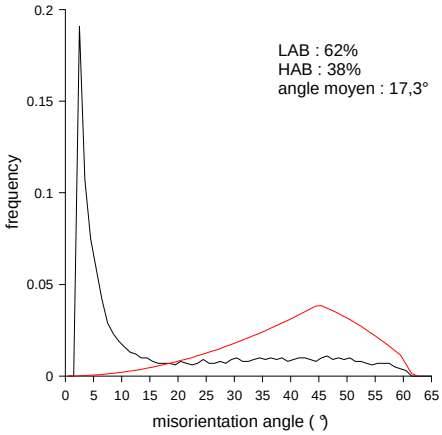
On observe bien une augmentation de la fraction recristallisée avec le temps de maintien.

Distribution des angles de désorientation (angle minimal de détection : 2°)

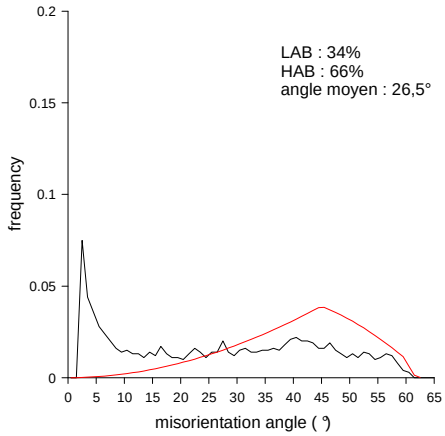
Les courbes représentant la distribution des angles de désorientation corrélée en fonction du temps de maintien sont données en Figure 4.118.



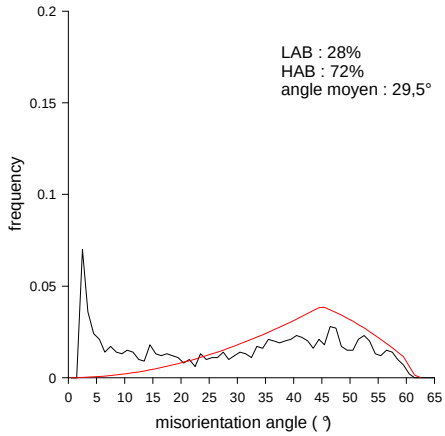
Température: 1000°C – Vitesse de déformation: $10s^{-1}$
Temps de maintien = 2s



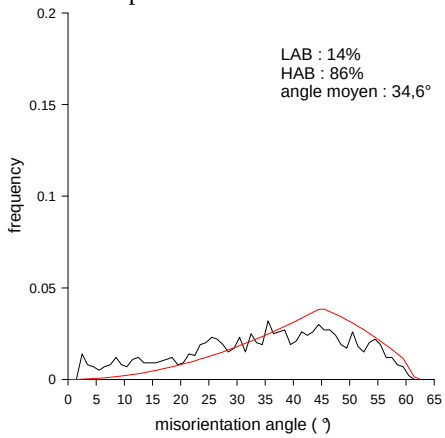
Température: 1100°C – Vitesse de déformation: $50s^{-1}$
Temps de maintien = 2s



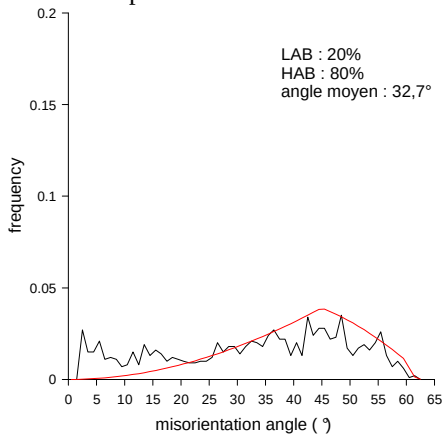
Température: 1000°C – Vitesse de déformation: $10s^{-1}$
Temps de maintien = 20s



Température: 1100°C – Vitesse de déformation: $50s^{-1}$
Temps de maintien = 20s



Température: 1000°C – Vitesse de déformation: $10s^{-1}$
Temps de maintien = 100s

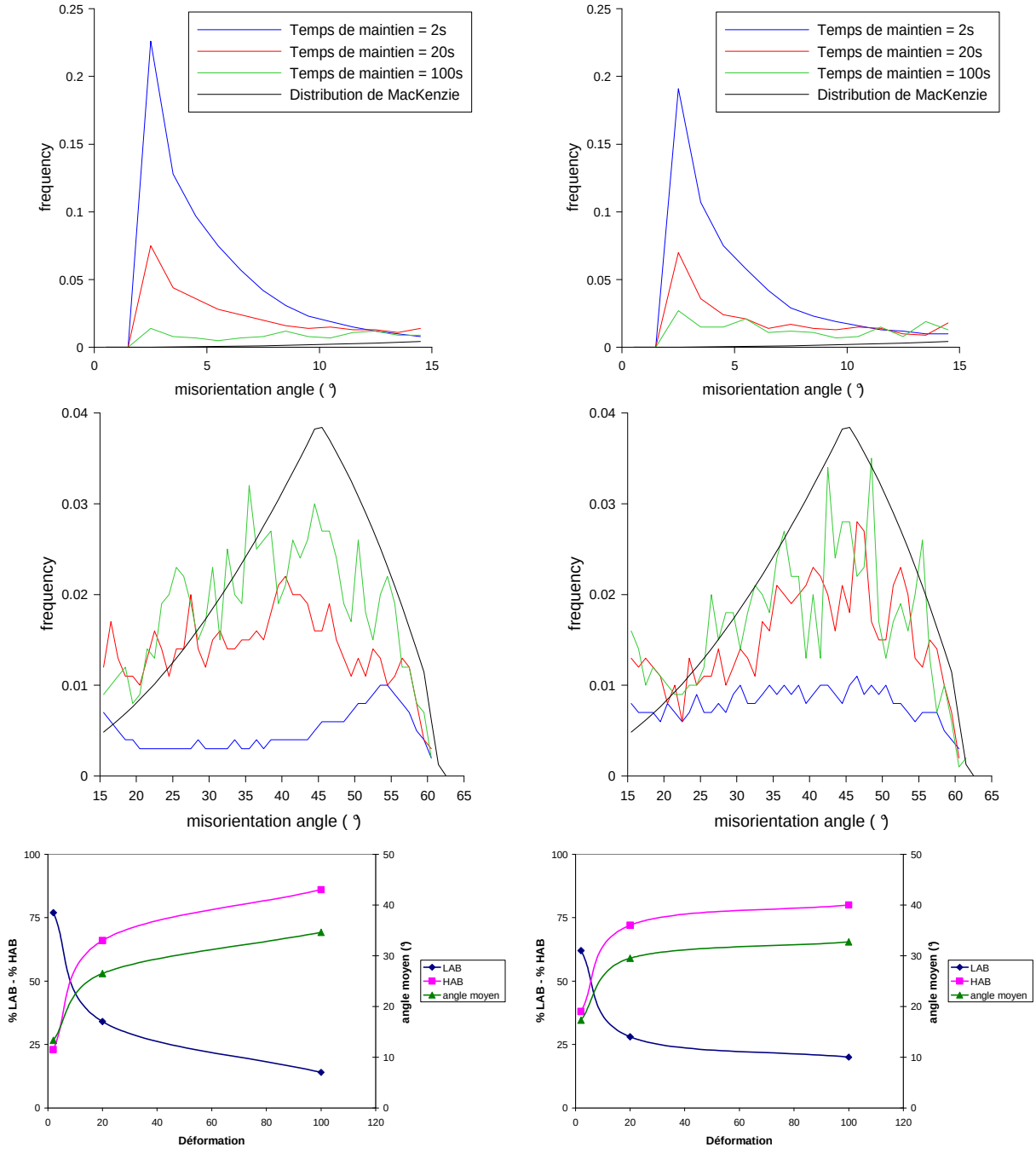


Température: 1100°C – Vitesse de déformation: $50s^{-1}$
Temps de maintien = 100s

Figure 4.118 Distribution des angles de désorientation en fonction des différentes conditions de déformation
En rouge est représentée la distribution de MacKenzie

Sur chaque graphique, les proportions de High Angle Boundaries HAB (parois fortement désorientées $\theta \geq 15°$) et de Low Angle Boundaries LAB (parois faiblement désorientées $\theta < 15°$) sont indiquées. L'angle de désorientation moyen θ_m est aussi donné.

L'évolution de l'angle de désorientation θ_m moyen et des proportions de LAB et de HAB en fonction du temps de maintien est donnée en Figure 4.119. Sur cette même figure, les distributions des angles de désorientation correspondant d'une part aux sous-joints et d'autre part aux joints de grains pour les deux conditions de déformation sont aussi données afin de montrer que plus le temps de maintien augmente plus l'on se rapproche de la distribution de MacKenzie.



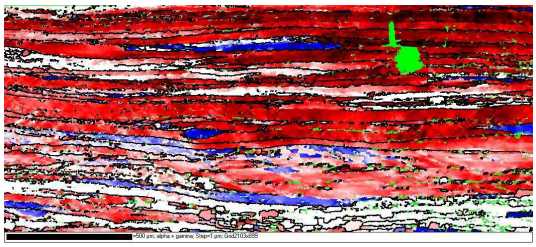
a. 1000°C – 10s^{-1} b. 1100°C – 50s^{-1}

Figure 4.119 Caractérisation des distributions des angles de désorientation pour a) les essais réalisés à 1000°C et à 10s^{-1} et b) les essais réalisés à 1100°C et 50s^{-1}

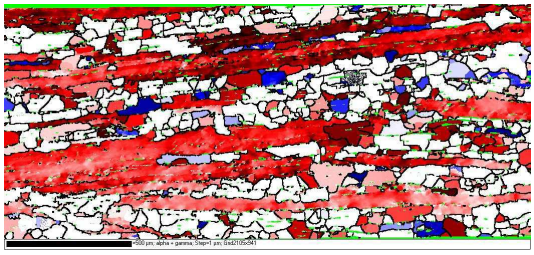
Sur cette figure, on observe bien que les distributions des angles de désorientation obtenues après 100 secondes de maintien sont très proches de la distribution de MacKenzie correspondant à un agrégat de cristaux d'orientation et de position aléatoires avec peu de sous-joints et un maximum de joints de désorientation à 45°. On observe environ 75% de joints de grains et un angle de désorientation moyen supérieur à 30°.

Texture

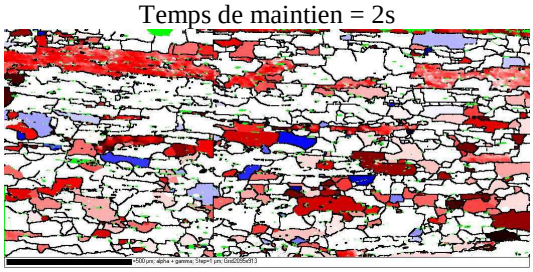
Les cartographies représentant les grains appartenant à la fibre α et à la fibre γ ainsi que les fonctions de distribution des orientations (ODF) associées aux deux analyses EBSD sont données en Figure 4.120 et en Figure 4.121.



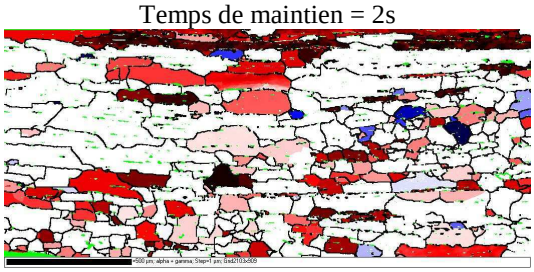
Température: 1000°C – Vitesse de déformation: $10s^{-1}$
Temps de maintien = 2s



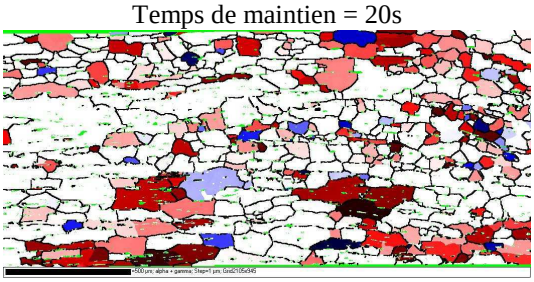
Température: 1100°C – Vitesse de déformation: $50s^{-1}$
Temps de maintien = 2s



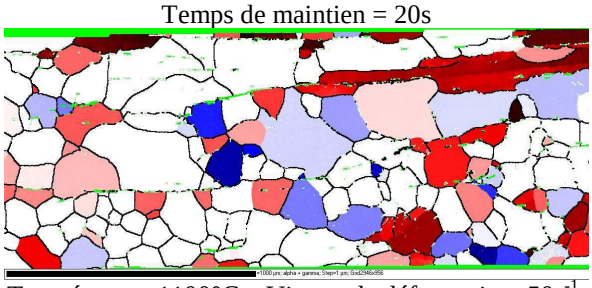
Température: 1000°C – Vitesse de déformation: $10s^{-1}$
Temps de maintien = 20s



Température: 1100°C – Vitesse de déformation: $50s^{-1}$
Temps de maintien = 20s



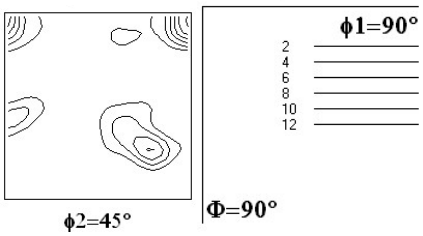
Température: 1000°C – Vitesse de déformation: $10s^{-1}$
Temps de maintien = 100s



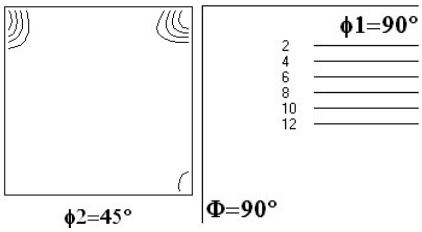
Température: 1100°C – Vitesse de déformation: $50s^{-1}$
Temps de maintien = 100s

Figure 4.120 Cartographies représentant les grains appartenant à la fibre α (en rouge) et à la fibre γ (en bleu) (dispersion de 20° autour de chaque orientation idéale permise)

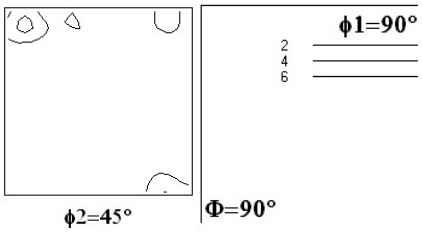
Pour le temps de maintien le plus faible (2s), on observe sur les cartographies de longs grains appartenant à la fibre α. Lorsque le temps de maintien augmente, on remarque une diminution de la proportion de grains appartenant à la fibre α.



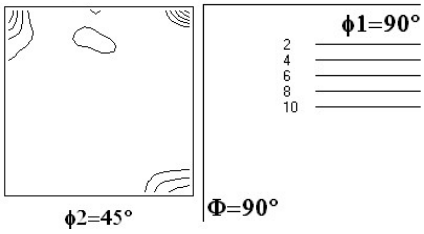
Température: 1000°C – Vitesse de déformation: $10s^{-1}$
Temps de maintien = 2s



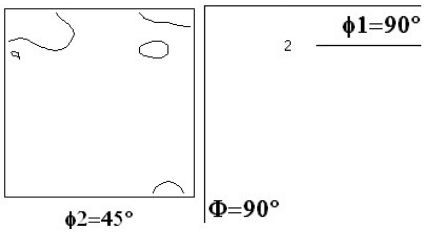
Température: 1100°C – Vitesse de déformation: $50s^{-1}$
Temps de maintien = 2s



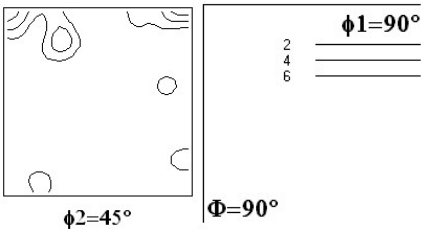
Température: 1000°C – Vitesse de déformation: $10s^{-1}$
Temps de maintien = 20s



Température: 1100°C – Vitesse de déformation: $50s^{-1}$
Temps de maintien = 20s



Température: 1000°C – Vitesse de déformation: $10s^{-1}$
Temps de maintien = 100s



Température: 1100°C – Vitesse de déformation: $50s^{-1}$
Temps de maintien = 100s

Figure 4.121 ODF obtenues pour les différents essais

Comme pour les études précédentes, on observe la présence majoritaire de l'orientation H cube tournée {001}<110> liée à la présence de grains déformés non recristallisés. On remarque, de plus, que lorsque le temps de maintien augmente, l'intensité de la texture diminue.

4.5.6 Bilan

Des essais de compression plane à chaud (bi-poinçonnement) ont été effectués sur les nuances industrielles Fe-8%Al (2127) et Fe-8%Al-5%Mn-0.2%C (1982) à des températures de 1000°C ou 1100°C et à des vitesses de déformation élevées de $10s^{-1}$ ou $50s^{-1}$ afin de caractériser le mécanisme de recristallisation dynamique discontinue. Des maintiens en température ont ensuite été effectués après déformation afin d'observer une éventuelle évolution de la microstructure après différents temps de maintien.

4.5.6.1 Recristallisation dynamique discontinue

Les alliages industriels déformés par compression plane à des températures de 1000°C ou 1100°C et à des vitesses de déformation élevées de $10s^{-1}$ ou $50s^{-1}$ subissent un processus de recristallisation dynamique discontinue. On observe, après déformation, des grains recristallisés équiaxes vierges de sous-structures et des grains initiaux allongés selon le sens de laminage possédant beaucoup de sous-joints. Plus le taux de déformation est important, plus la température est élevée et plus la vitesse de déformation est grande, plus la fraction recristallisée est importante. En ce qui concerne la texture, les grains recristallisés n'ont pas d'orientations préférentielles. Le mécanisme de recristallisation dynamique discontinue a ainsi pour effet de distribuer de manière aléatoire et uniforme les orientations cristallographiques des grains. Les grains initiaux non recristallisés appartiennent, par contre, à la fibre α. Ils possèdent une orientation cube tourné {001}<110> relativement intense. Cette orientation est connue pour avoir une forte réticence à recristalliser.

4.5.6.2 Recristallisation post-dynamique

Des maintiens en température ont ensuite été effectués après déformation afin d'observer l'évolution de la microstructure après différents temps de maintien. On observe, pour les deux nuances industrielles, une augmentation de la taille de grains avec le maintien, mais la vitesse de croissance apparente semble moins importante que dans le cas de la recristallisation dynamique continue. On remarque une augmentation de la proportion de joints de grains et de l'angle de désorientation moyen. Après plusieurs secondes de maintien, on observe une distribution des angles de désorientation très proche de la distribution de MacKenzie correspondant à un agrégat de cristaux d'orientation et de position aléatoires, avec peu de sous-joints et un maximum de joints de désorientation 45° ainsi qu'une texture très peu intense.

4.6 Transition RDC / RDD (torsion / compression plane)

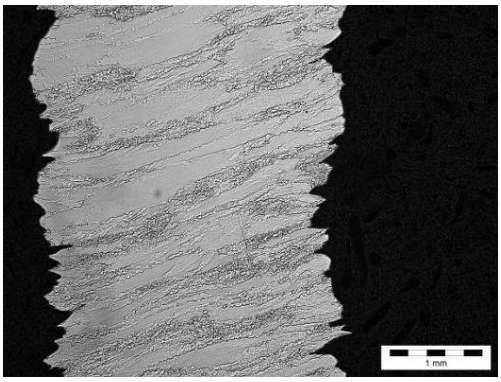
A partir des études précédentes, l'existence d'une transition entre un mécanisme de recristallisation dynamique continue (RDC) et un mécanisme de recristallisation dynamique discontinue (RDD) en fonction de la vitesse de déformation et de la température a été mise en évidence.
La transition RDC/RDD a été étudiée sur les trois alliages modèles Fe-8%Al, Fe-8%Al-20ppmC et Fe-15%Al et sur les deux nuances industrielles Fe-8%Al (AM0222) et Fe-8%Al-5%Mn-0,2%C (1982).

4.6.1 Alliages modèles

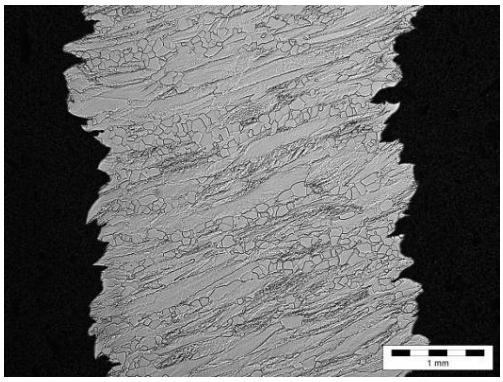
Afin d'étudier la transition RDC / RDD des alliages modèles, les éprouvettes de torsion qui ont été utilisées pour la détermination des paramètres rhéologiques ont été observées (cf. Tableau 4.4).
Pour les alliages modèles Fe-8%Al-20ppmC et Fe-15%Al, seules les microstructures des échantillons déformés à une vitesse de 0,1 et 1 s^{-1} ont été observées.

4.6.1.1 Alliage modèle Fe-8%Al

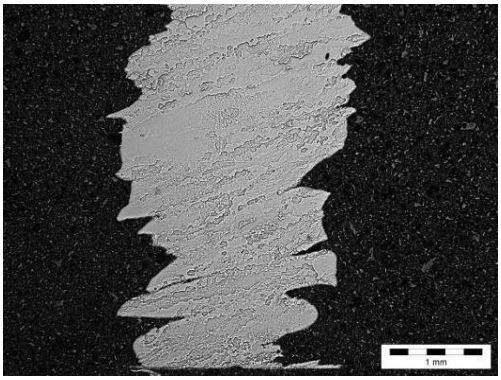
Les microstructures de l'alliage modèle Fe-8%Al obtenues par microscopie optique sont données en Figure 4.122.



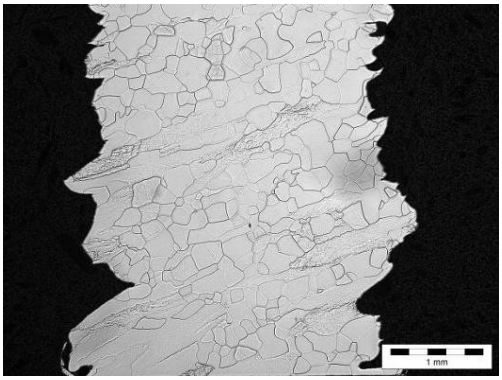
$\dot{\varepsilon}$ = 0,1 s^{-1} T = 900°C ε = 2



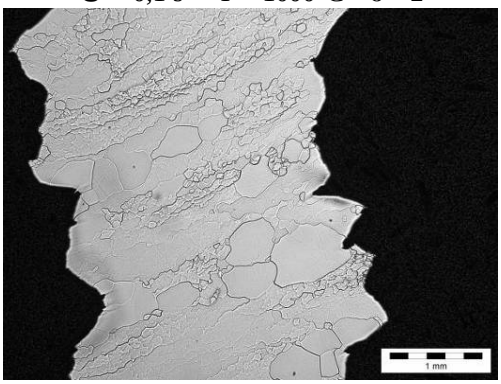
$\dot{\varepsilon}$ = 1 s^{-1} T = 900°C ε = 2



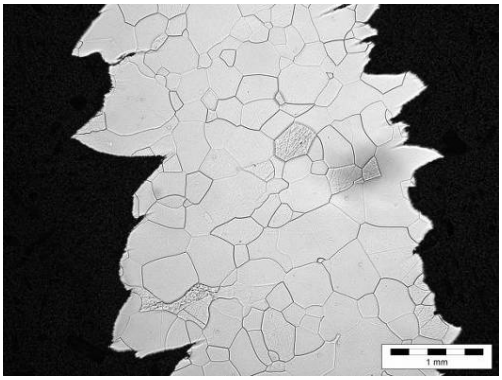
$\dot{\varepsilon}$ = 0,1 s^{-1} T = 1000°C ε = 2



$\dot{\varepsilon}$ = 1 s^{-1} T = 1000°C ε = 2



$\dot{\varepsilon}$ = 0,1 s^{-1} T = 1100°C ε = 2

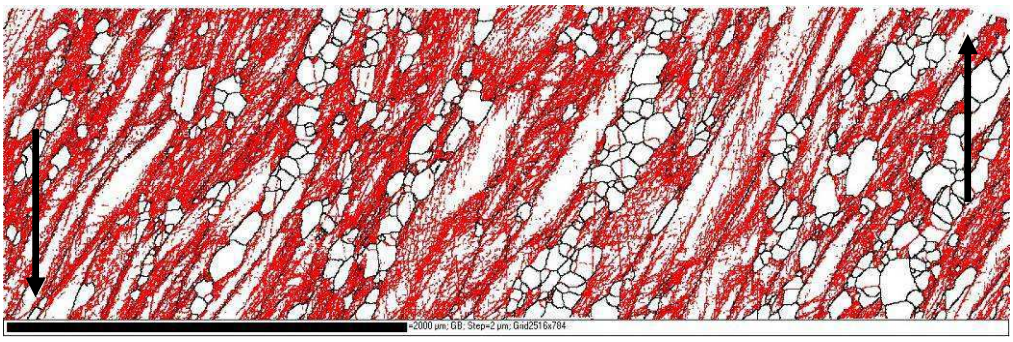


$\dot{\varepsilon}$ = 1 s^{-1} T = 1100°C ε = 2

Figure 4.122 Microstructures obtenues pour l'alliage modèle Fe-8%Al

On observe la présence de grains recristallisés équiaxes sans sous-structure pour l'essai réalisé à une vitesse de 0,1s^{-1} à 1100°C et pour les trois essais réalisés à une vitesse de 1s^{-1}. On remarque, pour les essais réalisés à une vitesse de 1s^{-1}, que plus la température est élevée et plus la fraction recristallisée est importante. Pour l'essai effectué à 1s^{-1} et 1100°C, la structure est entièrement recristallisée pour une déformation égale à 2.

Une analyse EBSD a été réalisée sur l'échantillon déformé à 900°C et à une vitesse de 1s^{-1}. Les cartographies représentant d'une part les joints de grains et les sous-joints et d'autre part l'orientation des grains sont données en Figure 4.123. La figure de pôles inverse associée à l'axe r a été utilisée.



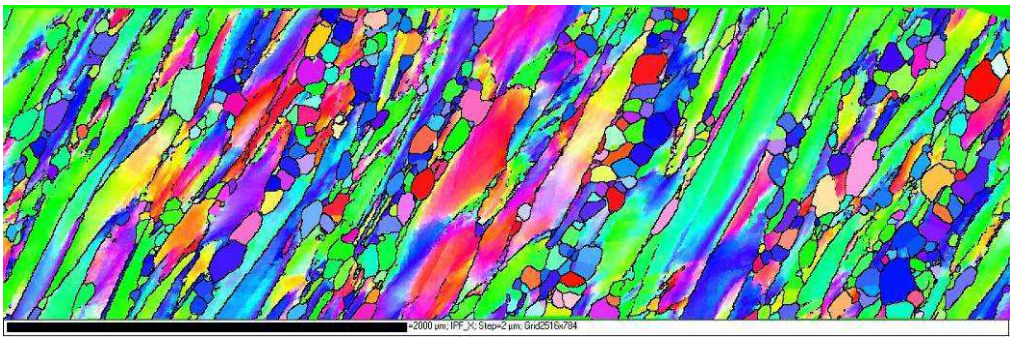


Figure 4.123 Cartographies EBSD représentant les joints de grains (en noir) et les sous-joints (en rouge) (en haut) et l'orientation des grains (en bas, cf. Figure 4.102) dans l'alliage modèle Fe-8%Al (2516 x 784 μm^2)

Cette analyse EBSD confirme les observations effectuées par microscopie optique : on remarque la présence de grains recristallisés équiaxes vierges de sous-structures et des grains initiaux déformés possédant beaucoup de sous-joints. Dans ces conditions de déformation (900°C – 1s^{-1}), le mécanisme de recristallisation dynamique discontinue est bien activé.

Grâce aux différents essais réalisés, on a pu tracer une carte vitesse de déformation-température représentant le domaine d'activation du mécanisme de RDD en fonction des conditions de déformation (Figure 4.124). L'observation des microstructures des échantillons déformés à 0,3s^{-1} permet également de montrer la présence de grains recristallisés par RDD.

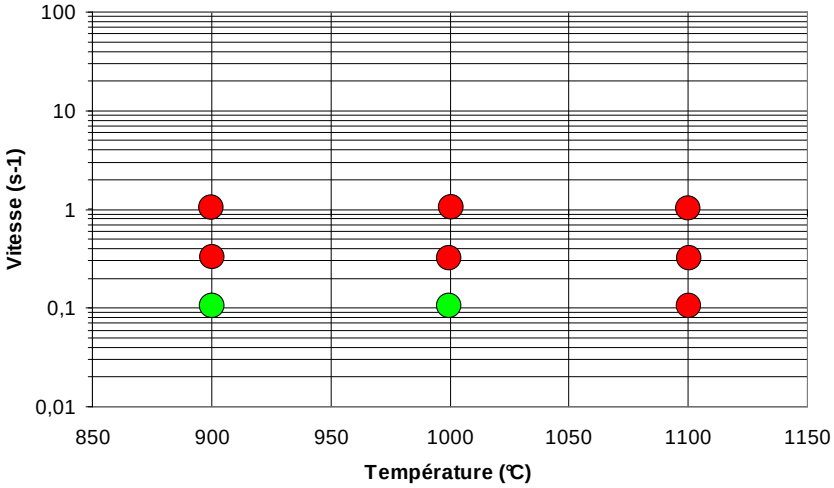


Figure 4.124 Carte vitesse de déformation - température représentant l'activation (disque rouge) ou non (disque vert) du mécanisme de RDD dans l'alliage modèle Fe-8%Al

Cette carte vitesse de déformation – température met bien en évidence les remarques énoncées précédemment : la recristallisation dynamique discontinue est favorisée pour les températures et vitesses de déformation les plus élevées.

4.6.1.2 Alliage modèle Fe-8%Al-20ppmC

Les microstructures de l'alliage modèle Fe-8%Al-20ppmC obtenues par microscopie optique sont données en Figure 4.125.

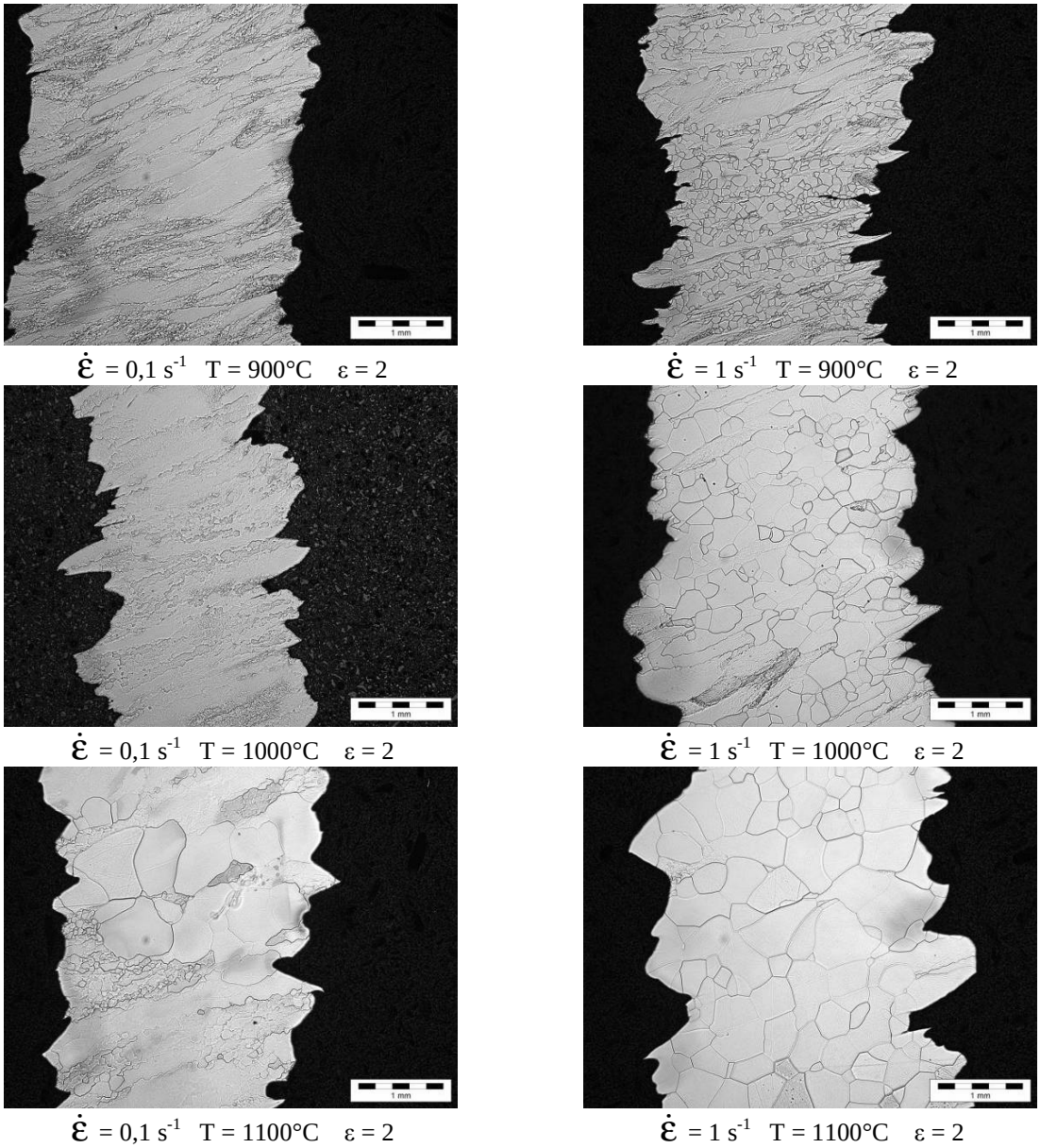
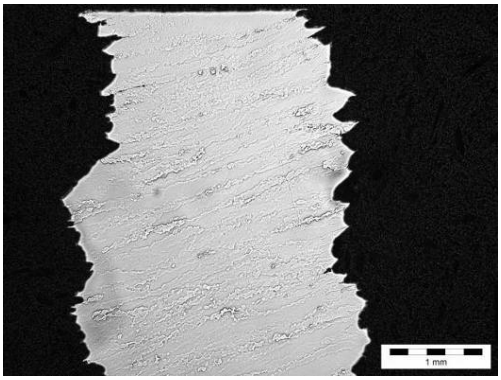


Figure 4.125 Microstructures obtenues pour l'alliage modèle Fe-8%Al-20ppmC

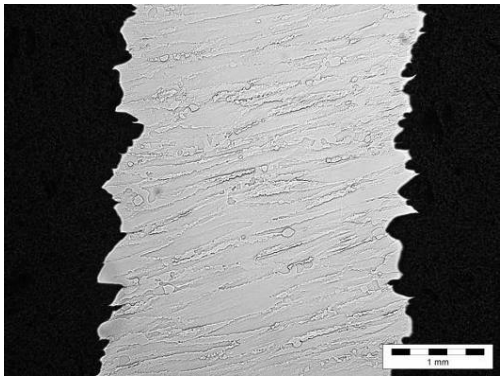
Les mêmes conclusions que pour l'alliage modèle précédent Fe-8%Al peuvent être tirées : la présence de grains recristallisés équiaxes sans sous-structure pour l'essai réalisé à une vitesse de 0,1s^{-1} à 1100°C et pour les trois essais réalisés à une vitesse de 1s^{-1} est mise en évidence. La présence de carbone en solution solide semble très légèrement favoriser l'activation de la RDD.

4.6.1.3 Alliage modèle Fe-15%Al

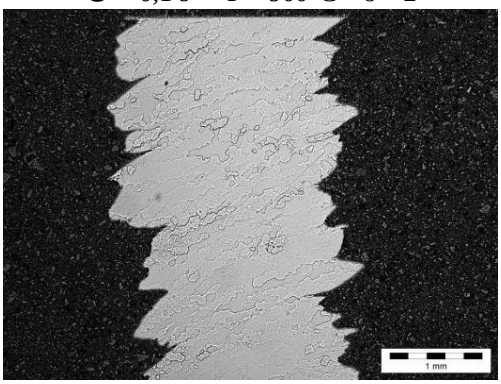
Les microstructures de l'alliage modèle Fe-15%Al obtenues par microscopie optique sont données en Figure 4.126.



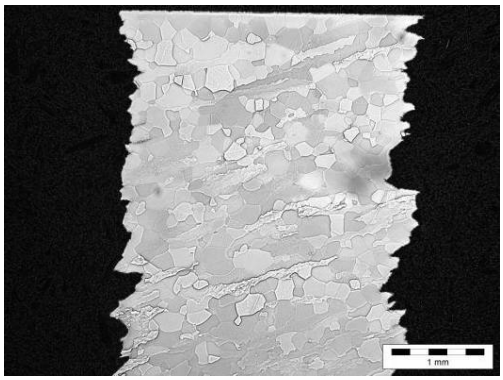
$\dot{\varepsilon}$ = 0,1 s^{-1} T = 900°C ε = 2



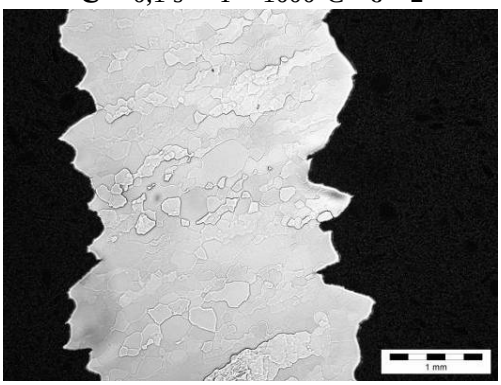
$\dot{\varepsilon}$ = 1 s^{-1} T = 900°C ε = 2



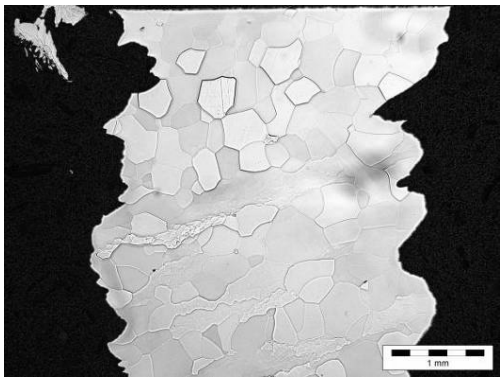
$\dot{\varepsilon}$ = 0,1 s^{-1} T = 1000°C ε = 2



$\dot{\varepsilon}$ = 1 s^{-1} T = 1000°C ε = 2



$\dot{\varepsilon}$ = 0,1 s^{-1} T = 1100°C ε = 2



$\dot{\varepsilon}$ = 1 s^{-1} T = 1100°C ε = 2

Figure 4.126 Microstructures obtenues pour l'alliage modèle Fe-15%Al

Ici aussi, on remarque l'activation de la RDD pour les mêmes conditions de déformation que pour les deux autres alliages modèles. Par contre, la présence plus importante d'aluminium en solution solide semble retarder la recristallisation. Pour l'essai réalisé à 1s^{-1} et 1100°C, la structure n'est plus entièrement recristallisée pour une déformation égale à 2.

4.6.1.4 Fraction recristallisée

Les fractions recristallisées des alliages modèles déformés par torsion aux vitesses de déformation de 0,1s^{-1} et de 1s^{-1} ont été déterminées par microscopie optique à l'aide du logiciel *Analysis* (cf. Figure 4.84). Les valeurs obtenues sont données en Figure 4.127 :

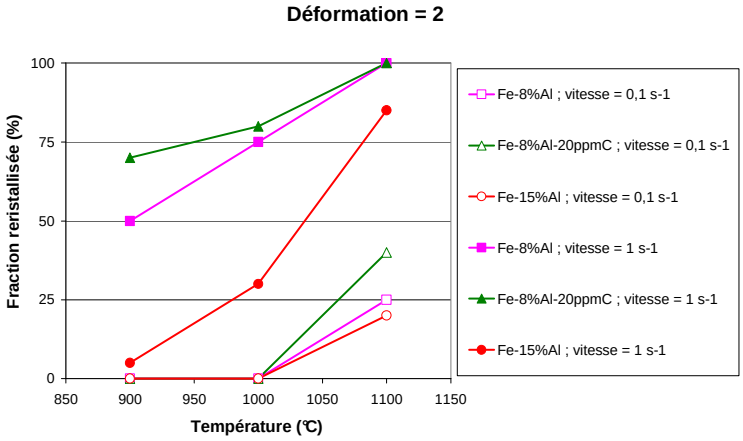


Figure 4.127 Evolution de la fraction recristallisée pour une déformation ε = 2 en fonction de la température et de la vitesse de déformation dans les trois alliages modèles

D'une manière générale, la fraction recristallisée, pour un taux de déformation donné, augmente lorsque la température augmente et lorsque la vitesse de déformation augmente.

Concernant les différentes nuances modèles, il semblerait que le carbone en solution solide favorise la recristallisation alors que l'aluminium la ralentit.

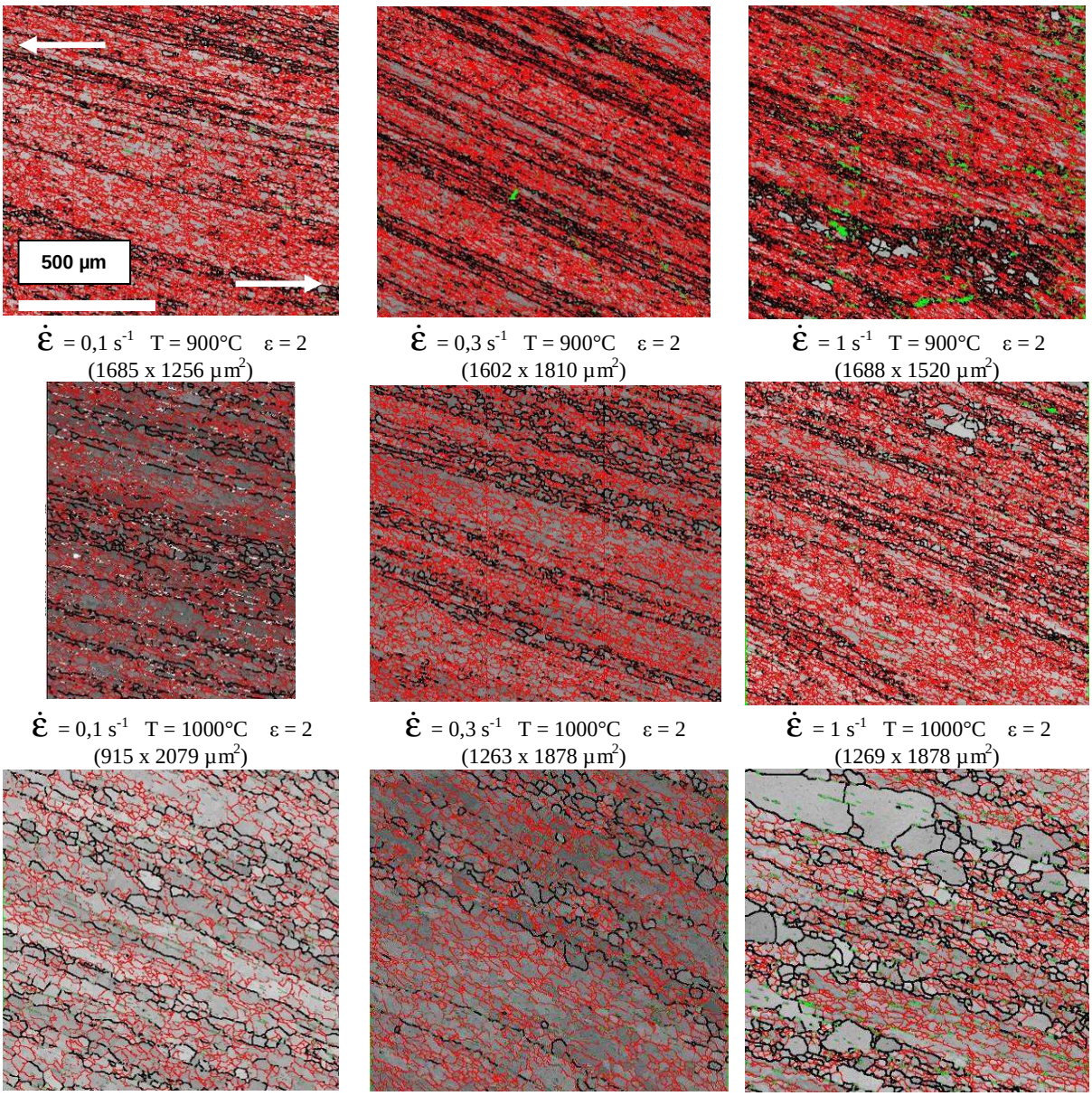
En observant les microstructures des nuances modèles, l'existence d'une transition entre les mécanismes de recristallisations dynamiques continue et discontinue a été mise en évidence pour des températures comprises entre 900 et 1100°C et des vitesses comprises entre 0,1 et 1s^{-1}. En effet, aux faibles vitesses et aux faibles températures de déformation, le mécanisme de recristallisation est contrôlé par le processus de RDC (pas d'observation de germes). Par contre, lorsque la vitesse de déformation et la température augmentent, on observe la naissance de grains (vierges de sous-structures) aux alentours des grains initiaux, montrant l'activation de la RDD.

4.6.2 Alliages industriels

4.6.2.1 Alliage industriel Fe-8%Al-5%Mn-0,2%C

Afin d'étudier la transition RDC / RDD de l'alliage industriel Fe-8%Al-5%Mn-0,2%C, les éprouvettes de torsion qui ont été utilisées pour la détermination des paramètres rhéologiques ont aussi été observées.

Les microstructures obtenues par analyse EBSD sont données en Figure 4.128 :



$\dot{\varepsilon}$ = 0,1 s^{-1} T = 900°C ε = 2 (1685 x 1256 µm^2)
$\dot{\varepsilon}$ = 0,3 s^{-1} T = 900°C ε = 2 (1602 x 1810 µm^2)
$\dot{\varepsilon}$ = 1 s^{-1} T = 900°C ε = 2 (1688 x 1520 µm^2)
$\dot{\varepsilon}$ = 0,1 s^{-1} T = 1000°C ε = 2 (915 x 2079 µm^2)
$\dot{\varepsilon}$ = 0,3 s^{-1} T = 1000°C ε = 2 (1263 x 1878 µm^2)
$\dot{\varepsilon}$ = 1 s^{-1} T = 1000°C ε = 2 (1269 x 1878 µm^2)
$\dot{\varepsilon}$ = 0,1 s^{-1} T = 1100°C ε = 2 (1685 x 1542 µm^2)
$\dot{\varepsilon}$ = 0,3 s^{-1} T = 1100°C ε = 2 (1266 x 1869 µm^2)
$\dot{\varepsilon}$ = 1 s^{-1} T = 1100°C ε = 2 (1390 x 3054 µm^2)

Figure 4.128 Cartographies EBSD représentant les joints de grains (en noir) et les sous-joints (en rouge) dans l'alliage industriel Fe-8%Al-5%Mn-0,2%C

Pour l'alliage industriel Fe-8%Al-5%Mn-0,2%C, le mécanisme de recristallisation dynamique discontinue est activé pour les essais réalisés à une vitesse de déformation de $1s^{-1}$. Aux vitesses de déformation plus faibles, aucun grain équiaxe sans sous-structure n'est observé. La fraction recristallisée la plus grande est obtenue pour l'essai réalisé à la vitesse la plus grande ($1s^{-1}$) et la température la plus élevée (1100°C).

La carte vitesse de déformation-température représentant le domaine d'activation du mécanisme de RDD en fonction des conditions de déformation est donnée en Figure 4.129. Les résultats obtenus par compression plane à grandes vitesses ($10s^{-1}$ et $50s^{-1}$) ont aussi été pris en compte.

Comme pour les nuances modèles précédentes, on remarque que plus la vitesse de déformation et la température sont élevées, plus le mécanisme de RDD est favorisé.

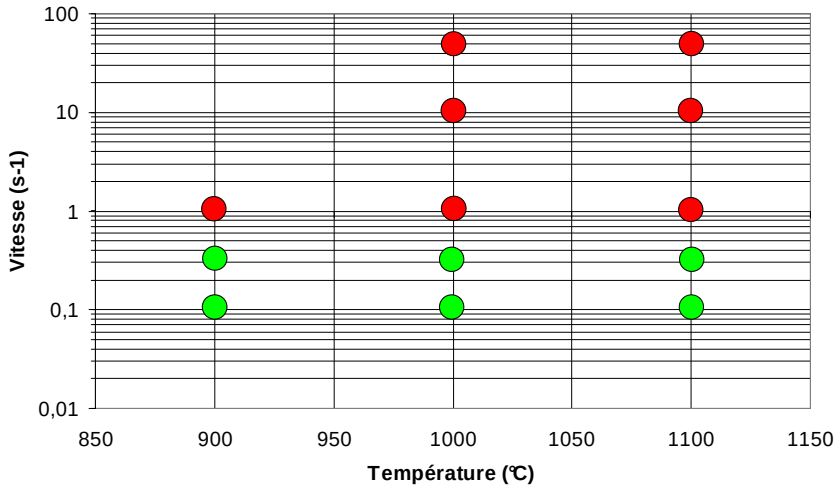


Figure 4.129 Carte vitesse de déformation - température représentant l'activation (disque rouge) ou non (disque vert) du mécanisme de RDD dans l'alliage industriel Fe-8%Al-5%Mn-0,2%C

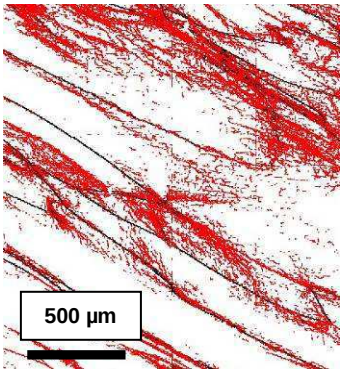
4.6.2.2 Alliage industriel Fe-8%Al

Afin d'étudier l'activation du mécanisme de RDD pour l'alliage industriel Fe-8%Al (AM0222), des essais de torsion supplémentaires ont été effectués à différentes températures et vitesses pour un taux de déformation égal à 2 (Tableau 4.49).

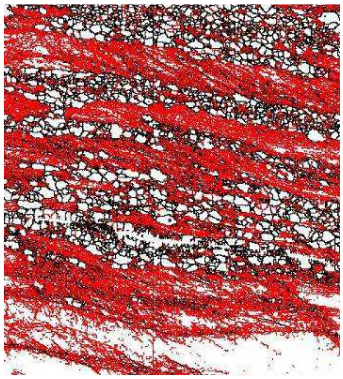
Température (°C)	900	900	900	900	1000	1000	1000	1000	1100	1100	1100	1100
Vitesse (s^{-1})	1	2	5	10	1	2	5	10	1	2	5	10

Tableau 4.49 Ensemble des essais de torsion effectués sur l'alliage industriel Fe-8%Al

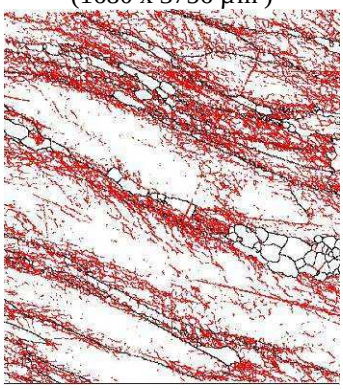
Les microstructures obtenues par analyse EBSD et par microscopie optique sont données en Figure 4.130 :



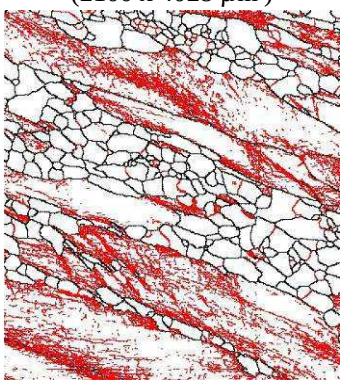
$\dot{\varepsilon}$ = 1 s^{-1} T = 900°C ε = 2
(1680 x 3756 µm^2)



$\dot{\varepsilon}$ = 2 s^{-1} T = 900°C ε = 2
(2100 x 4028 µm^2)

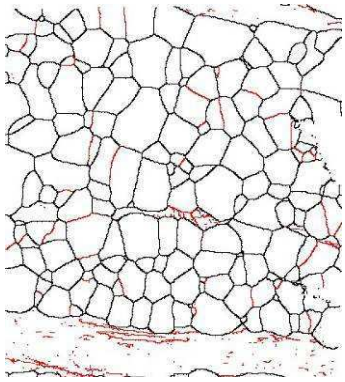


$\dot{\varepsilon}$ = 1 s^{-1} T = 1000°C ε = 2
(1682 x 1878 µm^2)



$\dot{\varepsilon}$ = 10 s^{-1} T = 1000°C ε = 2
(1682 x 2464 µm^2)

$\dot{\varepsilon}$ = 1 s^{-1} T = 1100°C ε = 2



$\dot{\varepsilon}$ = 10 s^{-1} T = 1100°C ε = 2
(1682 x 4052 µm^2)

Figure 4.130 Microstructures obtenues pour les différents essais de torsion effectués sur l'alliage industriel Fe-8%Al

On remarque que pour l'essai réalisé à 900°C et 1s^{-1}, le mécanisme de RDD n'est pas activé pour un taux de déformation égal à 2. Par contre pour les essais réalisés à 900°C-2s^{-1} et à 1000°C-1s^{-1}, des grains recristallisés équiaxes et sans sous-structures sont présents montrant l'activation de la RDD. Comme pour les nuances précédentes, on observe que la RDD est favorisée par les températures et vitesses les plus élevées.

La carte vitesse de déformation-température représentant le domaine d'activation du mécanisme de RDD en fonction des conditions de déformation est donnée en Figure 4.131. Les résultats obtenus par compression plane à grande vitesse (50s^{-1}) ont aussi été pris en compte.

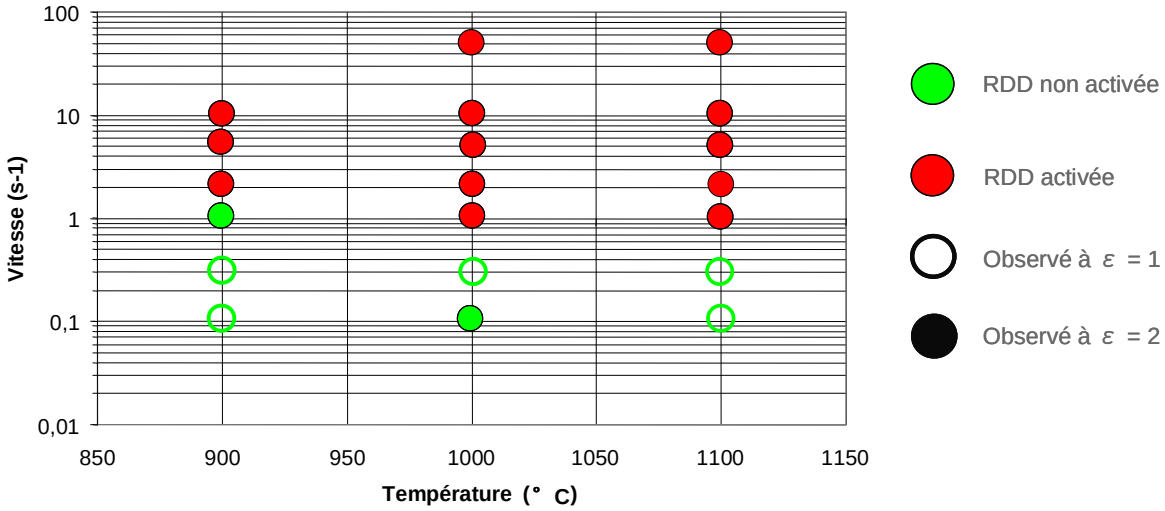


Figure 4.131 Carte vitesse de déformation - température représentant l'activation (disque rouge) ou non (disque vert) du mécanisme de RDD dans l'alliage industriel Fe-8%Al

4.6.3 Discussion

D'après les études précédentes, l'existence d'une transition entre les mécanismes de recristallisations dynamiques continue (RDC) et discontinue (RDD) a été mise en évidence pour des températures comprises entre 900 et 1100°C et des vitesses comprises entre 0,1 et $50s^{-1}$. En effet, aux faibles vitesses et aux faibles températures de déformation, le mécanisme de recristallisation est contrôlé par le processus de RDC (pas d'observation de germes). Par contre, lorsque la vitesse de déformation et la température augmentent, on observe la naissance de grains (vierges de sous-structures) montrant l'activation de la RDD.

Suivant les nuances, la transition RDC/RDD ne s'effectue pas pour les mêmes conditions de déformation.

Pour les alliages modèles, on remarque que pour des températures comprises entre 900 et 1100°C, l'activation de la RDD s'effectue à une vitesse de déformation de $0,3s^{-1}$ alors que pour les alliages industriels, elle ne s'effectue qu'à partir d'une vitesse de $1s^{-1}$. Il est donc plus « facile » de faire recristalliser par RDD les alliages modèles que les alliages industriels.

Concernant les deux nuances industrielles, on remarque aussi quelques différences. En effet, il apparaît que l'on peut faire recristalliser par RDD l'alliage Fe-8%Al-5%Mn-0,2%C à une température de 900°C et à une vitesse de $1s^{-1}$ alors que pour l'alliage Fe-8%Al aucun grain recristallisé vierge de sous-structure n'est encore observé dans ces conditions de déformation. Il semblerait donc que la nuance biphasée soit plus « facile » à faire recristalliser par RDD que la nuance ferritique.

Les mécanismes élémentaires contrôlant la recristallisation dynamique discontinue et la recristallisation dynamique continue sont les mêmes (écrouissage, restauration dynamique et migration des joints) mais les cinétiques sont différentes dans les deux cas.

Plusieurs explications peuvent être proposées afin de comprendre les différentes observations effectuées précédemment :

- Les alliages modèles sont des alliages de très haute pureté. Lors de la déformation, la vitesse de migration des joints de grains y est bien plus importante que pour une nuance classique possédant plusieurs impuretés ségrégées aux niveaux des joints de grains, ralentissant ainsi leur mobilité. Ceci a pour conséquance qu'un joint de grains d'un alliage modèle pourra balayer une surface plus importante et ainsi absorber plus de dislocations. Les dislocations n'auront ainsi plus le temps de se réarranger en sous-joints par restauration dynamique et l'énergie stockée sera plus importante permettant la germination et la croissance d'un nouveau grain. Il n'est donc pas surprenant d'observer l'activation du mécanisme de RDD pour des conditions de déformation plus douces pour les alliages modèles.

- Concernant les deux alliages industriels, la nuance biphasée semble plus facilement recristalliser par un mécanisme de RDD que la nuance ferritique. Cette remarque mériterait d'être étudiée plus profondément afin d'être totalement validée. Cependant, il semble possible d'expliquer les observations réalisées par la raison suivante : les îlots d'austénite (phase plus dure que la ferrite) de la nuance biphasée entraînent une augmentation de l'écrouissage local lors de la déformation, ce qui a pour conséquence une augmentation de l'énergie stockée permettant ainsi la germination et la croissance de nouveaux grains. Autrement dit, les îlots d'austénite servent de sites de germination grâce à un effet PSN (Particle Stimulated Nucleation).

- De manière plus générale, en ce qui concerne le fait que le mécanisme de RDD est favorisé aux hautes températures et vitesses de déformation, plusieurs explications peuvent être proposées.

Une augmentation de la température entraîne une augmentation de la vitesse de migration des joints de grains permettant d'absorber plus de dislocations et ainsi de réduire le phénomène de restauration dynamique. Le mécanisme de RDD est donc favorisé. Le processus de RDC se produira si la vitesse de migration des joints de grains est suffisamment faible de manière à ce que les dislocations puissent avoir assez de temps pour se réarranger en sous-joints avant d'être absorbées par un joint de grain préexistant en mouvement.

Une augmentation de la vitesse de déformation engendre aussi une augmentation de l'énergie stockée favorisant la germination et la croissance de nouveaux grains. En effet, le temps des essais est plus court et le processus de restauration dynamique est moins efficace. L'écrouissage est donc important ce qui conduit à l'accumulation locale d'importantes densités de dislocations dans le matériau provoquant la germination de nouveaux grains.

Plusieurs auteurs ont aussi étudié les mécanismes de recristallisation se produisant dans cette métallurgie spécifique mais ont plus particulièrement concentré leurs recherches sur des alliages plus chargés en aluminium tels que Fe_3Al et FeAl.
Certains auteurs comme Lin *et al.* [1996], Lin et Liu [1999] [2002], Chu *et al.* [2000a] [2000b] ont étudié des alliages fer-aluminium déformés par traction contenant entre 16 et 22% d'aluminium à des températures comprises entre 600 et 1000°C et des vitesses de déformation faibles comprises entre 10^{-5} et 10^{-2} s^{-1}. Grâce à l'utilisation de méthodes et d'outils comme l'EBSD et la microscopie électronique à transmission, ils ont clairement mis en évidense l'activation du processus de recristallisation dynamique continue dans ces conditions de déformation.

D'autres auteurs comme Lyszkowski et Bystrzycki [2006] ont étudié un alliage Fe-28Al-5Cr-0,08Zr-0,04B (at.%) déformé par compression à des températures comprises entre 600 et 1100°C et des vitesses de déformation comprises entre 0,001 et 100 s^{-1}. Les auteurs s'accordent pour montrer qu'à des vitesses de déformation faibles, le processus de recristallisation dynamique continue est activé. Ce résultat a été confirmé par des analyses EBSD ayant permis d'observer les microstructures des échantillons déformés et de déterminer les proportions de sous-joints et de joints de grains. Il est par contre regrettable que les auteurs n'aient pas effectué une analyse EBSD sur les échantillons déformés à une vitesse de déformation élevée ($100s^{-1}$). Cependant, après observation des échantillons par microscopie optique, il semblerait que le processus activé soit la recristallisation dynamique discontinue. En effet, ils observent la présence de petits grains recristallisés aux alentours des joints de grains initiaux. Il s'agit ici d'une interprétation des résultats obtenus par les deux auteurs.

Kobayashi *et al.* [2004], par l'intermédiaire de leurs travaux, ont mis en évidence la difficulté de faire recristalliser une nuance Fe_3Al lors d'un laminage à tiède due à la présence importante de l'orientation « cube tourné » {001}<110>. Cette orientation montre une forte réticence à recristalliser car elle engendre des gradients d'orientations moins importants que les autres orientations. Une manière d'augmenter les gradients d'orientations durant la

déformation est d'introduire des particules relativement grosses dans la matrice, plus dures et moins déformables que celle-ci. Kobayashi et Takasugi [2007] ont ainsi étudié un alliage Fe_3Al possédant des carbures κ-Fe_3AlC de tailles relativement importantes afin d'observer le rôle de ces particules sur la recristallisation. Ils ont ainsi étudié les effets de la taille et de la distribution de ces carbures dans la matrice sur la recristallisation se produisant lors d'un laminage à tiède suivi d'un recuit. Après ce traitement thermomécanique, les nuances sont toutes recristallisées. Il a été montré que les carbures engendraient des déformations locales importantes qui pouvaient être des sites potentiels de germination de nouveaux grains.

Ces résultats permettent de confirmer les remarques effectuées précédemment : la nuance multiphasée Fe-8%Al-5%Mn-0,2%C, grâce à la présence d'austénite, recristallise par RDD de manière plus « facile » que la nuance Fe-8%Al.

Il est enfin intéressant de revenir sur les travaux de Tanaka *et al.* [1999], déjà présentés dans la partie bibliographie, qui ont mis en évidence l'existence d'une transition entre les mécanismes de recristallisation dynamique continue et discontinue dans de l'aluminium déformé en compression.

La Figure 4.132 illustre les différents facteurs qui ralentissent l'activation de la recristallisation dynamique discontinue dans les matériaux à forte énergie de défaut d'empilement.

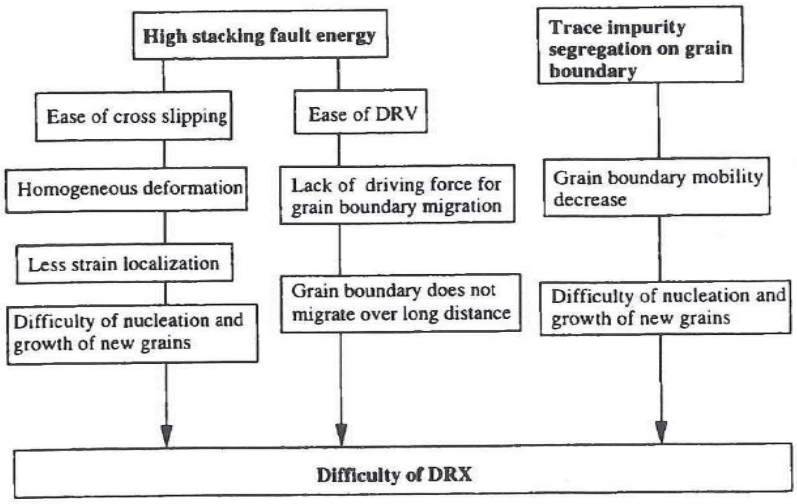


Figure 4.132 Corrélations entre les facteurs qui contrôlent la recristallisation dynamique discontinue [Tanaka *et al.*, 1999]

Les résultats obtenus dans notre étude concordent bien avec les résultats de Tanaka *et al.* [1999]. En effet, concernant les alliages modèles de haute pureté, la vitesse de migration des joints de grains est élevée. Les joints de grains peuvent ainsi parcourir une distance importante. La recristallisation dynamique discontinue est ainsi favorisée. Par contre, les alliages industriels possèdent plusieurs éléments ségrégés aux joints de grains, réduisant leur mobilité et ayant pour conséquence une germination difficile. Ceci explique le fait que l'activation de la RDD dans les alliages industriels s'effectue à une vitesse de déformation plus élevée que pour les alliages modèles. De plus, la présence de phases dures dans la matrice ferritique de la nuance biphasée engendre des déformations locales importantes favorisant l'activation de la RDD. Il est donc plus « facile » de faire recristalliser par RDD la nuance biphasée que la nuance entièrement ferritique.

Pour résumer, Tanaka *et al.* traduisent leurs résultats sous forme d'un diagramme (Figure 4.133) spécifiant les domaines dans lesquels se produisent la recristallisation dynamique discontinue (RDD) et la recristallisation dynamique continue (RDC).

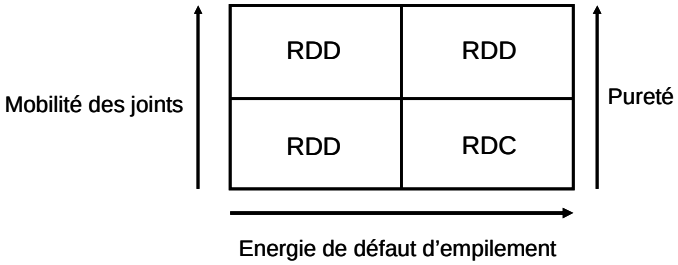


Figure 4.133 Domaines d'apparition de la recristallisation dynamique discontinue et de la recristallisation dynamique continue [d'après Tanaka *et al.*, 1999]

Cette figure traduit bien les observations effectuées concernant les mécanismes de recristallisation se produisant dans les alliages étudiés.

Après avoir mis en évidence les différents mécanismes de recristallisation se produisant dans les nuances étudiées en fonction des conditions de déformation, nous allons maintenant présenter les travaux de modélisation réalisés afin de décrire les évolutions microstructurales au cours de la déformation.

Chapitre V

Modélisation de la recristallisation dynamique

5 Modélisation de la recristallisation dynamique

L'approche utilisée au cours de ces travaux est basée sur le modèle développé par Gourdet et Montheillet [2003] pour la recristallisation dynamique continue (RDC). En effet, lors du laminage à chaud des nuances étudiées, les taux de déformation par passe étant limités ($\varepsilon \approx 0.5$), l'énergie stockée est donc relativement faible et ne permet très certainement pas la germination de nouveaux grains par le mécanisme de recristallisation dynamique discontinue.

Le principe de ce modèle est de décrire l'évolution d'une structure polycristalline par l'intermédiaire de la répartition de la densité de dislocations au niveau des joints et sous-joints au cours de la déformation. Celle-ci est supposée homogène à l'échelle de l'élément de matière, ce qui constitue une hypothèse forte puisque l'on néglige les effets d'orientation cristallographique ainsi que les effets morphologiques et topologiques.

5.1 Présentation du modèle de RDC [Gourdet et Montheillet, 2003] (bibliographie)

Le modèle permet de combiner les mécanismes élémentaires de la recristallisation dynamique continue tels que l'on peut les observer expérimentalement :

- Formation de sous-joints de très faible désorientation
- Augmentation de la désorientation des sous-joints par accumulation de dislocations
- Transformation de sous-joints en joints de grains quand une désorientation critique est atteinte (par exemple $\theta_c = 15°$)
- Migration des joints de grains

L'objectif de ce modèle est de simuler l'évolution de la microstructure en prenant en compte les valeurs numériques mesurées expérimentalement des différents paramètres (paramètres d'écrouissage et de restauration dynamique, taille de grains initiale).

5.1.1 Paramètres microstructuraux

La structure considérée est un agrégat de cristallites. L'ensemble des parois est donc constitué de sous-joints et de joints de grains. Les dislocations sont classées en deux catégories : les dislocations libres à l'intérieur des cristaux, dont la densité est notée ρ_i et les dislocations organisées en sous-joints, dont la densité est notée ρ_{sj} (Figure 5.1).

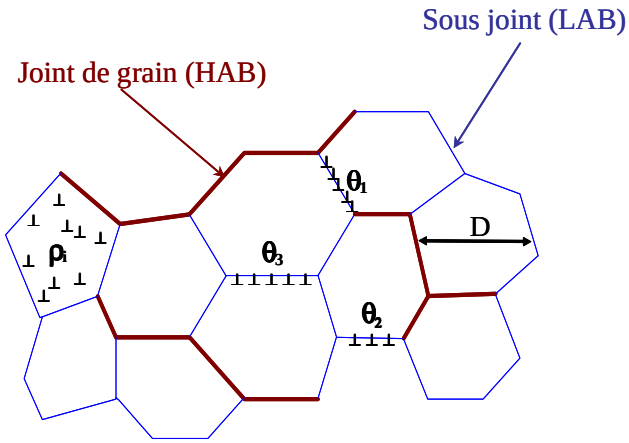


Figure 5.1 Représentation schématique de la microstructure

L'évolution de la structure avec la déformation est caractérisée par les paramètres suivants :

- La densité de dislocations libres à l'intérieur des cristallites ρ_i

- La surface totale de parois par unité de volume S

S est reliée à la taille moyenne des cristallites D par la relation classique [De Hoff et Rhines, 1968] : $S = 2 / D$ 5-1

- La distribution des angles de désorientation θ des sous-joints

Elle est définie par la fonction de distribution $\varphi(\theta, \varepsilon)$.

$\varphi(\theta, \varepsilon)d\theta$ représente la fraction surfacique de sous-joints ayant une désorientation comprise entre θ et θ+dθ.

Avec cette définition de $\varphi(\theta, \varepsilon)$, la fraction surfacique de sous-joints f_{sj} est donc donnée par :

$$f_{sj} = \int_{\theta_0}^{\theta_c} \varphi(\theta,\varepsilon) \cdot d\theta \qquad 5\text{-}2$$

θ_0 est l'angle à partir duquel un sous-joint est pris en compte.
θ_c est l'angle critique à partir duquel on passe d'un sous-joint à un joint de grains.
Les valeurs de θ_0 et θ_c ont été fixées à 2° et 15° respectivement.

Si on note f_j la fraction surfacique de joints, on a la relation : $f_j + f_{sj} = 1$.

Remarque : la distribution des angles de désorientation des joints de grains n'est pas prise en compte. La fraction des joints de grains est représentée dans les histogrammes de façon conventionnelle à l'abscisse 20°.

5.1.2 Principe du modèle

Le modèle repose sur une analyse de la répartition des dislocations selon les différents mécanismes mis en jeu lors de la recristallisation dynamique continue (Figure 5.2).

Pendant un incrément de déformation $d\varepsilon$, la densité de dislocations $d\rho_i^+$ est produite par écrouissage. Ces dislocations peuvent être utilisées de différentes manières :

- Stockées, $d\rho_i$

- Annihilées par restauration dynamique, $d\rho_i^-(1)$.

Une fraction α de $d\rho_i^-(1)$ est consommée par la formation de nouveaux sous-joints d'angle de désorientation θ_0.
Une fraction 1- α est absorbée par les parois préexistantes (sous-joints ou joints de grains)

- Annihilées par migration des joints de grains, $d\rho_i^-(2)$.

Toutes les dislocations présentes dans le volume dV balayé par un joint mobile disparaissent. Seule la mobilité des joints de grains est prise en compte. La vitesse de migration des sous-joints est supposée suffisamment faible pour être négligée.

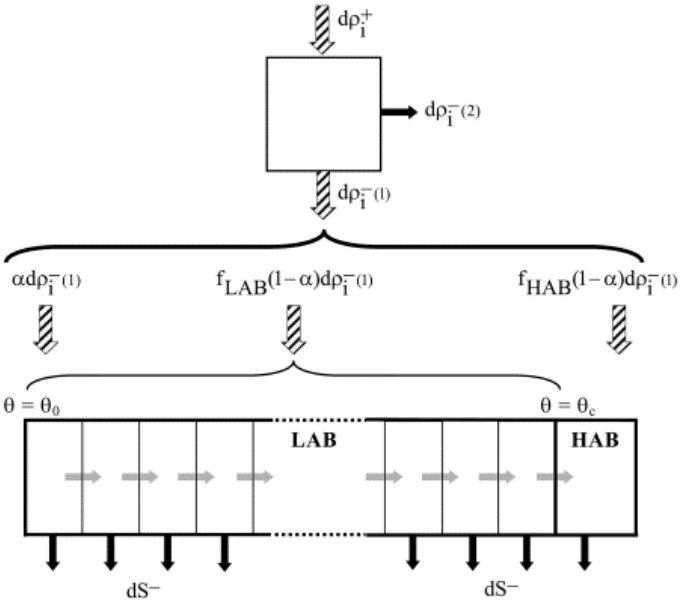


Figure 5.2 Diagramme montrant comment les dislocations produites par l'écrouissage se répartissent dans les différents éléments microstructuraux

5.1.3 Evolution de la microstructure avec la déformation

Nous ne présenterons dans cette partie que les équations du modèle, l'origine de celles-ci étant détaillée par Gourdet [1997].

D'une manière générale, l'évolution de la densité de dislocations pendant la déformation est le résultat d'une compétition entre les dislocations créées par l'écrouissage et celles qui sont annihilées par la restauration du matériau.

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = \frac{d\rho^+}{d\varepsilon} - \frac{d\rho^-}{d\varepsilon} \qquad 5\text{-}3$$

De manière équivalente : $d\rho_i = d\rho_i^+ - d\rho_i^-$

Dans le modèle de Gourdet-Montheillet, l'évolution de la densité de dislocations $d\rho_i$ est décrite selon une loi de Laasraoui-Jonas [1991] modifiée : $d\rho_i = (h - r\,.\rho_i).d\varepsilon - \rho_i.dV$ 5-4

Dans ce cas : $d\rho_i^+ = h.d\varepsilon$

$d\rho_i^-(1) = r.\,\rho_i.d\varepsilon$

$d\rho_i^-(2) = \rho_i.dV$, dV étant le volume balayé par les joints de grains mobiles pendant l'incrément de déformation $d\varepsilon$.

Dans cette étude, nous utilisons la loi nous ayant permis d'obtenir de meilleurs résultats concernant les paramètres rhéologiques d'écrouissage et de restauration :

$$d\rho_i = h\left[2 - \exp\left(\frac{r}{h} \cdot \rho_i\right)\right] \cdot d\varepsilon - \rho_i \,.\, dV \qquad 5\text{-}5$$

Ainsi : $d\rho_i^+ = 2.h.d\varepsilon$

$$d\rho_i^-(1) = h.\exp\left(\frac{r}{h}\rho_i\right) \cdot d\varepsilon$$

$$d\rho_i^-(2) = \rho_i.dV$$

h et r sont respectivement les paramètres d'écrouissage et de restauration et dV est le volume balayé par les joints de grains mobiles pendant l'incrément de déformation $d\varepsilon$:

$$dV = \frac{2 \cdot f_j \cdot v_j}{D \cdot \dot{\varepsilon}} \cdot d\varepsilon \qquad 5\text{-}6$$

v_j étant la vitesse de migration des joints.

A chaque incrément de déformation, une fraction α de $d\rho_i^-(1)$ est consommée par la formation de nouveaux sous-joints d'angle de désorientation θ_0 ce qui conduit à la relation :

$$\varphi(\theta_0, \varepsilon) = \frac{\alpha}{(1 - \alpha) \cdot \theta_0} \qquad 5\text{-}7$$

La fraction $(1-\alpha)$ de $d\rho_i^-(1)$ est absorbée par les parois et produit un incrément de la désorientation moyenne θ :

$$d\theta = \frac{b}{2n} \cdot (1 - \alpha) \cdot h.\exp\left(\frac{r}{h}\rho_i\right) \cdot D \cdot d\varepsilon \qquad 5\text{-}8$$

b étant le module du vecteur de Burgers et n le nombre de familles de dislocations dans le sous-joint ($1 \leq n \leq 3$ [Amelinckx et Dekeyser, 1959]).
Cette relation suppose que la vitesse de désorientation moyenne $d\theta/dt$ ne dépend pas de l'angle de désorientation θ, ce qui peut être discutable.

D'autre part, une fraction des parois est absorbée par la migration des joints de grains.

On montre que la variation de la distribution des désorientations est alors donnée par :

$$\varphi(\theta+d\theta,\varepsilon+d\varepsilon) = \left[1 + \left(\frac{1}{D}\right) \cdot \left(\frac{dD}{d\varepsilon}\right) d\varepsilon - dV\right] \cdot \varphi(\theta,\varepsilon) \qquad 5\text{-}9$$

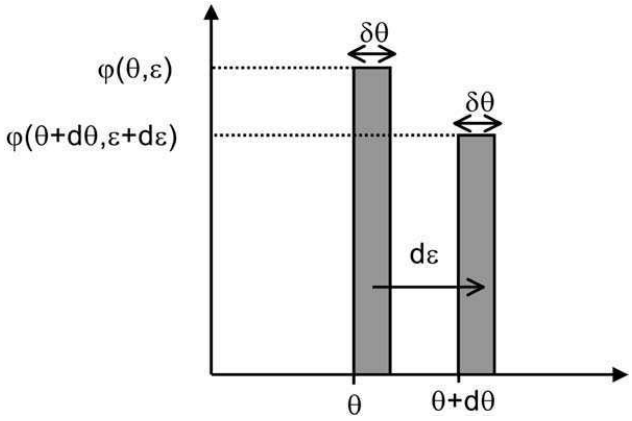


Figure 5.3 Evolution de la désorientation des sous-joints pendant un incrément de déformation dε

A chaque incrément de déformation, la fraction de parois qui atteint un angle de désorientation supérieur à 15° est ajoutée à la fraction de joints de grains.

La densité de dislocations dans les sous-joints ρ_{sj} est donné par :

$$\rho_{sj} = \left(\frac{2 \cdot n}{b \cdot D}\right) \int_{\theta_0}^{\theta_c} \varphi(\theta,\varepsilon) \cdot \theta \cdot d\theta \qquad 5\text{-}10$$

La variation de la surface totale de parois par unité de volume est : $dS = dS^+ - dS^-$ où :

dS^+ désigne la surface des sous-joints de désorientation θ_0 créés pendant l'incrément de déformation :

$$dS^+ = \left(\frac{b}{n \cdot \theta_0}\right) \cdot \alpha \cdot h.\exp\left(\frac{r}{h}\rho_i\right) \cdot d\varepsilon \qquad 5\text{-}11$$

dS^- désigne la surface annihilée par le mouvement des joints :

$$dS^- = S \cdot dV = \frac{f_j \cdot S^2 \cdot v_j}{\dot{\varepsilon}} \cdot d\varepsilon \qquad 5\text{-}12$$

Remarque :
Comme la surface de parois doit être constante au régime stationnaire, il est nécessaire d'introduire un terme dS^- de diminution de celle-ci. Pour cela, on suppose que les joints de grains sont mobiles contrairement aux sous-joints considérés comme fixes. Au cours de leur migration, les joints absorbent toutes les parois présentes dans le volume balayé dV.

Enfin, la contrainte est calculée grâce à l'équation classique :

$$\sigma = \mu \cdot b \cdot \left(A_1 \cdot \sqrt{\rho_i} + A_2 \cdot \sqrt{\rho_{sj}} \right) \qquad 5\text{-}13$$

μ étant le module de cisaillement élastique.
A_1 est proche de l'unité et A_2 est généralement d'un ordre de grandeur plus faible [Castro-Fernandez et Sellars, 1989]

Ces équations permettent donc de suivre l'évolution des grandeurs suivantes :

- La contrainte d'écoulement σ
- La taille moyenne des cristallites D
- La désorientation moyenne des sous-joints $\bar{\theta}$
- La fraction de joints de grains
- La densité de dislocations libres à l'intérieur des cristallites ρ_i
- La densité de dislocations contenues dans les sous-joints ρ_{sj}

5.2 Choix des paramètres de modélisation

Le modèle de recristallisation dynamique continue décrit précédemment est appliqué dans cette section à la déformation de l'alliage industriel Fe-8%Al AM0222 afin de prévoir l'évolution des grandeurs microstructurales avec la déformation en fonction de la température et de la vitesse de déformation.

Les paramètres du modèle sont les suivants :

- Le nombre de familles de dislocations constituant chaque sous-joint (paramètre n) est choisi égal à 2 (n peut varier théoriquement entre 1 et 3 [Amelinckx et Dekeyser, 1959]).

- La température de fusion : $T_f = 1780$ K

- Le paramètre α : $\alpha = 0{,}03$ ce qui signifie que 3% des dislocations participent à la formation de nouveaux sous-joints d'angle de désorientation θ_0. Ce paramètre a été fixé de sorte que l'on obtienne des résultats du modèle en accord avec les résultats expérimentaux de la partie 4.4.1. C'est une valeur d'entrée du modèle qui peut être modifiée au lancement du programme fortran.

Frost et Ashby [1982] :

- Le module de cisaillement élastique [Frost et Ashby, 1982] :

$$\mu(T) = \mu_0 \cdot \left(1 + \frac{T - 300}{T_M} \cdot \frac{T_M \cdot d\mu}{\mu_0 \cdot dT}\right) \qquad 5\text{-}14$$

avec $\mu_0 = 6{,}4.10^4$ MN/m^2 (à 300 K) ;

$T_M = 1810$ K

$\frac{T_M \cdot d\mu}{\mu_0 \cdot dT} = -0{,}81$

- Le module du vecteur de Burgers : $b = 2{,}5.10^{-10}$ m

- L'angle de désorientation θ_0 est choisi égal à 2° afin d'être en accord avec les résultats expérimentaux et l'angle de désorientation maximale θ_c est choisi égale à 15°.

➢ La vitesse de migration des joints de grain : $v_j = v_0 \cdot \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right)^{m'}$ 5-15

avec v_0 = 10 µm/s ; $\dot{\varepsilon}_0$ = 1s^{-1} ; m' = 0,5 [Gourdet et Montheillet, 2003]

➢ La taille de grains initiale D_0 = 800 µm : c'est une valeur d'entrée du modèle qui peut être modifiée au lancement du programme fortran.

➢ Les paramètres rhéologiques r et h ont été déterminés à la section 4.2.3.2 :

$$h = 4{,}15 \cdot 10^9 \cdot \dot{\varepsilon}^{\,0{,}29} \cdot \exp\left(\frac{0{,}29 \cdot 500000}{8{,}314 \cdot T} \right) \quad 5\text{-}16$$

$$r = 0{,}915 \cdot \dot{\varepsilon}^{\,0{,}12} \cdot \exp\left(\frac{0{,}12 \cdot 360000}{8{,}314 \cdot T} \right) \quad 5\text{-}17$$

➢ La densité initiale de dislocations libres à l'intérieur des grains ρ_{i0}

Afin de déterminer un ρ_{i0} dépendant de la température et de la vitesse de déformation, l'influence de ces deux paramètres sur la limite d'élasticité a été étudiée. La relation suivante a été obtenue (Figure 5.4) :

$$\sigma_e = (-\,0{,}0713 \cdot T + 109{,}68) \cdot \dot{\varepsilon} + (-\,0{,}2401 \cdot T + 351{,}77) \quad 5\text{-}18$$

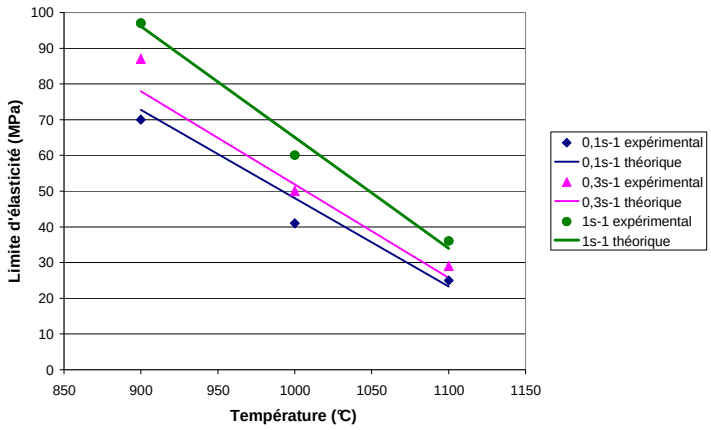


Figure 5.4 Comparaison des valeurs de limites d'élasticité expérimentales et théoriques

Connaissant la limite d'élasticité, la densité de dislocations initiale à l'intérieur des grains peut être déterminée par la relation classique : $\sigma_e = \alpha \cdot \mu \cdot b \cdot \sqrt{\rho_{i0}}$ avec $\alpha = 1$.

5.3 Résultats

5.3.1 Evolution de la taille des cristallites et de la contrainte

Les évolutions de la taille des cristallites et de la contrainte en fonction de la déformation pour une vitesse de 0,1 s^{-1} et pour des températures de 900°C, 1000°C et 1100°C sont présentées en Figure 5.5.

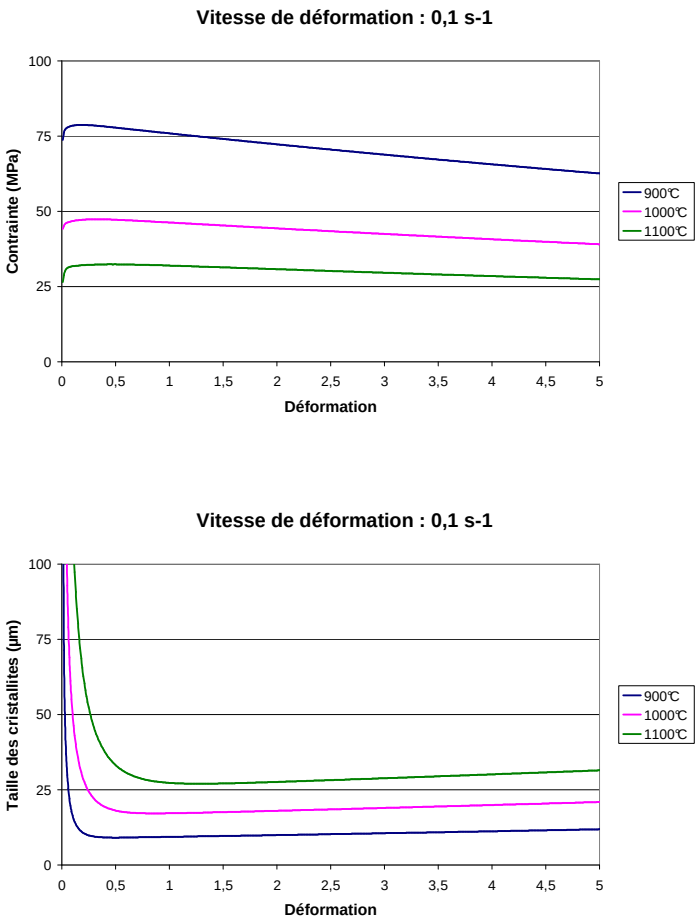
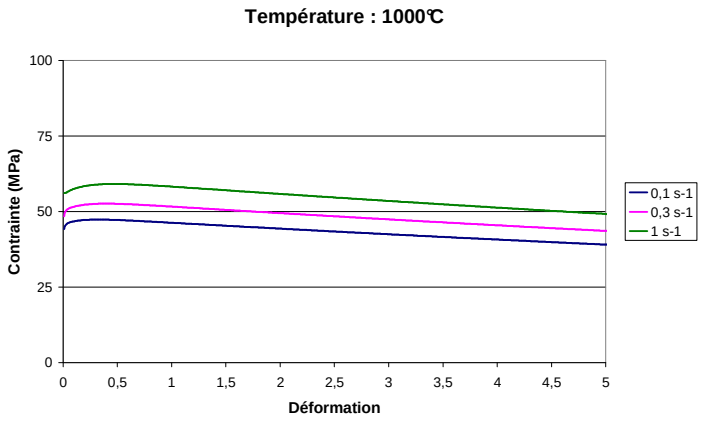


Figure 5.5 Evolution de la taille des cristallites et de la contrainte avec la déformation pour une vitesse de déformation de 0,1 s^{-1}

Les variations de ces grandeurs avec la température sont conformes avec celles attendues :

- La taille des cristallites augmente avec la température
- La contrainte diminue avec la température

Les évolutions de la taille des cristallites et de la contrainte en fonction de la déformation pour une température de 1000°C et pour des vitesses de 0,1s^{-1}, 0,3s^{-1} et 1s^{-1} sont présentées en Figure 5.6.



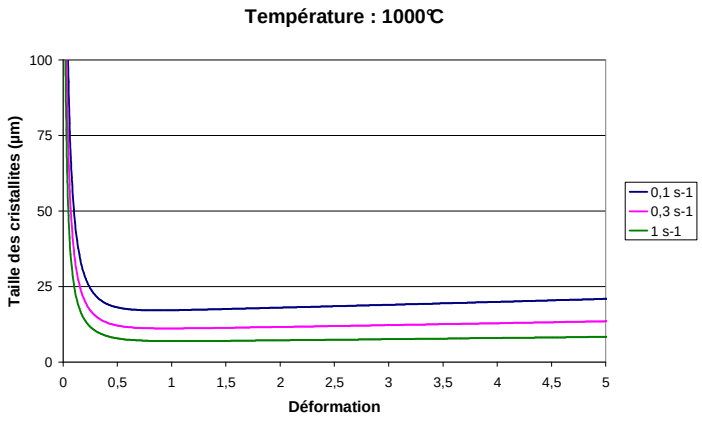


Figure 5.6 Evolution de la taille des cristallites et de la contrainte avec la déformation pour une température de 1000°C

Les variations de ces grandeurs avec la vitesse de déformation sont conformes avec celles attendues :

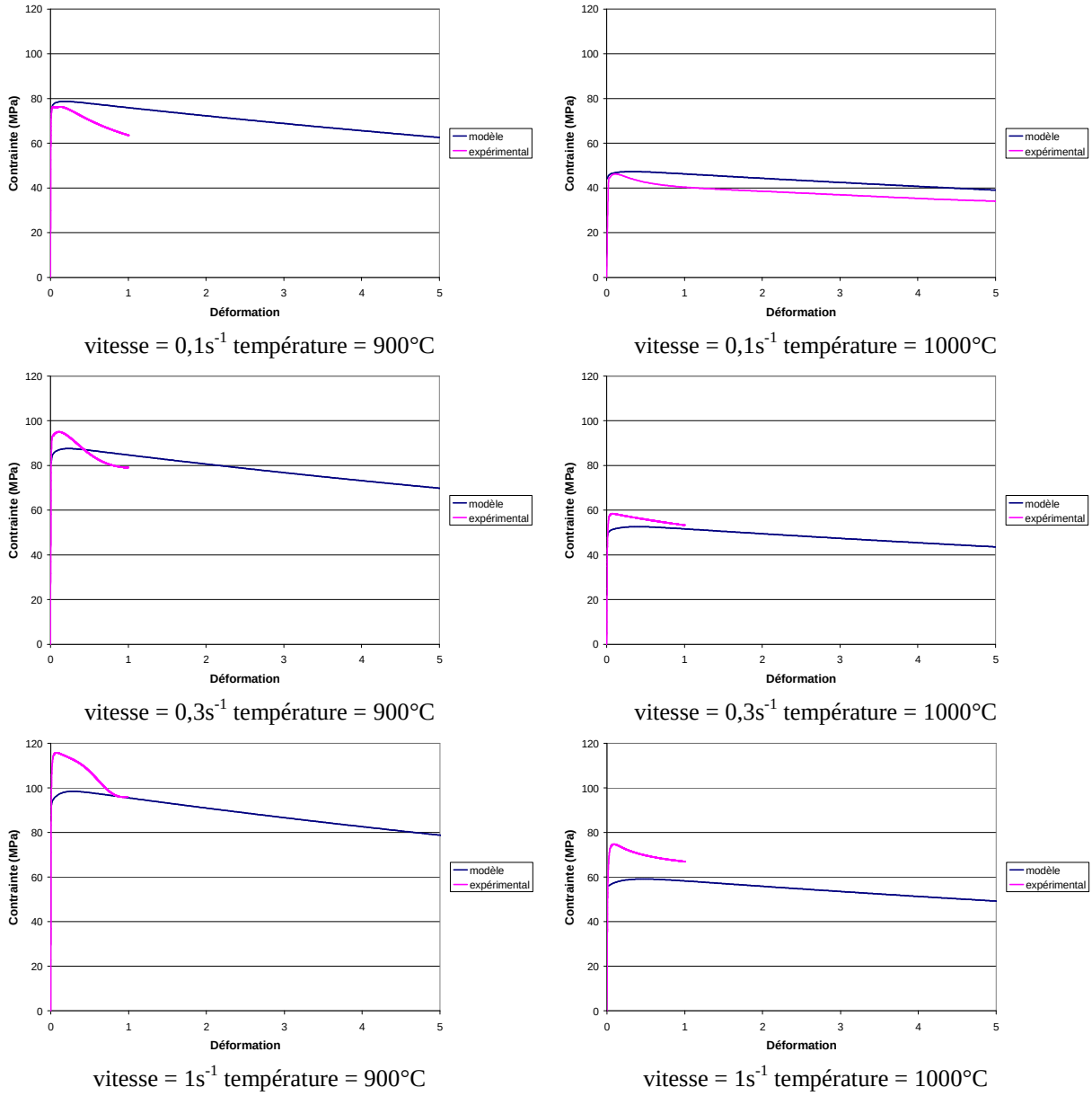
- La taille des cristallites diminue avec la vitesse
- La contrainte augmente avec la vitesse

5.3.2 Confrontation avec les résultats expérimentaux

Les différents résultats des parties expérimentales 4.2 et 4.4 vont être comparés aux résultats simulés. Si le modèle permet de reproduire qualitativement les évolutions de la microstructure, la comparaison quantitative fait apparaître un certain nombre de différences.

5.3.2.1 Courbes contrainte-déformation

Les courbes contrainte-déformation expérimentales et simulées pour les trois vitesses de déformation et les trois températures sont données en Figure 5.7.



vitesse = 0,1s^{-1} température = 900°C

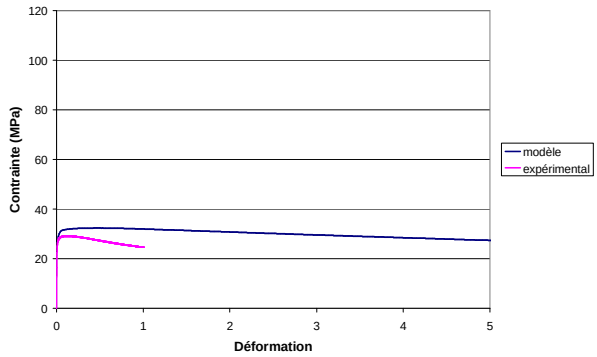
vitesse = 0,1s^{-1} température = 1000°C

vitesse = 0,3s^{-1} température = 900°C

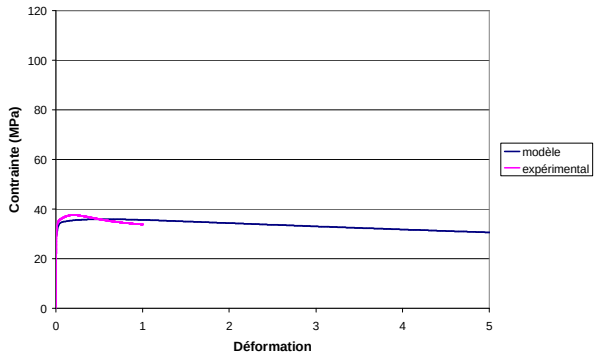
vitesse = 0,3s^{-1} température = 1000°C

vitesse = 1s^{-1} température = 900°C

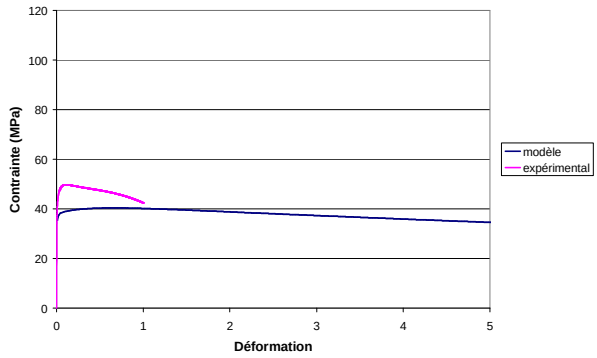
vitesse = 1s^{-1} température = 1000°C



vitesse = 0,1s^{-1} température = 1100°C



vitesse = 0,3s^{-1} température = 1100°C



vitesse = 1s^{-1} température = 1100°C

Figure 5.7 Comparaison des courbes contrainte-déformation expérimentales et simulées

En ce qui concerne les courbes contrainte-déformation, on constate une relativement bonne correspondance entre les essais expérimentaux et les résultats issus de la modélisation.

5.3.2.2 Grandeurs microstructurales

Afin d'étudier quantitativement l'évolution des grandeurs microstructurales, les résultats de la partie 4.4.1 et ceux obtenus après simulation vont être comparés. La température est de 1000°C et la vitesse de déformation est de 0,1 s^{-1}.

Taille des cristallites

Les diamètres simulés D des cristallites et les DCE des cristallites déterminés expérimentalement sont donnés en Figure 5.8.

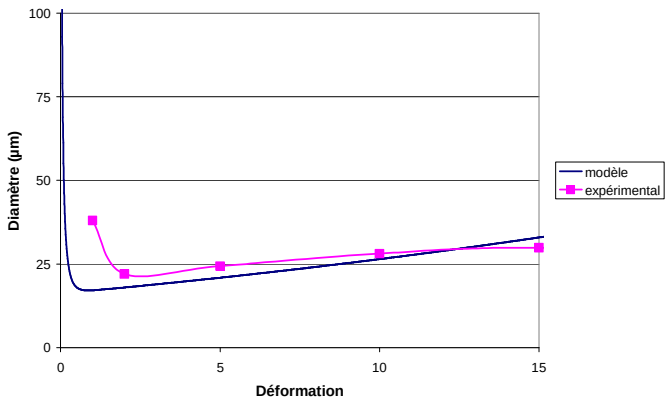


Figure 5.8 Evolution de la taille des cristallites expérimentale et simulée en fonction de la déformation ($0,1s^{-1}$; 1000°C)

Pour une vitesse de déformation de $0.1s^{-1}$ et une température de 1000°C, les résultats issus du modèle concordent bien avec les résultats expérimentaux. On observe une légère augmentation de la taille des cristallites avec la déformation.
Il serait cependant nécessaire de comparer d'autres résultats expérimentaux et simulés par modélisation dans différentes conditions de déformation.

<u>Désorientation moyenne des sous-joints</u>

Les désorientations moyennes des sous-joints, déterminées expérimentalement et par simulation, sont données en Figure 5.9.

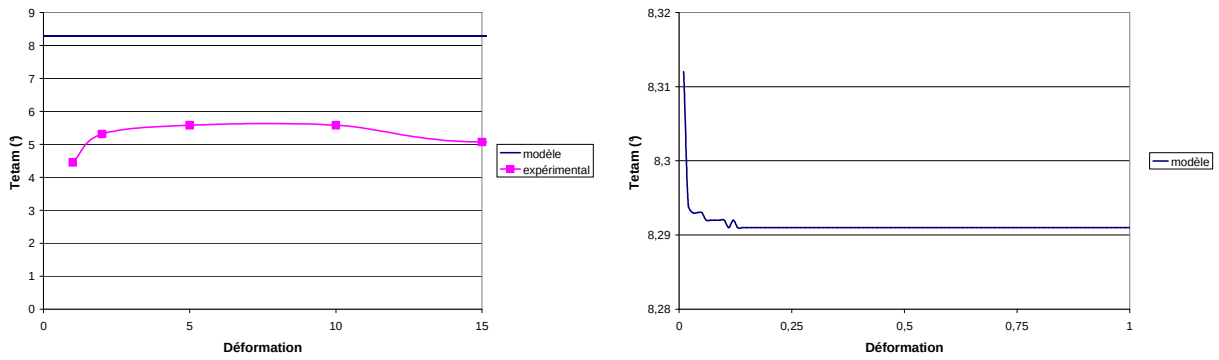


Figure 5.9 Evolution de la désorientation moyenne expérimentale et simulée des sous-joints en fonction de la déformation

On observe une surestimation de la désorientation moyenne des sous-joints simulée par rapport à celle déterminée expérimentalement de 2 à 3°. De plus, on remarque que la valeur simulée atteint un état stationnaire de manière extrêmement rapide, pour $\varepsilon \approx 0,15$.

Fraction de joints de grains

Les fractions de joints de grains déterminées expérimentalement et par simulation sont données en Figure 5.10.

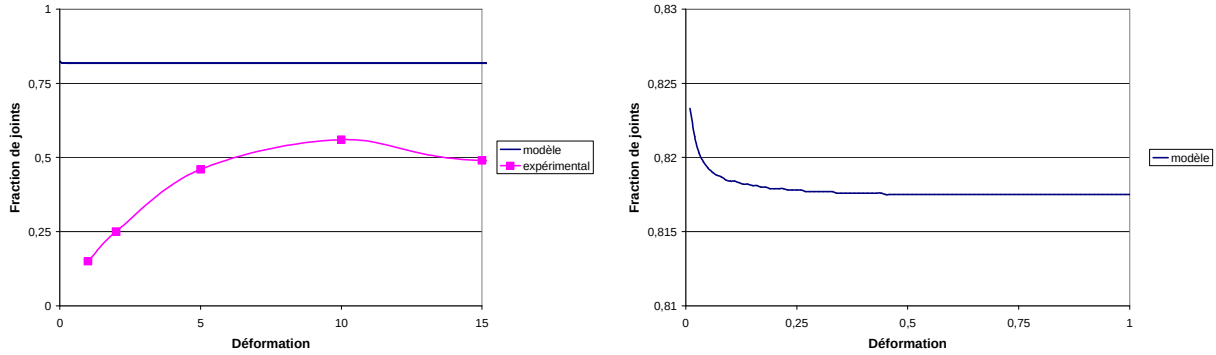


Figure 5.10 Evolution de la fraction de joints de grains expérimentale et simulée en fonction de la déformation

On observe, ici aussi, une surestimation de la fraction de joints de grains simulée par rapport à celle déterminée expérimentalement. De plus, alors que l'on observe une augmentation progressive de la fraction de joints de grains expérimentale correspondant à la transformation des sous-joints en joints de grains au cours de la déformation, la valeur simulée, quant à elle, diminue légèrement pour les déformations très faibles (ceci correspond à la formation de sous-joints de faible désorientation) et atteint un état stationnaire dès $\varepsilon \approx 0{,}5$.

Distribution des angles de désorientation

Les histogrammes des angles de désorientation correspondant aux sous-joints ($\theta<15°$) pour différent taux de déformation sont données en Figure 5.11.

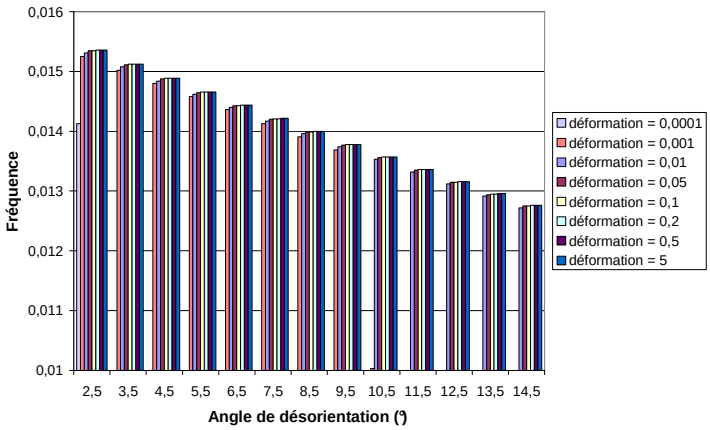


Figure 5.11 Histogrammes des angles de désorientation correspondant aux sous-joints en fonction de la déformation

Concernant les histogrammes des angles de désorientation correspondant aux sous-joints, on observe une très légère augmentation de l'angle de désorientation avec la déformation. Cependant, dans ce cas aussi, un état stationnaire est atteint trop rapidement pour $\varepsilon \approx 0{,}5$.

Après avoir comparé les résultats issus de la modélisation et les données expérimentales obtenues pour une température de 1000°C et une vitesse de $0.1 s^{-1}$, l'influence de différents paramètres (α, vitesse de migration des joints de grains, auto-échauffement) a été étudiée.

5.3.3 Influence de différents paramètres

Dans le cadre de cette étude, nous nous sommes placés dans les mêmes conditions que précédemment : la température est de 1000°C et la vitesse de déformation est de $0{,}1\ s^{-1}$.

5.3.3.1 Influence du paramètre α

L'influence du paramètre α sur la contrainte, le diamètre des cristallites, la fraction de joints et l'angle de désorientation moyen des sous-joints est illustrée en Figure 5.12.
Pour cette étude, la vitesse v_0 a été fixée à 10 µm/s.

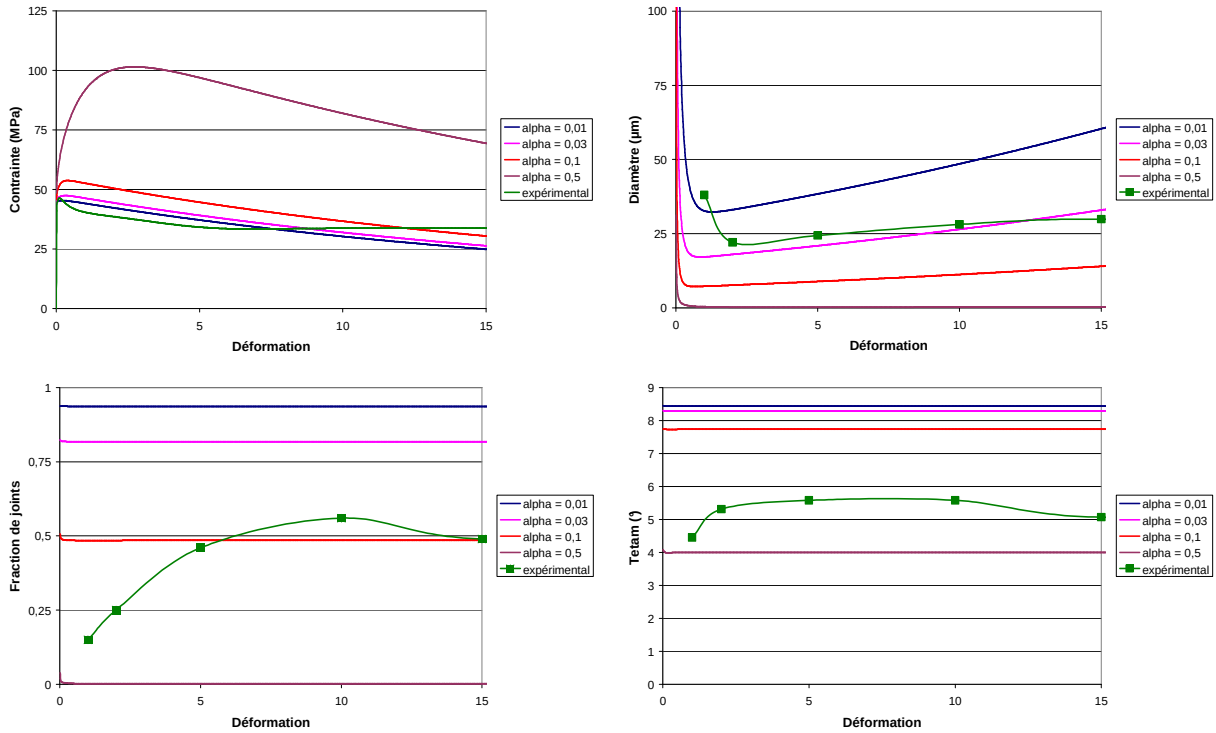


Figure 5.12 Influence du paramètre α

Pour rappel, le paramètre α correspond à la fraction de dislocations qui participent à la formation de nouveaux sous-joints d'angle de désorientation θ_0.
Plus il y a de dislocations qui forment de nouveaux sous-joints lors de la restauration dynamique, plus la quantité de sous-joints est grande et donc plus la fraction de joints de grains est faible. De plus, cela entraîne une augmentation de la proportion de parois de très faibles désorientations diminuant ainsi l'angle de désorientation moyen des sous-joints. Pendant ce même temps, la quantité de parois augmente rendant la structure plus fine. Le diamètre des cristallites étant plus faible, la contrainte augmente.
Ce paramètre a été fixé de sorte que l'on obtienne les résultats du modèle en accord avec les résultats expérimentaux de la partie 4.4.1. On remarque que la valeur de α en meilleur accord avec les résultats expérimentaux est 0,03.

5.3.3.2 Influence de la vitesse de migration des joints

L'influence de la vitesse de migration des joints sur la contrainte, le diamètre des cristallites, la fraction de joints et l'angle de désorientation moyen des sous-joints est illustrée en Figure 5.13.
Pour cette étude, la fraction α a été fixée à 0.03.

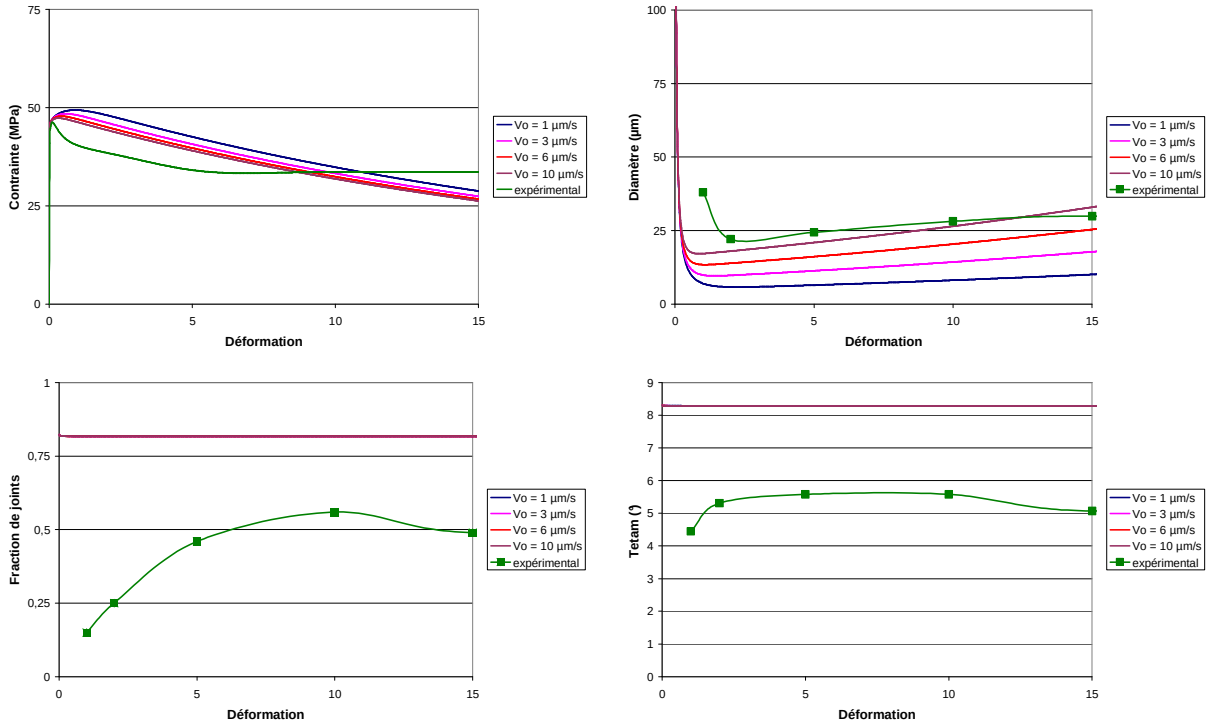


Figure 5.13 Influence de la vitesse de migration des joints

On remarque d'abord que la fraction de joints de grains ainsi que l'angle de désorientation moyen des sous-joints ne dépendent pas de la vitesse de migration des joints de grains.
Par contre, le diamètre des cristallites et par conséquent la contrainte dépendent de cette vitesse. Au cours de leur migration, les joints absorbent toutes les parois présentes dans le volume balayé. Ceci explique le fait que le diamètre est plus important lorsque la vitesse est plus élevée.
La vitesse de migration des joints a été fixée de sorte que l'on obtienne les résultats du modèle en accord avec les résultats expérimentaux de la partie 4.4.1. On remarque que la valeur de ν_0 en meilleur accord avec les résultats expérimentaux est 10µm/s (à 1000°C et 0,1s^{-1}).

5.3.3.3 Influence de l'auto-échauffement

Afin de simuler l'adoucissement de la contrainte au cours de la déformation pendant la recristallisation, un auto-échauffement de 10°C par unité de déformation ($dT/d\varepsilon = 10°C$) a été utilisé dans le modèle de RDC.
Dans cette partie, l'influence de cet auto-échauffement sur la contrainte, le diamètre des cristallites, la fraction de joints et l'angle de désorientation moyen des sous-joints est illustrée en Figure 5.14.
Ici la fraction α a été fixée à 0.03 et la vitesse v_0 à 10 µm/s.

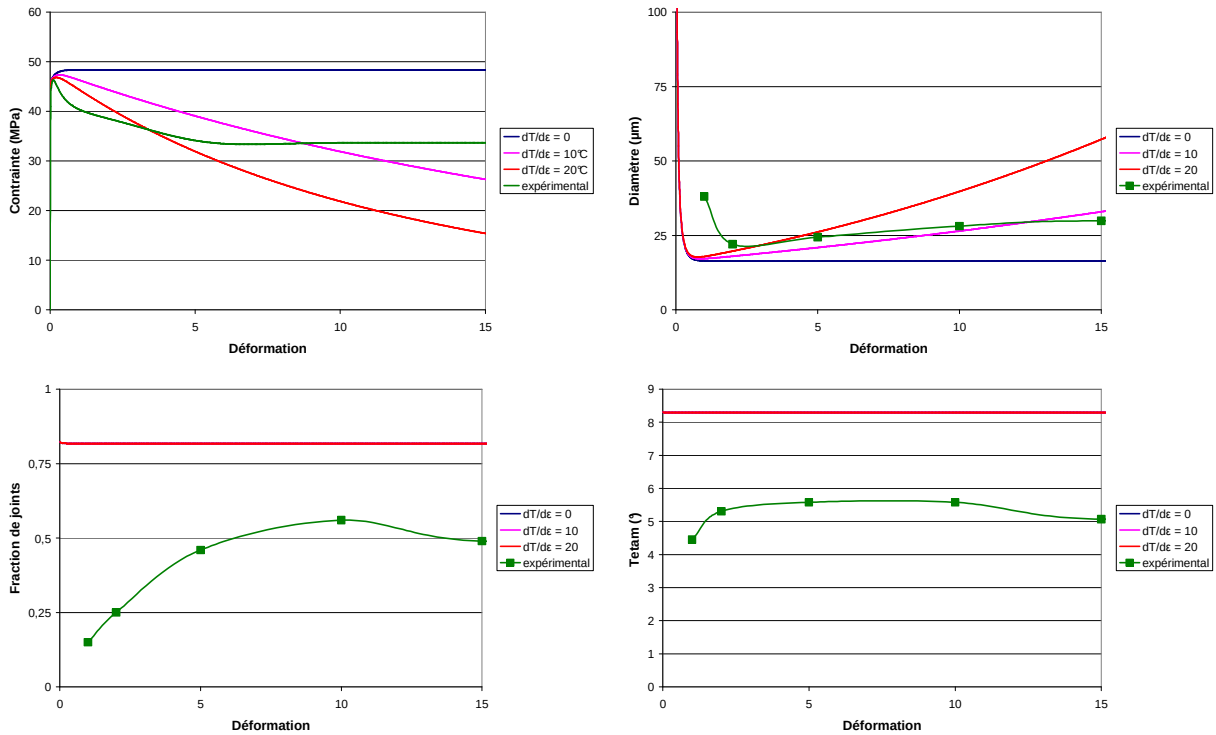


Figure 5.14 Influence de l'auto-échauffement

On remarque d'abord que la fraction de joints de grains ainsi que l'angle de désorientation moyen des sous-joints ne dépendent pas de l'auto-échauffement.
Par contre, le diamètre des cristallites et par conséquent la contrainte dépendent de celui-ci. En effet, lorsqu'un auto-échauffement est appliqué au cours de la déformation, la température augmente à chaque incrément de déformation entraînant une augmentation du diamètre moyen des cristallites et par conséquent une diminution de la contrainte.

5.4 Conclusion

Au cours de cette étude, le modèle développé par Gourdet et Montheillet [2003] pour la recristallisation dynamique continue a été utilisé. Le principe de ce modèle est de décrire l'évolution d'une structure polycristalline par l'intermédiaire de la répartition de la densité de dislocations au niveau des joints et sous-joints au cours de la déformation. Ce modèle permet de combiner les mécanismes élémentaires de la recristallisation dynamique continue tels que l'on peut les observer expérimentalement : la formation de sous-joints de très faible désorientation (2°), l'augmentation de la désorientation des sous-joints par accumulation de dislocations, la transformation de sous-joints en joints de grains quand une désorientation critique de 15° est atteinte et la migration des joints de grains.

Bien que ce modèle permette de reproduire qualitativement les évolutions de la microstructure, la comparaison des résultats expérimentaux et simulés fait apparaître un certain nombre de différences. En effet, la taille des cristallites augmente et par conséquent la contrainte diminue lorsque la température augmente et lorsque la vitesse diminue ce qui est conforme avec ce qui est attendu. De plus, la comparaison des courbes contrainte-déformation expérimentales et simulées montre une bonne correspondance pour des températures comprises entre 900 et 1100°C et des vitesses de déformation comprises entre 0,1 et $1s^{-1}$. Dans le cas d'une déformation effectuée à une température de 1000°C et une vitesse de $0,1s^{-1}$, l'évolution avec la déformation de la taille des cristallites simulée est correcte. Par contre, en ce qui concerne les évolutions avec la déformation de la désorientation moyenne des sous-joints, de la fraction des joints de grains et de la distribution des angles de désorientation, on remarque que l'état stationnaire est atteint beaucoup trop rapidement ($\varepsilon \approx 0,5$). Enfin, les influences du paramètre α, de la vitesse de migration des joints et de l'auto-échauffement ont été étudiées. Les résultats simulés concordant le mieux avec les résultats expérimentaux sont obtenus pour $\alpha = 0,03$, $v_0 = 10\mu m/s$ et $dT/d\varepsilon = 10°C$ (à 1000°C et $0,1s^{-1}$).

Il est enfin important de rappeler que dans ce modèle, la déformation est supposée homogène à l'échelle de l'élément de matière, ce qui constitue une hypothèse forte puisque l'on néglige les effets d'orientation cristallographique ainsi que les effets morphologiques et topologiques. Ceci peut très certainement expliquer les différences obtenues entre les résultats expérimentaux et simulés.

Chapitre VI

Conclusions et perspectives

6 Conclusions et perspectives

Aujourd'hui, en raison de la nécessité de diminuer l'émission de CO_2, la filière automobile se doit de trouver des solutions afin d'alléger les véhicules. La solution en rupture qui est en ce moment à l'étude chez ArcelorMittal est le développement d'aciers à l'aluminium.

Deux nuances "industrielles" ont été étudiées au cours de ce présent travail : l'acier Fe-8%Al entièrement ferritique à toutes températures et l'acier multiphasé Fe-8%Al-5%Mn-0,2%C pour lequel le laminage peut être intercritique. Ces aciers, en plus d'être plus légers, possèdent de bonnes propriétés mécaniques. Trois nuances modèles, de haute pureté, Fe-8%Al, Fe-8%Al-20ppmC et Fe-15%Al ont, de plus, été élaborées à l'Ecole des Mines de Saint-Etienne afin de tenter de mettre en évidence les effets spécifiques du carbone et de l'aluminium en solution solide.

Afin d'éviter les problèmes de "roping" (défauts de surface apparaissant après l'étape d'emboutissage à froid) liés à cette métallurgie spécifique, il était important de mieux comprendre les mécanismes de recristallisation se produisant au cours de la déformation à chaud afin de contrôler la microstructure et ainsi limiter ces défauts. A terme, l'optimisation des schémas de laminage à chaud permettra d'améliorer les propriétés de laminage à froid et de mise en forme (emboutissabilité).

Il est généralement admis, lors d'une déformation à chaud, que les alliages ferritiques, à haute énergie de défaut d'empilement, donnent lieu aux processus de recristallisation dynamique continue (RDC) et de recristallisation dynamique géométrique (RDG). Cependant, dans certaines conditions de déformation, il a été montré, au cours de cette étude, que ces alliages pouvaient aussi donner lieu au processus de recristallisation dynamique discontinue (RDD). Les mécanismes élémentaires contrôlant la RDC et la RDD sont les mêmes (écrouissage, restauration dynamique et migration des joints) mais les cinétiques sont différentes.
L'existence d'une transition entre les mécanismes de RDC et de RDD a ainsi été mise en évidence pour des températures comprises entre 900 et 1100°C et des vitesses de déformation comprises entre 0,1 et $50s^{-1}$. En effet, aux faibles vitesses et aux faibles températures de déformation, le mécanisme de recristallisation est contrôlé par le processus de RDC (pas d'observation de germes). Par contre, lorsque la vitesse de déformation et la température augmentent, on observe la naissance de grains (vierges de sous-structures) montrant l'activation de la RDD.

Suivant les nuances, la transition RDC/RDD ne s'effectue pas pour les mêmes conditions de déformation.
Il est ainsi plus « facile » de faire recristalliser par RDD les alliages modèles que les alliages industriels. En effet, les alliages modèles étant des alliages de très haute pureté, la vitesse de migration des joints de grains y est par conséquent bien plus importante que pour une nuance classique, ce qui favorise la RDD.
Concernant les deux nuances industrielles, il semblerait que la nuance biphasée Fe-8%Al-5%Mn-0,2%C soit plus « facile » à faire recristalliser par RDD que la nuance ferritique Fe-8%Al. En effet, les îlots d'austénite (phase plus dure que la ferrite) de la nuance biphasée entraînent une augmentation de l'écrouissage local lors de la déformation, ce qui a pour conséquence une augmentation de l'énergie stockée permettant ainsi la germination et la croissance de nouveaux grains (« Particle Stimulated Nucleation »).

De manière plus générale, une augmentation de la température entraîne une forte augmentation de la vitesse de migration des joints de grains ce qui favorise la RDD. Une augmentation de la vitesse de déformation engendre, quant à elle, une diminution de l'efficacité de la restauration dynamique. L'écrouissage est donc important, ce qui conduit à l'accumulation locale d'importantes densités de dislocations dans le matériau provoquant la germination de nouveaux grains.

La recristallisation post-dynamique a aussi été étudiée au cours de ce travail. Des maintiens en température après déformation ont été effectués sur l'ensemble des nuances afin d'observer l'évolution de la microstructure après différentes durées.
Concernant les alliages modèles, une importante augmentation de la taille de grains a été observée durant les maintiens en température. Pour les nuances industrielles, la présence d'austénite dans l'alliage biphasé permet de freiner la croissance des grains ferritiques et ainsi d'obtenir une structure plus fine que celle de l'alliage Fe-8%Al.

Pour terminer, en ce qui concerne les alliages modèles, une observation intéressante mériterait d'être approfondie : le carbone en solution solide semble favoriser la recristallisation alors que l'aluminium en solution solide semble la retarder. Cette observation s'appuie sur les résultats obtenus dans les parties 4.4.3 (recristallisation post-dynamique) et 4.6.1 (transition RDC/RDD). Il serait nécessaire d'effectuer d'autres essais afin de confirmer cette observation.

En ce qui concerne la texture, l'orientation la plus intense au domaine stationnaire, dans le cas d'un cisaillement négatif (torsion), est $D2\{\bar{1}\bar{1}2\}<111>$. C'est un résultat connu que l'on retrouve pour l'ensemble des matériaux cubiques centrés.
Après déformation par compression plane, on remarque que les grains recristallisés n'ont pas d'orientations préférentielles. Il apparaît donc que le mécanisme de recristallisation dynamique discontinue a pour effet de « randomiser » (distribuer de manière aléatoire et uniforme) les orientations cristallographiques des grains. Les grains non recristallisés, par contre, possèdent une orientation cube tourné H {001}<110> intense. Après un maintien en température, la structure est entièrement recristallisée et ne possède plus de grains initiaux allongés appartenant à la fibre α. L'orientation H n'est plus présente. On observe une texture très peu intense sans orientation préférentielle.

Afin de réduire les phénomènes de roping, il semble donc avantageux de recristalliser la structure par un mécanisme de recristallisation dynamique discontinue. En effet, les tôles avec les plus faibles gradients de texture dans l'épaisseur ont les plus faibles tendances au roping d'après Shin *et al.* [2003].

Après avoir étudié et caractérisé la recristallisation dynamique et post-dynamique se produisant dans ces nuances en fonction des conditions de déformation, le modèle développé par Gourdet et Montheillet [2003] pour la recristallisation dynamique continue a été utilisé afin de simuler une passe de laminage. En effet, lors du laminage à chaud, les taux de déformation par passe étant limités ($\varepsilon \approx 0.5$), l'énergie stockée est donc relativement faible et ne permet très certainement pas la germination de nouveaux grains par le mécanisme de recristallisation dynamique discontinue.

Le principe de ce modèle est de décrire l'évolution d'une structure polycristalline par l'intermédiaire de la répartition de la densité de dislocations au niveau des joints et sous-joints au cours de la déformation. Ce modèle permet de combiner les mécanismes élémentaires de la recristallisation dynamique continue tels que l'on peut les observer expérimentalement : la formation de sous-joints de très faible désorientation (2°), l'augmentation de la désorientation des sous-joints par accumulation de dislocations, la transformation de sous-joints en joints de grains quand une désorientation critique de 15° est atteinte et la migration des joints de grains.

Ce modèle a été appliqué à la nuance industrielle Fe-8%Al. La composition du matériau, la température et les vitesses de déformation ont été prises en compte par l'intermédiaire des variations des paramètres d'écrouissage (h) et de restauration dynamique (r) et de la vitesse de migration des joints de grains. Pour cela une étude rhéologique a été effectuée sur les différentes nuances industrielles et modèles afin de déterminer les paramètres rhéologiques h et r en fonction de la température et de la vitesse de déformation. Une nouvelle loi microscopique, appelée loi exponentielle, décrivant l'évolution de la densité de dislocations en fonction de la déformation a été proposée et utilisée dans le modèle.

Ce modèle permet de reproduire qualitativement les évolutions de la microstructutre mais la comparaison des résultats expérimentaux et simulés fait apparaître un certain nombre de différences. Dans ce modèle, la déformation est supposée homogène à l'échelle de l'élément de matière, ce qui constitue une hypothèse forte puisque l'on néglige les effets d'orientation cristallographique ainsi que les effets morphologiques et topologiques. Ceci peut très certainement expliquer les différences obtenues entre les résultats expérimentaux et simulés.

Afin de valider les évolutions des grandeurs microstructurales prédites par le modèle, il serait nécessaire d'effectuer des essais à des conditions de déformation autres que T = 1000°C et $V_{déf} = 0{,}1s^{-1}$. Il serait par conséquent possible de comparer les tailles de grains expérimentales et simulées en fonction de la température, de la vitesse et de la déformation.

Afin d'améliorer le modèle de recristallisation actuel, plusieurs suggestions vont être proposées.

En l'absence de données expérimentales sur la valeur du paramètre de répartition des dislocations α, celui-ci a été fixé à 0,03 de sorte que l'on obtienne des résultats du modèle en accord avec les résultats expérimentaux de la partie 4.4.1. Gourdet [1997] a proposé de faire varier le paramètre α en fonction de la taille de la structure selon une fonction sigmoïdale. En effet, on peut facilement imaginer que plus la taille de grains est grande, moins il y a de dislocations absorbées par les parois préexistantes (sous-joints ou joints de grains) et donc plus α est grand.

Lorsqu'un sous-joint absorbe des dislocations, sa désorientation augmente. La relation utilisée dans le modèle actuel suppose que la vitesse de désorientation moyenne dθ/dt ne dépend pas de l'angle de désorientation θ. Toutefois, il semble qu'une fonction croissante donne dans certains cas des résultats en meilleur accord avec les données expérimentales [Thomas, 2005].

Comme nous l'avons déjà dit, la déformation est supposée homogène à l'échelle de l'élément de matière (hypothèse de Taylor). Pour évaluer les effets liés à l'orientation cristallographique, il serait, par conséquent, nécessaire d'effectuer d'autres essais afin de déterminer qu'elles sont les orientations qui se fragmentent le plus rapidement et celles qui, au contraire, se fragmentent le plus lentement.

Après avoir amélioré la partie dynamique de la recristallisation, il serait important d'ajouter, au modèle actuel la partie post-dynamique afin d'avoir un modèle complet pouvant simuler une passe et un maintien en température. Pour cela, après la déformation, Gaudout [2009] a décrit les évolutions post-dynamiques par un modèle de croissance de grains considérant, comme conditions initiales, les résultats du modèle développé par Gourdet et Montheillet [2003]. Le lien entre le modèle de recristallisation dynamique continue et le modèle post-dynamique se fait à travers une densité de germes potentiels mais aussi à travers la densité de dislocations qui détermine la vitesse de croissance des grains.
A terme, il serait intéressant de réaliser un modèle multipasses pouvant simuler une succession de passes et de maintiens en température afin de pouvoir déterminer quelles sont les conditions de déformation optimales permettant d'obtenir la microstructure souhaitée c'est-à-dire la plus fine, la plus équiaxe et la moins texturée possible.

Pour terminer, ce travail permet de mettre en avant quelques recommandations pour l'optimisation des schémas industriels de laminage à chaud.
Afin d'obtenir une structure entièrement recristallisée avec une taille de grains « optimale » c'est-à-dire la plus fine possible, il est important d'emmagasiner le maximum d'énergie dans le matériau. Pour cela, il est recommandé d'effectuer le maximum de déformation par passe avec une vitesse de déformation (c'est-à-dire une vitesse d'avancée de bande) maximale. En ce qui concerne la température, il a été montré qu'elle devait être la plus élevée possible. Plus précisément, pour les alliages multiphasés Fe-Al-Mn-C, il est important d'effectuer le laminage à chaud dans le domaine biphasé $\alpha + \gamma$ afin d'obtenir un effet PSN (Particle Stimulated Nucleation) favorable à la recristallisation. Il sera donc important, lors du dégrossissage, de ne pas monter au dessus d'une température d'environ 1250°C pour ne pas réaliser le début du laminage dans le domaine ferritique. Après une passe de laminage, le temps interpasse doit aussi être optimisé. Il ne faut pas qu'il soit trop court pour permettre aux grains de croître, mais il ne doit pas non plus être trop long pour éviter que les grains atteignent une taille trop importante.
Des essais « multi-passes » seraient nécessaires afin de totalement valider ces préconisations.

Chapitre VII

Annexe

7 Annexe

7.1 Analyse mécanique de l'essai de torsion [Montheillet et Desrayaud]

L'éprouvette de torsion, échantillon cylindrique (plein) de section circulaire de longueur utile L et de rayon R, est fixée à l'une de ses extrémités et entraînée à l'extrémité opposée à la vitesse angulaire $\dot{\Omega} = 2\pi\dot{N}$ (rad/s) où $\dot{N}$ désigne la vitesse de rotation imposée en tours par seconde (Figure 7.1).

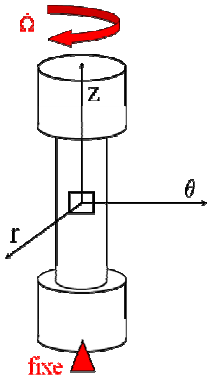


Figure 7.1 Représentation d'un essai de torsion

7.1.1 Etude cinématique

L'hypothèse d'homogénéité du matériau amène à supposer une distribution linéaire de la vitesse de rotation $\dot{\omega}(z)$ le long du fût de l'éprouvette :

$$\dot{\omega}(z) = \frac{z}{L} \cdot \dot{\Omega}$$

Comme le rayon R et la longueur L ne varient pas au cours de l'essai, on peut supposer en outre que les composantes correspondantes du champ de vitesse sont nulles ($\dot{u}_r = \dot{u}_z = 0$).

Enfin, on admet que la distribution de $\dot{u}_\theta$ le long du rayon est linéaire, ce qui signifie que les rayons demeurent rectilignes pendant la torsion de l'échantillon. Autrement dit, chaque section normale à z tourne autour de cet axe sans se déformer (Figure 7.2).

D'où l'expression du champ de vitesse :

$$\begin{cases} \dot{u}_r = 0 \\ \dot{u}_\theta = \dfrac{\dot{\Omega}}{L} r z \\ \dot{u}_z = 0 \end{cases}$$

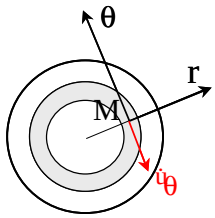


Figure 7.2 Section de l'éprouvette normale à l'axe de rotation

La trajectoire d'un point matériel M de coordonnées initiales (r_0, θ_0, z_0) est donc le cercle d'axe z situé dans le plan $z = z_0$ et de rayon r_0. Ci-dessous l'expression du tenseur gradient des vitesses :

$$\text{grad}\,\dot{u} = \begin{bmatrix} 0 & -z & 0 \\ z & 0 & r \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \frac{\dot{\Omega}}{L}$$

et donc le tenseur des vitesses de déformation a pour expression :

$$\dot{\varepsilon} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & r \\ 0 & r & 0 \end{bmatrix} \frac{\dot{\Omega}}{2L}$$

Celui-ci correspond localement à un cisaillement simple (Figure 7.3).

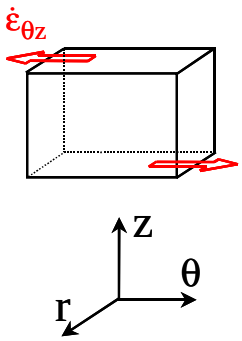


Figure 7.3 Sollicitation d'un élément de matière

Toutefois, le champ de vitesse et le tenseur des vitesses de déformation associé sont hétérogènes pour deux raisons : d'une part le système d'axes (r, θ, z) dépend du point considéré et d'autre part le tenseur $\dot{\varepsilon}$ est fonction de la variable r.

En prenant la norme, on obtient la vitesse de déformation équivalente de von Mises qui s'écrit :

$$\dot{\bar{\varepsilon}} = \frac{\dot{\Omega}}{\sqrt{3}} \cdot \frac{r}{L} = \frac{2\pi \dot{N}}{\sqrt{3}} \cdot \frac{r}{L} \qquad 7\text{-}1$$

Cette expression montre que $\dot{\bar{\varepsilon}}$ ne dépend que de r et demeure donc constante au cours du temps pour tout élément de matière. Il est donc aisé de calculer la déformation équivalente de tout élément situé au rayon r :

$$\bar{\varepsilon} = \frac{\Omega}{\sqrt{3}} \cdot \frac{r}{L} = \frac{2\pi N}{\sqrt{3}} \cdot \frac{r}{L} \qquad 7\text{-}2$$

avec Ω : angle de torsion imposé correspondant au nombre de tours $N = \frac{\Omega}{2\pi}$.

Pour r = R (à la surface), on obtient donc :

$$\bar{\varepsilon} = \frac{\Omega}{\sqrt{3}} \cdot \frac{R}{L} = \frac{2\pi N}{\sqrt{3}} \cdot \frac{R}{L} \qquad 7\text{-}3$$

Ainsi, dans l'essai de torsion, les grandeurs $\dot{\bar{\varepsilon}}$ et $\bar{\varepsilon}$ sont intrinsèquement hétérogènes : elles varient linéairement de 0 sur l'axe de l'éprouvette à une valeur maximale à la surface de celle-ci (pour r = R).

7.1.2 Détermination de la contrainte d'écoulement

Afin de pouvoir tracer les courbes contrainte-déformation, il est maintenant nécessaire de déterminer l'expression reliant la contrainte équivalente au couple de torsion mesuré Γ.

Le couple de torsion Γ est l'intégrale suivant r du moment de la cission $\tau = \sigma_{\theta z}$:

$$\Gamma = 2\pi \int_0^R \tau \cdot r^2 \cdot dr \qquad 7\text{-}4$$

Dans le cas d'un matériau rigide *parfaitement plastique* isotrope dont le comportement est régi par le critère de von Mises, $\tau = \sigma / \sqrt{3}$, où σ désigne la contrainte d'écoulement, le couple s'écrit alors :

$$\Gamma = 2\pi \cdot \frac{\sigma}{\sqrt{3}} \cdot \frac{R^3}{3}$$

d'où l'on déduit la contrainte d'écoulement :

$$\sigma = \frac{3\sqrt{3}}{2\pi R^3} \cdot \Gamma$$

En revanche dans le *cas général*, en particulier à haute température, la contrainte d'écoulement σ et par suite la cission τ sont des fonctions (inconnues) de $\bar{\varepsilon}$ et $\dot{\bar{\varepsilon}}$ et le calcul ci-dessus n'est plus possible. Toutefois, Fields et Backofen [1957], dont la démonstration est reproduite ci-dessous, ont montré la possibilité de déduire du couple la valeur de σ à la surface de l'éprouvette (r = R).

En considérant la cission $\tau(\bar{\varepsilon}, \dot{\bar{\varepsilon}})$ comme fonction de r, l'intégrale de (7-4) peut être calculée par parties :

$$J = \int_0^R \tau r^2 dr = \left[\tau(r) \frac{r^3}{3} \right]_0^R - \frac{1}{3} \int_0^R \frac{d\tau}{dr} r^3 dr \qquad 7\text{-}5$$

Or, $\frac{d\tau}{dr} = \frac{\partial \tau}{\partial \bar{\varepsilon}} \frac{d\bar{\varepsilon}}{dr} + \frac{\partial \tau}{\partial \dot{\bar{\varepsilon}}} \frac{d\dot{\bar{\varepsilon}}}{dr}$ et d'après les relations (7-1) et (7-2), pour r fixé, $\frac{\partial \tau}{\partial \bar{\varepsilon}} = \frac{\partial \tau}{\partial N} \frac{\sqrt{3} L}{2\pi r}$ et de même $\frac{\partial \tau}{\partial \dot{\bar{\varepsilon}}} = \frac{\partial \tau}{\partial \dot{N}} \frac{\sqrt{3} L}{2\pi r}$. Suivant les mêmes relations, l'analyse étant effectuée à N et $\dot{N}$ fixés, $\frac{d\bar{\varepsilon}}{dr} = \frac{2\pi N}{\sqrt{3} L}$ et de même $\frac{d\dot{\bar{\varepsilon}}}{dr} = \frac{2\pi \dot{N}}{\sqrt{3} L}$, ce qui permet d'écrire :

$$\frac{d\tau}{dr} = \frac{\partial \tau}{\partial N} \frac{N}{r} + \frac{\partial \tau}{\partial \dot{N}} \frac{\dot{N}}{r}$$

La relation (7-5) devient alors :

$$J = \tau(R)\frac{R^3}{3} - \frac{1}{3}\int_0^R N\frac{\partial\tau}{\partial N}r^2dr - \frac{1}{3}\int_0^R \dot{N}\frac{\partial\tau}{\partial\dot{N}}r^2dr \qquad 7\text{-}6$$

Par ailleurs, en dérivant l'expression de J par rapport à N et à $\dot{N}$, on obtient les relations $\frac{\partial J}{\partial N} = \int_0^R \frac{\partial\tau}{\partial N}r^2dr$ et $\frac{\partial J}{\partial\dot{N}} = \int_0^R \frac{\partial\tau}{\partial\dot{N}}r^2dr$, ce qui donne en reportant dans (7-6) :

$$J = \tau(R)\frac{R^3}{3} - \frac{N}{3}\frac{\partial J}{\partial N} - \frac{\dot{N}}{3}\frac{\partial J}{\partial\dot{N}}$$

d'où l'on déduit $\tau(R)$:

$$\tau(R) = \frac{3}{R^3}\left(J + \frac{N}{3}\frac{\partial J}{\partial N} + \frac{\dot{N}}{3}\frac{\partial J}{\partial\dot{N}}\right) = \frac{\Gamma}{2\pi R^3}\left(3 + \frac{\partial\ln\Gamma}{\partial\ln N} + \frac{\partial\ln\Gamma}{\partial\ln\dot{N}}\right) \qquad 7\text{-}7$$

Ainsi la cission $\tau(R)$ ne dépend pas que du couple instantané $\Gamma(N,\dot{N})$, mais également de ses dérivées partielles $\tilde{n} = \left.\frac{\partial\ln\Gamma}{\partial\ln N}\right|_{\dot{N}}$ et $\tilde{m} = \left.\frac{\partial\ln\Gamma}{\partial\ln\dot{N}}\right|_{N}$, qui caractérisent respectivement l'influence du nombre de tours et de la vitesse de rotation sur le couple de torsion. Ces deux paramètres correspondent, à l'échelle de l'essai, aux paramètres rhéologiques d'écrouissage n et de sensibilité à la vitesse de déformation m. Jusqu'ici, on a seulement supposé que τ ne dépendait que de $\bar{\varepsilon}$ et $\dot{\bar{\varepsilon}}$ et de manière implicite que la température de l'échantillon était uniforme et constante dans le temps. Si de plus le matériau est isotrope et obéit au critère de von Mises, la relation (7-7) devient :

$$\sigma(R) = \frac{\sqrt{3}\Gamma}{2\pi R^3}\left(3 + \tilde{n} + \tilde{m}\right) \qquad 7\text{-}8$$

où l'on retrouve le cas parfaitement plastique en faisant $\tilde{n} = \tilde{m} = 0$

Connaissant le couple de torsion, on pourra donc déterminer la contrainte.

Chapitre VIII

Références

8 Références

Amelinckx A., Dekeyser W. (**1959**)
The structure and properties of grain boundaries – Solid State Physics – 8 – p. 325-499

Baczynski J., Jonas J.J. (**1996**)
Texture development during the torsion testing of α-iron and two IF steels – Acta Materialia – 44 – 11 – p. 4273-4288

Baczynski J., DeArdo I., Jonas J.J. (**1998**)
Dynamic recrystallization textures in ferrite and ferritic stainless steels – Materials Science Forum – 273-275 – p. 465-470

Basinski Z.S. (**1959**)
Thermally activated glide in fcc metals and its application to the theory of strain hardening – Philosophical Magazine – 4 – 40 – p. 393-432

Bradley A.J., Jay A.H. (**1932**)
The formation of superlattices in alloys of iron and aluminium – Proceedings of the Royal Society of London – Series A – 136 – 829 – p. 210-232

Brux U., Frommeyer G., Jimenez J. (**2002**)
Light-weight steels based on iron-aluminium - influence of micro alloying elements (B, Ti, Nb) on microstructures, textures and mechanical properties – Steel Research – 73 – 12 – p. 543-548

Buckley R.A., Kaviani S. (**1998**)
Some aspects of rapid solidification processing of Fe-Al-X alloys – Materials Science and Engineering A – 258 – 1-2 – p. 173-180

Castro-Fernandez F.R., Sellars C.M. (**1989**)
Relationship between room-temperature proof stress, dislocation density and subgrain size – Philosophical Magazine A – 60 – 4 – p. 487-506

Chao C.Y., Hwang C.N., Liu T.F. (**1996**)
Grain boundary precipitation behaviors in an Fe-9.8Al-28.6Mn-0.8Si-1.0C alloy – Scripta Materialia – 34 – 1 p. 75-81

Chao C.Y., Liu C.H. (**2002**)
Effects of Mn contents on the microstructure and mechanical properties of the Fe-10Al-xMn-1.0C alloy – Materials Transactions – 43 – 10 – p. 2635-2642

Cheng W.C., Lin H.Y. (**2002**)
The precipitation of fcc phase from bcc matrix in an Fe-Mn-Al alloy – Materials Science and Engineering A – 323 – 1-2 – p. 462-466

Choo W.K., Kim J.H., Yoon J.C. (**1997**)
Microstructural change in austenitic Fe-30.0wt%Mn-7.8wt%Al-1.3wt%C initiated by spinodal decomposition and its influence on mechanical properties – Acta Materialia – 45 – 12 – p. 4877-4885

Chovet C., Gourdet S., Montheillet F. (**2000**)
Modelling the transition from discontinuous to continuous dynamic recrystallization with decreasing purity in aluminium – Materials Transactions – 41 – 1 – p. 109-112

Chovet-Sauvage C. (**2000**)
Evolution des microstructures et des textures en grande déformation à chaud d'un alliage Al-Mg-Si (thèse) – Ecole des Mines de Saint-Etienne

Chu J.P., Wu J.H., Yasuda H.Y., Umakoshi Y., Inoue K. (**2000a**)
Electron backscattered diffraction study on superplastic properties of coarse-grained Fe-27at%Al – Intermetallics – 8 – 1 – p. 39-46

Chu J.P., Yasuda H.Y., Umakoshi Y., Inoue K. (**2000b**)
Electron backscattered diffraction study on superplastic coarse-grained Fe-27at.%Al: processing effects – Intermetallics – 8 – 9-11 – p. 1075-1079

Connétable D., Maugis P. (**2008**)
First principle calculations of the kappa-Fe_3AlC perovskite and iron-aluminium intermetallics – Intermetallics – 16 – 3 – p. 345-352

De Hoff R.T., Rhines F.W. (**1968**)
Quantitative metallography – Mc Graw-Hill Book – New-York

DeVan J.H., Tortorelli P.F. (**1993**)
The oxidation-sulfidation behavior of iron alloys containing 16-40 at% aluminium – Corrosion Science – 35 – 5-8 – p. 1065-1071

Eghbali B., Abdollah-zadeh A., Hodgson P.D. (**2007**)
Dynamic softening of ferrite during large strain warm deformation of a plain-carbon steel – Materials Science and Engineering A – 462 – 1-2 – 259-263

Estrin Y., Mecking H. (**1984**)
A unified phenomenological description of work hardening and creep based on one-parameter models – Acta Metallurgica – 32 – 1 – p. 57-70

Evans R.W., Scharning P.J. (**2004**)
Systematic errors in flow stress measurement for the hot plane strain compression test – Materials Science and Technology – 20 – 4 – p. 431-440

Fabrègue P. (sans date)
Métallurgie du laminage à chaud – Techniques de l'Ingénieur – Ref M7860

Falat L., Sauthoff G., Frommeyer G. (**2005**)
Mechanical properties of Fe-Al-M-C (M=Ti, V, Nb, Ta) alloys with strengthening carbides and Laves phase – Intermetallics – 13 – 12 – p. 1256-1262

Fields D.F., Backofen W.A. (**1957**)
Determination of strain-hardening characteristics by torsion testing – Proceedings of the 60th Annual Meeting of the American Society for Testing and Materials – 57 – p. 1259-1272

François D. (sans date)
Essais d'aptitude à la mise en forme – Techniques de l'Ingénieur – Ref M4162

Frommeyer G., Drewes E.J., Engl B. (**2000**)
Physical and mechanical properties of iron-aluminium-(Mn, Si) lightweight steels – La Revue de Métallurgie – 97 – 10 – p. 1245-1253

Frost H.J. and Ashby M.F. (**1982**)
Deformation mechanism maps, the plasticity and creep of metals and ceramics

Garat X. (**2010**)
Rapport interne ArcelorMittal : New low density duplex grades, effects of the chemical compositions and hot rolling conditions

Gaudout B. (**2009**)
Modélisation des évolutions microstructurales et étude de la lubrification par film solide lors du filage à chaud d'alliages de zirconium (thèse) – Ecole des Mines de Paris

Glover G., Sellars C.M. (**1973**)
Recovery and recrystallization during high temperature deformation of α-iron – Metallurgical Transactions – 4 – p. 765-775

Gourdet S. (**1997**)
Etude des mécanismes de recristallisation au cours de la déformation à chaud de l'aluminium (thèse) – Ecole des Mines de Saint-Etienne

Gourdet S., Montheillet F. (**2003**)
A model of continuous dynamic recrystallization – Acta Materialia – 51 – 9 – p. 2686-2699

Grassel O., Kruger L., Frommeyer G., Meyer L.W. (**2000**)
High strength Fe-Mn-(Al, Si) TRIP/TWIP steels development - properties - application – International Journal of Plasticity – 16 – 10-11 – p. 1391-1409

Han K.H. (**2000**)
The microstructures and mechanical properties of an austenitic Nb-bearing Fe-Mn-Al-C alloy processed by controlled rolling – Materials Science and Engineering A – 279 – 1-2 – p. 1-9

Herrmann J., Inden G., Sauthoff G. (**2003**)
Deformation behaviour of iron-rich iron-aluminium alloys at low temperatures – Acta Materialia – 51 – 10 – p. 2847-2857

Hinton J.S., Beynon J.H. (**2007**)
Restoration processes during hot deformation in the δ-ferrite and austenite dual phase region of AISI430 ferritic stainless steel – Iron and Steel Institute of Japan International – 47 – 10 – p. 1465-1474

Hocquard C. (**2005**)
Industrie automobile : allégements versus dérive pondérale
http://www.dgemp.minefi.gouv.fr/energie/matieres/textes/ecomine_note_sept05.htm

Holt D.L. (**1970**)
Dislocation cell formation in metals – Journal of Applied Physics – 41 – 8 – p. 3197-3201

Huh M.-Y., Engler O. (**2001**)
Effect of intermediate annealing on texture, formability and ridging of 17%Cr ferritic stainless steel sheet – Materials Science and Engineering A – 308 – 1-2 – p. 74-87

Humphreys F.J. (**2001**)
Review : Grain and subgrain characterisation by electron backscatter diffraction – Journal of Materials Science – 36 – 16 – p. 3833-3854

Humphreys F.J., Hatherly M. (**2004**)
Recrystallization and Related Annealing Phenomena (Second Edition) – Chapter 14 – Continuous Recrystallization During and after Large Strain Deformation – p. 451-467

Humphreys F.J., Hatherly M. (**2004**)
Recrystallization and Related Annealing Phenomena (Second Edition) – Chapter 3 – Deformation textures – p. 67-89

Hutchinson W.B., (**1989**)
Recrystallisation textures in iron resulting from nucleation at grain boundaries – Acta Metallurgica – 37 – 4 – p. 1047-1056

Hwang K.H., Wan C.M., Byrne J.G. (**1991**)
Phase transformation in a duplex Fe-Mn-Al-C alloy – Materials Science and Engineering A – 132 – p. 161-169

Hwang C.N., Liu T.F. (**1997**)
The as-quenched microstructures of Fe-9Al-30Mn-1.2C-xSi alloys – Scripta Materialia – 36 – 8 – p. 853-859

Ikeda O., Ohnuma I., Kainuma R., Ishida K. (**2001**)
Phase equilibria and stability of ordered bcc phases in the Fe-rich portion of the Fe-Al system – Intermetallics – 9 – 9 – p. 755-761

Ishida K., Ohtani H., Satoh N., Kainuma R., Nishizawa T. (**1990**)
Phase equilibria in Fe-Mn-Al-C alloys – Iron and Steel Institute of Japan International – 30 – 8 – p. 680-686

Jonas J.J., Quelennec X., Jiang L., Martin E. (**2009**)
The Avrami kinetics of dynamic recrystallization – Acta Materialia – 57 – 9 – p. 2748-2756

Kang J.H., Torizuka S. (**2007**)
Dynamic Recrystallization by large strain deformation with a high strain rate in an ultralow carbon steel – Scripta Materialia – 57 – p. 1048-1051

Kim Y.G., Han J.M., Lee J.S. (**1989**)
Composition and temperature dependence of tensile properties of austenitic Fe-Mn-Al-C alloys – Materials Science and Engineering A – 114 – p. 51-59

Kimura Y., Handa K., Hayashi K., Mishima Y. (**2004**)
Microstructure control and ductility improvement of the two-phase γ-Fe/κ-(Fe, Mn)$_3$AlC alloys in the Fe-Mn-Al-C quaternary system – Intermetallics – 12 – 6 – p. 607-617

Kobayashi S., Zaefferer S., Schneider A., Raabe D., Frommeyer G. (**2004**)
Slip system determination by rolling texture measurements around the strength peak temperature in a Fe$_3$Al-based alloy – Materials Science and Engineering A – 387-389 – p. 950-954

Kobayashi S., Takasugi T. (**2007**)
Grain refinement of a Fe$_3$Al-based alloy using κ-Fe$_3$AlC precipitate particles stimulating nucleation of recrystallization – Intermetallics – 15 – 12 – p. 1659-1665

Laasraoui A., Jonas J.J. (**1991**)
Prediction of steel flow stresses at high temperatures and strain rates – Metallurgical Transactions A – 22 – 7 – p. 1545-1558

Li M.C., Chang H., Kao P.W., Gan D. (**1999**)
The effect of Mn and Al contents on the solvus of κ phase in austenitic Fe-Mn-Al-C alloys – Materials Chemistry and Physics – 59 – 1 – p. 96-99

Lin D., Lin T.L., Shan A., Chen M. (**1996**)
Superplasticity in large-grained Fe_3Al alloys – Intermetallics – 4 – 6 – p. 489-496

Lin D., Liu Y. (**1999**)
Microstructural evolution and mechanisms of superplasticity in large-grained iron aluminides – Materials Science and Engineering A – 268 – 1-2 – p. 83-89

Lin D., Liu Y. (**2002**)
An electron back-scattered diffraction study on the microstructural evolution in large-grained iron aluminides during superplastic deformation – Materials Science and Engineering A – 329-331 – p. 863-871

Lim S.M. (**2008**)
Caractérisation et modélisation des microstructures et des textures d'alliages ferritiques en grande déformation : genèse d'alliages à grains ultrafins (thèse) – Ecole des Mines de Saint-Etienne

Liu X.J., Hao S.M., Xu L.Y., Guo Y.F., Chen H. (**1996**)
Experimental study of the phase equilibria in the Fe-Mn-Al system – Metallurgical and Materials Transactions A – 27 – 9 – p. 2429-2435

Loveday M.S., Mahon G.J., Roebuck B., Lacey A.J., Palmiere E.J., Sellars C.M., van der Winden M.R. (**2006**)
Measurement of flow stress in hot plane strain compression tests – Materials at high temperatures – 23 – 2 – p. 85-118

Lyszkowski R., Bystrzycki J. (**2006**)
Hot deformation and processing maps of an Fe_3Al intermetallic alloy – Intermetallics – 14 – 10-11 – p. 1231-1237

McQueen H.J., Ryan N.D. (**2002**)
Constitutive analysis in hot working, Materials Science and Engineering A – 322 – 1-2 – p. 43-63

Montheillet F., Cohen M., Jonas J.J. (**1984**)
Axial stresses and texture development during the torsion testing of Al, Cu and α-iron – Acta Metallurgica – 32 – 11 – p. 2077-2089

Montheillet F., Desrayaud C. (sans date)
Essais rhéologiques à chaud – Techniques de l'Ingénieur – Ref M3009

Montheillet F. (sans date)
Métallurgie en mise en forme à chaud – Techniques de l'Ingénieur – Ref M3031

Montheillet F. (**2004**)
Moving grain boundaries during hot deformation of metals : Dynamic Recrystallization – Moving Interfaces in Solids – CISM Courses and lectures – N° 453 – Springer Wien New York – p. 203-256

Morita A. (**1998**)
Aluminium alloys for automobile applications – Proc. Of ICAA-6, Toyohashi, Japan – Aluminium Alloys – 1 – p. 25-32

Morris D.G., Peguiron D., Nazmy M., Noseda C. (**1995**)
Microstructure and mechanical properties of an Fe-Al alloy of low aluminium content – Materials Science and Engineering A – 191 – 1-2 – p. 91-104

Morris D.G., Morris-Munoz M.A. (**1999**)
The influence of microstructure on the ductility of iron aluminides – Intermetallics – 7 – 10 – p. 1121-1129

Morris D.G., Munoz-Morris M.A., Requejo L.M. (**2007**)
Work hardening in Fe-Al alloys – Materials Science and Engineering A – 460-461 – p. 163-173

Murray J.L. (**1986**)
Binary alloy phase diagrams – Vol. 1 – American Society for Metals – Metals Park

Murty S.V.S.N., Torizuka S., Nagai K. (**2005 a**)
Microstructural evolution during simple heavy warm compression of a low carbon steel : Development of a processing map – Materials Science and Engineering A – 410 – p. 319-323

Murty S.V.S.N., Torizuka S., Nagai K., Kitai T., Kogo Y. (**2005 b**)
Dynamic recrystallization of ferrite during warm deformation of ultrafine grained ultra-low carbon steel – Scripta Materialia – 53 – 6 – p. 763-768

Murty S.V.S.N., Torizuka S., Nagai K., Kitai T., Kogo Y. (**2007**)
Grain boundary diffusion controlled ultrafine grain formation during large strain-high Z deformation of coarse (200µm) grained ultra-low carbon steel – Materials Science and Engineering A – 457 – 1-2 – p. 162-168

Nave M.K., Barnett M.R. (**2004**)
Fragmentation of orientation within grains of cold-rolled interstitial-free steel – Iron and Steel Institute of Japan International – 44 – 1 – p. 187-196

Oliveira T.R. (**2003**)
Effet du niobium et du titane sur la déformation à chaud d'aciers inoxydables ferritiques stabilisés (thèse) – Ecole des Mines de Saint-Etienne

Oliveira T.R., Montheillet F. (**2004**)
Effect of niobium and titanium on the dynamic recrystallization during hot deformation of stabilized ferritic stainless steels – Materials Science Forum – 467-470 – p. 1229-1236

Palm M., Inden G. (**1995**)
Experimental determination of phase equilibria in the Fe-Al-C system – Intermetallics – 3 – 6 – p. 443-454

Palm M. (**2005**)
Concepts derived from phase diagram studies for the strengthening of Fe-Al-based alloys – Intermetallics – 13 – 12 – p. 1286-1295

Pouchou J.L. (**2004**)
Introduction à l'analyse EBSD : principes généraux et mise en œuvre dans le MEB – L'analyse EBSD : principes et applications, auteur : Pouchou J.L. – p. 1-24

Raabe D., Schlenkert G., Lücke K. (**1994**)
Texture and microstructure of rolled and annealed tantalum – Materials Science and Technology – 10 – 4 – p. 299-305

Raabe D. (**1995**)
Investigation of the orientation dependence of recovery in low-carbon steel by use of single orientation determination – Steel Research – 66 – 5 – p. 222-229

Raabe D., Zhao Z., Park S.-J., Roters F. (**2002**)
Theory of orientation gradients in plastically strained crystals – Acta Materialia – 50 – 2 – p. 421-440

Ringeval S. (**2006**)
Microstructure et textures d'alliages d'aluminium déformés par forgeage croisé (compression multidirectionnelle) (thèse) – Ecole des Mines de Saint-Etienne

Ruste J.
La Microscopie Electronique à Balayage – http://mr.gnmeba.free.fr/tutorial/tutorial_meb.htm

Samajdar I., Verlinden B., Van Houtte P., Vanderschueren D. (**1997**)
Recrystallisation kinetics in IF-steels: a study on the sluggish recrystallisation behaviour – Scripta Materialia – 37 – 6 – p. 869-874

Samajdar I., Verlinden B., Van Houtte P. (**1998**)
Development of recrystallization texture in IF-steel: an effort to explain developments in global texture from microtextural studies – Acta Materialia – 46 – 8 – p. 2751-2763

Samajdar I., Verlinden B., Kestens L., Van Houtte P. (**1999**)
Physical parameters related to the developments of recrystallization textures in an ultra low carbon steel – Acta Materialia – 47 – 1 – p. 55-65

Sandström R., Lagneborg R. (**1975**)
A model for hot working occurring by recrystallization – Acta Metallurgica – 23 – 3 – p. 387-398

Seeger A. (**1998**)
Lattice vacancies in high purity α-iron – Physica Status Solidi – 167 – p. 289-311

Senuma T., Kawasaki K. (**1994**)
Texture formation in Ti-bearing IF steel sheets throughout the rolling and annealing processes in terms of the influence of hot rolling conditions on deep drawability – Iron and Steel Institute of Japan International – 34 – 1 – p. 51-60

Shin H.J., An J.K., Park S.H., Lee D.N. (**2003**)
The effect of texture on ridging of ferritic stainless steel – Acta Materialia – 51 – 16 – p. 4693-4706

Stein F., Palm M. (**2007**)
Re-determination of transition temperatures in the Fe-Al system by differential thermal analysis – International Journal of Materials Research – 98 – p. 580-588

Stoloff N.S. (**1998**)
Iron aluminides: present status and future prospects – Materials Science and Engineering A – 258 – 1-2 – p. 1-14

Swann P.R., Duff W.R., Fisher R.M. (**1969**)
The diagram of state for iron-aluminium solid solutions – Transactions of the Metallurgical Society of AIME – Part IV – 245 – p. 851-853

Tanaka K., Otsuka M., Yamagata H. (**1999**)
Effect of orientation and purity on the dynamic recrystallization of aluminium single crystals with multi glide systems – Materials Transactions JIM – 40 – 3 – p. 242-247

Thomas J.Ph., (**2005**)
Etude expérimentale et modélisation de l'évolution microstructurale du superalliage 718 en déformation à chaud (thèse) – Ecole des Mines de Saint-Etienne

Tortorelli P.F., DeVan J.H. (**1992**)
Behavior of iron aluminides in oxidizing and oxidizing/sulfidizing environments – Materials Science and Engineering A – 153 – 1-2 – p. 573-577

Tsuji N., Matsubara Y., Saito Y. (**1997**)
Dynamic recrystallization of ferrite in interstitial free steel – Scripta Materialia – 37 – 4 – p. 477-484

Umino R., Liu X.J., Sutou Y., Wang C.P., Ohnuma R., Ishida K. (**2006**)
Experimental determination and thermodynamic calculation of phase equilibria in the Fe-Mn-Al system – Journal of Phase Equilibria and Diffusion – 27 – 1 – p. 54-62

Vedula K. (**1994**)
FeAl and Fe_3Al – Intermetallics Compounds, auteurs : Westbrook J.H. et Fleischer R.L.– p. 199-209

Wang C.S., Hwang C.N., Chao C.G., Liu T.F. (**2007**)
Phase transitions in an Fe-9Al-30Mn-2.0C alloy – Scripta Materialia – 57 – 9 – p. 809-812

Yang W.S., Hwang K.H., Wu T.B. (**1990**)
Carbon-induced nucleation (CIN) mechanism of the needle-like phase in duplex Fe-Mn-Al-C alloys – Scripta Metallurgica et Materialia – 24 – 7 – p. 1221-1224

Zuazo I. (**2009**)
Microstructural evolution in Fe-Al-Mn-C lightweight alloys (thèse) – INP Grenoble

École Nationale Supérieure des Mines
de Saint-Étienne

NNT: 2011 EMSE 0629

Christophe CASTAN

STUDY OF RECRYSTALLIZATION DURING HOT ROLLING OF LOW DENSITY IRON-ALUMINIUM STEELS

Speciality: Material Science and Engineering

Keywords: lightweight steels, iron-aluminium alloys, roping, continuous dynamic recrystallization, discontinuous dynamic recrystallization, post-dynamic recrystallization

Abstract:

The instructions of the European Union pilot the R&D in the automotive industry regarding the use of lightweight materials which aims at reducing fuel consumption and emission of exhaust gases.
The objective is to develop steels of density reduced by at least 10% ($\rho_{max} \approx 7 g/cm^3$). Iron-aluminum alloys display promising physical and mechanical properties but they often exhibit surface defects, referred to as roping, appearing after the deep drawing process. This study was carried out to better understand the conditions of recrystallization during hot rolling to control the microstructure and thereby limit these defects.
During hot deformation, it is generally agreed that geometric dynamic recrystallization (GDRX) and continuous dynamic recrystallization (CDRX) operate in ferritic alloys with high stacking fault energy. In this study, the existence of a transition between CDRX and the mechanism of discontinuous dynamic recrystallization (DDRX) has been brought into evidence in the temperature range 900-1100°C and strain rate range 0.1-50s^{-1}. Post-dynamic recrystallization was also studied to observe the evolution of microstructure during holding temperatures.
A model formerly developed for the CDRX of aluminum was then used to simulate a rolling pass. Comparison of computed and experimental results shows some differences but this model can reproduce microstructural changes qualitatively.

École Nationale Supérieure des Mines
de Saint-Étienne

NNT : 2011 EMSE 0629

Christophe CASTAN

ETUDE DE LA RECRISTALLISATION AU COURS DU LAMINAGE À CHAUD D'ACIERS À BASSE DENSITÉ FER-ALUMINIUM

Spécialité : Science et Génie des Matériaux

Mots clefs : aciers ferritiques allégés, alliages fer-aluminium, roping, recristallisation dynamique continue, recristallisation dynamique discontinue, recristallisation post-dynamique

Résumé :

Les directives de l'Union Européenne conditionnent la R&D du secteur automobile concernant l'utilisation de matériaux plus légers ayant pour but de réduire la consommation de carburant et une diminution de l'émission de gaz d'échappement.
L'objectif est de mettre au point des aciers allégés d'au moins 10% ($\rho_{max} \approx 7 g/cm^3$). Les alliages fer-aluminium possèdent des propriétés physiques et mécaniques prometteuses mais présentent des défauts de surface appelés roping, apparaissant après l'emboutissage à froid. Cette étude a consisté à mieux comprendre les conditions de recristallisation au cours du laminage à chaud afin de contrôler la microstructure et ainsi limiter ces défauts.
Il est généralement admis, lors d'une déformation à chaud, que les alliages ferritiques, à haute énergie de défaut d'empilement, donnent lieu aux processus de recristallisation dynamique géométrique (RDG) et de recristallisation dynamique continue (RDC). Dans cette étude, l'existence d'une transition entre les mécanismes de RDC et de recristallisation dynamique discontinue (RDD) a été mise en évidence pour des températures comprises entre 900 et 1100°C et des vitesses de déformation comprises entre 0,1 et $50 s^{-1}$. La recristallisation post-dynamique a aussi été étudiée afin d'observer l'évolution de la microstructure lors de maintiens en température.
Un modèle développé antérieurement pour la RDC de l'aluminium a ensuite été utilisé afin de simuler une passe de laminage. Bien que la comparaison des résultats expérimentaux et simulés fasse apparaître un certain nombre de différences, ce modèle permet de reproduire qualitativement les évolutions de la microstructure.