



HAL
open science

Étude des mécanismes de recristallisation au cours de la déformation a chaud de l'aluminium

Sophie Gourdet

► **To cite this version:**

Sophie Gourdet. Étude des mécanismes de recristallisation au cours de la déformation a chaud de l'aluminium. Matériaux. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 1997. Français. NNT: . tel-00783855

HAL Id: tel-00783855

<https://theses.hal.science/tel-00783855v1>

Submitted on 1 Feb 2013

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.

THESE

présenté par

Sophie GOURDET

pour obtenir le titre de

DOCTEUR

DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE GRENOBLE ET
DE L'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DES MINES DE SAINT-ETIENNE

Spécialité : Sciences et Génie des Matériaux

ETUDE DES MECANISMES DE RECRISTALLISATION AU COURS DE LA DEFORMATION A CHAUD DE L'ALUMINIUM

Soutenu le 29 octobre 1997

Composition du jury :

Monsieur	Jean-Loup STRUDEL	Président
Madame	Brigitte BACROIX	Rapporteurs
Monsieur	Paul DUVAL	
Messieurs	Michel BISCONDI	Examineurs
	Frank MONTHEILLET	
	Christian PERDRIX	
Monsieur	Hugh McQUEEN	Invité

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

le 11 décembre 1997

**ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DES MINES
DE SAINT-ETIENNE**

PROFESSEURS DE 1ère CATEGORIE

MM.	BISCONDI	Michel	Matériaux	
	CAMPAGNE	Jean-Pierre	Productique	
	COURNIL	Michel	Génie des procédés	
	DAVOINE	Philippe	Environnement	
	LALAUZE	René	Génie des procédés	
	LANCELOT	Francis	Génie Industriel	
	LE COZE	Jean	Matériaux	
	MAGNIN	Thierry	Matériaux	
	MATHON	Albert	Gestion	
	PEROCHE	Bernard	Informatique	
	RIEU	Jean	Matériaux	
	Mme	SAYETTAT	Claudette	Informatique
		SOUSTELLE	Michel	Génie des procédés
		THOMAS	Gérard	Génie des procédés
VAUTRIN		Alain	Mécanique et Matériaux	

DIRECTEURS DE RECHERCHE

MM.	DRIVER	Julian	Matériaux
	GUILHOT	Bernard	Génie des procédés
	THEVENOT	François	Génie des Matériaux
	GRAILLOT	Didier	Environnement

MAITRES DE RECHERCHE

MM.	BOURGOIS	Jacques	Environnement	
	GIRARDOT	Jean-Jacques	Informatique	
Mme.	GOEURIOT	Dominique	Matériaux	
	GOEURIOT	Patrice	Matériaux	
	GREDIAC	Michel	Matériaux	
	GUY	Bernard	Géologie	
	GUYONNET	René	Génie des Procédés	
	KOBYLANSKI	André	Matériaux	
	MONTHEILLET	Frank	Matériaux	
	PIJOLAT	Christophe	Génie des procédés	
	Mme.	PIJOLAT	Michèle	Génie des procédés
		SURREL	Yves	Mécanique et Matériaux
TRAN MINH		Cahn	Génie Bio-Procédés	

PERSONNALITES HABILITEES OU DOCTEURS D'ETAT

MM.	BIGOT	Jean-Pierre	Génie Bio-Procédés
	BILAL	Assaïd	Géologie
	BRODHAG	Christian	Environnement
	DECHOMETS	Roland	Environnement
	FOREST	Bernard	Matériaux
	LONDICHE	Henry	Environnement
	MICHELUCCI	Dominique	Informatique

Remerciements

Ce travail a été effectué au sein du département Microstructures et Mise en forme de l'Ecole des Mines de Saint-Etienne (Centre Science des Matériaux et des Structures, URA CNRS 1884). Je tiens à remercier en premier lieu mon directeur de thèse, Frank Montheillet, pour la manière dont il a dirigé cette étude, sa disponibilité, ses nombreux conseils et l'autonomie qu'il m'a laissée.

Je remercie également :

M. Jean-Loup Strudel (Maître de Recherche à l'Ecole des Mines de Paris), qui a accepté de présider le jury de cette thèse,

M^{me} Brigitte Bacroix et M. Paul Duval (Directeurs de Recherche au CNRS), qui ont accepté d'être rapporteurs de ce travail,

MM. Michel Biscondi (Professeur à l'Ecole des Mines de Saint-Etienne), Christian Perdrix (Ingénieur de Recherche à Sollac) et Hugh McQueen (Professeur à l'Université Concordia de Montréal), membres du jury.

Les nombreuses remarques et objections qu'ils m'ont adressées permettront d'améliorer les futurs développements de ce travail.

J'adresse mes remerciements au personnel de l'Ecole qui m'a épaulée tout au long de ma thèse, en particulier :

Georges Triboulet, pour l'élaboration des monocristaux,

André Girinon, qui m'a encadrée lors des essais de compression,

Huguette Bruyas, qui a réalisé une grande partie des mesures de textures par RX, ainsi que René Fillit, responsable du service,

Gilles Blanc, responsable de la métallographie, et Paul Jouffrey, responsable de la microscopie électronique à balayage, pour leur savoir-faire et leurs conseils,

Florence Avondo, pour la reproduction des micrographies,

Aïssata Maïga et Marie-Claude Mathais, les secrétaires du département,

Pierre Igièr, qui a assuré la reprographie de mon manuscrit ;

ainsi qu'à tout mes camarades de thèse qui se sont intéressés à mon travail, notamment Frank Pérocheau et Frédéric Basson.

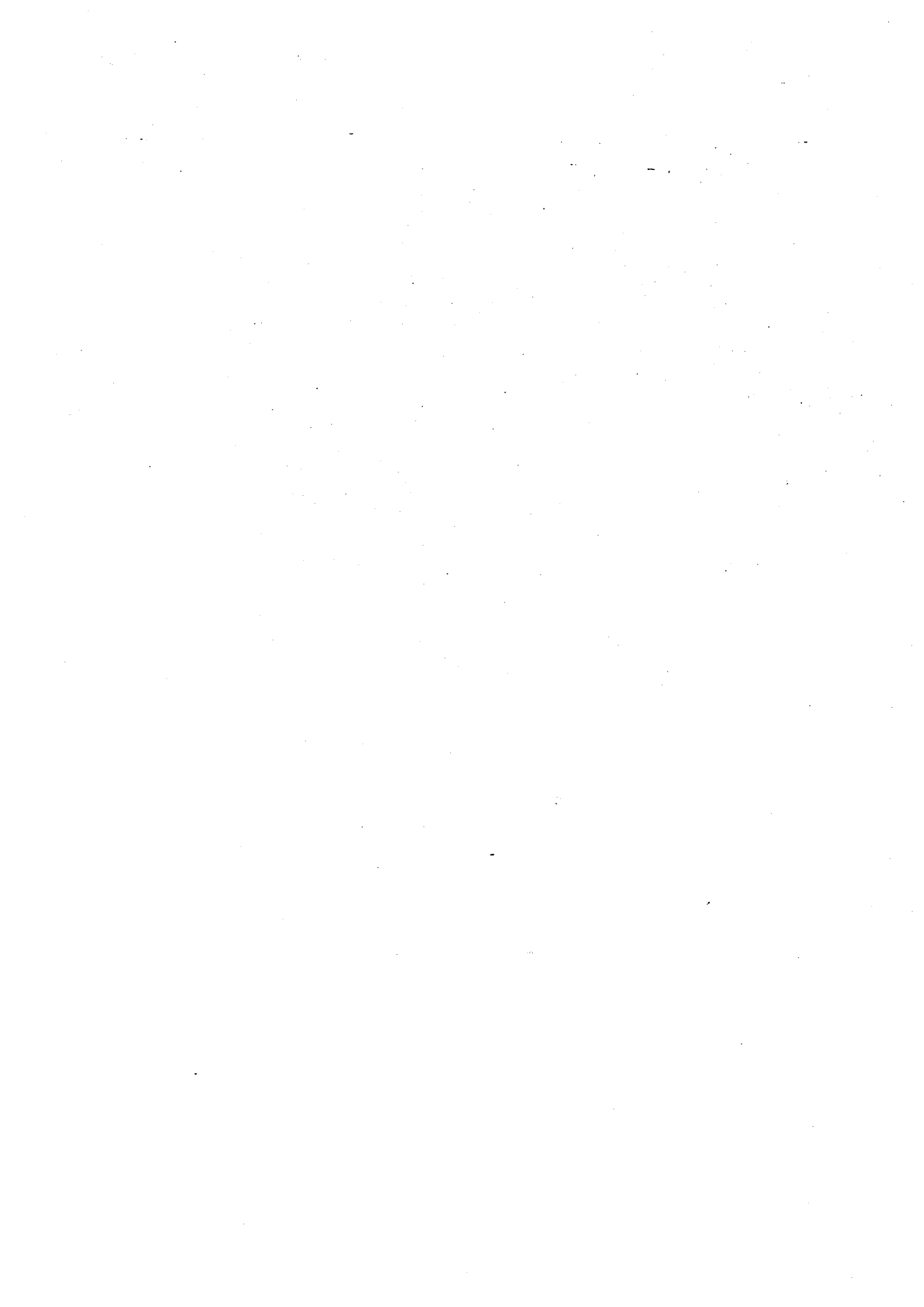
Remerciements

J'associe à ces remerciements :

les stagiaires IAESTE Stevan Dubljevic et Mykola Krishtoforov, qui ont participé respectivement à l'élaboration du modèle et aux mesures de vitesses de migration des joints,

les Professeurs John J. Jonas et Wolfgang Blum, qui m'ont accueillie quelques mois dans leurs laboratoires respectifs, à l'Université McGill de Montréal et à l'Université d'Erlangen-Nuremberg.

TABLE DES MATIERES



INTRODUCTION

CHAPITRE I

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1 - LES DIFFERENTS TYPES DE RECRISTALLISATION DYNAMIQUE

I.1.1 - LA RECRISTALLISATION DYNAMIQUE DISCONTINUE	4
I.1.1.1 - RDD dans l'aluminium ultra pur	4
I.1.1.2 - RDD dans les alliages d'aluminium contenant de grosses particules	7
I.1.2 - LA RECRISTALLISATION DYNAMIQUE CONTINUE	9
I.1.2.1 - RDC dans l'aluminium de pureté commerciale	9
I.1.2.2 - RDC dans d'autres métaux à forte EDE (aciers ferritiques, titane β)	11
I.1.2.3 - RDC dans les alliages d'aluminium superplastiques	14
I.1.3 - LA RECRISTALLISATION DYNAMIQUE GEOMETRIQUE	17
I.1.4 - CAS PARTICULIER DES MATERIAUX NON-METALLIQUES	19
I.1.5 - CRITERES DISTINCTIFS DE LA RDD, LA RDC ET LA RDG	21

I.2 - EVOLUTION DE LA CONTRAINTE D'ECOULEMENT ET DES MICROSTRUCTURES DE DEFORMATION A CHAUD

I.2.1 - EXPRESSIONS DE LA CONTRAINTE EN FONCTION DES CONDITIONS DE DEFORMATION	26
I.2.2 - LES PRINCIPAUX PARAMETRES MICROSTRUCTURAUX	27
I.2.3 - RELATIONS ENTRE LA CONTRAINTE D'ECOULEMENT ET LES PARAMETRES MICROSTRUCTURAUX	28
I.2.3.1 - En régime stationnaire	28
I.2.3.2 - En régime transitoire	32
I.2.4 - MODELES MICROSCOPIQUES DE DEFORMATION A CHAUD	32

CHAPITRE II**DEMARCHE EXPERIMENTALE**

<u>II.1 - OBJECTIFS DE L'ETUDE</u>	37
<u>II.2 - LES MATERIAUX</u>	
II.2.1 - CHOIX DES NUANCES D'ALUMINIUM ET DES ORIENTATIONS CRISTALLINES	39
II.2.2 - USINAGE DES EPROUVETTES	40
<u>II.3 - LES TECHNIQUES EXPERIMENTALES</u>	
II.3.1 - LES ESSAIS DE COMPRESSION	43
II.3.1.1 - Description de la machine et du montage	43
II.3.1.2 - Choix du lubrifiant	43
II.3.1.3 - Déroulement des essais	45
II.3.1.4 - Exploitation des résultats	46
II.3.2 - LES ESSAIS DE TORSION	49
II.3.2.1 - Description de la machine et du montage	49
II.3.2.3 - Déroulement des essais	49
II.3.2.4 - Exploitation des résultats	49
II.3.3 - LE POLISSAGE ET L'ATTAQUE DES ECHANTILLONS	51
II.3.4 - LES MESURES DE TEXTURE GLOBALE PAR RX	52
II.3.4.1 - Principe et déroulement des mesures	52
II.3.4.2 - Exploitation des résultats	53
II.3.5 - LA MICROSCOPIE OPTIQUE	53
II.3.6 - LA MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE ET LES MESURES DE TEXTURES LOCALES (EBSD)	54
II.3.6.1 - Principe	54
II.3.6.2 - Avantages et limites - Problèmes rencontrés	56
II.3.6.3 - Exploitation des résultats	57

CHAPITRE III**RHEOLOGIE****III.1 - COMPRESSION DES MONOCRISTAUX (Al 1199)**

III.1.1 - ESSAIS EFFECTUES	59
III.1.2 - EVOLUTION DE LA FORME DES ECHANTILLONS	59
III.1.3 - COURBES CONTRAINTE-DEFORMATION	61
III.1.4 - CALCUL DES PARAMETRES RHEOLOGIQUES	61

III.2 - COMPRESSION DES POLYCRISTAUX

III.2.1 - ESSAIS EFFECTUES	63
III.2.2 - EVOLUTION DE LA FORME DES ECHANTILLONS	64
III.2.3 - COURBES CONTRAINTE-DEFORMATION	66
III.2.4 - CALCUL DES PARAMETRES RHEOLOGIQUES	66
III.2.4.1 - Sensibilité à la vitesse et énergie d'activation apparente	66
III.2.4.2 - Contrainte au régime stationnaire	68
III.2.4.3 - Paramètres d'écroissage et de restauration dynamique	71
III.2.5 - ESTIMATION DE L'HETEROGENEITE DE LA DEFORMATION	72

<u>III.3 - TORSION DE L'ALUMINIUM 1200</u>	75
---	-----------

CHAPITRE IV**ÉTUDE DES TEXTURES DE COMPRESSION****IV.1 - EVOLUTION DES TEXTURES EXPERIMENTALES**

IV.1.1 - RESULTATS	77
IV.1.1.1 - Figures de pôles des éprouvettes monocristallines	77
IV.1.1.2 - Figures de pôles des éprouvettes polycristallines	83
IV.1.1.3 - Estimation des fraction volumiques des principales composantes	89
IV.1.2 - COMMENTAIRES	90

IV.2 - OBSERVATION DES LIGNES DE GLISSEMENT

IV.2.1 - RAPPELS BIBLIOGRAPHIQUES	92
IV.2.2 - RESULTATS ET COMMENTAIRES	93
IV.2.2.1 - Eprouvette <001>	95
IV.2.2.2 - Eprouvette <011>	97
IV.2.2.3 - Eprouvette <111>	99
IV.2.2.4 - Conclusion	100

IV.3 - CONFRONTATION AVEC DES RESULTATS DE SIMULATIONS NUMERIQUES

IV.3.1 - PRESENTATION DU MODELE	101
IV.3.2 - COMPARAISON SIMULATION / EXPERIENCE	102

CHAPITRE V

EVOLUTION DE LA MICROSTRUCTURE

<u>V.1 - EVOLUTION MORPHOLOGIQUE</u>	
V.1.1 - LES EPROUVETTES MONOCRISTALLINES	107
V.1.1.1 - Observation qualitative des éprouvettes $\langle 001 \rangle$	107
V.1.1.2 - Observation qualitative des éprouvettes $\langle 011 \rangle$	110
V.1.1.3 - Observation qualitative des éprouvettes $\langle 111 \rangle$	113
V.1.1.4 - Estimation de la taille des (sous-)grains	116
V.1.2 - LES EPROUVETTES POLYCRISTALLINES	116
V.1.2.1 - Caractérisation de l'état initial	116
V.1.2.2 - Evolution de la sous-structure	120
V.1.2.2.1 - Observation qualitative des éprouvettes 1199	120
V.1.2.2.2 - Observation qualitative des éprouvettes 1200	123
V.1.2.2.3 - Observation qualitative des éprouvettes 5052	123
V.1.2.2.4 - Estimation de la taille des (sous-)grains	128
V.1.2.3 - Evolution des grains initiaux	130
V.1.2.3.1 - Résultats expérimentaux et interprétation	130
V.1.2.3.2 - Conséquences sur l'évolution de la RDG	132
<u>V.2 - EVOLUTION DES DESORIENTATIONS</u>	
V.2.1 - LES EPROUVETTES MONOCRISTALLINES	135
V.2.1.1 - Résultats expérimentaux	135
V.2.1.2 - Commentaires et comparaison avec les résultats antérieurs	146
V.2.2 - LES EPROUVETTES POLYCRISTALLINES	149
V.2.2.1 - Caractérisation de l'état initial	149
V.2.2.2 - Evolution avec la déformation	149
V.2.3 - CONTRIBUTIONS RESPECTIVES DES ANCIENS ET DES NOUVEAUX JOINTS A LA RECRISTALLISATION	159
V.2.3.1 - Description des calculs	159
V.2.3.2 - Cinétique de la recristallisation dynamique géométrique	163
V.2.3.3 - Cinétique de la recristallisation dynamique continue	163

CHAPITRE VI

MODELISATION DE LA RECRISTALLISATION DYNAMIQUE CONTINUE

VI.1 - PRESENTATION DU MODELE

VI.1.1 - DEFINITION DES DIFFERENTS PARAMETRES
MICROSTRUCTURAUX 169

VI.1.2 - EVOLUTION DE LA MICROSTRUCTURE AVEC LA
DEFORMATION 170

VI.2 - RESOLUTION ANALYTIQUE PARTIELLE

VI.2.1 - EN REGIME TRANSITOIRE 173

VI.2.2 - EN REGIME STATIONNAIRE 174

VI.3 - RESULTATS NUMERIQUES

VI.3.1 - CHOIX DES PARAMETRES 177

VI.3.2 - INFLUENCE DES DIFFERENTS PARAMETRES 178

VI.3.3 - CONFRONTATION AVEC LES RESULTATS EXPERIMENTAUX 182

SYNTHESE ET DISCUSSION

BIBLIOGRAPHIE

ANNEXE I

**MINIMUM ANGLE VERSUS LOW INDEX AXIS ROTATIONS FOR
REPRESENTING SMALL ANGLE AND LARGE ANGLE GRAIN
BOUNDARY MISORIENTATIONS IN CUBIC LATTICES**

ANNEXE II

EVOLUTION DES DESORIENTATIONS EN FLUAGE



INTRODUCTION



De nombreux procédés de mise en forme à chaud, tels que le laminage, le forgeage et l'extrusion, sont utilisés au cours de la fabrication des pièces métalliques. Ils se caractérisent de plus en plus par un contrôle précis de l'évolution de la texture et de la microstructure. Ces dernières déterminent en effet directement les conditions d'éventuelles déformations ultérieures, et les propriétés d'emploi du produit s'il est utilisé à l'état brut de formage à chaud. La présente thèse, consacrée à l'étude des mécanismes de recristallisation susceptibles de se produire lors de la déformation à chaud de l'aluminium et de ses alliages, s'inscrit dans ce contexte.

L'aluminium se distingue de métaux tels que le cuivre ou les aciers austénitiques par sa forte énergie de défaut d'empilement qui augmente l'efficacité de la restauration et empêche ainsi toute recristallisation dynamique discontinue (germination et croissance de nouveaux grains). Son comportement est en revanche proche de celui d'autres métaux tels que les aciers ferritiques ou les alliages de titane β . Dans les métaux de cette seconde catégorie, deux autres types de recristallisation ont été identifiés : la recristallisation dynamique géométrique (produite par l'évolution des joints de grains initiaux) et la recristallisation dynamique continue (transformation des sous-grains en grains).

Si le mécanisme de la recristallisation géométrique est relativement bien connu, en particulier grâce aux travaux de McQueen, le mécanisme de la recristallisation continue l'est beaucoup moins, et son existence même est parfois contestée. C'est pourquoi, la présente thèse sera principalement consacrée à l'étude de ce mécanisme. La recristallisation continue présente en outre un intérêt industriel potentiel. Elle permet en effet l'obtention de grains très fins et équiaxes, sans l'emploi d'éléments d'addition. Une telle structure est souhaitable afin, par exemple, d'augmenter la limite d'élasticité et dans certains cas de favoriser une déformation superplastique ultérieure.

Trois nuances d'aluminium à l'état polycristallin ont été sélectionnées pour cette étude : un aluminium pur (1199), un aluminium de pureté commerciale (1200) ainsi qu'un alliage Al-Mg (5052). Des éprouvettes

monocristallines d'aluminium pur ont également été utilisées, notamment pour confirmer que des sous-joints peuvent réellement se transformer en joints. Les éprouvettes ont été déformées par compression uniaxiale à chaud (quelques essais de torsion ont également été réalisés en complément), puis étudiées à différents stades de déformation, principalement par diffraction des rayons X, microscopie optique et diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD). Les mécanismes élémentaires de la recristallisation continue, tels que l'on peut les imaginer à partir des données expérimentales, sont ensuite combinés au sein d'un modèle visant à reproduire les principaux changements microstructuraux caractéristiques de ce mode de recristallisation.

L'exposé des travaux commence par une synthèse bibliographique (chapitre I). Sur la base de travaux concernant principalement l'aluminium et ses alliages, les trois types de recristallisation dynamique sont tout d'abord définis et caractérisés. Les différentes relations établies entre la contrainte d'écoulement, les paramètres de la déformation et les paramètres microstructuraux sont ensuite énumérées et discutées.

La démarche expérimentale est présentée au chapitre II. En fonction des enseignements tirés de l'étude bibliographique, les objectifs de l'étude sont définis et le choix des matériaux et des techniques expérimentales est justifié.

Les résultats expérimentaux sont exposés dans les trois chapitres suivants :

- le chapitre III est consacré aux résultats rhéologiques,
- le chapitre VI aux textures de compression (texture globale, lignes de glissement, simulation numérique),
- le chapitre V à l'étude de la microstructure (évolution morphologique et évolution des désorientations).

Finalement, une modélisation de la recristallisation continue est proposée dans le chapitre VI.

CHAPITRE I

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

Dans un premier temps, les mécanismes des différents types de recristallisation dynamique (discontinue, continue et géométrique) sont étudiés en insistant tout particulièrement sur leur importance lors de la déformation à chaud de l'aluminium et de ses alliages.

Dans un deuxième temps, on s'intéressera aux relations entre la contrainte d'écoulement, les conditions de déformation et les principaux paramètres microstructuraux (densité de dislocations, taille des grains et des sous-grains, désorientation des parois).



I.1 - LES DIFFERENTS TYPES DE RECRISTALLISATION DYNAMIQUE

L'une des caractéristiques de l'aluminium est sa grande capacité de restauration dynamique [1]. Cette propriété est liée à une très forte énergie de défaut d'empilement (EDE), voisine de 170 mJ/m^2 , qui facilite le glissement dévié et la montée des dislocations. On considère généralement que la restauration dynamique est suffisamment active pour éliminer, en grande partie, les dislocations produites par la déformation et empêcher ainsi toute recristallisation dynamique.

Cependant, de nombreux auteurs ont affirmé avoir mis en évidence la présence de grains recristallisés dynamiquement dans l'aluminium. Il semblerait que la *recristallisation dynamique discontinue* (RDD), qui opère par germination et croissance de nouveaux grains, reste exceptionnelle. En revanche, deux autres types de recristallisation ont été mis en évidence. Tout d'abord la *recristallisation dynamique continue* (RDC), qui se produit par une accumulation de dislocations dans les sous-joints. Les sous-grains se désorientent alors progressivement les uns par rapport aux autres jusqu'à devenir de véritables grains. Ensuite, la *recristallisation dynamique géométrique* (RDG). Dans ce cas, ce sont les joints de grains initiaux qui en s'étirant au cours de la déformation entourent un nombre croissant de sous-grains. Ces trois mécanismes sont étudiés en détail ci-dessous, l'accent étant mis tout particulièrement sur l'aluminium et ses alliages.

Il est à noter que certains auteurs limitent le terme de recristallisation aux mécanismes impliquant la *migration de parois à forte désorientation*. Seul la RDD, qui est aussi le premier type de recristallisation à avoir été identifié, vérifie ce critère. Par la suite, d'autres mécanismes aboutissant eux aussi à la formation de nouveaux grains ont été mis en évidence. Dans la mesure où ces trois types de recristallisation conduisent à des microstructures très voisines, à tel point qu'il est bien parfois délicat, voire impossible, d'attribuer la formation des nouveaux grains à l'un ou à l'autre, une définition plus large peut être adoptée. Ainsi Guillopé et Poirier [2] la définissent comme "un

processus à l'état solide conduisant à *la formation d'une structure de nouveaux grains* (généralement différents des anciens) lors de la mise en forme des solides cristallins".

I.1.1 - LA RECRISTALLISATION DYNAMIQUE DISCONTINUE

Ce mécanisme, très courant dans tous les métaux à EDE faible ou moyenne ($\approx 10-50 \text{ mJ/m}^2$) tels que le cuivre, le fer γ et les aciers austénitiques, est rarement observé dans les métaux à forte EDE ($> 100 \text{ mJ/m}^2$) tels que l'aluminium, le fer α , les aciers ferritiques et le titane β .

La présence de grains formés par ce mécanisme a cependant été rapportée par plusieurs auteurs dans différents types d'aluminium : [3,4] (Al 99,9%), [5] (Al pur + 0,4 à 5%Mg), [6] (Al 99,5 à 99,999%). Toutefois, il paraît plus plausible d'expliquer la formation de ces grains par d'autres types de recristallisation dynamique, voire même statique [7]. La RDD semble néanmoins opérer dans deux cas bien précis : l'aluminium ultra pur ($\geq 99,999\%$) et les alliages contenant de grosses particules ($> 1\mu\text{m}$) de seconde phase.

I.1.1.1 RDD dans l'aluminium ultra pur

Dans une série d'articles [8-12], Yamagata présente les résultats d'essais de compression uniaxiale de mono et polycristaux à gros grains ($\approx 3 \text{ mm}$) d'aluminium 99,999%. Les courbes contrainte-déformation obtenues présentent de fortes oscillations (fig. I.1) typiques de la RDD, quoique beaucoup plus irrégulières.

Les micrographies obtenues après oxydation anodique révèlent la présence de nouveaux grains qui semblent généralement dépourvus de toute sous-structure. Il n'est alors pas exclu qu'ils se soient formés après déformation, d'autant plus qu'un aluminium aussi pur recristallise statiquement même à température ambiante. Un cas fait cependant exception : une micrographie (fig. I.2) montre

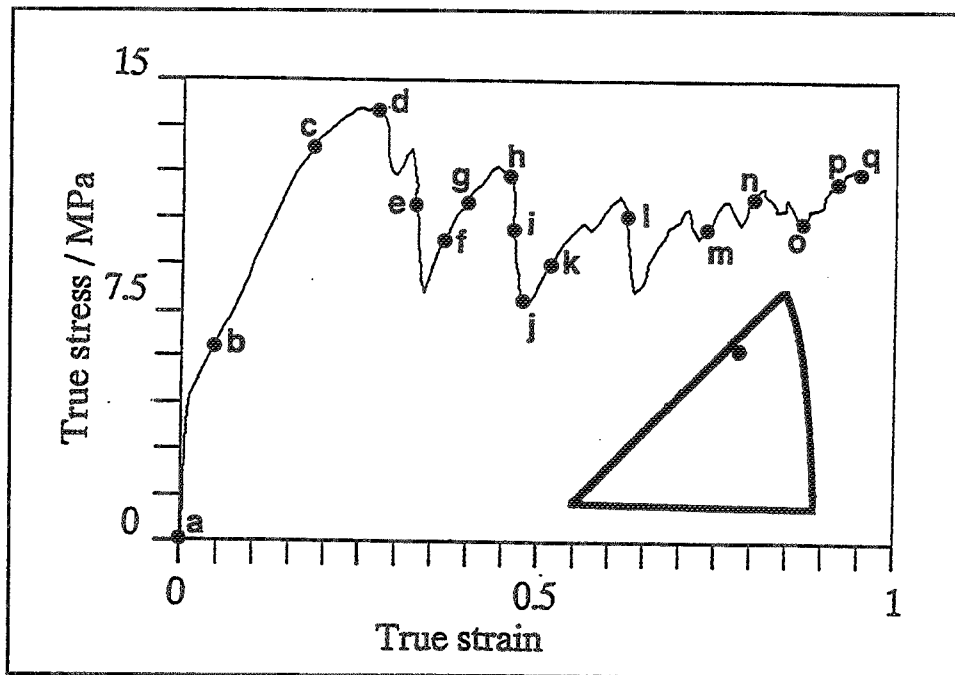


Figure I.1 : Courbe contrainte-déformation d'un monocristal d'aluminium ultra pur. Le triangle stéréographique indique l'axe de compression ; $T = 260^{\circ}\text{C}$, $\dot{\epsilon}_0 = 1,67 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ [11].

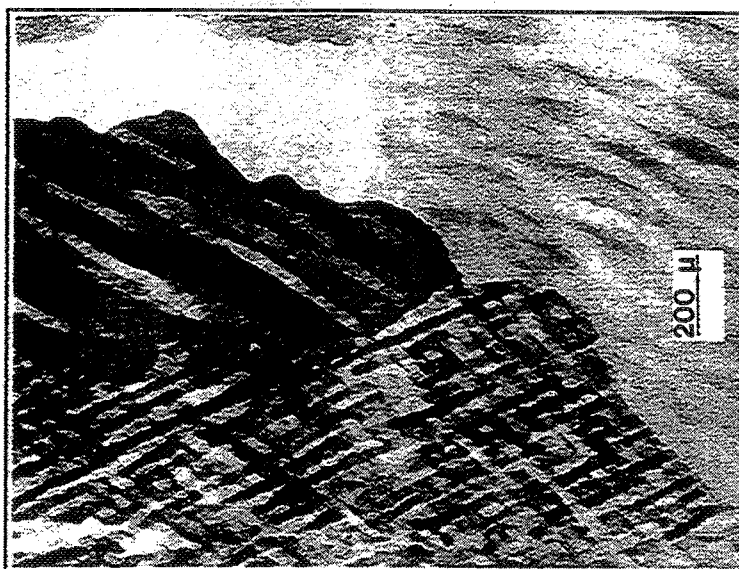


Figure I.2 : Nouveaux grains contenant une sous-structure dans une éprouvette initialement monocristalline trempée 5 s après l'arrêt de la déformation ; $T = 350^{\circ}\text{C}$, $\dot{\epsilon}_0 = 1,11 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, $\epsilon = 0,7$ [10].

clairement la présence de plusieurs grains possédant une sous-structure dans une éprouvette initialement monocristalline.

En revanche, Yamagata n'observe aucun signe de RDD lors de la déformation dans des conditions identiques d'un Al 99,99%. Il en conclut donc que l'aluminium peut recristalliser dynamiquement lorsque sa pureté atteint ou dépasse 99,999%.

Ces résultats sont contestés par McQueen et al. [13]. D'après ces auteurs, si la RDD était le véritable mécanisme, on devrait observer une courbe contrainte-déformation à simple maximum et non à maxima multiples (cf. Sakai et Jonas [14]). La taille de grains initiale très importante des polycristaux conduit en effet à un fort raffinement de la microstructure.

Ils suggèrent que ces oscillations peuvent être dues à un glissement irrégulier aux joints de grains accompagné d'une migration irrégulière, ou à une croissance de grain dynamique. Ces deux mécanismes sont connus pour provoquer de brusques accélérations de la vitesse de déformation lors des essais de fluage. Si, tout comme la RDD, ils impliquent la migration de parois à forte désorientation, ils en diffèrent par l'absence de germination de nouveaux grains.

Il est à noter que ces objections ne sont valables que si des joints de grains sont présents initialement et ne s'appliquent donc pas aux monocristaux. De plus, il n'est pas inconcevable qu'une décroissance de la taille de grain s'accompagne d'oscillations de la contrainte. Le raisonnement de Sakai et Jonas considère en effet un matériau constitué d'un très grand nombre de grains, pour lequel la contrainte est insensible aux événements locaux. Or les éprouvettes de Yamagata n'en contiennent qu'un faible nombre, ce qui ne permet pas d'obtenir un effet de moyenne. Cela peut aussi expliquer l'aspect très irrégulier des oscillations.

Il existe donc de fortes présomptions pour que la RDD opère dans l'aluminium ultra pur. La très haute pureté produit deux effets antagonistes. D'une part, elle favorise la RDD en augmentant considérablement la mobilité des sous-joints et des joints. D'autre part, elle a un effet néfaste car la restauration très efficace prévient l'accumulation des dislocations et diminue

fortement la force motrice. Les travaux de Yamagata semblent indiquer que l'effet bénéfique l'emporte.

Il serait cependant nécessaire de confirmer ces résultats, d'autant plus que Dadson et Doherty [15] n'ont observé aucune manifestation de RDD lors de la compression uniaxiale d'un Al 99,9999%. Il en est de même pour Kassner et McMahon [16,17] qui ont étudié des mono et polycristaux d'Al 99,999% déformés en torsion. Ravichandra et Prasad [6] n'ont détecté aucune oscillation de la contrainte lors de la compression d'un Al 99,999%. Dans ces trois cas, les conditions expérimentales étaient pourtant proches de celles de Yamagata.

I.1.1.2 - RDD dans les alliages d'aluminium contenant de grosses particules

La germination stimulée par les particules (Particle Stimulated Nucleation - PSN), très répandue en recristallisation statique, peut aussi se produire en dynamique, par exemple dans du cuivre contenant des particules de SiO_2 et GeO_2 de plusieurs microns [18,19]. Sa présence dans les alliages d'aluminium est cependant moins fréquemment attestée.

Quelques études ont été effectuées sur des alliages Al-Mg-Mn de pureté commerciale. Ces alliages contiennent généralement une distribution bimodale de particules (principalement $\text{Al}_6(\text{Mn,Fe})$). Les petites particules ($\approx 0,1 \mu\text{m}$) sont réputées inhiber la recristallisation car, en les épinglant, elles ralentissent le mouvement des parois. En revanche, les grosses particules ($> 1 \mu\text{m}$), qui créent localement des zones très déformées, stimulent la germination. L'addition de magnésium est indispensable car cet élément limite la restauration en ségrégeant sur les dislocations.

Pour un alliage Al-5Mg-0,8Mn déformé par extrusion [20], la présence de petits grains recristallisés dynamiquement à proximité des grosses particules est attestée. Néanmoins, cette recristallisation reste très limitée, que ce soit par le faible nombre de grains observés que par la taille de ces derniers (proche de celle des sous-grains). McQueen et al. [21] font état d'une recristallisation

complète lors de la torsion du même alliage. On peut cependant penser que celle-ci n'est pas le fruit d'une RDD mais plutôt d'une RDG. Une étude plus récente [22] conforte cette hypothèse.

Castro-Fernandez et Sellars [23] ont modifié la répartition des tailles des particules d'un alliage Al-1Mg-1Mn par un traitement thermique permettant de faire grossir toutes les particules au-delà de 1 μm . Le matériau contenant une distribution bimodale ne présente aucun signe de recristallisation dynamique. En revanche, le matériau à grosses particules révèle la présence de grains recristallisés. Mais là encore le volume recristallisé est très faible et les plus gros grains ne dépassent pas 10 μm (fig. I.3).

Si la RDD n'est pas complètement éliminée par la forte capacité de restauration de l'aluminium, elle reste très marginale. L'addition d'éléments d'alliage qui limitent la restauration (diminution de l'EDE, ancrage des dislocations) et favorisent la germination (PSN) ne permet d'obtenir qu'une RDD très limitée : le nombre de germes reste faible et leur croissance est quasiment nulle.

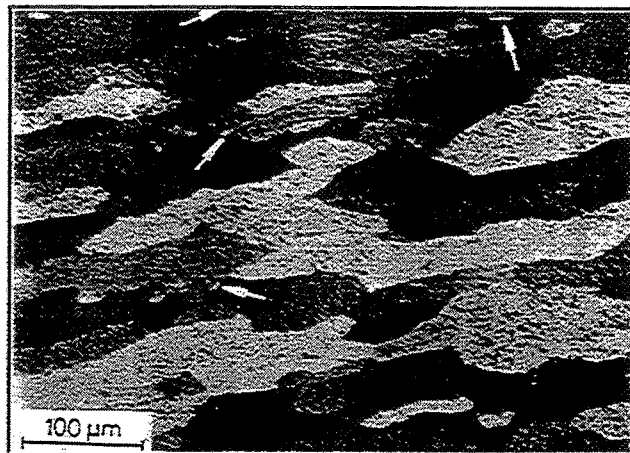


Figure I.3 : Microstructure d'un échantillon d'alliage Al-1Mg-1Mn déformé en compression plane de 0,33 à 480°C et 5 s⁻¹ puis trempé 1 s après l'arrêt de la déformation. Les flèches indiquent des nouveaux grains formés par PSN [23].

I.1.2 - LA RECRISTALLISATION DYNAMIQUE CONTINUE

Selon certains auteurs [2,25-27], elle résulte de l'accumulation de dislocations dans les sous-joints. Ces derniers voient leur désorientation augmenter progressivement. Lorsqu'elle atteint une valeur critique de l'ordre de 15° , les sous-joints se transforment en joints.

La distinction entre sous-joint et joint est liée à leur nature physique. Les sous-joints sont constitués d'une à trois familles de dislocations [24]. Lorsque les coeurs des dislocations sont tangents, on atteint une désorientation maximale d'environ 15° . Au-delà, la paroi ne peut plus être décrite en terme de dislocations et l'on parle d'un joint.

Ce type de recristallisation, qui est l'aboutissement d'une restauration très avancée, a été observé dans un certain nombre de métaux à forte EDE. Sa capacité à produire une structure à grains très fins et équiaxes a été mise à profit pour améliorer le comportement superplastique de certains alliages.

I.1.2.1 - RDC dans l'aluminium de pureté commerciale

Les principaux travaux ont été effectués par Perdrix et al. [25-27] sur un aluminium 1050 (99,5%) déformé par torsion. Les résultats les plus significatifs sont résumés par la figure I.4. L'état faiblement déformé ($\bar{\epsilon} = 0,85$, fig. I.4.a) est caractéristique d'une structure restaurée. On distingue deux grains subdivisés en sous-grains. La figure de pôles indique que ces sous-grains ont gardé une orientation très voisine de celle du grain dont ils sont issus. De même, les sous-joints et les joints sont nettement séparés sur l'histogramme des désorientations.

L'état fortement déformé ($\bar{\epsilon} = 40$, fig. I.4.b) est en revanche caractéristique d'une structure partiellement recristallisée. Un certain nombre de sous-joints se sont transformés en joints et l'on note la présence de cristaux entourés à la fois de joints et de sous-joints. Il n'est plus possible de distinguer les grains initiaux, ce qui est confirmé par la figure de pôles. Les sous-grains ont en effet fortement tourné et leurs pôles ne sont plus regroupés autour des orientations des grains initiaux. Les désorientations sont désormais distribuées de façon

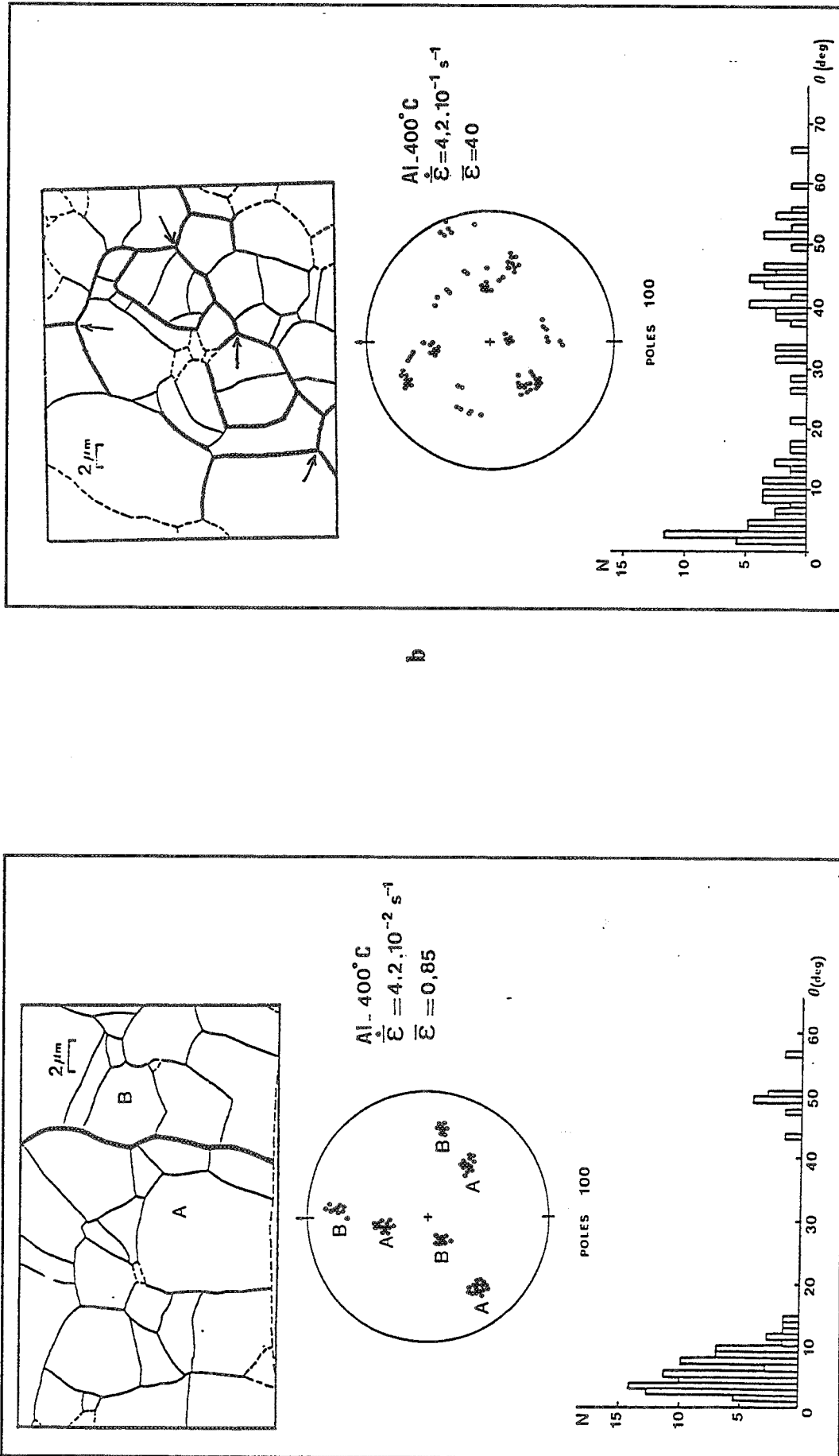


Figure I.4 : Microstructures obtenues après torsion d'un aluminium de pureté commerciale : schéma de la plage, figure de pôles et histogramme de désorientation pour a) une faible et b) une forte déformation [27].

continue entre 0° et 63° . Il est à noter que cette structure est très stable vis-à-vis d'un maintien en température après déformation : aucune recristallisation statique n'est observée après une heure de maintien à 400°C [27].

Tous ces résultats, qui tendent à montrer que les sous-grains se sont progressivement désorientés les uns par rapport aux autres, sont en accord avec le mécanisme supposé de RDC. Ils sont cependant contestés par un certain nombre d'auteurs [16,17,28] qui pensent que la RDG à elle seule permet d'expliquer tous les changements microstructuraux observés.

Il est certes indéniable que la RDG opère dès que des polycristaux sont fortement déformés (et si les joints ne migrent pas trop rapidement). Si elle peut expliquer le nombre croissant de joints observé, elle ne suffit en revanche pas pour expliquer l'étalement des pôles et la distribution continue des désorientations (cf. I.1.5). Il semble donc plus raisonnable de penser que la RDC et la RDG ont agi simultanément.

I.1.2.2 - RDC dans d'autres métaux à forte EDE (aciers ferritiques, titane β)

Des observations analogues à celles de Perdrix et al. ont également été faites sur des aciers ferritiques déformés par torsion. Lombry et al. [29] ont constaté l'apparition de nouveaux cristaux pour des taux de déformation modérés ($\epsilon \approx 2$). Ces derniers se forment en priorité le long des joints de grains et atteignent des désorientations de l'ordre de 10° (fig. I.5). Il n'est alors pas exclu qu'une déformation plus importante conduise à la formation de véritables grains.

De grandes déformations ont été atteintes par Schmidt et al. [30]. La désorientation moyenne des "sous-joints" passe de 5° pour $\epsilon = 1$ à 15° pour $\epsilon = 15$ (fig. I.6). Un certain nombre de "sous-joints" sont en fait de véritables joints.

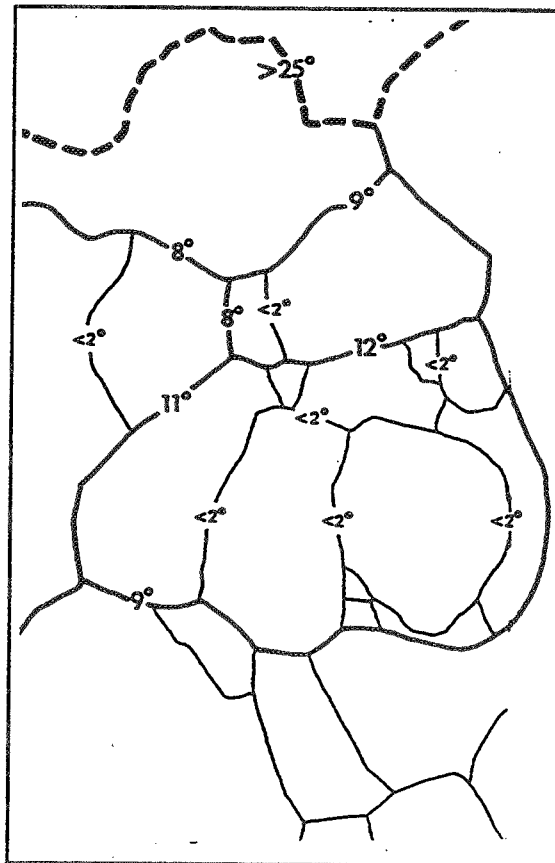


Figure I.5 : Désorientations des cristaux dans un acier ferritique à 23% Cr déformé par torsion de 2,7 à 1050°C et 3,6 s⁻¹ [29].

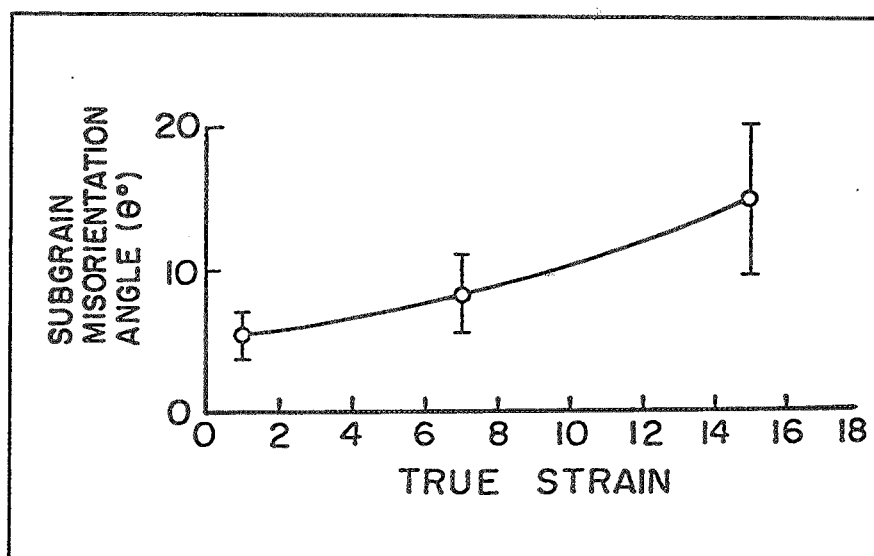


Figure I.6 : Evolution de la désorientation moyenne des "sous-grains" avec la déformation dans un acier à 26%Cr-1%Mo ; T = 700°C, $\dot{\epsilon} = 6 \times 10^{-3}$ s⁻¹ [30].

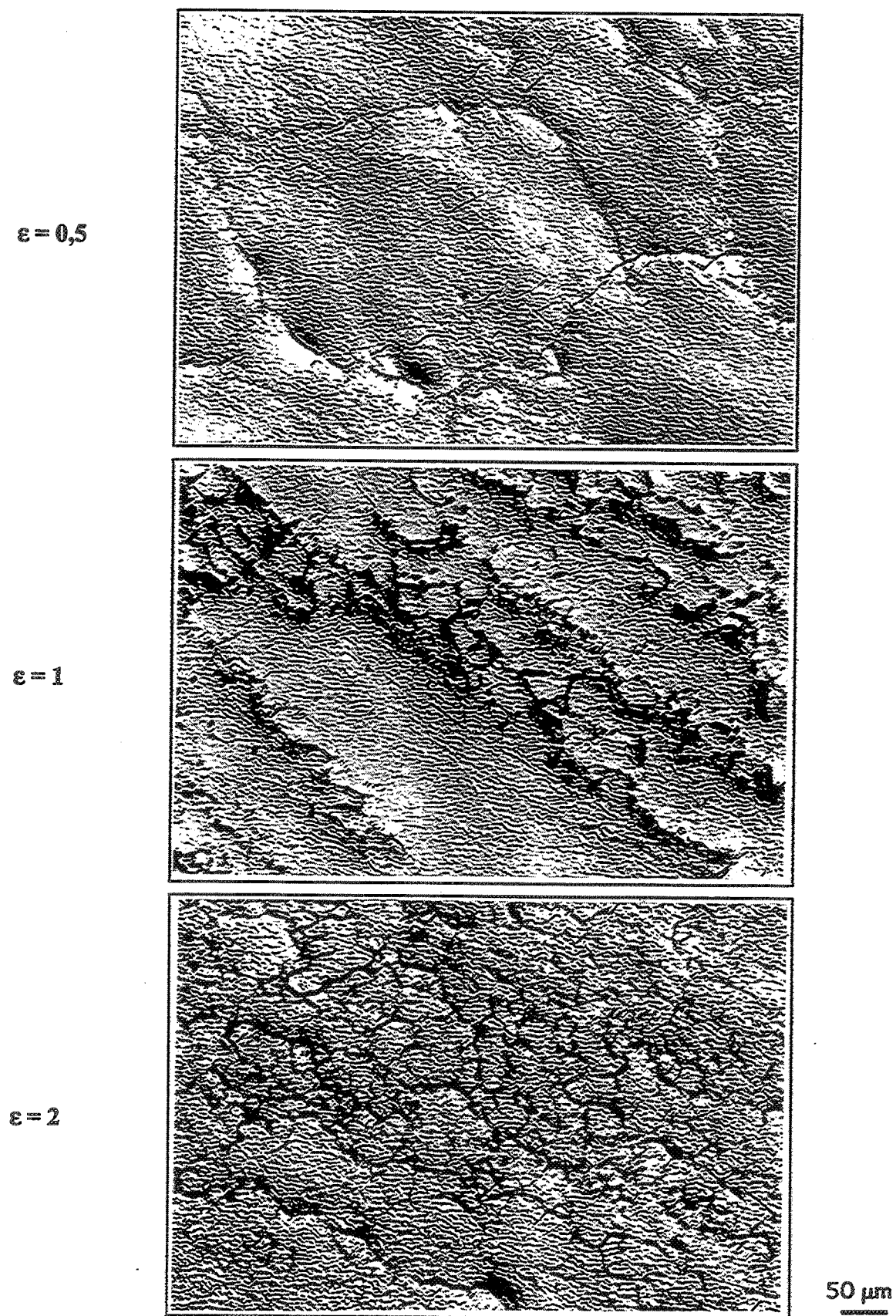


Figure I.7 : Evolution de la microstructure d'un alliage Ti6246 avec la déformation ; torsion, $T = 1050^{\circ}\text{C}$, $\dot{\epsilon} = 0,05 \text{ s}^{-1}$ [34].

La phase β des alliages de titane a fait récemment l'objet de nombreuses études. Chaussy et al. [31-33] ont suivi l'évolution microstructurale de l'alliage β -Cez lors d'essais de compression ; Audrerie [34] a étudié le comportement de plusieurs alliages dans le domaine β (β -Cez, TA6V, Ti6246) en torsion (voir aussi Chaze et Montheillet [35]).

Il ressort de ces études que de nouveaux grains apparaissent tout d'abord aux joints des anciens grains puis envahissent tout le matériau (fig. I.7). La taille des nouveaux grains est proche de celle des sous-grains (une à deux fois plus grande) et ils semblent provenir d'une désorientation progressive de ces derniers.

Que ce soit dans le cas des aciers ferritiques ou dans celui des alliages de titane β , la recristallisation est d'autant plus rapide que la vitesse de déformation est faible et la température élevée. Les résultats expérimentaux donnent à penser que cette recristallisation est de type continu. Cependant, les structures recristallisent statiquement assez facilement, ce qui est plutôt une caractéristique de la RDD (cf. I.1.5).

I.1.2.3 - RDC dans les alliages d'aluminium superplastiques

Les alliages superplastiques sont souvent obtenus par des traitements thermomécaniques qui, grâce à une recristallisation statique discontinue bien contrôlée, aboutissent à la formation d'une structure à petits grains ($\approx 10 \mu\text{m}$). La traction, pour être superplastique, est généralement effectuée à faible vitesse et haute température ($0,9 T_f$).

Une des caractéristiques de la RDC est la formation de grains très fins et équiaxes. Cette propriété a récemment été mise à profit pour améliorer le comportement superplastique de certains alliages d'aluminium. Dans ce cas, la structure à grains fins n'est pas présente avant la déformation mais se forme au début de celle-ci.

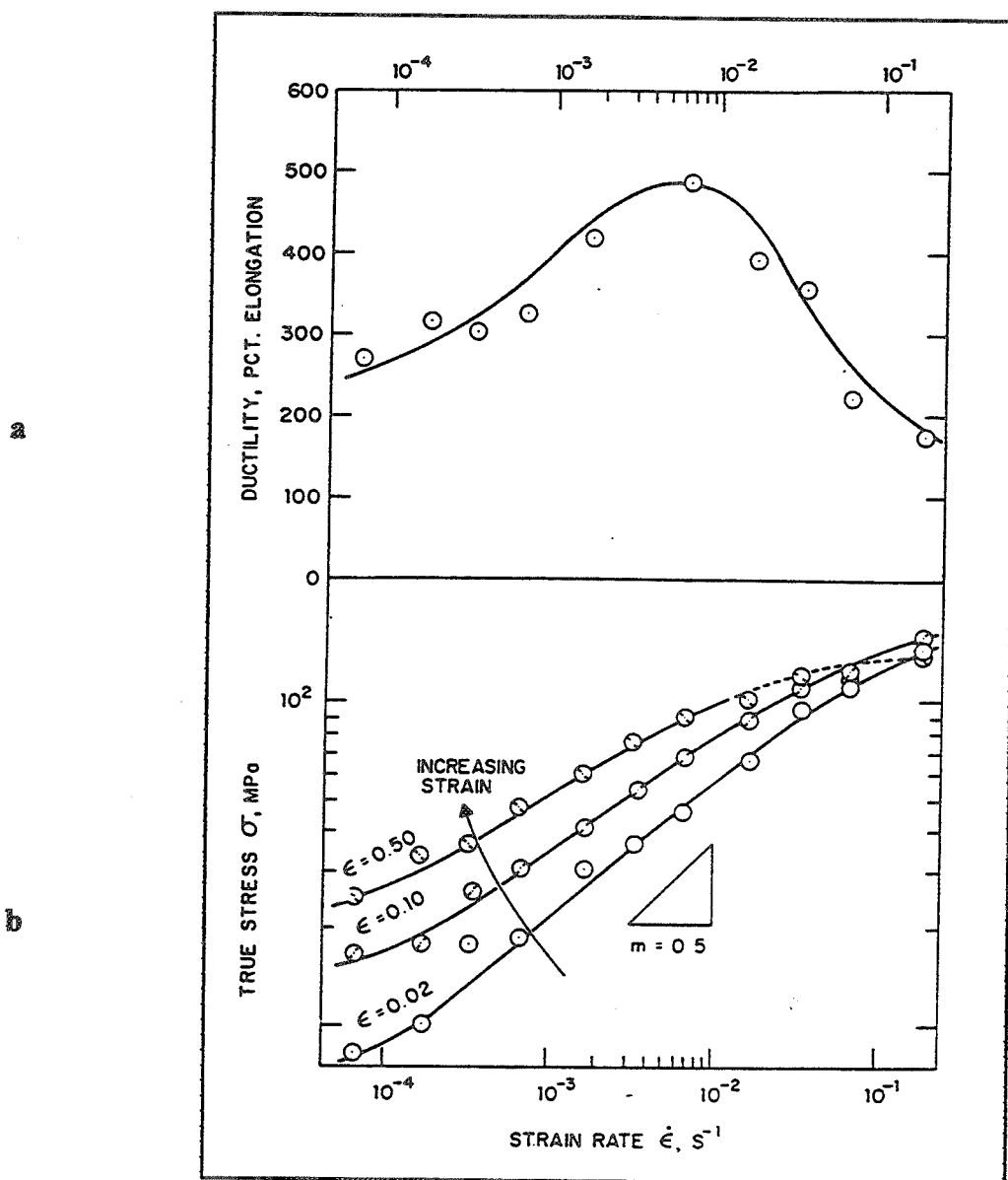


Figure I.8 : Résultats de la traction à 300°C d'un alliage Al-10Mg-0,1Zr. a) Variation de l'élongation avec la vitesse de déformation montrant un pic de ductilité à $6,7 \times 10^{-3} s^{-1}$; b) Courbes contrainte-vitesse de déformation (dont les pentes donnent le coefficient de sensibilité à la vitesse m) à différents taux de déformation [44].

Deux catégories d'alliages sont concernées. La première comprend les alliages Al-Zr : Al-6Cu-0,4Zr (Supral) [36-38], Al-4Cu-0,3Zr [39], Al-0,9Mn-0,4Zr [38,40], Al-0,25Zr-0,1Si [39,41], etc. La deuxième catégorie, étudiée par McNelley et al., est constituée des alliages Al-10Mg-0,5Mn [42,43] et Al-10Mg-0,1Zr [44,45].

Ces alliages subissent généralement un laminage à froid (Al-Zr) ou à tiède (Al-10Mg) avant la déformation superplastique. Cette dernière est effectuée à des températures de 300°C (Al-10Mg) ou 400-500°C (Al-Zr) et des vitesses de déformation proches de 10^{-3} s^{-1} . Dans ces conditions, le coefficient de sensibilité à la vitesse peut dépasser 0,45. Bricknell et Edington [36,37] ont observé des élongations de plus 1000% pour le Supral, McNelley et al. [42-44] des élongations supérieures à 400% (fig. I.8).

La microstructure juste avant la déformation superplastique (en tenant compte de la montée en température avant l'essai) est constituée de sous-grains très fins (1-2 μm), dont la désorientation atteint au maximum 7°. De plus, une très fine dispersion de particules (Al_3Zr , $(\text{Al}_8\text{Mg}_5)\beta$ ou Al_6Mn selon l'alliage) est présente. Ces petites particules (0,01-0,5 μm) sont essentielles à la réalisation de la déformation superplastique car ce sont elles qui limitent fortement la croissance des grains.

Cette structure n'évolue pratiquement pas au cours d'un maintien de plusieurs heures à 400°C. En revanche, on observe une augmentation rapide de la désorientation des sous-grains qui s'accompagne d'une croissance modérée de leur taille dès le début de la traction à chaud. On obtient ainsi rapidement une structure superplastique à grains très fins et équiaxes.

Le domaine de vitesse favorable à la superplasticité est très limité. Une vitesse de déformation plus faible conduit à une taille de grains trop grosse, tandis que des vitesses plus élevées ne laissent pas le temps à la RDC d'opérer.

Dans de nombreux cas, la RDC permet d'augmenter la vitesse de déformation et de diminuer la température du domaine superplastique. La cavitation, qui est observée lors de déformations superplastiques classiques à très haute température, est pratiquement supprimée. La tenue en service d'un tel matériau est donc fortement améliorée.

I.1.3 - LA RECRISTALLISATION DYNAMIQUE GEOMETRIQUE

Ce mécanisme de recristallisation a été décrit pour la première fois en 1985 par McQueen et al. [46] dans le cas de l'aluminium de pureté commerciale déformé en torsion. Depuis, des observations similaires ont également été effectuées sur des alliages d'aluminium (Al-Mg [47,48], Al-Mg-Mn [49]).

Au cours de la déformation, les grains initiaux s'allongent (traction, torsion) ou s'aplatissent (compression). Il en résulte une forte augmentation de la surface des joints de grains initiaux, d'autant plus importante que la présence des sous-grains provoque des ondulations (fig. I.9). Par conséquent, un nombre croissant de sous-grains sont adjacents à ces joints et possèdent au moins une facette à forte désorientation.

Lorsque l'épaisseur des grains initiaux est réduite à environ deux fois la taille des sous-grains, certains grains subissent un pincement et se fragmentent ; les joints concernés entrent en contact et s'annihilent (fig. I.10). A partir de cette déformation critique, la surface de joints de grains initiaux reste constante ; entre le tiers et la moitié des parois des "sous-grains" sont alors constituées de joints de grains initiaux [16,17,28,46-48].

Dans le cas des alliages, un second mécanisme qui se superpose au premier a été mis en évidence plus récemment [22,49-51]. Alors que dans l'aluminium pur chaque ondulation du joint contient généralement un seul sous-grain, dans un alliage Al-5Mg une ondulation peut en contenir 5 ou 6. Cette différence s'explique par le fait que la formation des sous-grains est plus lente dans les alliages Al-Mg ; les premiers sous-joints qui apparaissent sont plus espacés que ceux observés en régime stationnaire. Néanmoins, ce sont eux qui déterminent l'amplitude des ondulations [52]. Ces ondulations très prononcées sont alors plus enclines à se séparer du gros grain initial et à former de nouveaux petits grains (figs. I.10 et I.11).

Ce mécanisme est différent de la migration des joints induite par la déformation (Strain Induced Boundary Migration - SIBM) pour plusieurs raisons. D'une part, la SIBM se produit lorsqu'il y a une différence d'énergie élastique stockée de part et d'autre de la paroi. Dans le cas de la RDG, on peut penser

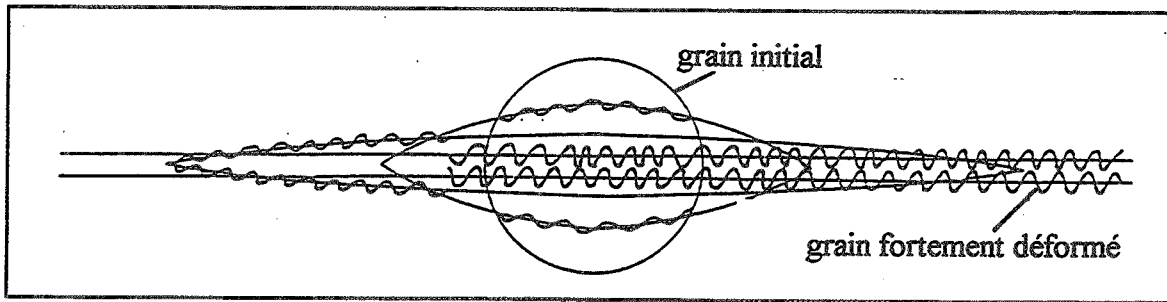


Figure I.9 : Elongation et ondulation des joints de grains initiaux avec la déformation [28].

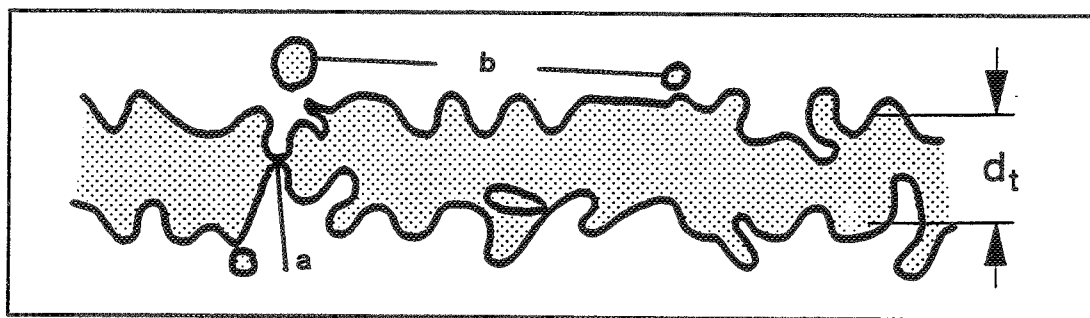


Figure I.10 : Schéma montrant a) le pincement des joints de grains initiaux quand l'épaisseur du grain se rapproche d'environ deux fois la taille des sous-grains et b) le détachement de certaines protubérances qui forment de petits grains [49].

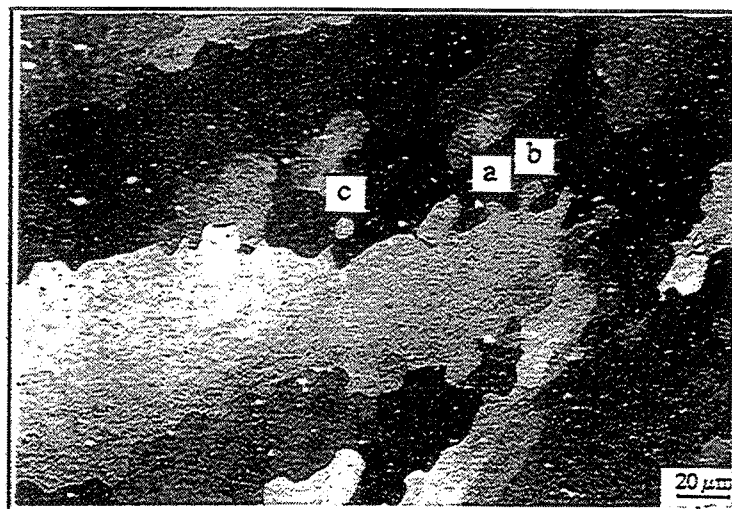


Figure I.11 : Micrographie d'un alliage Al-5Mg montrant différents degrés d'ondulation (a,b) jusqu'au détachement du grain initial (c) [22].

que cette différence d'énergie est pratiquement nulle. D'autre part, la SIBM est un mécanisme de formation des germes de la RDD. Les nouveaux grains formés par RDG ne peuvent pas être considérés comme des germes car ils ne croissent jamais.

I.1.4 - CAS PARTICULIER DES MATERIAUX NON-METALLIQUES

La RDD et la RDC (appelées respectivement *recristallisation de migration* et *recristallisation de rotation* par les géologues) sont couramment observées dans de nombreux minéraux tels que la calcite, le quartz, NaCl, l'olivine [53], ou dans la glace [54]. Ces matériaux peuvent être déformés naturellement (dans la croûte terrestre et les glaciers) ou en laboratoire.

Par rapport aux métaux, la recristallisation dans les matériaux non-métalliques présente quelques originalités. En particulier, selon la température et le niveau de contrainte appliquée, ceux-ci recristallisent aussi bien par migration que par rotation. Lorsque la température ou la contrainte augmente, on passe de la RDC à la RDD. Une diminution de pureté du matériau entraîne une translation de la frontière entre RDD et RDC vers des températures plus élevées (fig. I.12).

La taille des grains obtenus par RDC est légèrement supérieure à celle des sous-grains, mais bien inférieure à celle des grains formés par RDD (fig. I.13).

Ces deux types de recristallisation sont liés à deux régimes de migration des joints. La RDC correspond à un régime de migration lente, la RDD à un régime de migration rapide (libération de l'atmosphère créée par les impuretés).

Figure I.12 : Frontière entre le domaine de la recristallisation par rotation et celui de la recristallisation par migration pour trois NaCl de puretés différentes (le sel naturel des mines de Dieuze est présumé très impur) [2].

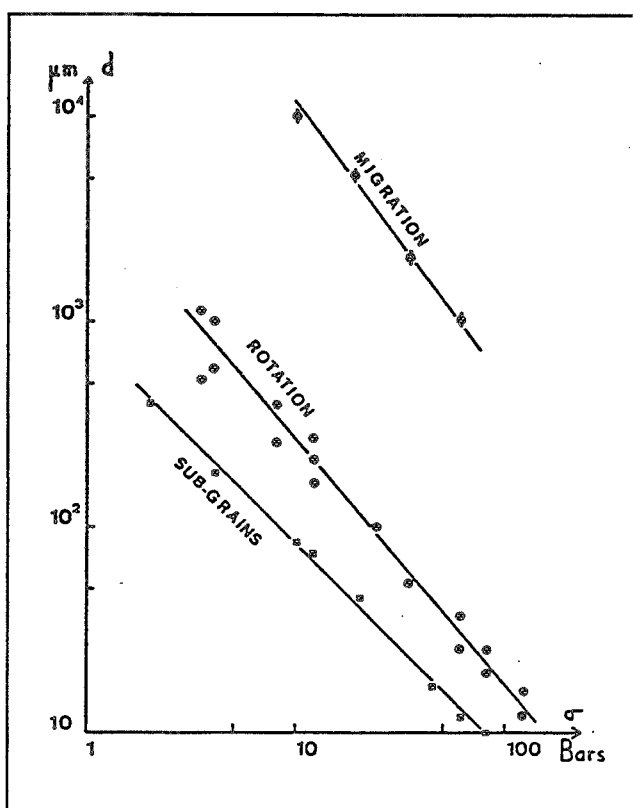
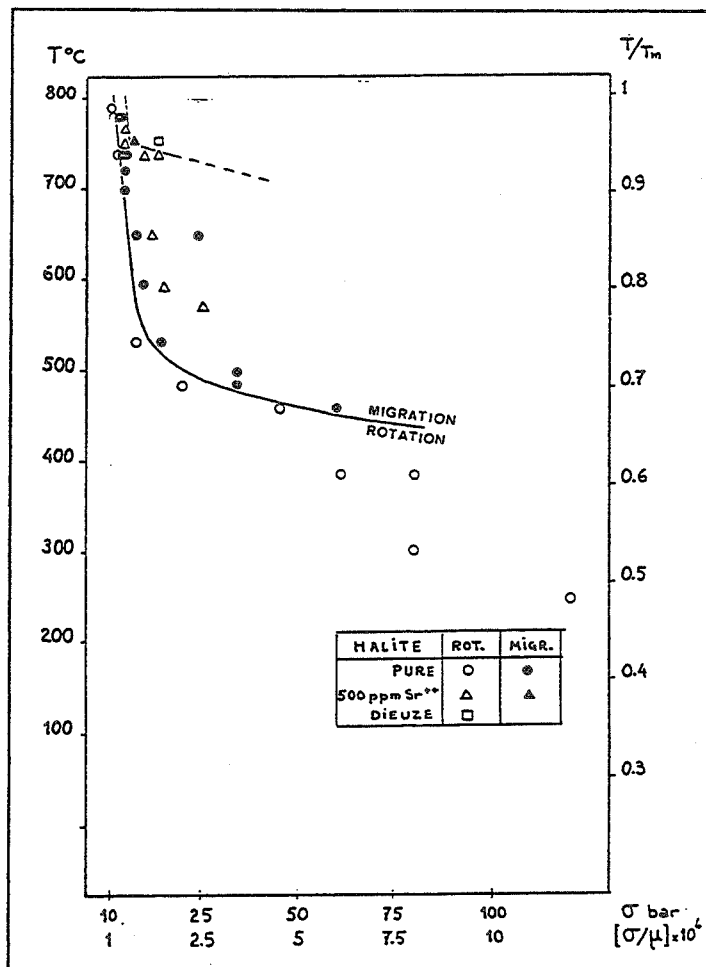


Figure I.13 : Relation entre la taille des sous-grains et des grains recristallisés par rotation et migration et la contrainte appliquée [2].

I.1.5 - CRITERES DISTINCTIFS DE LA RDD, LA RDC ET LA RDG

Du point de vue des processus mis en jeu, la RDD se distingue des deux autres mécanismes par une migration des joints de grains rapide et sur de longues distances, cette migration éliminant complètement l'ancienne structure écrouie. Dans le cas de la RDC et de la RDG, les parois des nouveaux grains peuvent aussi migrer, mais elles le font plus lentement et sur de très courtes distances. Cette migration a pour principal effet de maintenir les grains équiaxes au cours de la déformation.

La RDD et la RDC nécessitent la formation de nouveaux joints de grains, en revanche, dans le cas de la RDG, ce sont d'anciens joints de grains qui entourent les nouveaux grains.

Même si les différences entre ces trois mécanismes de recristallisation peuvent paraître claires, dans la pratique il est bien souvent difficile de déterminer l'origine de la recristallisation observée. Un certain nombre de critères peuvent être utilisés dans ce but. Ils ne permettent pas toujours de trancher, d'autant plus que certains matériaux ($Ti\beta$ et aciers ferritiques par exemple) présentent simultanément des caractéristiques typiques de différentes recristallisations.

a) L'énergie de défaut d'empilement

A priori, les matériaux à EDE faible ou moyenne devraient recristalliser de façon discontinue, la RDC et la RDG étant réservées aux matériaux à forte EDE. La distinction n'est cependant pas aussi nette. D'autres facteurs tels que les conditions de déformation, la présence de solutés et de précipités interviennent. De plus, l'EDE est une grandeur difficilement mesurable, surtout à haute température.

b) L'allure des courbes contrainte-déformation

Les courbes à simple maximum ou à maxima multiples sont caractéristiques de la RDD. La RDC et la RDG présentent en revanche des courbes contrainte-déformation typiques de la restauration (augmentation de la contrainte jusqu'à un palier stationnaire).

Il faut cependant être très prudent car la décroissance de la contrainte peut aussi être due à un échauffement adiabatique (surtout sensible pour $\dot{\epsilon} \geq 1 \text{ s}^{-1}$), ou à la formation d'une texture à facteur de Taylor faible (la décroissance est alors moins rapide que dans le cas de la RDD). De plus, le pic très accentué observé au chargement de certains alliages (Ti β , Al-Mg) est dû à l'ancrage initial des dislocations par des atomes de soluté.

c) L'énergie d'activation apparente

La RDC et la RDG ont une énergie d'activation apparente proche de l'énergie d'autodiffusion, alors que celle de la RDD est parfois nettement supérieure. Cette augmentation pourrait être liée à un effet de type "mésomécanique" (comportement d'un mélange de grains écrouis et recristallisés) [55].

d) Le rapport taille des nouveaux grains / taille des sous-grains

La RDD implique la croissance de germes qui sont supposés de taille comparable à celle des sous-grains. Les grains formés par RDD sont donc généralement beaucoup plus gros que les sous-grains ; un rapport 10 [56] ou 20 [19] est souvent cité (cf. également fig. I.13).

Dans le cas de la RDC, les nouveaux grains sont d'anciens sous-grains qui, dans certains cas, ont légèrement grossi. En conséquence, ces grains sont de une à deux fois plus gros que les sous-grains.

De même, la taille des grains formés par RDG est égale à celle des sous-joints pour l'aluminium pur et légèrement supérieure pour les alliages (2,5 fois pour un alliage Al-5Mg) [49,51].

e) Le rapport épaisseur des anciens grains / taille des sous-grains

En l'absence de RDD, ce critère permet de déterminer l'avancement de la RDG. Si l'épaisseur des grains initiaux est inférieure à deux fois la taille des sous-grains, la déformation critique de la RDG est atteinte.

f) L'évolution de la désorientation des parois

Dans le cas de la RDD et de la RDG, on observe deux populations de parois bien distinctes : des sous-joints à très faible désorientation ($\theta < 3^\circ$) et des joints de grains à forte désorientation ($\theta > 15^\circ$). Les histogrammes de désorientation présentent donc une distribution bimodale ; les fractions de sous-joints et de joints évoluent avec la déformation. Dans le cas de la RDD, les fractions de sous-joints et de joints peuvent osciller en fonction des vagues d'écroutissage et de recristallisation. La RDG s'accompagne quant à elle d'une augmentation monotone de la fraction des joints avec la déformation (fig. I.14a).

Dans le cas de la RDC, l'augmentation de la désorientation des sous-joints et leur transformation en joints provoque un glissement des faibles angles vers des valeurs moyennes (15-30°). Cela conduit à une distribution uniforme des désorientations (fig. I.14b).

g) La stabilité de la structure lors d'un maintien en température

Les structures obtenues par RDD donnent lieu à une recristallisation post-dynamique si l'éprouvette n'est pas trempée immédiatement après déformation. En revanche, les structures formées par RDC et RDG sont réputées beaucoup plus stables vis-à-vis de maintiens en température [27].

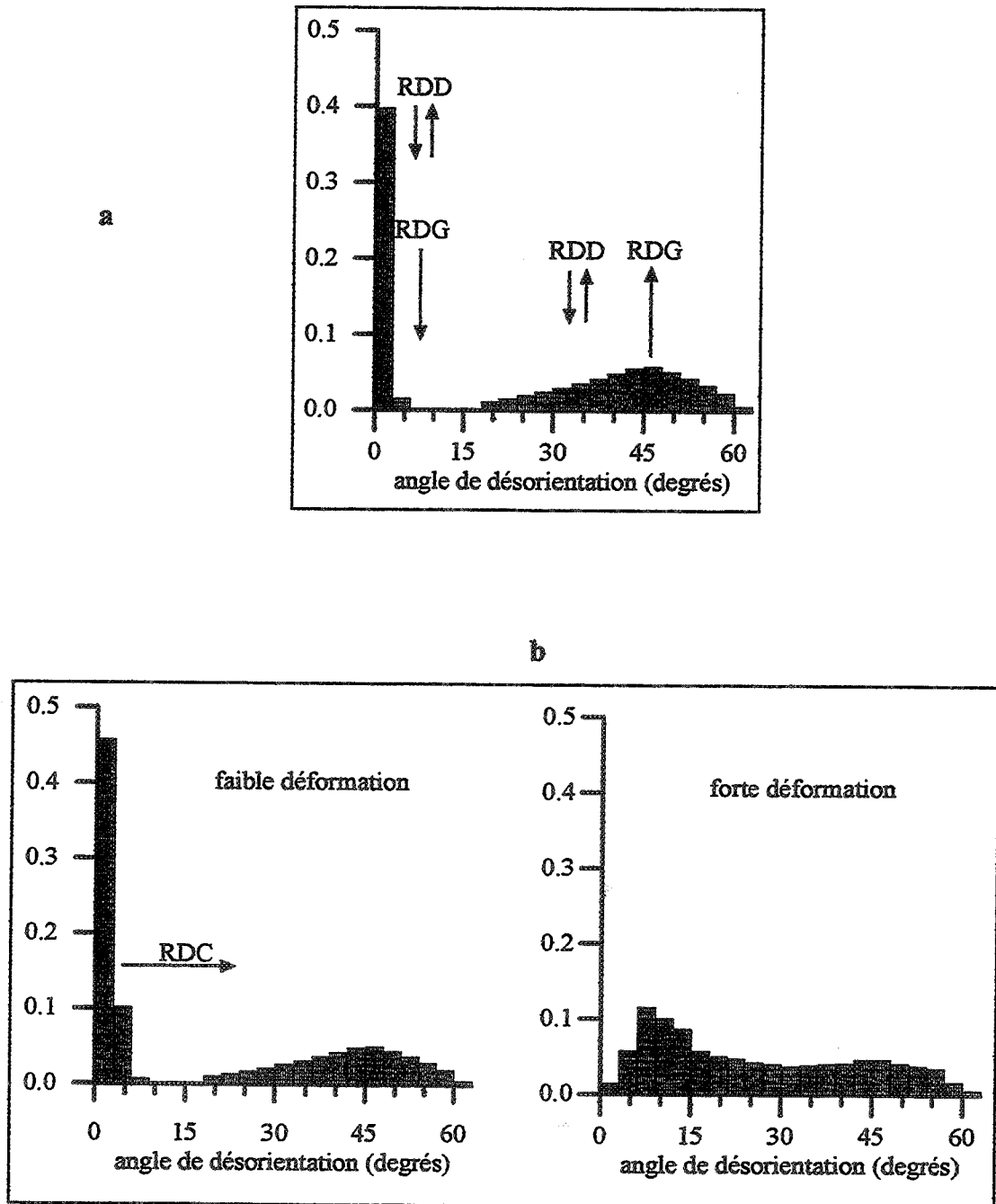


Figure I.14 : Evolution schématique des histogrammes de désorientation avec la déformation. a) Recristallisations dynamiques discontinue et géométrique ; b) Recristallisation dynamique continue.

h) Les figures de pôles locales

Elles permettent de savoir si les sous-grains issus d'un même grain ont des orientations voisines (RDG), ou s'ils ont fortement tourné les uns par rapport aux autres (RDC).

i) La texture globale

Les textures de restauration dynamique (mécanisme prépondérant dans la RDC et la RDG) sont généralement très accentuées, alors que les textures de recristallisation dynamique (RDD) semblent beaucoup plus faibles [57] (et sont également moins bien connues).

I.2 - EVOLUTION DE LA CONTRAINTE D'ÉCOULEMENT ET DES MICROSTRUCTURES DE DÉFORMATION À CHAUD

I.2.1- EXPRESSIONS DE LA CONTRAINTE EN FONCTION DES CONDITIONS DE DÉFORMATION

En régime stationnaire, la contrainte d'écoulement peut être reliée à la température et à la vitesse de déformation par la loi de Sellars et Tegart [58] :

$$\dot{\epsilon} = A (\sinh \alpha \sigma)^p \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right). \quad (I.1)$$

Dans de nombreux cas, la contrainte est suffisamment faible pour justifier l'approximation $\sinh \alpha \sigma \approx \alpha \sigma$, et la relation I.1 peut alors s'écrire :

$$\sigma = K \dot{\epsilon}^m \exp\left(\frac{mQ}{RT}\right) = K Z^m, \quad (I.2)$$

(loi puissance ou pseudoplastique)

avec
$$Z = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right). \quad (I.3)$$

m : coefficient de sensibilité à la vitesse ($m = 1/p$)

Q : énergie d'activation apparente

R : constante des gaz parfaits ($8,314 \text{ kJ mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$)

T : température en K

Z : paramètre de Zener-Hollomon (traduit l'équivalence entre vitesse de déformation et température)

Aux faibles déformations, la formulation empirique

$$\sigma = K' \epsilon^n \dot{\epsilon}^m \exp\left(\frac{mQ}{RT}\right) \quad (I.4)$$

est parfois utilisée. Elle présente l'inconvénient majeur de ne pas se raccorder à l'équation I.2 au régime stationnaire (grandes déformations), contrairement à d'autres formulations issues de modèles physiques (cf. I.2.4).

II.2.2 - LES PRINCIPAUX PARAMETRES MICROSTRUCTURAUX

Les principaux paramètres qui caractérisent la microstructure d'un matériau déformé à chaud peuvent se classer en deux catégories :

(i) Les paramètres concernant l'intérieur des sous-grains

Certains auteurs font la distinction entre les dislocations véritablement mobiles et les autres, immobilisées par d'autres dislocations ou par des particules. Par la suite, toutes ces dislocations seront regroupées dans un même paramètre :

- la densité de dislocations à l'intérieur des sous-grains ρ_i .

(ii) Les paramètres concernant les parois des sous-grains

- la taille des sous-grains D
- la désorientation des sous-joints θ
- la densité des dislocations qui constituent les sous-joints ρ_{sj}
- l'espacement des dislocations dans les sous-joints d .

Ces paramètres sont reliés entre eux par les relations suivantes :

$$\theta \approx \frac{b}{d} \quad [24,59] \quad (I.5)$$

avec b : longueur du vecteur de Burgers

Lorsque le sous-joint contient plusieurs familles de dislocations, la meilleure approximation est obtenue en choisissant pour d la plus petite des distances entre dislocations [50,60].

$$\rho_{sj} \approx c \frac{\theta}{bD} \quad (I.6)$$

ou, en utilisant la relation I.5 :

$$\rho_{sj} \approx \frac{c}{dD} \quad (I.7)$$

Ces deux relations ne sont valables que si le sous-joint est parfaitement "propre" et ne contient pas de dislocations redondantes (dislocations de signes opposés qui ne sont pas annihilées). Le coefficient c est une constante

géométrique qui, selon les auteurs, varie entre 1 et 4. En assimilant les sous-grains à des cubes et en supposant que chaque sous-joint est constitué d'une seule famille de dislocations, on obtient $c = 3$ [61]. Pour un sous-joint contenant deux familles de dislocations et en assimilant D à l'intercept moyen, Blum et al. [50,62] trouvent $c = 4$; c'est également la valeur avancée par Kuhlmann-Wildsdorf et Van der Merwe [63]. D'après Sellars [64,65], $c = 2$ (aucune justification n'est avancée par ces auteurs). Enfin, Guyot et Raynaud [66] indiquent pour leur part une fourchette de 1,4 à 3.

I.2.3 RELATIONS ENTRE LA CONTRAINTE D'ÉCOULEMENT ET LES PARAMETRES MICROSTRUCTURAUX

I.2.3.1 - En régime stationnaire

Sur la base de nombreuses constatations expérimentales [60,67-69] (fig. I.15), la contrainte d'écoulement et la densité de dislocations à l'intérieur des sous-grains peuvent être reliées par la relation :

$$\sigma = \sigma_0 + M\alpha Gb\sqrt{\rho_i} \quad (\text{I.8})$$

σ_0 : composante de la contrainte qui regroupe la friction du réseau, les effets des solutés, des joints de grains, etc.

(pour $T > 0,5 T_f$, $\sigma_0 \approx 0$ dans les métaux purs [65], 3 MPa dans l'aluminium de pureté commerciale [69], 9 MPa pour un alliage Al-1Mg [69], 25 MPa pour un alliage Al-1Mg-1Mn [67]),

M : facteur de Taylor,

α : constante d'interaction entre les dislocations

($M\alpha \approx 0,5-1$ dans les matériaux cubiques [65,68]),

G : module de cisaillement.

Les densités ρ_i et ρ_{sj} étant proportionnelles [61], ce type d'équation s'applique aussi bien à la densité de dislocations dans les sous-joints qu'à la densité totale [61,70] (fig. I.15).

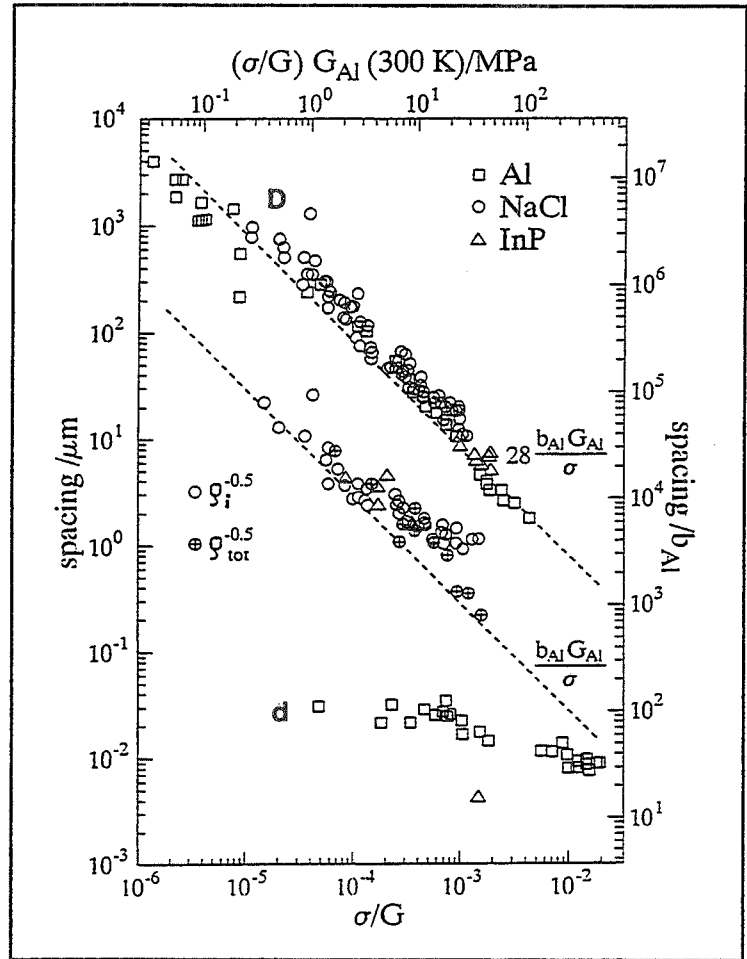


Figure I.15 : Relations entre la contrainte et différents paramètres microstructuraux (D , $\rho^{-0,5}$ et d) [60].

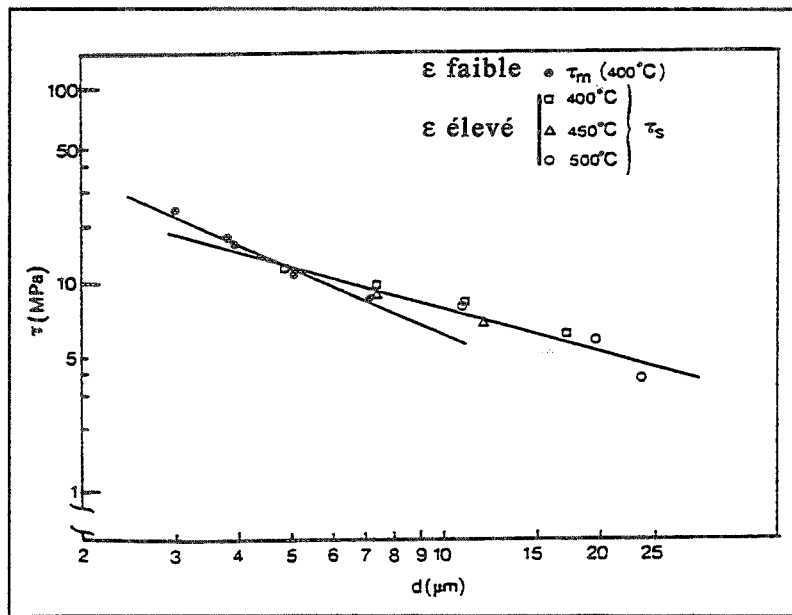


Figure I.16 : Relations entre la contrainte et la taille des sous-grains (déformation faible) et des nouveaux grains (déformation forte) [25].

Il est aussi à noter que diverses estimations théoriques, basées sur des mécanismes d'écroutissage différents (interactions à distance, empilements, jonctions attractives, sources de Frank-Read, traînée de crans, cf. la revue de Wiedersich dans [71]), conduisent toutes à une relation entre la contrainte interne et la densité de dislocations du type de l'équation I.8.

Des considérations théoriques [63] et expérimentales [2,22,25-27, 29,50,51,53,60,67,69] (figs. I.15 et I.16) permettent également de relier la contrainte d'écoulement à la taille des sous-grains :

$$\sigma = \sigma_0 + M\beta GbD^{-1}. \quad (\text{I.9})$$

$$10 \leq M\beta \leq 30 \text{ [22,60,65] (28 pour Al [22,51])}$$

Les équations I.8 et I.9 impliquent une relation de la forme :

$$\sqrt{\rho_i} = CD^{-1}. \quad (\text{I.10})$$

$$C \approx 10\text{-}20 \text{ [65,67,69]}$$

Cette relation est identique à celle proposée par Holt [72] sur des bases théoriques.

Aux grandes déformations, lorsque les sous-grains se transforment progressivement en grains (RDC ou RDG), la relation I.9 est légèrement modifiée et devient [25-27] :

$$\sigma = \sigma_0 + M\beta GbD^{-q}, \quad (\text{I.11})$$

$$0,5 \leq q \leq 1.$$

Cette équation est intermédiaire entre la relation I.9 ($q = 1$) associée aux sous-joints et la loi de Hall-Petch ($q = 0,5$) associée aux joints de grains. Pour un aluminium de pureté commerciale fortement déformé, Perdrix et al. ont trouvé $q = 0,73$ (fig. I.16). Des résultats similaires ont été publiés pour d'autres matériaux : $q = 0,9$ pour un acier ferritique [29], $q = 0,85$ pour NaCl [2].

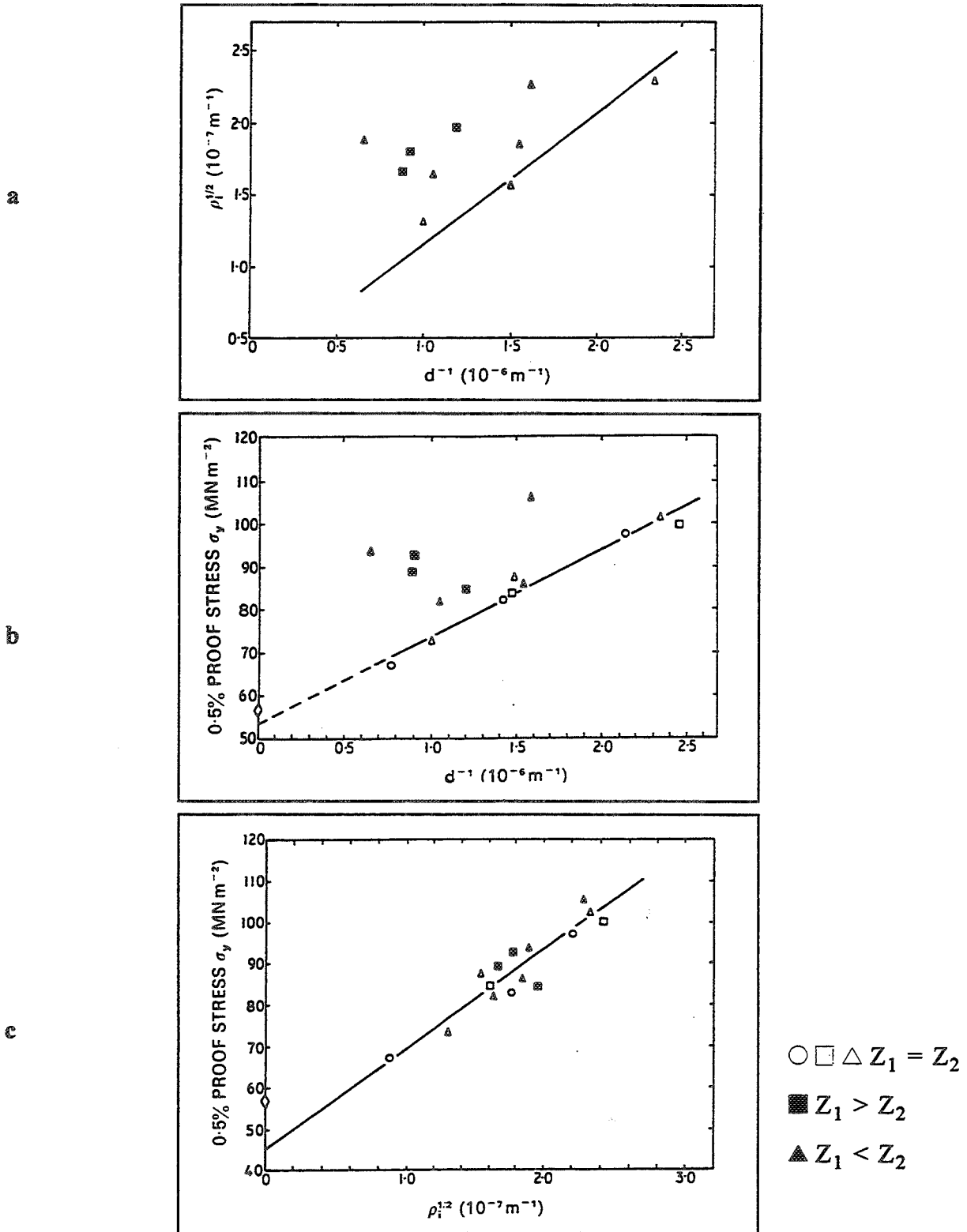


Figure I.17 : Compression plane d'un alliage Al-1Mg-1Mn avec et sans changement du paramètre de Zener-Hollomon Z. a) Relation entre la densité de dislocations à l'intérieur des sous-grains et la taille des sous-grains ; b) Relation entre la contrainte et la taille des sous-grains ; c) Relation entre la contrainte et la densité de dislocations à l'intérieur des sous-grains [64].

I.2.3.2 - En régime transitoire

Dans la mesure où les paramètres ρ_i et D sont couplés au régime stationnaire (éq. I.10), il est impossible de séparer leurs effets sur la contrainte d'écoulement. En revanche, pendant un régime transitoire (au début d'un essai monotone ou après un saut de vitesse ou de température), ces paramètres sont découplés (fig. I.17a). Dans ces conditions, il apparaît que la contrainte est presque entièrement contrôlée par la densité de dislocations à l'intérieur des sous-grains, avec une faible contribution (10 à 30 %) des sous-joints [64,65,67,73]. Les figures I.17b,c montrent que pendant la période transitoire qui suit un changement du paramètre de Zener-Hollomon, la relation I.9 n'est plus respectée, alors que la relation I.8 reste en grande partie valable. Kassner et al. [74] aboutissent aux mêmes conclusions en découplant ρ_i et D par une combinaison de déformations à chaud et à froid.

Cependant, même si les sous-joints jouent un rôle moins important que les dislocations à l'intérieur des sous-grains, les différents auteurs considèrent que les relations I.8 et I.9 ne sont valables qu'au régime stationnaire. Dans les autres cas il est préférable de les remplacer par une équation qui tient compte à la fois de ρ_i et D , par exemple :

$$\sigma = \sigma_0 + k_1 \sqrt{\rho_i} + k_2 D^{-1/2} \quad [64] \quad (\text{I.12a})$$

$$\text{ou} \quad \sigma^2 = \sigma_0^2 + [k_1 \rho_i^{q_1}]^2 + [k_2 D^{-q_2}]^2. \quad [74] \quad (\text{I.12b})$$

I.2.4 - MODELES MICROSCOPIQUES DE COMPORTEMENT A CHAUD

Il existe de nombreux modèles basés sur une loi d'évolution de la densité de dislocations ρ (la nature de ces dislocations n'est généralement pas précisée) de la forme :

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = \left. \frac{d\rho}{d\varepsilon} \right|_{\text{é croissag}} - \left. \frac{d\rho}{d\varepsilon} \right|_{\text{restauration}} \quad (\text{I.13})$$

En règle générale, on admet que le terme d'écrouissage est proportionnel à $\frac{1}{b\lambda}$, λ étant le libre parcours moyen des dislocations. Deux cas de figure se présentent :

(i) λ ne dépend pas de ρ , c'est une constante fixée par la taille des grains, des sous-grains D ou la distance entre particules. Alors :

$$\left. \frac{d\rho}{d\varepsilon} \right|_{\text{écrouissage}} = h(\dot{\varepsilon}, T). \quad (\text{I.14a})$$

Selon les cas, h peut dépendre de $\dot{\varepsilon}$ et T (par l'intermédiaire de D) ou ne pas en dépendre.

(ii) λ dépend de ρ , ce sont les dislocations elles-même qui sont le principal obstacle à leur propre mouvement. En considérant par exemple que ces dislocations sont disposées selon un réseau cubique (réseau de Frank), on obtient $\lambda = \sqrt{3/\rho}$. D'où :

$$\left. \frac{d\rho}{d\varepsilon} \right|_{\text{écrouissage}} = h \sqrt{\rho}. \quad (\text{I.14b})$$

Dans ce cas, h est une constante géométrique qui ne dépend pas de $\dot{\varepsilon}$ et T .

Le terme de restauration est souvent choisi proportionnel à $\rho l/b$, où l représente la longueur de dislocation annihilée à chaque rencontre. Là encore, deux cas de figures se présentent :

(i) l ne dépend pas de ρ , cette longueur est par exemple fixée par la taille des sous-grains.

$$\left. \frac{d\rho}{d\varepsilon} \right|_{\text{restauration}} = r(\dot{\varepsilon}, T) \rho \quad (\text{I.15a})$$

(ii) l dépend de ρ , c'est par exemple le paramètre de maille du réseau de Frank ($l \approx \sqrt{3/\rho}$).

$$\left. \frac{d\rho}{d\varepsilon} \right|_{\text{restauration}} = r \sqrt{\rho} \quad (\text{I.15b})$$

La plupart des modèles exposés ci-dessous sont basés sur la combinaison d'une équation d'évolution de la densité de dislocations (éqs. I.13-I.15) avec la

relation $\sigma = \alpha G b \sqrt{\rho}$ (éq. I.8), ce qui permet, entre autres, d'évaluer l'évolution de la contrainte avec la déformation.

a) Le modèle de Stüwe et Hertel [75]

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = h - \frac{r}{\dot{\varepsilon}} \rho^2 \quad (\text{I.16})$$

$$\sigma = \sigma_s \left[\tanh \left(\sqrt{\frac{hr}{\dot{\varepsilon}}} \varepsilon + C \right) \right]^{1/2} \quad \text{avec} \quad \sigma_s = \alpha \mu b \left(\frac{h}{r} \dot{\varepsilon} \right)^{1/4} \quad (\text{I.17})$$

Le terme de restauration de l'équation I.16 se justifie en considérant que la probabilité d'annihilation des dislocations est proportionnelle à leur probabilité de rencontre deux à deux.

b) Le modèle de Kocks et Mecking [68,76,77]

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = h \sqrt{\rho} - r\rho \quad (\text{I.18})$$

$$\sigma = \sigma_s - (\sigma_s - \sigma_0) \exp\left(-\frac{r}{2}\varepsilon\right) \quad \text{avec} \quad \sigma_s = \alpha G b \frac{h}{r} \quad (\text{I.19})$$

Le paramètre h est une constante athermique alors que r dépend fortement de l'activation thermique. Ce modèle semble plutôt adapté aux déformations à basses températures ($0,1 \leq T/T_f \leq 0,5$). Il permet en outre de retrouver la loi empirique de Voce (éq. I.19).

c) Le modèle de Roberts [78]

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = h - r\sqrt{\rho} \quad (\text{I.20})$$

$$\sigma_s \ln \left(\frac{\sigma_s}{\sigma_s - \sigma} \right) - \sigma = P\varepsilon \quad \text{avec} \quad \sigma_s = \alpha G b \frac{h}{r} \quad (\text{I.21})$$

Selon Roberts, le paramètre h dépend de $\dot{\varepsilon}$ et T ($h \propto 1/bD$) ; le paramètre r est une constante, $r \approx 4 \times 10^7 \text{ m}^{-1}$. Ces équations semblent plutôt adaptées au

comportement à chaud ; elles ont par exemple été testées dans le cas de l'aluminium pur déformé entre 450 et 550°C et d'un acier ferritique déformé entre 750 et 1150°C.

d) Le modèle de Laasraoui et Jonas [77,79]

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = h - r\rho \quad (\text{I.22})$$

$$\sigma = \left[\sigma_s^2 - (\sigma_s^2 - \sigma_0^2) \exp(-r\varepsilon) \right]^{1/2} \quad \text{avec} \quad \sigma_s = \alpha Gb \sqrt{\frac{h}{r}} \quad (\text{I.23})$$

Ce modèle suppose que les sous-grains et les précipités jouent un rôle prépondérant par rapport à la densité de dislocations. Cela implique que la microstructure doit être bien établie, ce qui est plutôt une caractéristique de la déformation à chaud.

Ces équations ont été testées par Laasraoui et Jonas dans le cas des aciers bas carbone déformés à chaud. Ces auteurs ont constaté que les meilleurs ajustements sont obtenus en prenant h constant et r fonction de $\dot{\varepsilon}$ et T .

e) Les modèles "hybrides"

Certaines relations résultent de la combinaison de plusieurs modèles. Par exemple, Estrin et Mecking [77] proposent une équation d'évolution de la densité de dislocations qui regroupe l'équation du modèle de Kocks et Mecking et celle du modèle de Laasraoui et Jonas :

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = h_1 + h_2 \sqrt{\rho} - r\rho \quad (\text{I.24})$$

f) Les modèles à plusieurs paramètres [80]

Ferron et al. [80,81] considèrent que les équations à un paramètre permettent de décrire le comportement des matériaux déformés à froid, ou à chaud mais suffisamment loin d'une perturbation (changement de vitesse ou de température). En revanche, pour décrire le comportement lors d'un transitoire

à haute température, deux paramètres (qui peuvent être associés à ρ et D) sont nécessaires.

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = h - r(\rho - \rho_0) \quad (I.25)$$

[80,82]

avec $h = \frac{k}{bD_s}$ (D_s : taille stationnaire des sous-grains)

et $r = r_0 + A \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{D_L} \right)^{-1/n}$ (r_0 , A et n : constantes,

D_L : coefficient d'autodiffusion)

$$\sigma = \alpha G b \sqrt{\rho} + \beta G \sqrt{\frac{b}{D_s}} \quad [80] \quad (I.26)$$

D est supposé atteindre sa valeur stationnaire beaucoup plus rapidement que ρ , c'est pourquoi, par souci de simplification, ce paramètre intervient seulement par l'intermédiaire de sa valeur stationnaire D_s . Après intégration, on obtient :

$$\sigma = \alpha G b \sqrt{\rho_s} [1 - K \exp(-r\varepsilon)]^{1/2} + \beta G \sqrt{\frac{b}{D_s}}, \quad (I.27)$$

$$\text{avec } \rho_s = \rho_0 + \frac{k}{r b D_s} \quad \text{et} \quad K = \frac{\rho_s - \rho_0}{\rho_s}.$$

g) Les modèles de type stochastique [83]

Les modèles déterministes exposés ci-dessus peuvent être étendus pour tenir compte du caractère aléatoire des processus d'immobilisation des dislocations. Par exemple, Braasch et al. partent du modèle "hybride" d'Estrin et Mecking puis introduisent des fluctuations autour du libre parcours moyen des dislocations.

CHAPITRE II

DEMARCHE EXPERIMENTALE

Les objectifs de l'étude sont tout d'abord clairement définis. En fonction de ces objectifs, un certain nombre de matériaux et de techniques expérimentales ont été sélectionnés. Les matériaux utilisés sont décrits, ainsi que la réalisation des éprouvettes. Les techniques de déformation et de caractérisation des textures et microstructures sont exposées et analysées, les méthodes de dépouillement des résultats sont également présentées.

II.1 - OBJECTIFS DE L'ETUDE

Cette étude a consisté principalement à déformer des éprouvettes d'aluminium par compression uniaxiale à chaud puis à observer les microstructures obtenues au moyen de techniques permettant de caractériser la cinétique de la RDC. Les différents essais effectués ont été choisis en fonction d'objectifs bien précis.

Le but principal était de confirmer que de nouveaux grains peuvent se former dans l'aluminium grâce à un mécanisme de recristallisation dynamique continue. La principale objection faite aux travaux de Perdrix était que les nouveaux grains observés pouvaient tout aussi bien s'être formés par RDG. Afin d'éliminer complètement cette éventualité, des éprouvettes monocristallines ont été utilisées.

Dans un second temps, nous avons cherché à mieux caractériser la RDC, à la fois dans les mono et les polycristaux. La littérature fournit un certain nombre d'indications sur les paramètres importants et les caractéristiques des microstructures ainsi formées. Il a été montré que ces microstructures sont très stables vis-à-vis des maintiens en température [27]. On sait aussi que la RDC est d'autant plus rapide que la température est élevée et la vitesse de déformation faible.

Même s'il reste encore beaucoup à comprendre sur l'influence de la température et de la vitesse de déformation, nous nous sommes donc intéressés à d'autres paramètres :

- l'orientation cristalline

L'influence de l'orientation sur l'évolution microstructurale des monocristaux a déjà fait l'objet de nombreuses études, principalement en compression plane [84-87], et parfois en compression uniaxiale [88-91]. Mais, contrairement à ce qui est recherché ici, ces études n'ont jamais eu pour objet d'évaluer l'avancement de la RDC.

- le chemin de déformation

Il semblerait que la RDC opère plus rapidement en compression qu'en torsion. En effet, lors d'une étude préliminaire [92,93], les microstructures observées à $\epsilon = 1,2$ dans un aluminium de pureté commerciale déformé par compression sont similaires à celles obtenues par Perdrix à $\epsilon = 40$ après torsion d'un aluminium comparable. Comme le nombre moyen de systèmes actifs par grain est plus grand en compression qu'en torsion [94], on peut penser que l'accumulation de dislocations est plus rapide, ce qui favorise la RDC.

Il est cependant difficile de tirer des conclusions définitives car les matériaux utilisés et les conditions expérimentales ne sont pas exactement les mêmes. Pour confirmer ces résultats, il a été nécessaire d'effectuer quelques essais de torsion dans des conditions strictement identiques à celles des essais de compression.

- la pureté du matériau

La composition chimique agit directement sur la capacité de restauration du matériau : les impuretés et éléments d'alliage ont pour effet de retarder la restauration en diminuant l'EDE (bien que difficilement mesurable, cet effet semble assez faible dans les alliages d'aluminium) et surtout en créant des obstacles au mouvement des dislocations (solutés et précipités).

II.2 - LES MATERIAUX

II.2.1 - CHOIX DES NUANCES D'ALUMINIUM ET DES ORIENTATIONS CRISTALLINES

Les objectifs fixés imposaient l'utilisation de polycristaux à teneur en aluminium différentes et de monocristaux de diverses orientations.

Les trois nuances d'aluminium polycristallins retenues sont

- un aluminium raffiné (1199),
- un aluminium de pureté commerciale (1200), et
- un alliage Al-2,5%Mg commercial (5052).

Ces matériaux, fournis par le Centre de Recherches de Voreppe (Aluminium Pechiney), ont été livrés sous forme de plaques brutes de laminage à chaud. Les compositions sont données dans le tableau II.1. Il est important de noter que les nuances retenues sont en dehors du domaine d'apparition éventuelle de la RDD (cf. I.1.1).

Une rapide observation des microstructures après oxydation anodique (cf. II.3.3) a confirmé que la recristallisation est complète et, dans le cas des nuances 1200 et du 5052, hétérogène dans l'épaisseur : les grains sont plus petits et plus équiaxes au niveau de la peau.

	Mg	Si	Cr	Mn	Fe	Cu	Zn	Al
1199	7 ppm	12 ppm	1 ppm	1 ppm	10 ppm	45 ppm	4 ppm	99,99%
1200	9 ppm	0,15%	62 ppm	82 ppm	0,57%	59 ppm	0,02 %	99,2%
5052	2,49 %	0,11%	0,2%	0,08%	0,30%	0,01%	—	96,8%

Tableau II.1 : Composition chimique des trois nuances d'aluminium étudiées (% massique).

Les monocristaux ont été élaborés à partir de barreaux d'Al 1199 par la technique de solidification en nacelle horizontale (solidification orientée par un germe monocristallin soudé au barreau). Les trois orientations retenues sont telles que l'axe de compression est parallèle aux directions cristallographiques $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$ ou $\langle 111 \rangle$. Cela permet d'étudier le comportement d'orientations stables ($\langle 011 \rangle$) et instables ($\langle 001 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$). En effet, lors d'un essai de compression uniaxiale, la direction $\langle 011 \rangle$ a tendance à s'aligner avec l'axe de compression [88-91]. De plus l'orientation $\langle 001 \rangle$ est la principale composante de texture des échantillons polycristallins (cf. IV.1.1.2).

II.2.2 - USINAGE DES EPROUVETTES

a) Les monocristaux

Ces éprouvettes sont des parallélépipèdes ($18 \times 12 \times 11,5 \text{ mm}^3$ pour l'orientation $\langle 001 \rangle$ et $15 \times 13 \times 11,5 \text{ mm}^3$ pour les orientations $\langle 011 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$). La figure II.1a précise l'orientation de chacune des faces, la figure II.1c donne la correspondance avec le repère (AC,DT₁,DT₂) associé à chaque éprouvette. Les barreaux monocristallins ont été découpés par électroérosion. Ce mode d'usinage n'entraînant qu'un écrouissage très superficiel, les éprouvettes n'ont pas subi de polissage mécanique ou électrolytique mais une simple attaque chimique (réactif de Keller, cf. II.3.3). L'état de surface et l'orientation ont été vérifiés par diffraction en retour des rayons X (Laue). Quelques éprouvettes destinées à l'observation des lignes de glissement ont cependant été polies mécaniquement (cf. II.3.3) sur les deux faces transverses.

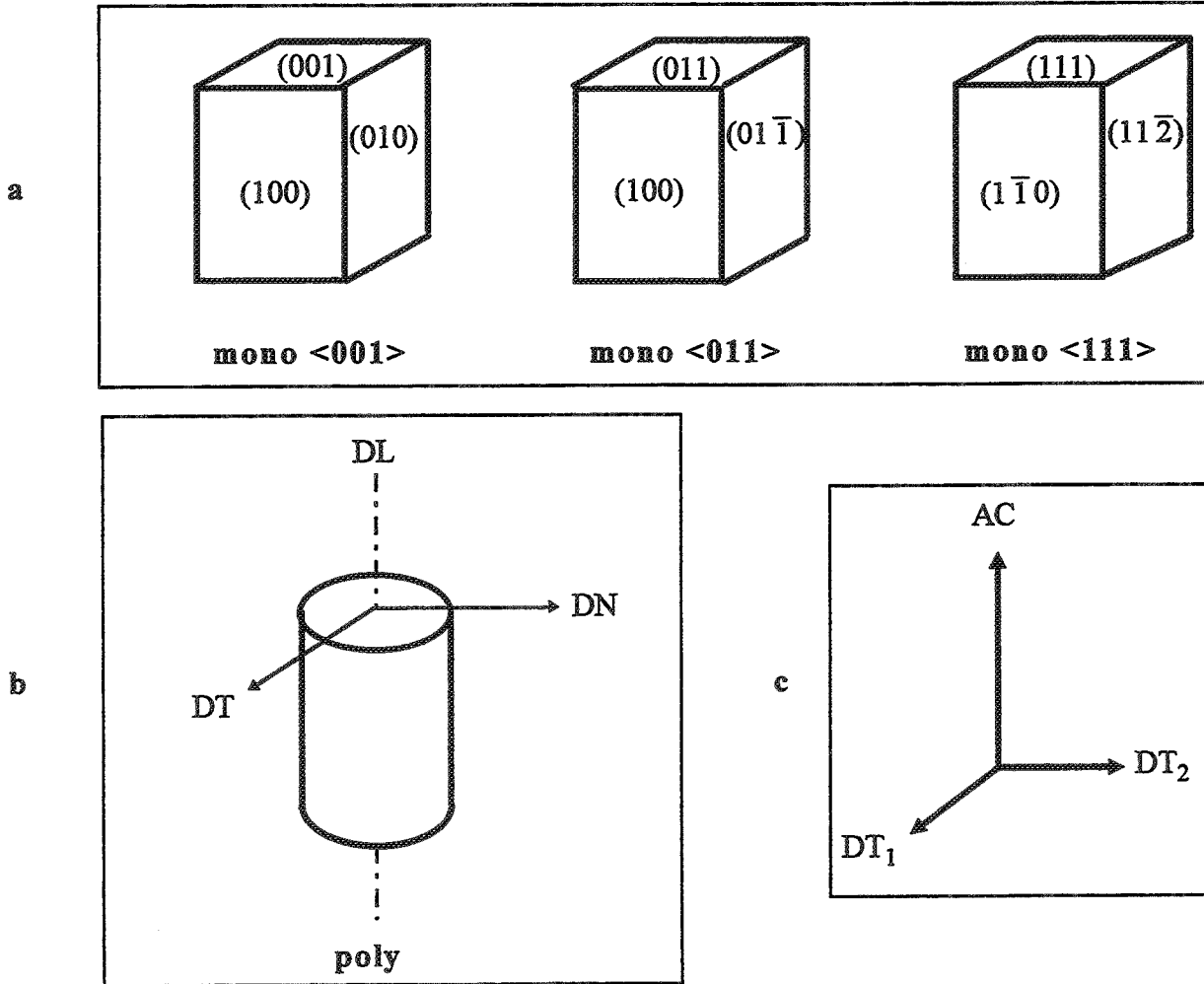
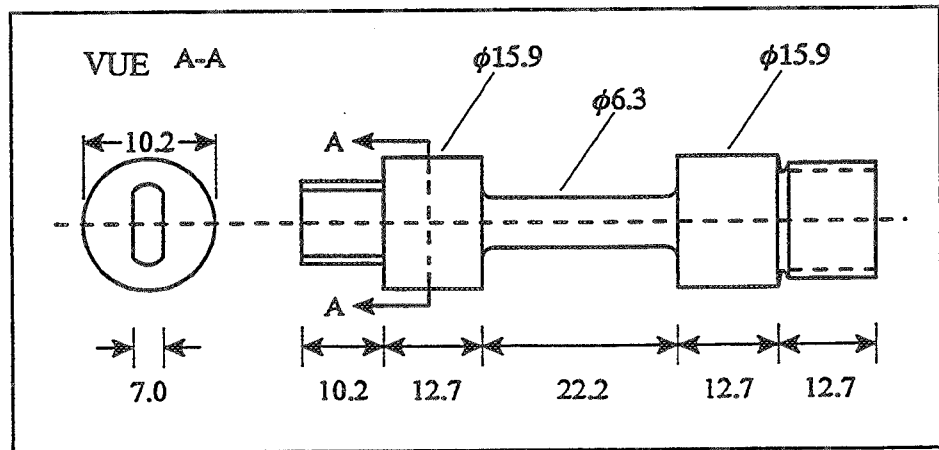


Figure II.1 : Schémas des éprouvettes de compression : a) les trois types d'éprouvettes monocristallines avec l'orientation de chaque face ; b) les éprouvettes polycristallines avec le repère de la plaque laminée dont elles sont issues ; c) le repère associé à chaque éprouvette (AC : axe de compression, DT₁ et DT₂ : directions transverses 1 et 2).

Figure II.2 : Schéma des éprouvettes de torsion (dimensions en mm).



b) Les polycristaux**- Les éprouvettes de compression**

Ces éprouvettes cylindriques ($H_0 = 15 \text{ mm}$, $D_0 = 10 \text{ mm}$) ont été découpées à mi-épaisseur des plaques afin d'éviter la zone de peau hétérogène. L'axe de compression a été choisi parallèle à la direction de laminage (fig.II.1b) pour limiter les effets de la RDG. En effet, les grains initiaux étant généralement allongés dans cette direction, la compression a pour effet de les rendre plus équiaxes et de limiter ainsi l'augmentation de leur surface.

Il est à noter que la section des éprouvettes perpendiculaire à l'axe de compression prend une forme elliptique après déformation (cf. III.2.2) ; cette propriété permet de repérer les axes DT_1 et DT_2 .

- Les éprouvettes de torsion

Ce type d'essai a été effectué uniquement pour l'aluminium 1200. Dans leur partie utile, ces éprouvettes ont une longueur $L = 22,2 \text{ mm}$ pour un rayon $R = 3,175 \text{ mm}$ (fig. II.2). La tête filetée (à droite) se visse sur l'arbre fixe du montage de torsion alors que l'autre tête est entraînée en rotation. Le repère associé à ces éprouvettes est constitué de deux axes : l'axe de torsion AT, qui a été choisi parallèle à la direction de laminage, et la direction de cisaillement DC.

II.3 - LES TECHNIQUES EXPERIMENTALES

II.3.1 - LES ESSAIS DE COMPRESSION

II.3.1.1 - Description de la machine et du montage

Ces essais, pilotés par ordinateur, ont été effectués sur une machine servo-hydraulique Schenck (fig. II.3) d'une capacité de 100 kN. Le programme impose au vérin une vitesse de déplacement $\dot{H} = \dot{H}_0 \exp(-\epsilon)$ décroissante afin de maintenir la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ constante. Ce dispositif permet d'atteindre des vitesses de 10 s^{-1} . Deux cellules de forces sont disponibles : l'une d'une capacité de 10 kN, l'autre de 100 kN. La première est particulièrement utile pour les éprouvettes d'aluminium raffiné ou de pureté commerciale.

Un four à rayonnement infra-rouge relié à deux thermocouples situés dans les tas de compression assure le maintien en température. Grâce à un système de vases communiquants, il est possible de remplir le bas du montage d'eau en fin d'essai ; un doigt permet alors d'y éjecter l'échantillon pour le tremper. On peut se référer à [95] pour une description plus complète.

II.3.1.2 - Choix du lubrifiant

Il est nécessaire d'optimiser le lubrifiant afin de limiter les frottements inhérents à l'essai de compression. Le frottement engendre deux effets néfastes : d'une part, il augmente la contrainte appliquée (ce qui complique l'étude rhéologique), d'autre part, il rend la déformation hétérogène. Le centre de l'éprouvette subit une déformation plus importante et il existe une zone faiblement déformée sous les tas [96-98].

Trois lubrifiants ont été testés : le polytétrafluoroéthylène (PTFE) en ruban et des suspensions de graphite (C) et de nitrure de bore (BN). L'importance du frottement a été estimée par la méthode de Male et Cockcroft [99]. Cette méthode consiste à comprimer un anneau puis à mesurer la variation de son

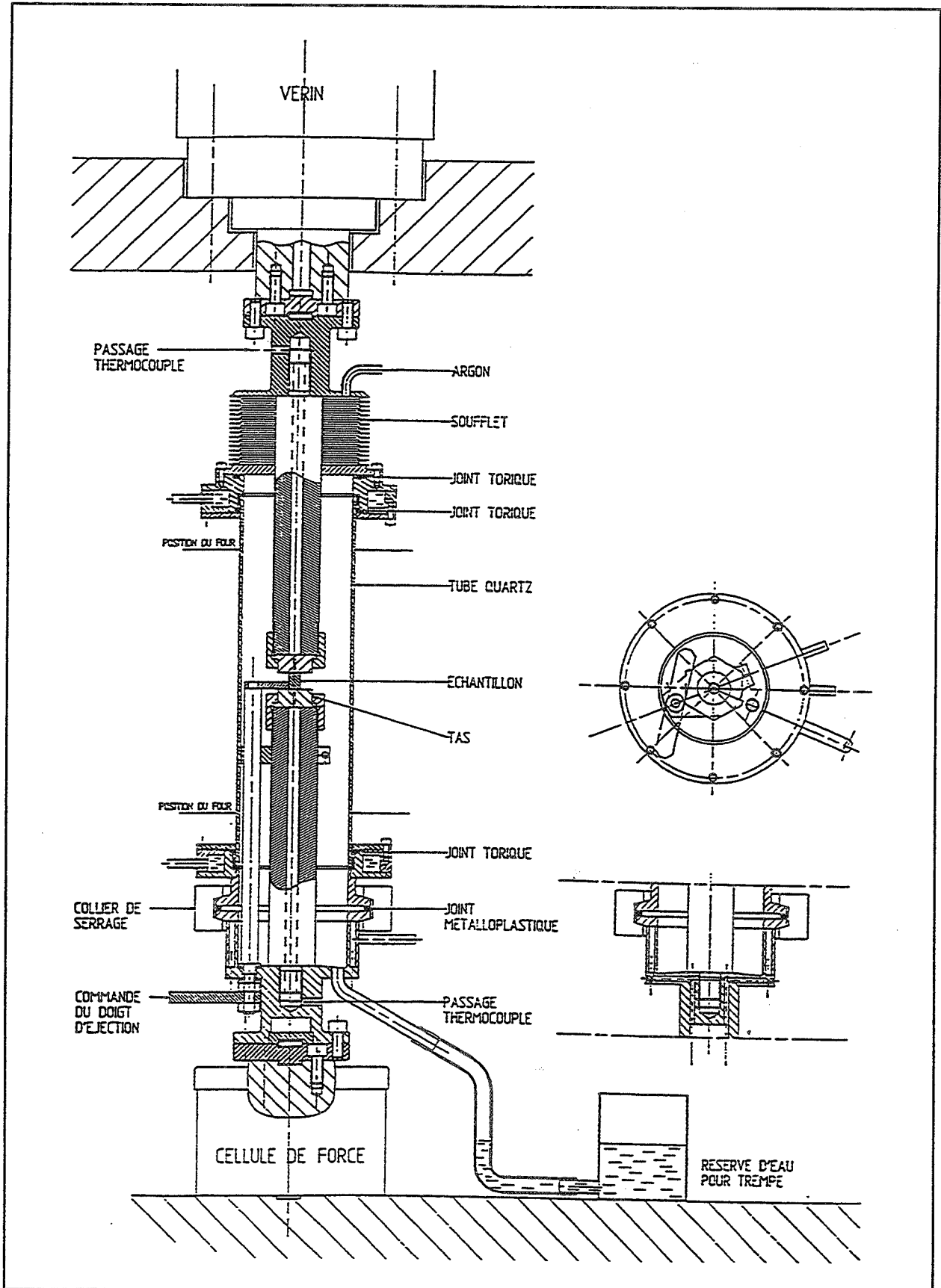


Figure II.3 : Schéma du dispositif de compression uniaxiale.

	PTFE	C	BN
1199	0,05	0,13	0,17
1200	–	0,10	0,17
5052	–	0,12	–

Tableau II.2 : Variation du coefficient de frottement de Tresca en fonction du lubrifiant pour les trois types d'aluminium polycristallin utilisés. Les valeurs indiquées sont des valeurs moyennes obtenues dans le domaine $T = 0,7-0,8 T_f$, $\dot{\epsilon} = 10^{-2}-10^{-1} \text{ s}^{-1}$, $\epsilon = 0,1-0,7$.

diamètre intérieur. Un abaque permet alors de calculer un coefficient de frottement. Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau II.2.

A la vue de ces résultats, le PTFE semble être de loin le meilleur lubrifiant. Il présente néanmoins deux inconvénients majeurs. D'une part, ses propriétés se dégradent très vite à haute température ($>300^\circ\text{C}$). D'autre part, le ruban induit par sa texture (macromolécules allongées dans la longueur du ruban) une déformation de l'éprouvette qui n'est plus axisymétrique.

En revanche, les suspensions de graphite et de nitrure de bore résistent bien aux températures utilisées ($247^\circ\text{C} - 474^\circ\text{C}$) et ne présentent pas de problème d'anisotropie. Le graphite a été retenu car son coefficient de frottement est inférieur à celui du nitrure de bore.

II.3.1.3 - Déroulement des essais

L'éprouvette, préalablement lubrifiée, est posée au centre du tas inférieur. On fait alors descendre doucement le piston du vérin jusqu'à ce que le tas supérieur affleure l'éprouvette. Pour ce faire, on contrôle ses déplacements par un asservissement en force. La force imposée doit être suffisamment élevée pour qu'il y ait contact mais pas trop pour ne pas comprimer l'éprouvette.

Une fois le four fermé et la circulation d'argon en marche, la montée en

température peut commencer. La température de l'essai est atteinte après 8 min et est maintenue 20 min avant de lancer la compression, ce qui permet d'homogénéiser les éprouvettes. Les courbes contrainte-déformation sont d'ailleurs beaucoup plus reproductibles que lorsque les éprouvettes sont comprimées sans maintien.

Pendant cette phase, la dilatation thermique allonge l'éprouvette et surtout le montage. L'asservissement en force provoque une légère remontée du piston, il continue donc à toucher l'éprouvette sans la comprimer. Il est important de noter la valeur de la force appliquée à la fin du maintien (cette force résulte en grande partie du poids du montage et de la pression des soufflets) afin de la soustraire à la charge mesurée pendant l'essai. Dans le cas de l'aluminium déformé à chaud, cette force n'est en effet pas négligeable par rapport à l'effort engendré au début de la compression.

On passe d'un asservissement en force à un asservissement en déplacement juste avant de lancer l'essai de compression. Le piston descend alors suivant une loi exponentielle : $\Delta H = H_0 [1 - \exp(-\dot{\epsilon}t)]$ et remonte automatiquement à la fin de l'essai. Il suffit alors de faire basculer l'échantillon dans l'eau. La trempe s'effectue environ une seconde après l'arrêt de la déformation.

II.3.1.4 - Exploitation des résultats

Pendant l'essai, le déplacement du piston ΔH et la force appliquée F sont enregistrés. On en déduit facilement la valeur de la déformation et de la contrainte :

$$\epsilon = -\ln(1 - \Delta H / H_0) \quad (\text{II.1})$$

$$\sigma = (F / S_0) \exp(-\epsilon) \quad (\text{II.2})$$

(H_0 , S_0 : hauteur et section initiale de l'éprouvette).

Les courbes contrainte-déformation n'ont pas été corrigées du frottement. En effet, en comparant les courbes obtenues au moyen d'éprouvettes lubrifiées au PTFE ou au graphite, on s'aperçoit que le niveau de contrainte est quasiment identique (fig. II.4). Il semblerait que le frottement

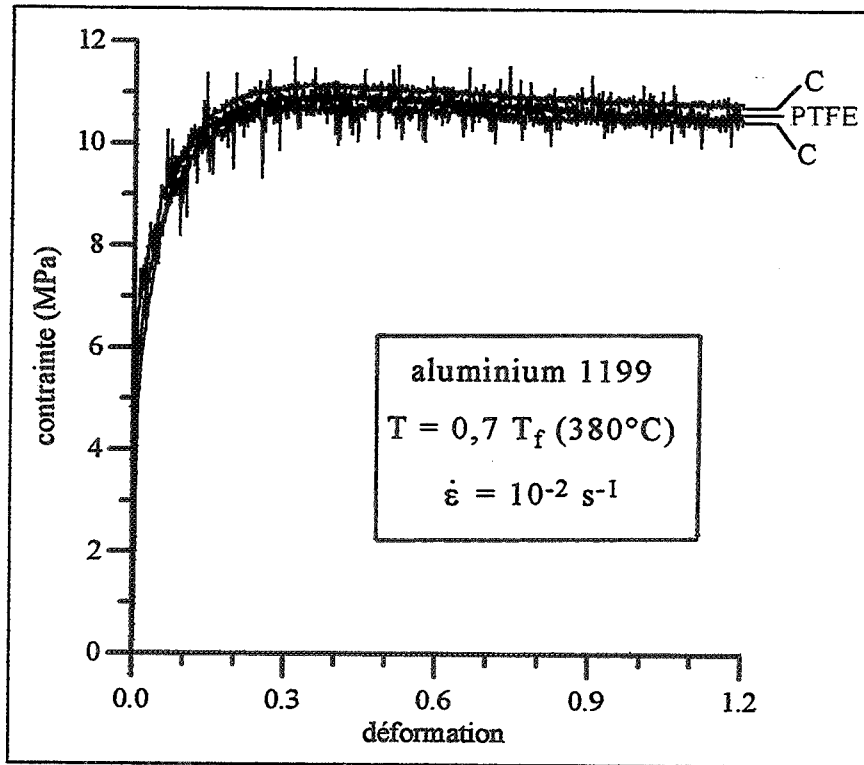


Figure II.4 : Comparaison des courbes contrainte-déformation pour des éprouvettes lubrifiées avec du graphite et du PTFE.

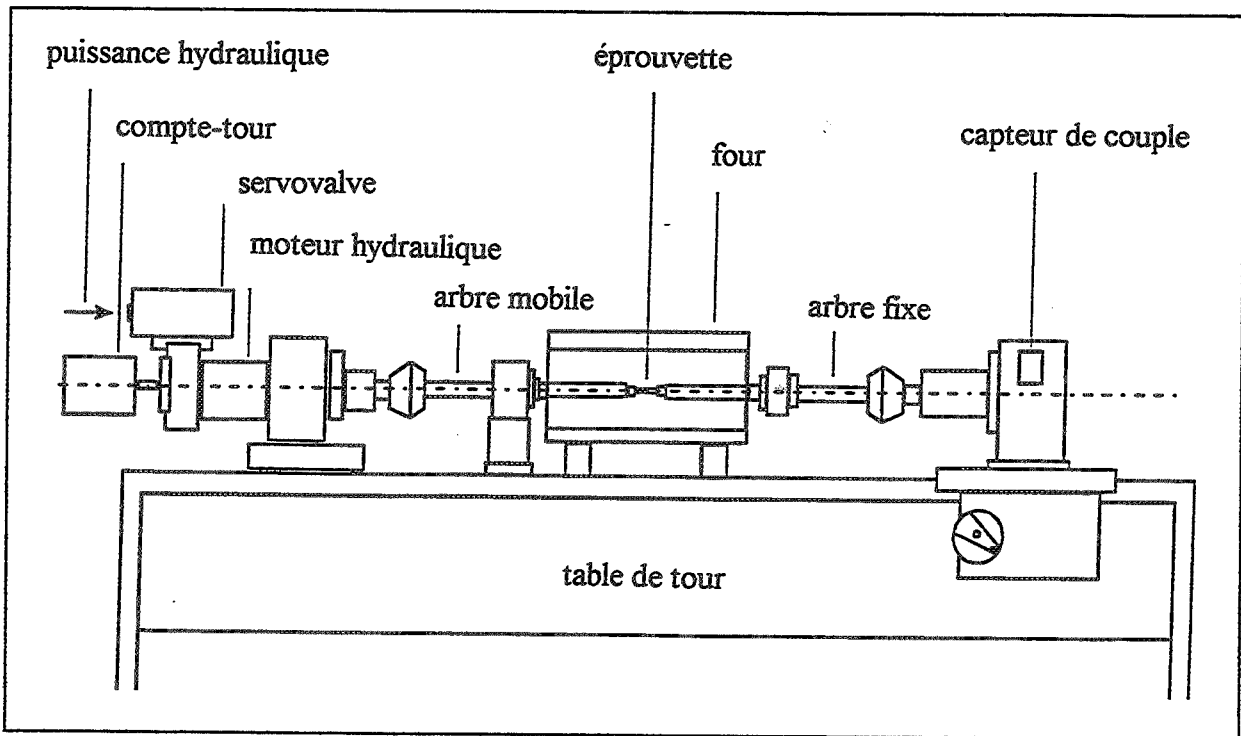


Figure II.5 : Schéma du dispositif de torsion.

ait pour principal effet de modifier le chemin d'écoulement de la matière. On observe en effet une remontée des flancs des éprouvettes lubrifiées au graphite sous les tas de compression, alors que la déformation semble uniforme dans les éprouvettes lubrifiées au PTFE. Cette remontée de matière limite le frottement aux interfaces métal-outil. Il est probable que l'éprouvette compense ainsi en partie l'augmentation du coefficient de frottement, ce qui explique que les niveaux de contrainte puissent rester quasiment identiques.

Ce phénomène a déjà été mentionné dans la littérature. Lovato et Stout [96] ont par exemple obtenu des courbes contrainte-déformation très proches (jusqu'à $\epsilon = 0,5$) pour toutes les conditions de lubrification qu'ils ont testées. La relation proposée par Chen et Coyne [100], qui permet de calculer la contrainte corrigée du frottement, surestime probablement l'influence de ce dernier car elle suppose la déformation uniforme et ne tient pas compte des remarques précédentes.

A partir de courbes contrainte-déformation obtenues à différentes températures et différentes vitesses, il est possible de calculer quelques paramètres rhéologiques tels que le coefficient de sensibilité à la vitesse :

$$m = \frac{\partial \ln \sigma}{\partial \ln \dot{\epsilon}} \quad (\text{II.3})$$

et l'énergie d'activation apparente :

$$Q = \frac{R}{m} \frac{\partial \ln \sigma}{\partial (1/T)} \quad (\text{II.4})$$

(T : température en K, R = 8,314 J mol⁻¹ K⁻¹).

II.3.2 - LES ESSAIS DE TORSION

II.3.2.1 - Description de la machine et du montage

Ces essais ont été effectués à l'Université McGill de Montréal sur une machine servo-hydraulique MTS. Cette machine entraîne en rotation un arbre mobile. L'arbre fixe est quant à lui relié au capteur de couple. La partie fixe du montage est montée sur un chariot qui se déplace parallèlement à l'axe de torsion (fig. II.5).

Un four à rayonnement infrarouge permet d'atteindre la température de l'essai, celle-ci est mesurée par un thermocouple placé à la surface de l'échantillon. Les références [101,102] donnent une description plus détaillée de ce dispositif.

II.3.2.2 - Déroulement des essais

L'éprouvette est vissée dans l'arbre fixe. Le chariot permet de faire entrer son autre extrémité dans la fente de l'arbre mobile. En raison de l'expansion thermique, il est nécessaire de laisser un espace d'environ 3 mm entre l'épaulement de l'éprouvette et l'arbre. La montée en température est identique à celle des essais de compression, un maintien de 20 min est également effectué avant de lancer l'essai. Une fois ce dernier terminé, le chariot permet de sortir l'éprouvette du four et de la tremper par un jet d'eau. Un délai de 5 à 10 s s'écoule généralement entre l'arrêt de la déformation et la trempe.

II.3.2.3 - Exploitation des résultats

Les résultats sont fournis sous la forme couple Γ - nombre de tour N - temps t . On peut en déduire la vitesse de déformation, la déformation ainsi que la contrainte. Les valeurs de $\dot{\epsilon}$, ϵ et σ ne sont pas constantes dans toute

l'éprouvette mais sont fonction de la distance r à l'axe de rotation.

Il est possible de calculer $\dot{\epsilon}$ et ϵ en tout point de l'éprouvette :

$$\dot{\epsilon}(r) = \frac{2\pi}{\sqrt{3}} \frac{r}{L} \dot{N} \quad (\text{II.5})$$

$$\epsilon(r) = \frac{2\pi}{\sqrt{3}} \frac{r}{L} N \quad (\text{II.6})$$

avec

$$0 \leq r \leq R$$

(R et L : rayon et longueur utile de l'éprouvette).

Les valeurs de $\dot{\epsilon}$ et ϵ visées ont été calculées pour un rayon r égal à 80% du rayon R de l'éprouvette. Cette valeur correspond à peu près à la zone observée ultérieurement, après polissage des échantillons.

On peut également calculer la contrainte d'écoulement à la surface de l'éprouvette grâce à la relation de Fields et Backofen [103] :

$$\sigma(R) = \frac{\sqrt{3}\Gamma}{2\pi R^3} (3 + \tilde{n} + \tilde{m}) \quad (\text{II.7})$$

avec

$$\tilde{n} = \frac{\partial \ln \Gamma}{\partial \ln N} \quad (\text{II.8})$$

et

$$\tilde{m} = \frac{\partial \ln \Gamma}{\partial \ln \dot{N}} \quad (\text{II.9})$$

Les variations de \tilde{n} ont été obtenues en ajustant les courbes Γ - N par des fonctions polynomiales. Des essais à $\dot{N} = 2 \times 10^{-2}$ et 2 tr/s ont permis d'estimer $\tilde{m} \approx 0,125$ à $0,7 T_f$ (368°C).

La valeur de la contrainte pour la vitesse de déformation et la déformation visées peut être estimée en supposant une relation de type pseudoplastique entre la contrainte et la vitesse de déformation et en négligeant l'écrouissage (cf. éq. I.4) :

$$\frac{\sigma(r)}{\sigma(R)} = \left(\frac{r}{R} \right)^m \quad (\text{II.10})$$

II.3.3 - LE POLISSAGE ET L'ATTAQUE DES ECHANTILLONS

Le polissage mécanique s'effectue sur papier abrasif au carbure de silicium jusqu'au grade 1000/1200, puis grâce à des pâtes diamantées d'une granulométrie variant de 6 μm à $\frac{1}{4}$ μm . Une solution de silice colloïdale permet ensuite de supprimer les fines rayures résiduelles. Cet état de surface est suffisant pour effectuer des analyses par rayons X ou des attaques.

En revanche, un polissage électrolytique est nécessaire pour la microscopie électronique à balayage et l'EBSD. Ces techniques requièrent en effet un excellent état de surface ; il faut en particulier veiller à éliminer tout écrouissage superficiel et à limiter au maximum l'oxydation de la surface. Le polissage s'effectue pendant environ 1 min sous 20 V, l'électrolyte est une solution d'éthanol à 5% d'acide perchlorique maintenue à 0°C.

Des réactifs d'attaques macroscopiques ont été utilisés pour révéler les grains avant déformation : solution aqueuse d'acide fluorhydrique à 1% ou réactif de Keller (plus violent). Ce dernier est une solution aqueuse contenant 5% d'acide nitrique, 4% d'acide chlorhydrique et 2% d'acide fluorhydrique.

Les échantillons destinés à être observés en lumière polarisée subissent une oxydation anodique qui fait croître une couche d'alumine épitaxiale en surface. On utilise pour cela le réactif de Barker (10% d'acide tétrafluoroborique dans de l'eau) à température ambiante sous une tension de 30V pendant 2 à 3 min. Il est préférable d'utiliser une cathode en aluminium raffiné.

II.3.4 - LES MESURES DE TEXTURE GLOBALE PAR RX

II.3.4.1 - Principe et déroulement des mesures

La diffraction des RX a été utilisée pour mesurer les textures globales. Le dispositif est constitué d'un porte-échantillon Dosophatex associé à un diffractomètre θ - 2θ [104]. La source de RX est fixe. Pour obtenir une figure de pôles $\{hkl\}$, on place le détecteur de façon à ce qu'il fasse un angle de $180^\circ - 2\theta_{hkl}$ avec la source (θ_{hkl} est l'angle de Bragg). Ainsi positionné, il reçoit uniquement les signaux des plans (hkl) .

Les intensités sont mesurées dans toutes les directions en faisant tourner l'échantillon autour de deux axes. L'angle ψ entre la normale à l'échantillon et le plan de référence qui contient la source et le détecteur varie de 0 à $82,8^\circ$ par pas de $3,6^\circ$. A ψ fixé, l'échantillon effectue un tour complet autour de sa normale (angle β) par pas de $3,6^\circ$ (fig. II.6).

Lorsque les rayons sont trop rasants (ψ proche de 90°), il n'est plus possible de mesurer les intensités diffractées. Les figures de pôles expérimentales sont donc incomplètes. Une description complète de la texture peut néanmoins être obtenue en combinant les résultats d'au moins trois figures de pôles.

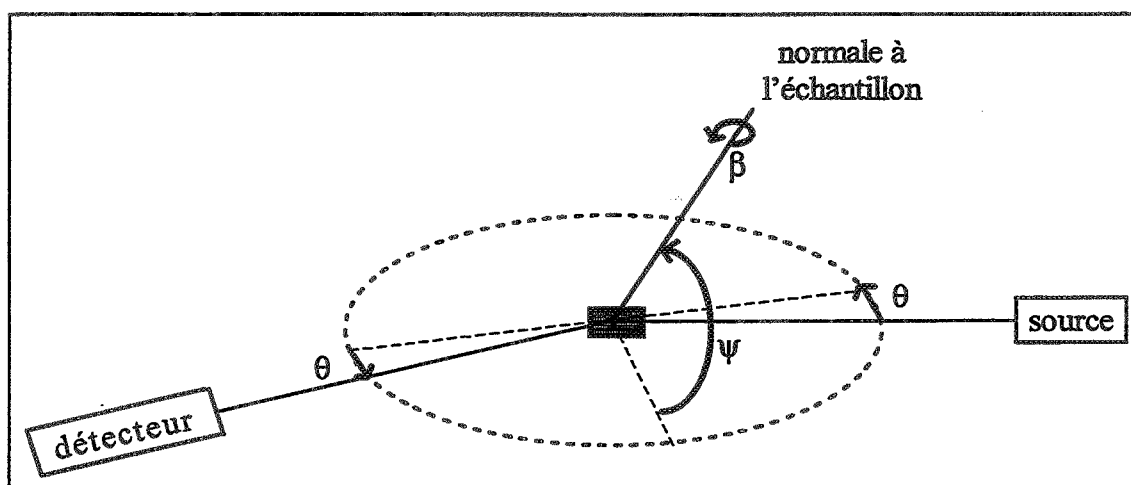


Figure II.6 : Schéma du dispositif de mesure de texture.

Même pour une texture uniforme, l'intensité mesurée diminue lorsque ψ augmente (défocalisation). Des mesures effectuées sur une poudre d'aluminium permettent de prendre en compte ce phénomène et de corriger les résultats.

Quand cela s'avère nécessaire (polycristaux à gros grains ou texture hétérogène), il est possible d'augmenter la zone irradiée par un balayage de l'échantillon. On passe alors d'une surface de quelques mm^2 à environ 1cm^2 .

II.3.4.2 - Exploitation des résultats

Pour chaque échantillon, trois à quatre figures de pôles ont été mesurées ($\{002\}$, $\{022\}$, $\{111\}$ et parfois $\{113\}$). Les données expérimentales ont ensuite été traitées grâce au logiciel mis au point par Van Houtte à l'Université Catholique de Louvain. Un programme d'interpolation permet de transformer les données expérimentales en données exploitables par ce logiciel. Ce dernier a en effet été conçu pour un pas de mesure de 5° , alors que les goniomètres de l'Ecole des Mines travaillent avec un pas de $3,6^\circ$.

Ce logiciel permet de faire tourner le repère lié à l'échantillon (pour corriger des défauts de découpe ou d'alignement dans le goniomètre, ou changer de plan de référence), de construire des ODF (fonctions de distributions des orientations cristallines) et des figures de pôles complètes, et de calculer les fractions volumiques des différentes composantes de la texture. Ces dernières sont obtenues par convolution de l'ODF expérimentale avec l'ODF modèle correspondant à la composante recherchée. L'ODF modèle est une gaussienne, l'écart type a été fixé à 11° .

II.3.5 - LA MICROSCOPIE OPTIQUE

Les échantillons, après oxydation anodique, sont observés en lumière polarisée. L'aluminium, comme tous les métaux cubiques, est optiquement isotrope. En revanche, la couche d'alumine est biréfringente, ce qui permet d'obtenir des couleurs différentes en fonction de l'orientation des cristaux.

Cette technique présente l'avantage de révéler à la fois les grains initiaux et les sous-grains. Les premiers sont repérables par leurs joints (qui apparaissent sous la forme de traits noirs alors que les sous-joints restent invisibles) et par leur couleur. En effet, la couleur peut varier fortement d'un grain à l'autre alors que les sous-grains d'un même grain ont généralement des couleurs très voisines (cf. figs. V.12, V.14 et V.16).

En revanche, cette technique permet difficilement de distinguer un sous-grain d'un nouveau grain car la différence de couleur n'est pas un critère assez précis pour estimer la désorientation. Elle n'est pas non plus appropriée pour effectuer des analyses quantitatives de la taille des sous-grains. Elle est en effet connue pour surestimer leur taille car la couche d'oxyde peut croître sans perturbation au travers de faibles désorientations [28,105].

II.3.6 - LA MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE ET LES MESURES DE TEXTURE LOCALE (EBSD)

I.3.6.1 - Principe

Les électrons rétrodiffusés permettent simultanément d'obtenir une image de la structure et de mesurer la texture locale. Lorsque le faisceau balaye la surface de l'échantillon, l'intensité rétrodiffusée par chaque grain est uniforme et dépend de son orientation. On obtient ainsi une image en contraste cristallin (fig. II.7).

Le niveau de gris obtenu ne donne cependant aucune indication sur l'orientation des cristaux : des cristaux fortement désorientés entre eux peuvent tout à fait présenter la même nuance ; inversement, des cristaux d'orientation très voisine peuvent apparaître fortement contrastés.

La texture locale a été mesurée par la technique de microdiffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD). L'échantillon est incliné à 70° par rapport au faisceau incident pour augmenter l'intensité de la rétrodiffusion (qui l'emporte alors sur l'absorption). Dans ces conditions, il est encore possible d'obtenir

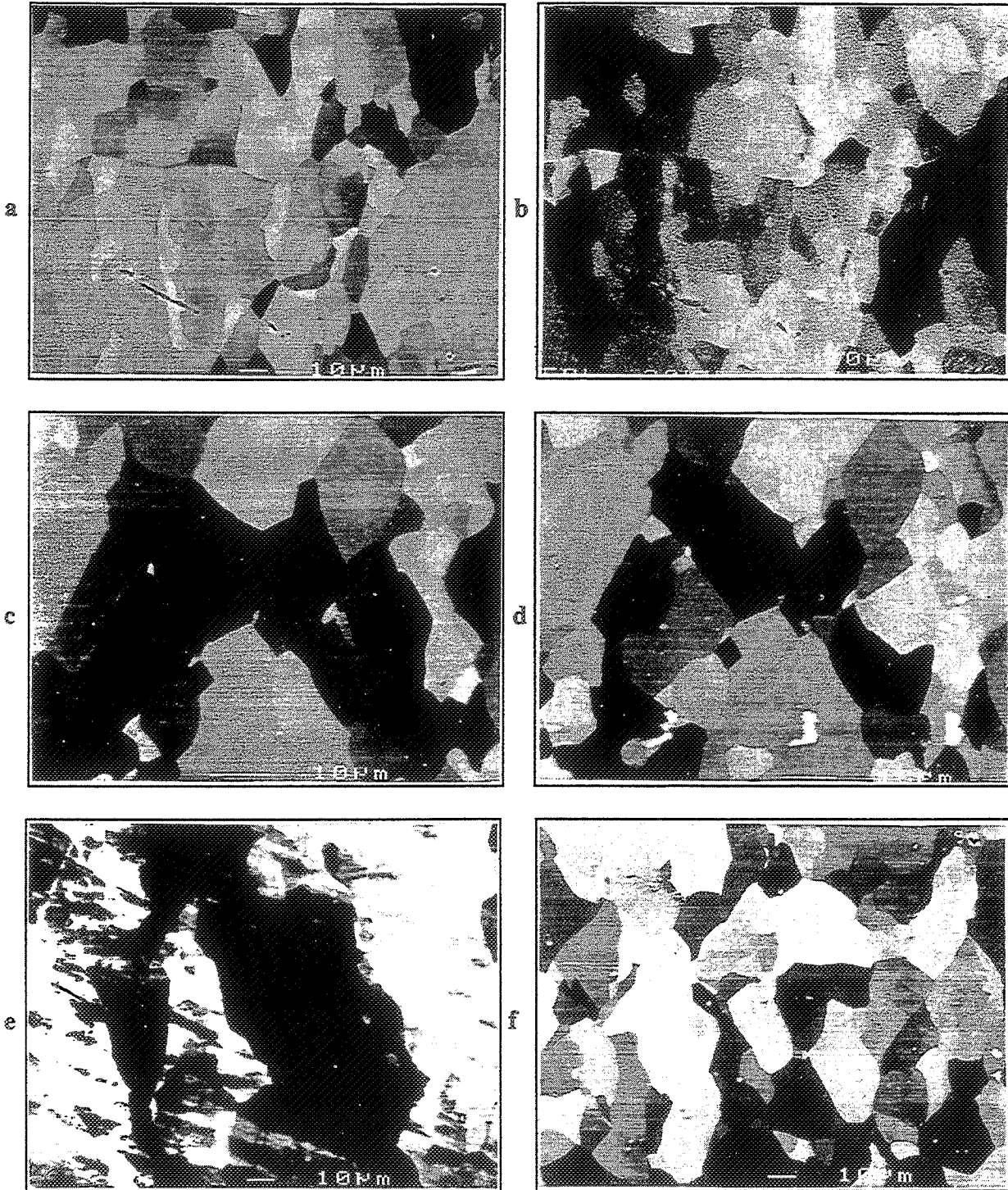


Figure II.7 : Images en contraste cristallin : b) même plage que a) mais inclinée de 70° afin de mesurer les orientations ; d) même plage que c) mais inclinée d'environ 1° , ce qui permet de révéler un plus grand nombre de cristaux ; e) et f) image d'un même échantillon mais e) révèle un écoulement superficiel. Références des échantillons : a) et b) cf. fig. V.28, c) et d) cf. fig. V.23, e) et f) cf. fig. V.22.

une image de la structure, mais de qualité moindre (fig. II.7a,b). Elle est cependant très utile car elle permet de positionner le faisceau sur le cristal dont on veut mesurer l'orientation. Le signal est recueilli sur un écran phosphore. Chaque plan atomique donne lieu à un cône de diffraction très aplati (l'angle de Bragg est extrêmement faible dans le cas de la diffraction des électrons) ; les intersections de ces cônes avec l'écran peuvent donc être assimilées à des droites (bandes de Kikuchi). Des logiciels permettent alors d'indexer le diagramme obtenu et de calculer l'orientation du cristal concerné.

Le microscope utilisé, de type Jeol-JSM-6400, est équipé d'un système EBSD SINTEF. Deux logiciels d'indexation des diagrammes de Kikuchi ont été utilisés. Tout d'abord le logiciel Channel de Schmidt [106] qui nécessite une entrée manuelle des lignes, puis celui Krieger Lassen [107] qui indexe les lignes automatiquement après analyse d'image.

I.3.6.2 - Avantages et limites - Problèmes rencontrés

Pour révéler l'ensemble des cristaux de la plage étudiée, il est nécessaire de la regarder sous des inclinaisons légèrement différentes (quelques degrés). Des cristaux de même couleur et donc indiscernables peuvent alors apparaître avec des niveaux de gris différents (fig. II.7c,d). Une fois cette précaution prise, cette technique permet d'estimer assez précisément la taille des sous-grains.

Contrairement à la microscopie optique en lumière polarisée, cette technique ne permet pas de distinguer les grains initiaux grâce à leur couleur. Cependant, les parois à forte désorientation apparaissent parfois sous la forme de traits noirs (fig. II.7a), qui trahissent des différences de niveaux entre les grains (enlèvement de matière préférentiel lors du polissage électrolytique). Le contraste entre les cristaux d'un même grain peut varier fortement d'un grain à l'autre, ce qui permet aussi de distinguer les grains initiaux (fig. II.7a).

Il faut en outre veiller à avoir un état de surface exempt de tout écrouissage. Si le polissage mécanique a été trop agressif, ou si la zone écrouie lors de la découpe n'a pas été complètement éliminée, on peut obtenir après polissage

électrolytique une surface qui semble parfaite (lisse et brillante). Cependant, la microstructure révélée au MEB présente des traces d'écrouissage (fig. II.7e) et les diagrammes de Kikuchi sont instables.

Lors de la mesure des orientations, la résolution spatiale est d'environ 3 μm (projection d'un faisceau de diamètre 1 μm sur un plan incliné à 70°). La précision sur la mesure de l'orientation d'un cristal par rapport au repère de l'échantillon est de quelques degrés, l'alignement de l'échantillon étant en effet difficile à contrôler. En revanche, la précision sur la désorientation entre deux cristaux est estimée à 0,5°.

L'écrouissage des structures déformées se répercute sur la qualité du diagramme de Kikuchi qui devient de plus en plus flou. Dans ces conditions, les désorientations inférieures à 1° sont difficilement repérables. De plus, à l'intérieur d'un même cristal, on observe de légers mouvements du diagramme. Il est alors difficile de distinguer les sous-joints à faible désorientation parmi le bruit de fond. En conséquence, tous les résultats présentés ne concernent que les parois associées à des désorientations supérieures à 1°.

I.3.6.3 - Exploitation des résultats

Le logiciel du dispositif EBSD donne l'orientation de chaque cristal par rapport au repère de l'échantillon. Il s'agit ensuite de calculer la désorientation entre cristaux voisins. Compte tenu de la symétrie des réseaux cubiques, cette désorientation peut être décrite de manière équivalente par 24 rotations (cf. introduction de l'annexe I). Se pose alors le choix de la rotation à retenir parmi les 24 possibilités (rotation d'angle minimum, ou rotation d'axe cristallographique particulier).

Cette étude concernant plus particulièrement la recristallisation continue, la rotation d'angle minimum semble la plus appropriée. En effet, ce mécanisme repose sur l'augmentation progressive de la désorientation des sous-grains, de 0 à 15°, puis au delà lorsqu'un nouveau joint se forme. La rotation d'angle minimum est certainement la plus proche de la rotation physique des sous-grains. Les calculs détaillés en annexe I montrent en effet que seule cette

rotation est susceptible de représenter des angles aussi faibles ; les 23 autres rotations ont toutes des angles supérieurs à 45° . De plus, dans le cas des sous-joints, l'angle minimum a une signification physique car il est inversement proportionnel à l'espacement des dislocations (éq. I.5).

CHAPITRE III

RHEOLOGIE

Les essais de compression et de torsion ont pour principal objet l'obtention des éprouvettes nécessaires à l'étude de la texture et de la microstructure. Des essais supplémentaires ont néanmoins été effectués afin de caractériser le comportement rhéologique des matériaux utilisés. Il sera ensuite possible de relier la contrainte d'écoulement à l'évolution de la texture et de la microstructure des éprouvettes étudiées aux chapitres IV et V. De plus, cette étude rhéologique fournit un certain nombre de paramètres nécessaires au développement du modèle exposé au chapitre VI.

III.1 - COMPRESSION DES MONOCRISTAUX

III.1.1 - ESSAIS EFFECTUES

Pour les trois types d'éprouvettes monocristallines (Al 1199) d'axe de compression initialement parallèle aux directions cristallographiques $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ (cf. fig. II.1), les essais ont été effectués dans les conditions suivantes :

$$\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1},$$

$$T = 0,7 T_f (380^\circ\text{C}),$$

et

$$0,3 \leq \epsilon \leq 1,5.$$

III.1.2 - EVOLUTION DE LA FORME DES ECHANTILLONS

La forme des échantillons après compression varie fortement d'une orientation à l'autre (fig. III.1). La section des monocristaux $\langle 001 \rangle$ reste à peu près carrée. L'axe de symétrie de l'éprouvette parallélépipédique et l'axe cristallographique sont en effet tout les deux d'ordre 4, ce qui permet aux directions DT_1 (initialement $[100]$) et DT_2 (initialement $[010]$) d'être cristallographiquement équivalentes.

La section des monocristaux $\langle 011 \rangle$ devient rectangulaire (axe $\langle 011 \rangle$ d'ordre 2). Les éprouvettes s'allongent fortement dans la direction DT_1 (initialement $[100]$) et pratiquement pas dans la direction DT_2 (initialement $[01\bar{1}]$).

La section des monocristaux $\langle 111 \rangle$ devient complexe, ce qui traduit la combinaison de la symétrie d'ordre 4 de l'éprouvette et de la symétrie d'ordre 3 associée à l'axe cristallographique $\langle 111 \rangle$.

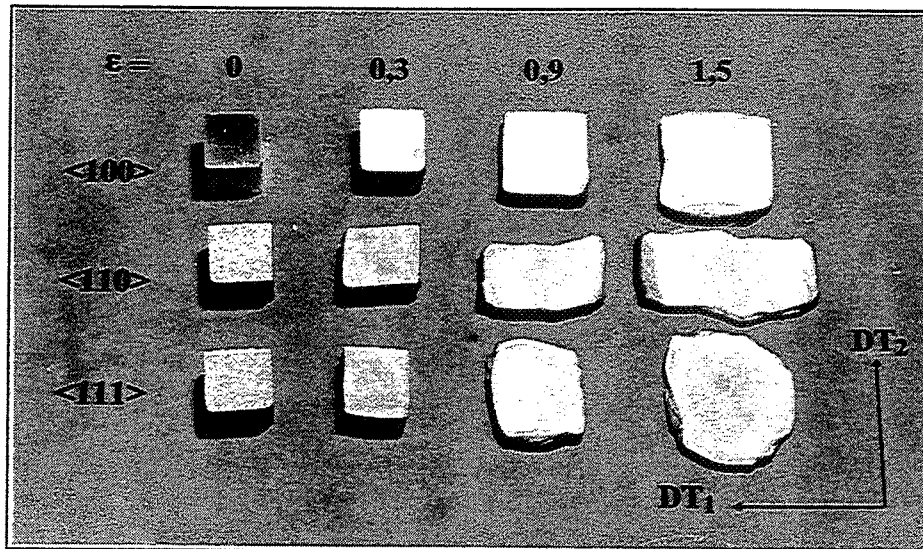


Figure III.1 : Aspect des éprouvettes monocristallines après compression. L'orientation initiale de chaque face est indiquée par la figure II.1.

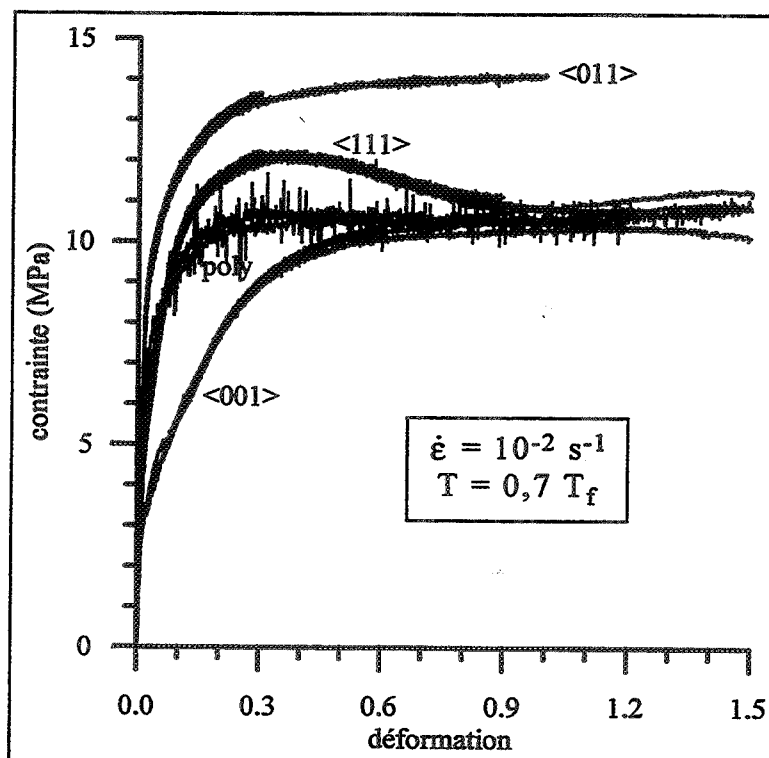


Figure III.2 : Courbes contrainte-déformation des monocristaux $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ et d'un polycristal d'aluminium 1199. Les fortes oscillations observées sur le polycristal sont un artefact dû à l'utilisation d'une cellule de force mal appropriée (capacité de 100 kN au lieu de 10 kN).

III.1.3 - COURBES CONTRAINTE-DEFORMATION

La figure III.2 montre les courbes contrainte-déformation des trois orientations monocristallines ainsi que celle d'un polycristal d'aluminium 1199 de même composition chimique.

La contrainte d'écoulement des monocristaux <001> augmente progressivement pour atteindre une valeur stationnaire ($\approx 10,5$ MPa) vers $\varepsilon = 0,6$.

La contrainte des monocristaux <111> augmente plus vite, elle atteint un maximum (≈ 12 MPa) vers $\varepsilon = 0,3$ puis décroît progressivement vers la même valeur stationnaire que les monocristaux <001>, valeur qu'elle atteint vers $\varepsilon = 0,9$.

Il est à noter que la courbe des polycristaux se situe entre les deux précédentes et tend vers la même valeur stationnaire.

La contrainte des monocristaux <011> (≈ 14 MPa) est plus élevée que celle des autres éprouvettes. Elle semble tendre lentement vers un palier stationnaire. La largeur de ces éprouvettes devenant supérieure au diamètre des tas à partir de $\varepsilon = 1$, il n'a pas été possible de mesurer la contrainte d'écoulement au-delà de cette valeur.

Les différents niveaux de la contrainte d'écoulement peuvent s'expliquer par les facteurs suivants :

- l'orientation cristalline (cf. IV.1.1). En particulier, l'orientation <111> présente une rotation de réseau rapide qui a pour effet d'aligner l'axe de compression sur la direction <011>.
- la taille des sous-grains (cf. V.1.1.4). Les éprouvettes <011> se distinguent des trois autres par des sous-grains plus fins.

III.1.4 - CALCUL DES PARAMETRES RHEOLOGIQUES

Parmi tous les modèles de comportement à chaud présentés (cf. I.2.4), le modèle de Laasraoui et Jonas semble le mieux adapté aux microstructures

étudiées. Il suppose en effet que la microstructure est bien établie et que les sous-grains jouent un rôle prépondérant. Les courbes contrainte-déformation ont donc été ajustées par cette loi (éqs. I.22 et I.23) :

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = h - r\rho,$$

qui donne après intégration

$$\sigma = \left[\sigma_s^2 - (\sigma_s^2 - \sigma_0^2) \exp(-r\varepsilon) \right]^{1/2}$$

et

$$\sigma_s = \alpha G b \sqrt{\frac{h}{r}},$$

ce qui permet d'estimer les valeurs des paramètres d'écroissage h et de restauration r . L'orientation $\langle 111 \rangle$ présentant une forte décroissance de la contrainte à partir de $\varepsilon = 0,3$, seule la première partie de la courbe a été prise en compte. Les calculs ont été effectués avec :

$$\alpha = 1 [65,68]$$

$$G = (29484 - 13,6 T) \times 10^6 \text{ Pa} [108]$$

$$b = 2,86 \times 10^{-10} \text{ m} [108]$$

Les résultats sont indiqués dans le tableau III.1. On remarque que l'orientation $\langle 001 \rangle$ se distingue par des paramètres d'écroissage et de restauration faibles. Les trois autres types d'éprouvettes ont des paramètres d'écroissage similaires (un peu plus faible pour le polycristal), le paramètre de restauration varie sensiblement, la valeur la plus élevée est obtenue pour le polycristal.

	mono $\langle 001 \rangle$	mono $\langle 011 \rangle$	mono $\langle 111 \rangle$	poly 1199
h (m ⁻²)	1×10^{13}	5×10^{13}	5×10^{13}	5×10^{13}
r	4	9	12	14

Tableau III.1 : Paramètres d'écroissage h et de restauration r issus de la loi de Laasraoui-Jonas pour les monocristaux $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ et le polycristal 1199 ($\dot{\varepsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, $T = 0,7 T_f$). Les incertitudes relatives sur h et r sont estimées à 20% et 10% respectivement.

III.2 - COMPRESSION DES POLYCRISTAUX

III.2.1 - ESSAIS EFFECTUES

Les essais sur les trois nuances de polycristaux ont été effectués à cinq températures (entre 0,6 et 0,8 T_f), et cinq vitesses de déformation (entre 10^{-3} et 10^{-1} s^{-1}). Dans le cas de l'aluminium 1200, des essais complémentaires ont été réalisés à la vitesse de $1 s^{-1}$ (tableau III.2). Le tableau III.3 donne la correspondance entre température homologue (T/T_f) et température en degrés Celsius.

	$10^{-3} s^{-1}$	$3,3 \times 10^{-3} s^{-1}$	$10^{-2} s^{-1}$	$3,3 \times 10^{-2} s^{-1}$	$10^{-1} s^{-1}$	$1 s^{-1}$
0,60 T_f	*		*		*	
0,65 T_f			*			
0,70 T_f	*	*	*	*	*	◆
0,75 T_f			*			
0,80 T_f	*		*		*	

Tableau III.2 : Températures et vitesses de déformation utilisées lors des essais de compression sur les trois types de polycristaux (*) et la nuance 1200 seulement (◆).

	1199	1200	5052
0,6 T_f	287	277	247
0,7 T_f	380	368	333
0,8 T_f	474	460	420
T_f	660	643	593

Tableau III.3 : Correspondance entre la température homologue (T_f : température de fusion commençante) et la température en degrés Celsius.

III.2.2 - EVOLUTION DE LA FORME DES ECHANTILLONS

La section des échantillons prend une forme elliptique au cours de la compression (fig. III.3). Celle-ci est peu visible sur l'aluminium 1199, assez prononcée pour la nuance 1200 et très prononcée pour l'alliage 5052. Certains échantillons ont été marqués afin de repérer les axes DT_1 et DT_2 (qui correspondent respectivement aux directions DT et DN de la plaque laminée, cf. fig. II.1). Il s'est avéré que le grand axe de l'ellipse est systématiquement parallèle à la direction DT_2 . Ce phénomène a été mis à profit pour repérer les axes DT_1 et DT_2 lors des analyses de texture ou de microstructure.

Les flancs des éprouvettes de l'aluminium 1199 présentent un aspect très granuleux, alors que ceux des éprouvettes d'alliage 5052 sont beaucoup plus lisses, les éprouvettes de 1200 se situant entre les deux. Cette rugosité est très certainement liée à la taille des grains initiaux, très gros dans la nuance 1199 et plus fins dans la nuance 5052 (cf. V.1.2.1).

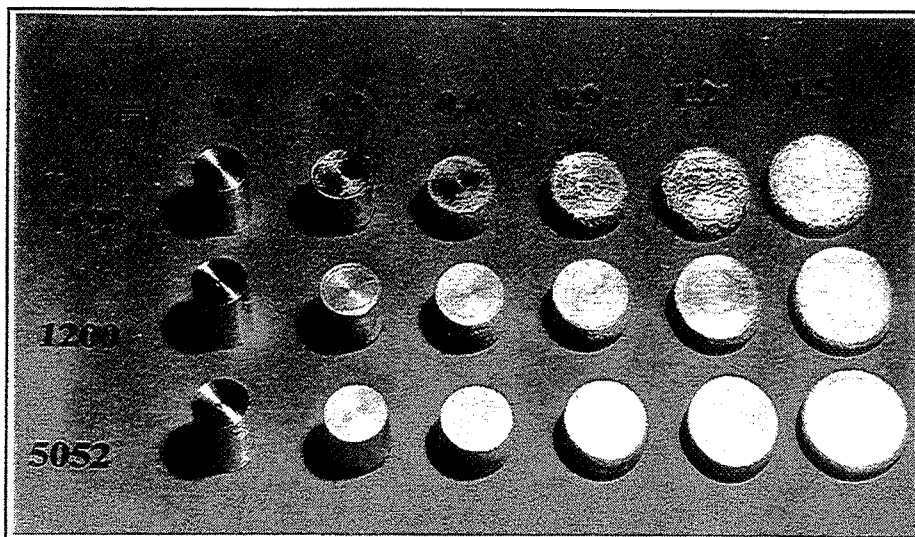


Figure III.3 : Aspect des éprouvettes polycristallines après compression.

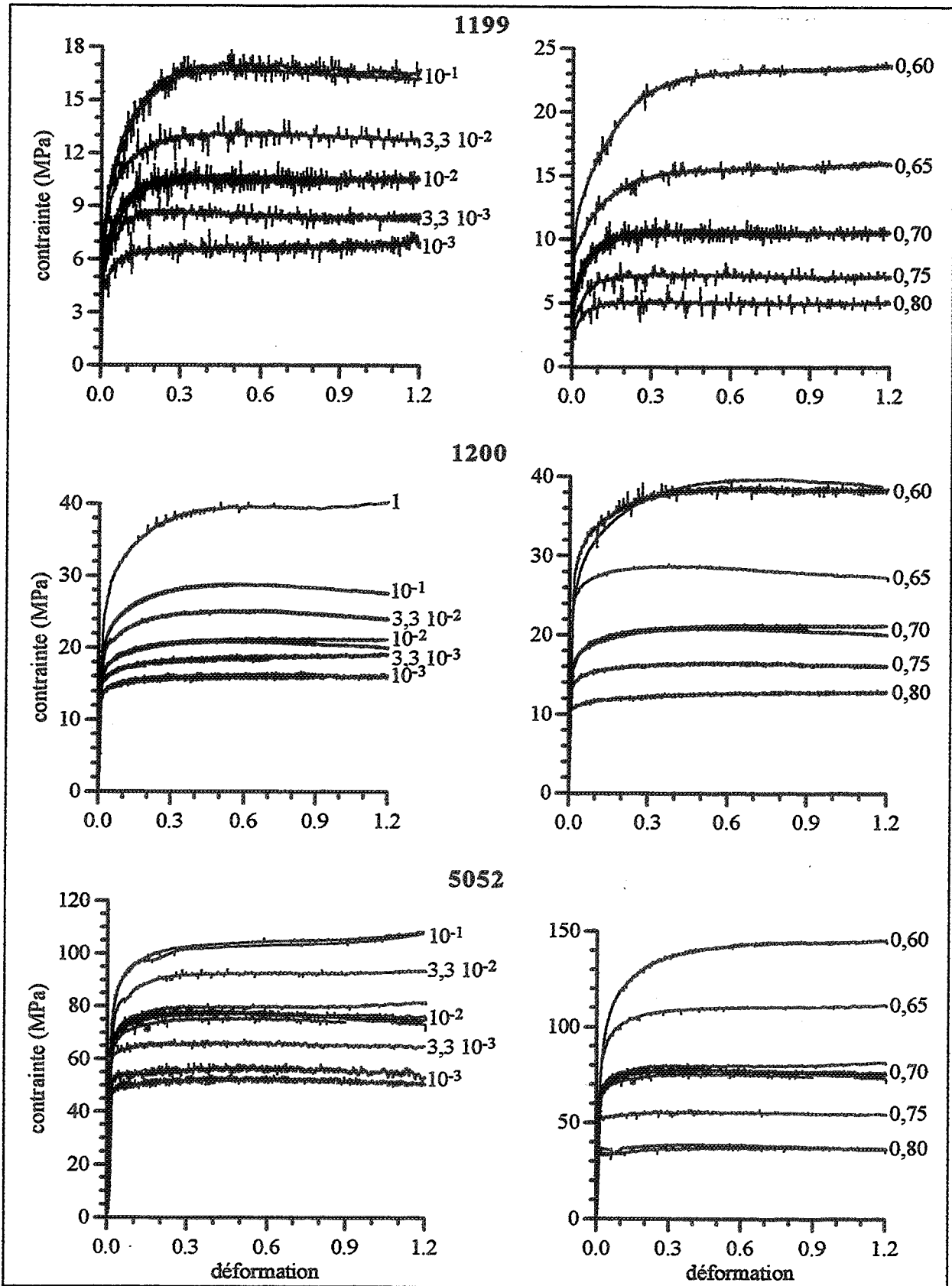


Figure III.4 : Courbes contrainte-déformation des trois nuances polycristallines obtenues à $0,7 T_f$ et $10^{-3} \leq \dot{\epsilon} \leq 1 \text{ s}^{-1}$ (gauche) et à 10^{-2} s^{-1} et $0,6 \leq T/T_f \leq 0,8$ (droite).

III.2.3 - COURBES CONTRAINTE-DEFORMATION

La figure III.4 montre quelques exemples des courbes contrainte-déformation obtenues. Globalement, le niveau de contrainte varie dans des proportions 1:2:6 entre les nuances 1199, 1200 et 5052.

Le palier stationnaire semble atteint pour l'ensemble des courbes. Les éventuelles légères croissances ou décroissances de la contrainte ne sont pas significatives. Elles sont plus probablement dues au frottement ou à une mauvaise estimation de la force exercée par le montage (cf. II.3.1.3).

A température et vitesse identiques, la déformation pour laquelle le palier stationnaire est atteint semble être à peu près la même pour les trois nuances d'aluminium (fig. III.5). Cependant, les trois nuances se comportent différemment pendant le régime transitoire : la contrainte augmente d'autant plus vite que la pureté diminue.

III.2.4 - CALCUL DES PARAMETRES RHEOLOGIQUES

III.2.4.1 - Sensibilité à la vitesse et énergie d'activation apparente

Les valeurs du coefficient de sensibilité à la vitesse m (éq. II.3) et de l'énergie d'activation apparente Q (éq. II.4) rassemblées dans les tableaux III.4 et III.5 ont été calculées pour $\varepsilon = 0,6$ afin de se rapprocher du palier stationnaire sans cependant subir les effets du frottement en fin de courbe.

	1199	1200	5052
0,6 T_f	0,15	0,12	0,08
0,7 T_f	0,20	0,13	0,15
0,8 T_f	0,19	0,13	0,20

Tableau III.4 : Variations du coefficient de sensibilité à la vitesse en fonction de la nuance d'aluminium et de la température. L'incertitude relative est estimée à 10%.

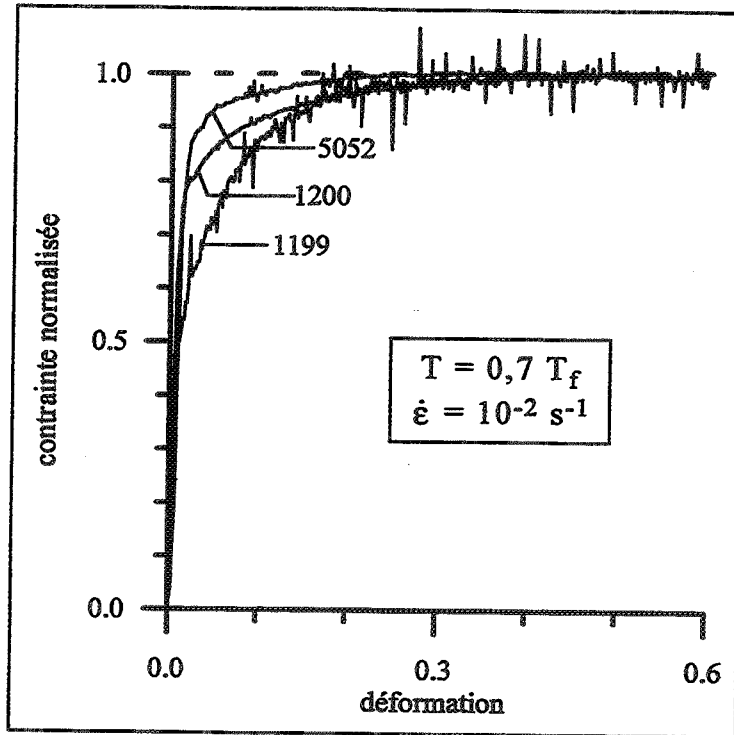


Figure III.5 : Courbes contrainte-déformation (la contrainte est normalisée par sa valeur au régime stationnaire) permettant de comparer le comportement des trois nuances d'aluminium dans le régime transitoire.

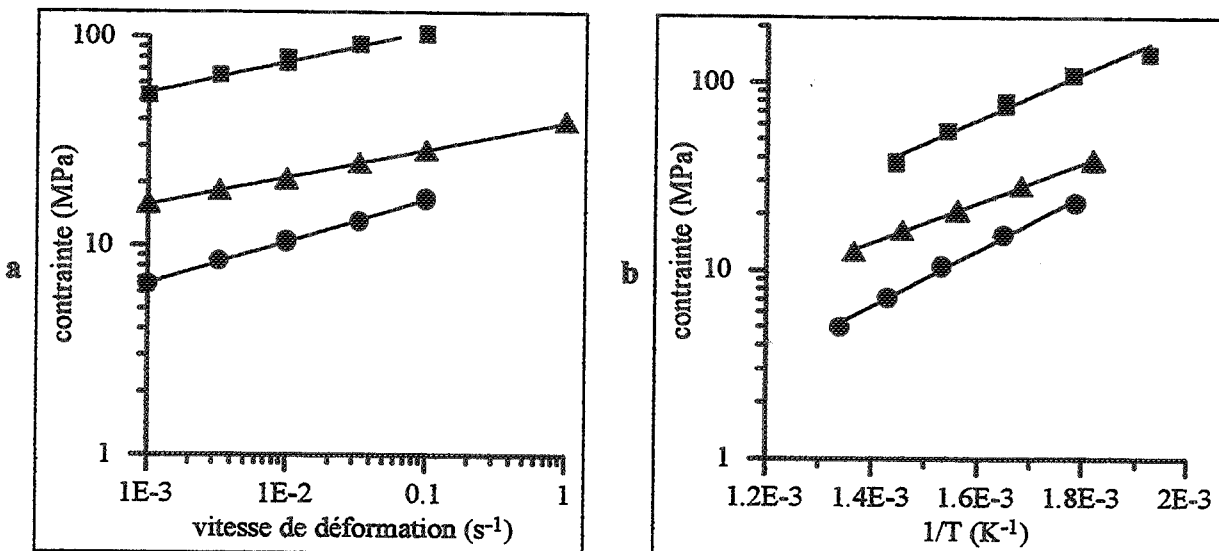


Figure III.6 : a) Courbe $\log(\sigma)$ - $\log(\dot{\epsilon})$ permettant de calculer m , $T = 0,7 T_f$ et b) courbe $\log(\sigma)$ - $1/T$ permettant de calculer Q , $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, ● 1199, ▲ 1200, ■ 5052.

	1199	1200	5052
10 ⁻³	170	180	190
10 ⁻²	160	170	170
10 ⁻¹	140	170	120

Tableau III.5 : Variation de l'énergie d'activation apparente (kJ/mol) en fonction de la nuance d'aluminium et de la vitesse de déformation (s⁻¹). L'incertitude relative est estimée à 15%.

Il est à noter que m ne dépend pas de $\dot{\epsilon}$ dans l'intervalle de vitesse considéré. Les points des diagrammes $\log(\sigma)$ - $\log(\dot{\epsilon})$ (fig. III.6a) sont en effet parfaitement alignés. Le tableau III.4 indique que m augmente avec la température, mais cette augmentation est surtout perceptible pour l'alliage 5052.

On peut également remarquer que Q diminue lorsque la vitesse augmente. Les valeurs obtenues sont supérieures à l'énergie d'autodiffusion de l'aluminium (≈ 155 kJ/mol) aux basses vitesses (10^{-3} et 10^{-2} s⁻¹) et peuvent devenir inférieures à 10^{-1} s⁻¹.

III.2.4.2 - Contrainte au régime stationnaire

La figure III.7 représente les variations de la contrainte au régime stationnaire σ_s en fonction du paramètre de Zener-Hollomon : $Z = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right)$

(*éq. I.3*). La valeur de Q a été choisie égale à 155 k/mol.

Cette figure indique que les points sont à peu près alignés dans un diagramme $\text{Log } \sigma_s$ - $\text{Log } Z$, ce qui suggère que la contrainte obéit avec une bonne approximation à une loi pseudo-plastique : $\sigma_s = K Z^m$ (*éq. I.2*). Pour les trois nuances d'aluminium, on trouve :

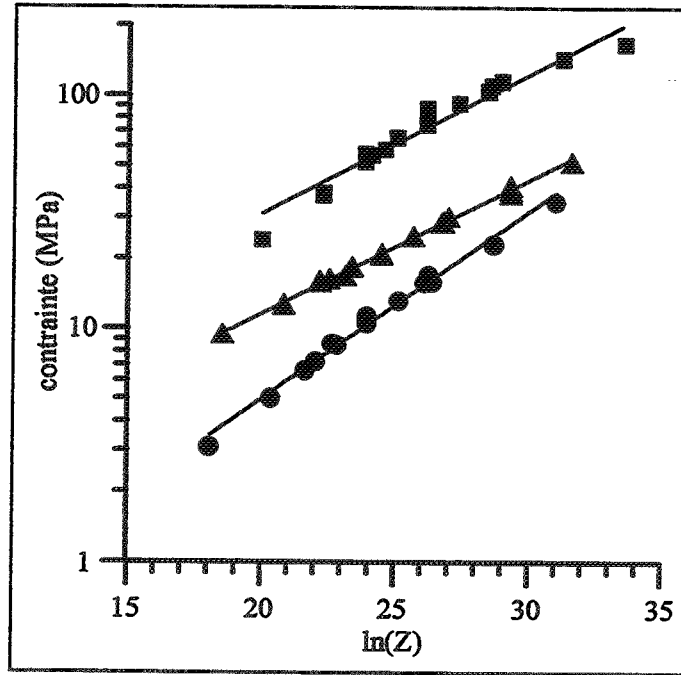


Figure III.7 : Relation entre la contrainte en régime stationnaire et le paramètre de Zener-Hollomon, ● 1199, ▲ 1200, ■ 5052.

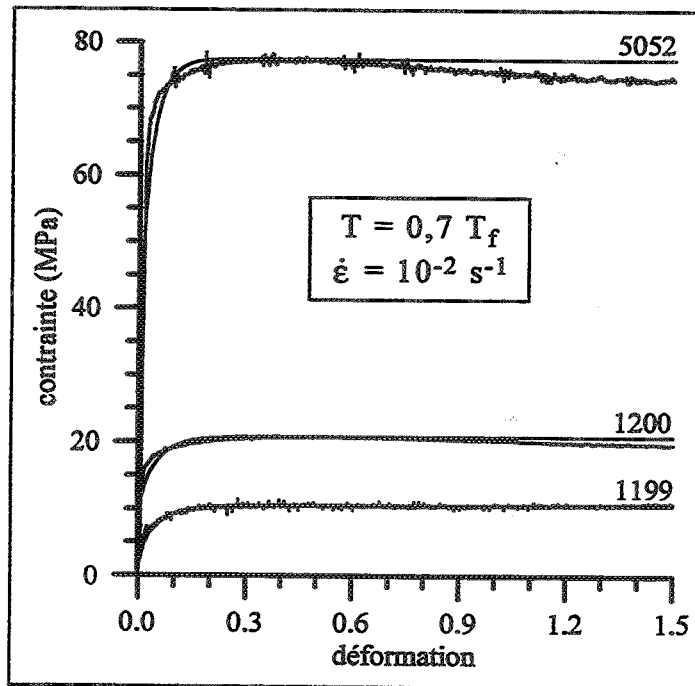


Figure III.8 : Courbes expérimentales et ajustement par la loi de Laasraoui-Jonas.

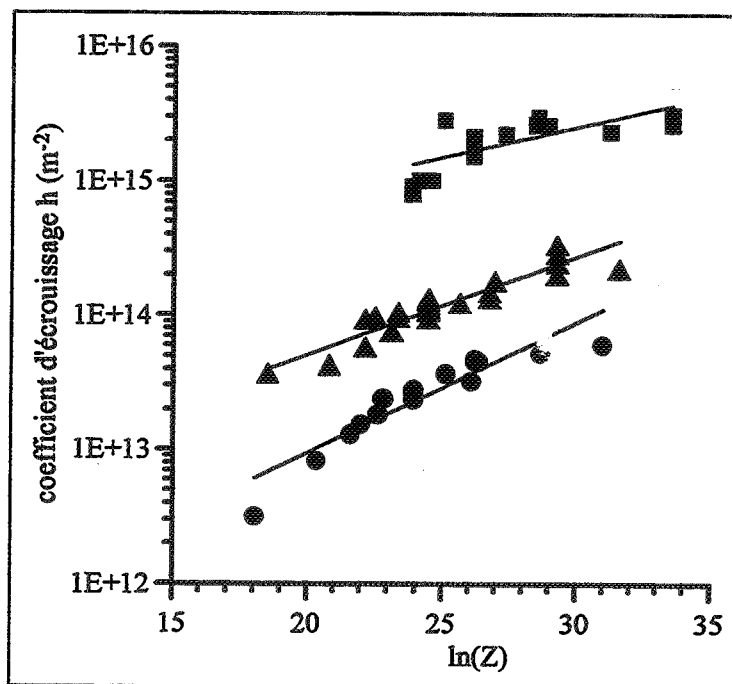


Figure III.9 : Relation entre le coefficient d'érouissage et le paramètre de Zener-Hollomon, ● 1199, ▲ 1200, ■ 5052.

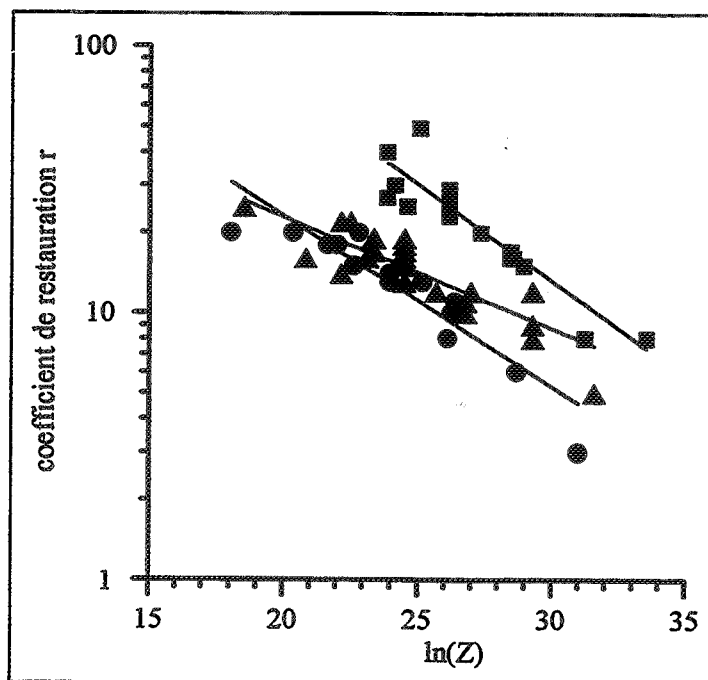


Figure III.10 : Relation entre le coefficient de restauration dynamique et le paramètre de Zener-Hollomon, ● 1199, ▲ 1200, ■ 5052.

$$1199 \quad \sigma_s = 0,122 \cdot 10^6 Z^{0,186} \quad (\text{III.1a})$$

$$1200 \quad \sigma_s = 0,822 \cdot 10^6 Z^{0,133} \quad (\text{III.1b})$$

$$5052 \quad \sigma_s = 1,975 \cdot 10^6 Z^{0,138} \quad (\text{III.1c})$$

(σ_s en Pa)

La valeur de l'exposant m donnée par chacune de ces trois équations est sensiblement égale à la valeur moyenne, sur l'intervalle de température considéré, des coefficients m du tableau III.4.

III.2.4.3 - Paramètres d'écroûissage et de restauration dynamique

La figure III.8 compare les courbes contrainte-déformation expérimentales avec leur ajustement par la loi de Laasraoui-Jonas. On remarque que l'ajustement n'est pas parfait, la courbe théorique étant toujours plus "anguleuse" que la courbe expérimentale. D'autres lois, telles que celles de Stüwe et Hertel ou de Kocks et Mecking (cf. I.2.4) ont également été testées, mais elles présentent toutes le même défaut.

Les variations des coefficients h et r sont portées en fonction de Z sur les figures III.9 et III.10. Dans le cas de l'alliage 5052, il n'a pas été possible d'estimer la valeur de ces coefficients pour les faibles valeurs de Z car les courbes ne présentent alors pas de régime transitoire.

On remarque tout d'abord que le coefficient d'écroûissage augmente fortement lorsque la pureté du matériau diminue. Il en est de même, dans une moindre mesure, pour le coefficient de restauration. Même si les points ne sont pas parfaitement alignés dans un diagramme Log-Log, on peut tout de même décrire les variations de ces coefficients par une loi puissance :

$$1199 \quad h = 1,07 \times 10^{11} Z^{0,224} \quad r = 444 Z^{-0,148} \quad (\text{III.2a})$$

$$1200 \quad h = 1,75 \times 10^{12} Z^{0,169} \quad r = 157 Z^{-0,096} \quad (\text{III.2b})$$

$$5052 \quad h = 1,11 \times 10^{14} Z^{0,104} \quad r = 1923 Z^{-0,166} \quad (\text{III.2c})$$

(h en m^{-2})

Ces résultats peuvent paraître en contradiction avec d'autres résultats de la littérature. Il est en effet généralement admis que, contrairement à r , h dépend très peu de $\dot{\epsilon}$ et T [79]. Cela peut se justifier si les précipités constituent le principal obstacle au mouvement des dislocations (cf. I.2.4). Si, au contraire, on considère que le libre parcours moyen des dislocations est principalement contrôlé par la taille des sous-grains d , il est tout à fait normal d'observer une augmentation de h lorsque $\dot{\epsilon}$ augmente ou lorsque T diminue. Sachant que $h \propto 1/d$, $\sigma_s \propto 1/d$ (éq. I.9) et $\sigma_s = K Z^m$ (éq. I.2), on obtient :

$$h = K_h Z^m \quad (\text{III.3a})$$

De même, si l'on considère que la longueur de dislocation annihilée à chaque rencontre est proportionnelle à d , on obtient

$$r = K_r Z^{-m}. \quad (\text{III.3b})$$

Comme $\sigma_s = \alpha G b \sqrt{\frac{h}{r}}$, on obtient en outre $K = \alpha G b \sqrt{\frac{K_h}{K_r}}$.

Même si les valeurs expérimentales de l'exposant de Z (éqs. III.2a-c) diffèrent sensiblement des valeurs de m (éqs. III.1a-c), on peut raisonnablement penser que les coefficients h et r sont dans une large mesure contrôlés par la taille des sous-grains. Toutefois, le libre parcours moyen des dislocations pourrait également être influencé par l'espacement moyen des précipités.

III.2.5 - ESTIMATION DE L'HETEROGENEITE DE LA DEFORMATION

Malgré une bonne lubrification, la présence de frottement à l'interface métal-outil induit une hétérogénéité de déformation. Il s'avère donc utile de connaître la répartition des déformations locales afin de pouvoir relier les observations expérimentales des chapitres IV et V à la valeur réelle de la déformation dans la zone étudiée.

Un modèle analytique, qui utilise le théorème de la borne supérieure pour optimiser un champ de vitesse cinématiquement admissible, a récemment été mis au point dans ce but [98]. Connaissant les dimensions initiales de

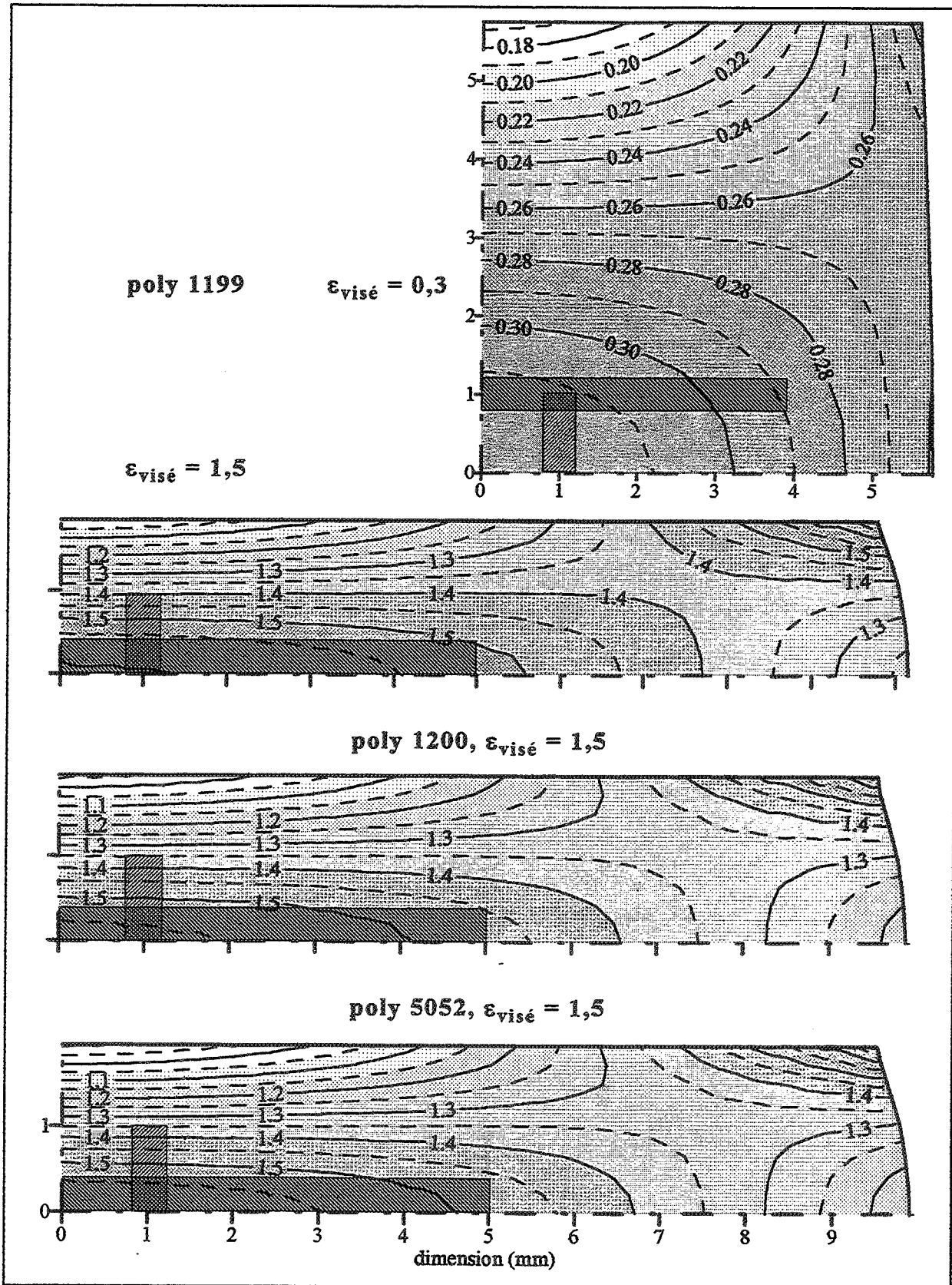


Figure III.11 : Carte de déformation locale calculée dans $\frac{1}{4}$ d'un plan transverse ; les hachures correspondent aux zones d'observation des textures et microstructures, $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, $T = 0,7 T_f$.

l'échantillon, le coefficient de frottement, la consistance $k = K \exp\left(\frac{mQ}{RT}\right)$, le coefficient de sensibilité à la vitesse, la déformation globale et la vitesse de déformation, un programme informatique donne accès aux valeurs locales de la déformation, de la température et de la contrainte d'écoulement.

Les résultats correspondant aux conditions standard de déformation des éprouvettes étudiées aux chapitres suivants sont présentés sur la figure III.11. La déformation globale de l'échantillon (calculée à partir de la hauteur réelle de l'échantillon comprimé) est généralement légèrement inférieure à la déformation visée. Cela est principalement dû au fait que le montage de compression n'est pas parfaitement rigide. Les valeurs de la déformation locale tiennent compte de cette différence.

Pour une déformation visée de 0,3, les valeurs locales dans la partie centrale varient entre 0,28 et 0,32, et sont par conséquent très proches de la déformation visée. Pour une déformation visée de 1,5, les cartes d'isodéformation sont sensiblement identiques pour toutes les nuances d'aluminium considérées. Les valeurs locales varient entre 0,9 (sous les tas de compression) et 1,7 (au niveau de l'arête). Dans les zones hachurées, qui correspondent aux zones dans lesquelles les mesures expérimentales ont été effectuées, la déformation locale est comprise entre 1,4 et 1,6.

Par conséquent, il est raisonnable d'assimiler la déformation locale dans ces zones à la déformation visée.

III.3 - TORSION DE L'ALUMINIUM 1200

Les essais ont été effectués à

$$\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ et } 1 \text{ s}^{-1},$$

$$T = 0,7 T_f (368 \text{ } ^\circ\text{C}),$$

et

$$0,9 \leq \epsilon \leq 20.$$

Après torsion, la surface des éprouvettes présente des stries, parallèles à la direction de cisaillement, de plus en plus profondes lorsque la déformation augmente. Ces stries sont beaucoup plus prononcées à basse vitesse, ce qui laisse présager une baisse de ductilité.

Les courbes obtenues (fig. III.12) présentent un pic pour $\epsilon < 0,5$, la contrainte diminue ensuite lentement pour atteindre sa valeur stationnaire vers $\epsilon = 5$. Le faible nombre d'essais effectués permet seulement d'estimer la sensibilité à la vitesse à $0,7 T_f$: $m = 0,13$.

On peut toutefois rappeler les résultats obtenus par Perdrix et al. sur les nuances 1050 (comparable au 1200) et 5052 (tableau III.6). Le coefficient de sensibilité à la vitesse déterminé par ces auteurs est légèrement supérieur à celui trouvé dans la présente étude. On peut toutefois noter que les variations de m avec la température sont identiques à celles décrites précédemment dans le cadre des essais de compression.

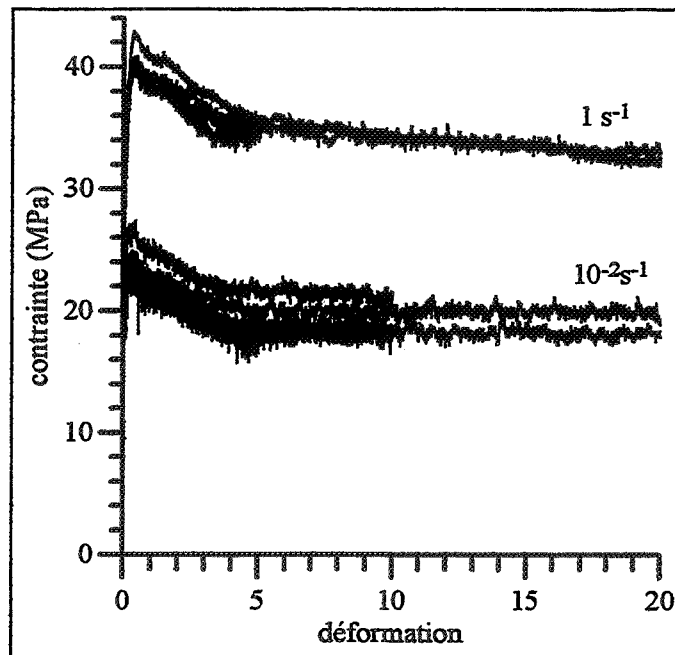


Figure III.12 : Courbes contrainte-déformation obtenues par torsion de l'aluminium 1200 à $T = 0,7 T_f$.

		état faiblement déformé		état fortement déformé	
		m	Q (kJ/mol)	m	Q (kJ/mol)
1050	0,72	0,16	178	0,17	155
	0,77	0,17		0,16	
	0,83	0,18		0,16	
5052	0,78	0,13	155-188	0,16	125-155
	0,83	0,16		0,18	
	0,89	0,19		0,20	

Tableau III.6 : Paramètres rhéologiques de deux nuances d'aluminium déformées par torsion. D'après Perdrix et al. [25].

CHAPITRE IV

ETUDE DES TEXTURES DE COMPRESSION

L'évolution des textures de compression des éprouvettes monocristallines et polycristallines, déformées à 10^{-2} s^{-1} et $0,7 T_f$, est tout d'abord étudiée en fonction de la déformation, principalement à l'aide de figures de pôles. Une identification des plans de glissement est ensuite effectuée grâce à l'observation des traces présentes sur les faces latérales des éprouvettes monocristallines. Tous ces résultats sont finalement confrontés à des données issues de simulations numériques.

IV.1 - EVOLUTION DES TEXTURES EXPERIMENTALES

Les textures globales ont été mesurées sur des éprouvettes déformées dans les conditions suivantes :

$$T = 0,7 T_f$$

$$\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1},$$

$$\epsilon = 0, 0,3, 0,9 \text{ et } 1,5.$$

L'état de référence $\epsilon = 0$ correspond à des éprouvettes non déformées mais qui ont subi un traitement thermique identique à celui des éprouvettes déformées : montée en température puis maintien de 20 minutes suivi d'une trempe à l'eau (cf. II.3.1.3). Les mesures ont été effectuées dans le plan normal à l'axe de compression, à mi-épaisseur, afin d'éliminer la zone superficielle peu déformée (cf. fig. III.11).

IV.1.1 - RESULTATS

IV.1.1.1 - Figures de pôles des éprouvettes monocristallines

Les figures IV.1, IV.2 et IV.3 montrent l'évolution de la texture des éprouvettes $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ avec la déformation. Les rotations du réseau cristallographiques peuvent être évaluées, soit grâce à la lecture directe des angles d'Euler sur une ODF (cependant, les coupes $\varphi_2 = \text{constante}$ ne permettent pas toujours de situer les maxima avec précision), soit par le relevé des coordonnées de la projection stéréographique p_1 et p_2 des trois pôles $\langle 100 \rangle$. En inversant les relations IV.1a,b qui définissent les coordonnées en projection stéréographique :

$$p_1 = \frac{\alpha}{1+\gamma} \quad (\text{IV.1a})$$

$$p_2 = \frac{\beta}{1+\gamma}, \quad (\text{IV.1b})$$

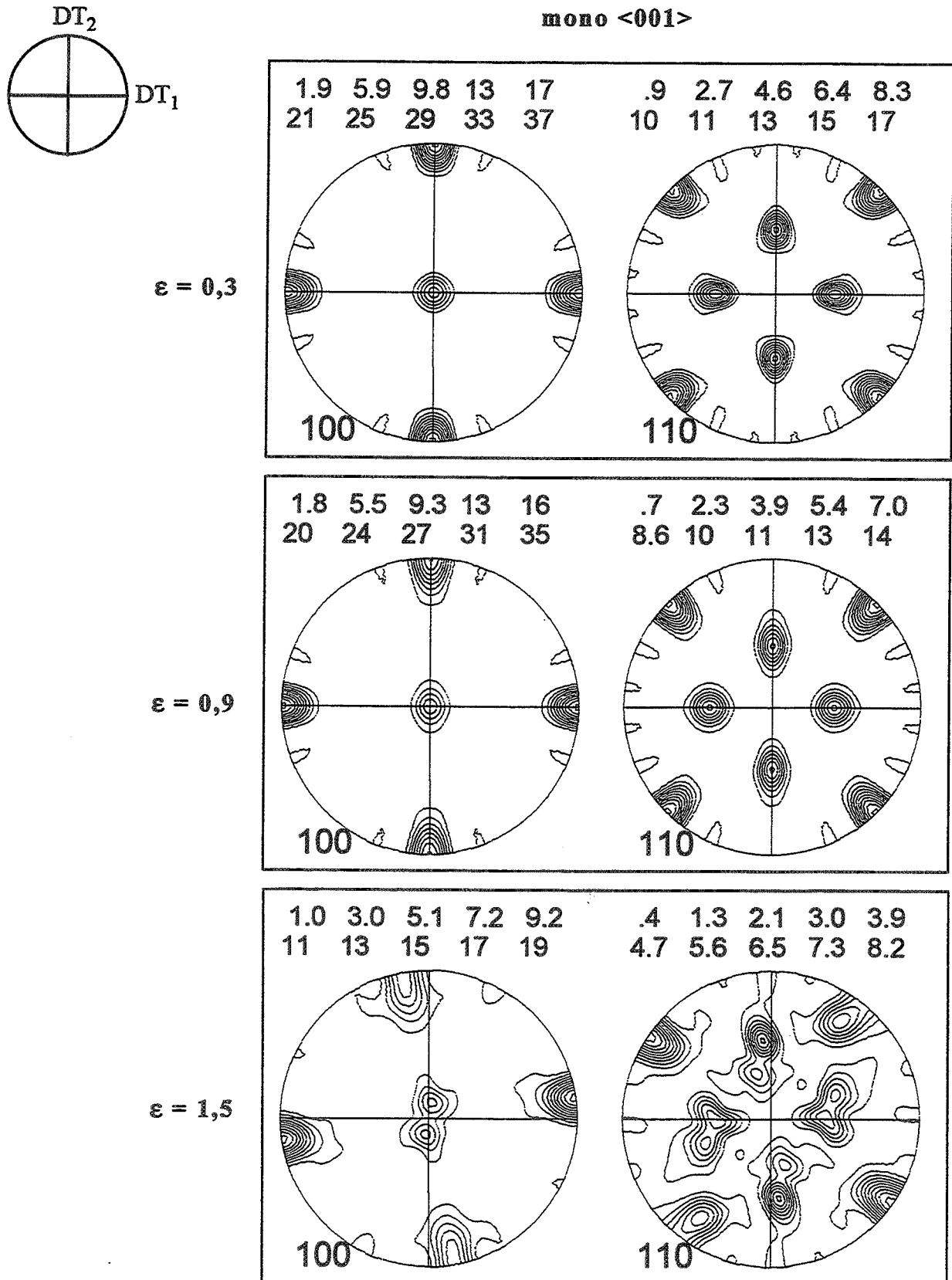


Figure IV.1 : Evolution de la texture globale des éprouvettes monocristallines <001> comprimées à $T = 0,7 T_f$ et $\dot{\epsilon} = 10^{-2} s^{-1}$.

Orientation initiale : AC = [001], DT₁ = [100], DT₂ = [010].

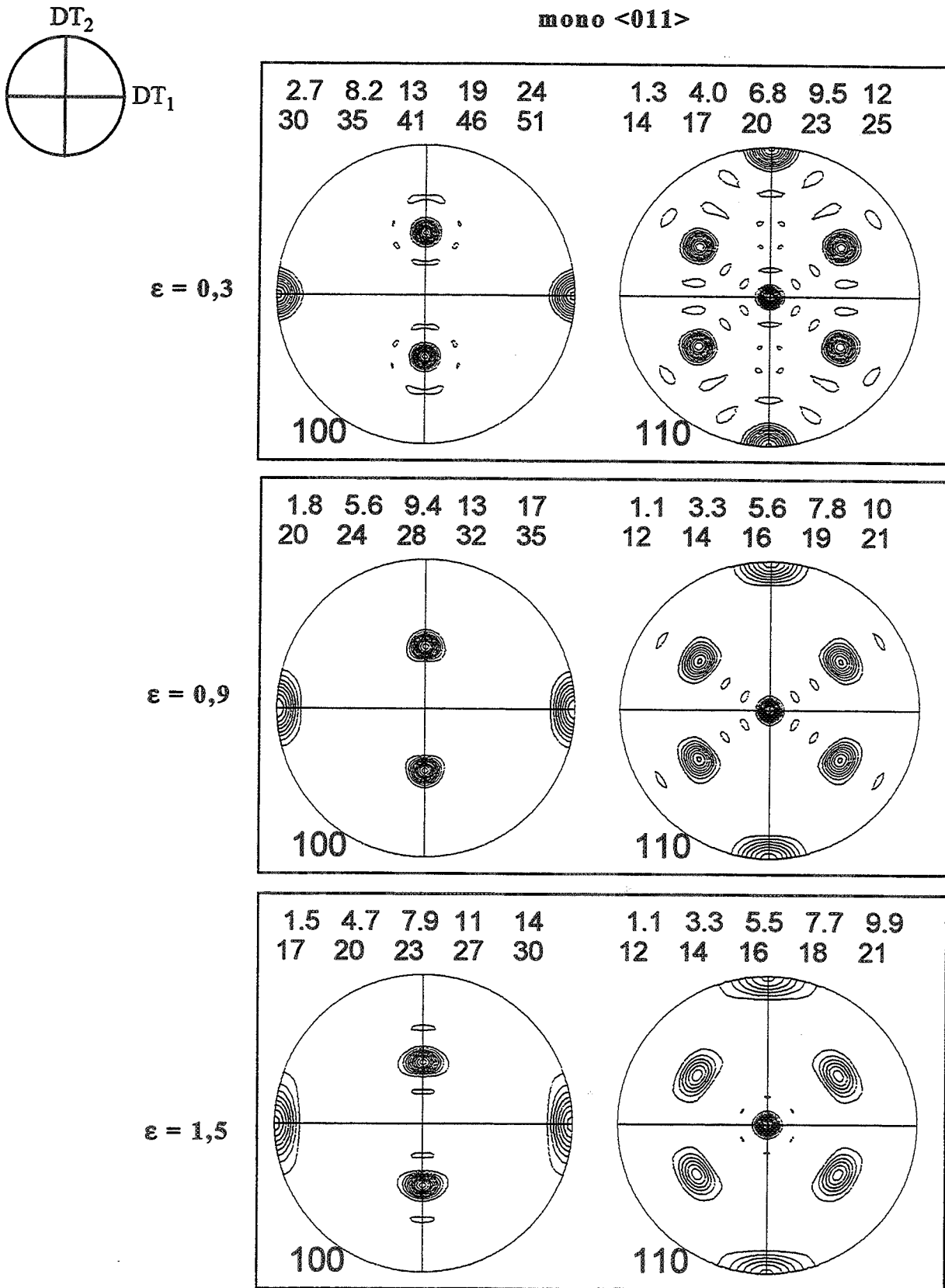


Figure IV.2 : Evolution de la texture globale des éprouvettes monocristallines <011> comprimées à $T = 0,7 T_f$ et $\dot{\epsilon} = 10^{-2} s^{-1}$.

Orientation initiale : AC = [011], DT₁ = [100], DT₂ = [01 $\bar{1}$].

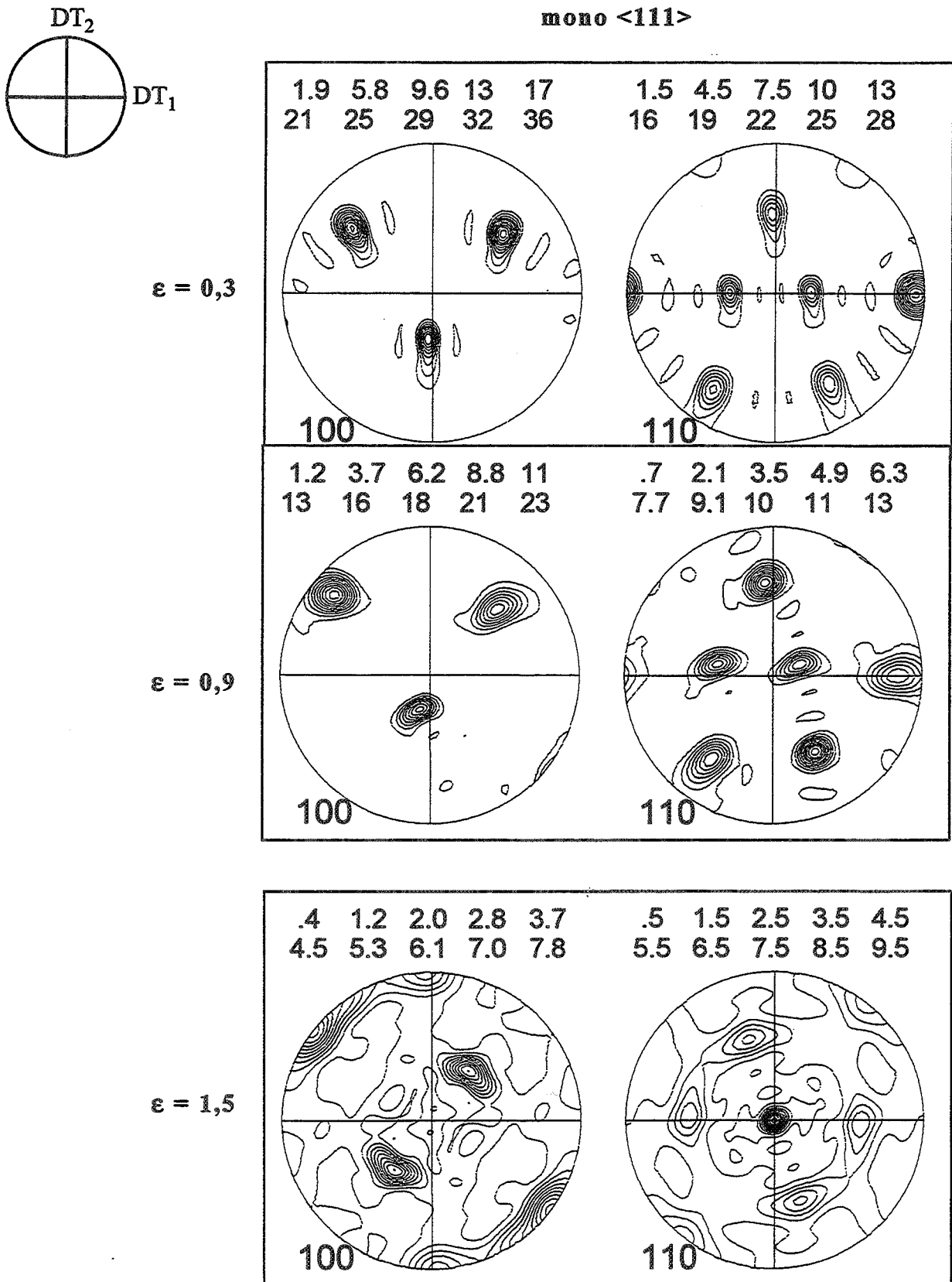


Figure IV.3 : Evolution de la texture globale des éprouvettes monocristallines <111> comprimées à $T = 0,7 T_f$ et $\dot{\varepsilon} = 10^{-2} s^{-1}$. Orientation initiale (indiquée par les croix) : AC = [111], DT₁ = [1 $\bar{1}$ 0], DT₂ = [11 $\bar{2}$].

on obtient l'expression des cosinus directeurs (α, β, γ) des directions $[100]$, $[010]$ et $[001]$ dans le repère (DT_1, DT_2, AC) :

$$\alpha = \frac{2p_1}{1+p_1^2+p_2^2} \quad (\text{IV.2a})$$

$$\beta = \frac{2p_2}{1+p_1^2+p_2^2} \quad (\text{IV.2b})$$

$$\gamma = \frac{1-p_1^2-p_2^2}{1+p_1^2+p_2^2} \quad (\text{IV.2c})$$

L'orientation $\langle 001 \rangle$ est stable jusqu'à $\varepsilon = 0,9$, puis elle commence à se scinder en deux composantes symétriques à $\varepsilon = 1,5$ (fig. IV.1). Les directions cristallographiques $[011]$ et $[0\bar{1}1]$ se rapprochent alors légèrement de l'axe de compression. On peut estimer que le réseau tourne d'environ 14° autour de deux axes proches (à 7° près) de $[101]$ et $[\bar{1}01]$.

L'orientation $\langle 011 \rangle$ est quant à elle parfaitement stable. On note seulement une diminution de la valeur maximale de l'intensité ainsi qu'un léger étalement des pôles, qui traduit de petites rotations autour de l'axe de compression (fig. IV.2).

L'orientation $\langle 111 \rangle$ est par contre très instable (fig. IV.3). Dans un premier temps, le réseau semble tourner autour d'un axe proche de la direction $DT_1 = [1\bar{1}0]$, la direction $[112]$ se rapprochant alors de l'axe de compression. A partir de $\varepsilon = 0,3$, la rotation du réseau change. Elle s'effectue autour d'un axe assez éloigné de toutes directions cristallographiques simples. La direction $[101]$ s'aligne progressivement sur l'axe de compression. Même si la forme prise par la section des éprouvettes rend difficile le repérage des axes transverses aux grandes déformations (cf. fig. III.1), on peut estimer qu'à $\varepsilon = 1,5$ les axes DT_1 et DT_2 sont proches respectivement des directions $[\bar{1}21]$ et $[11\bar{1}]$. Par la suite, toutes les orientations appartenant à la texture de fibre $\langle 011 \rangle$ seront désignées en considérant que la direction $[011]$ est parallèle à l'axe de compression. Avec cette notation, l'orientation finale de ces éprouvettes est donc $[011][21\bar{1}]$ (les deux directions correspondent respectivement aux directions AC et DT_1).

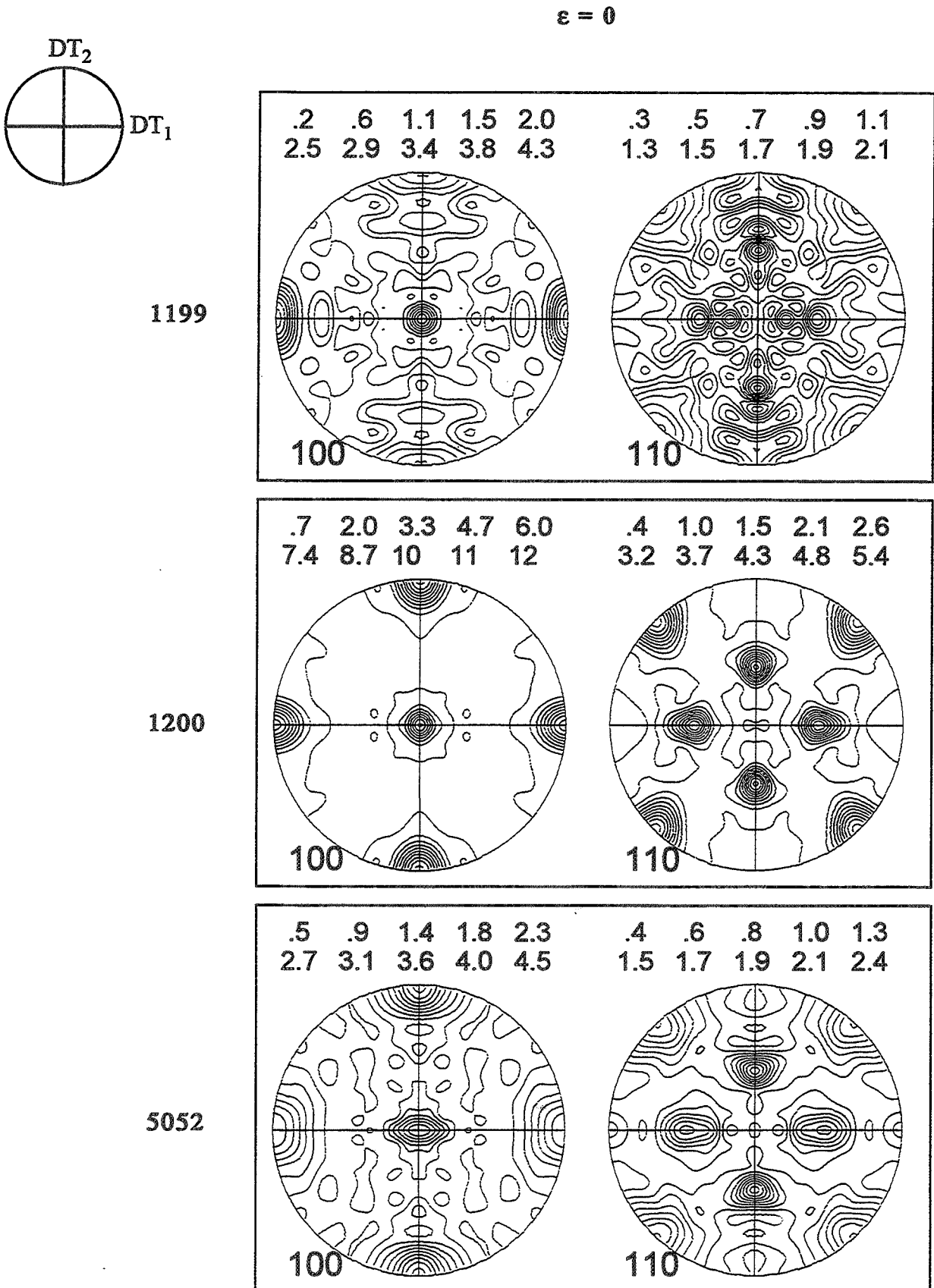


Figure IV.4 : Textures globales des éprouvettes polycristallines à l'état initial.

Il est à noter que sur les six éprouvettes $\langle 111 \rangle$ dont la texture a été mesurée (trois par RX, trois par EBSD), l'une d'elles, déformée de $\varepsilon = 0,9$, présente une texture à deux composantes, (cf. fig. V.24) qui évoluent vers les deux orientations $[011] [2\bar{1}\bar{1}]$ et $[011] [2\bar{1}1]$.

IV.1.1.2 - Figures de pôles des éprouvettes polycristallines

La figure IV.4 montre les textures initiales ($\varepsilon = 0$) de ces éprouvettes. Elle indique que la texture cube est de loin la plus représentée. Cette orientation est la seule visible sur les figures de pôles de la nuance 1200 et, dans une moindre mesure, de l'alliage 5052. Même si d'autres orientations apparaissent dans l'aluminium 1199, la composante cube reste prédominante.

Les figures IV.5, IV.6 et IV.7 montrent l'évolution des textures avec la déformation. Pour les trois nuances d'aluminium, l'orientation cube s'estompe rapidement pour faire place à d'autres orientations qui appartiennent toutes à la fibre $\langle 011 \rangle$. Le tableau IV.1 et la figure IV.8 récapitulent les principales composantes de ces textures.

La nuance 1199 développe principalement deux composantes, $[011] [1\bar{1}1]$ et $[011] [\bar{1}\bar{1}1]$, symétriques par rapport aux deux plans transverses. Il semble que, d'une éprouvette à l'autre, l'orientation principale bascule préférentiellement vers l'une ou l'autre : la première est majoritaire dans les éprouvettes déformées à $\varepsilon = 0,3$ et $0,9$ et minoritaire dans l'éprouvette déformée à $\varepsilon = 1,5$.

La nuance 1200 présente majoritairement deux composantes symétriques, $[011] [100]$ et $[011] [0\bar{1}1]$, se déduisant l'une de l'autre par une rotation de 90° autour de l'axe de compression. Il en est de même pour la nuance 5052, mais la dispersion est plus importante : on note une certaine tendance à former une texture de fibre. Si l'on suppose que la composante cube initiale est à l'origine de la formation des ces deux composantes symétriques, cela signifie que le réseau a globalement tourné de $\pm 45^\circ$ autour des deux axes $[100]$ et $[010]$.

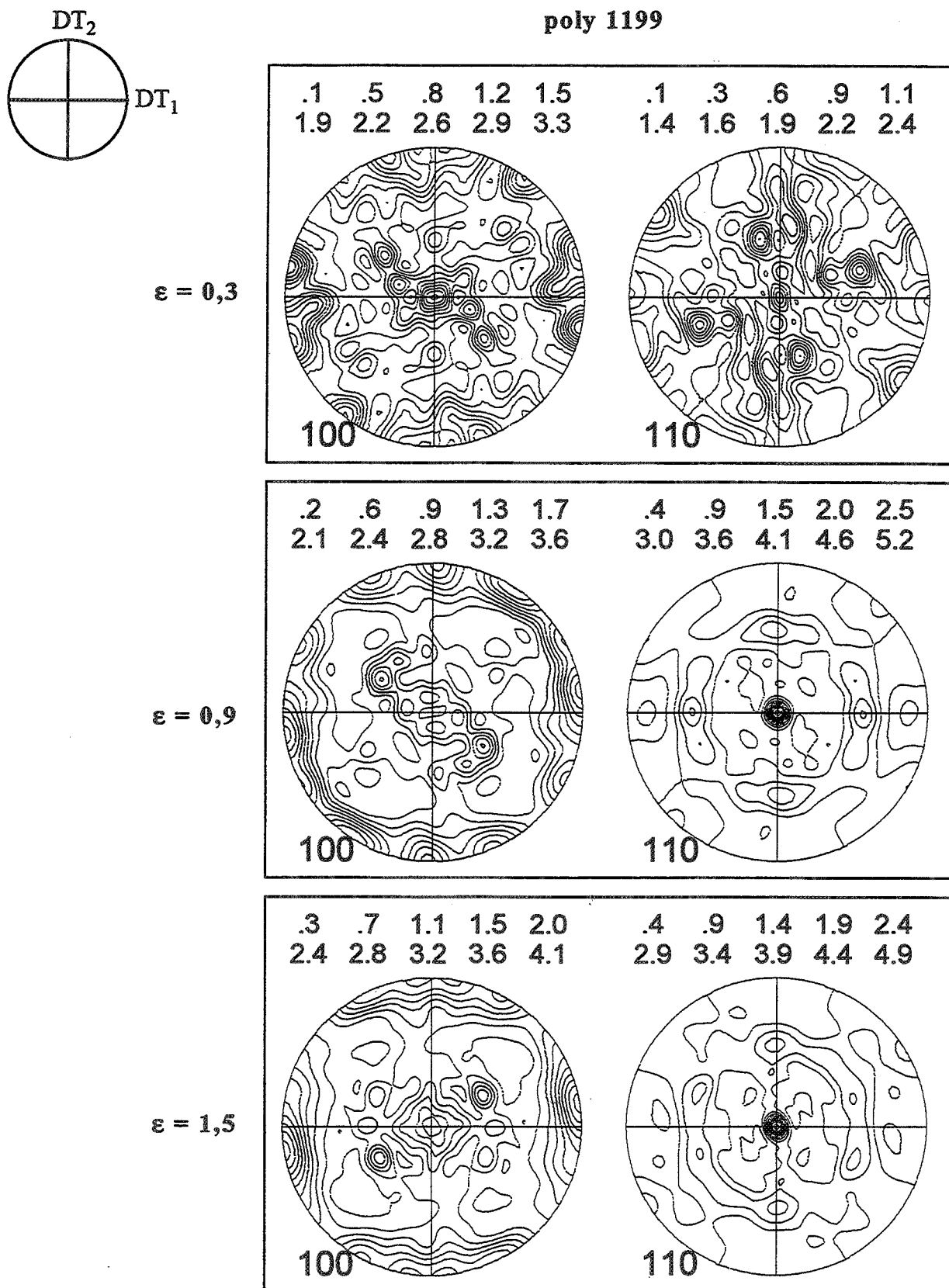


Figure IV.5 : Evolution de la texture globale des éprouvettes polycristallines 1199 comprimées à $T = 0,7 T_f$ et $\dot{\epsilon} = 10^{-2} s^{-1}$.

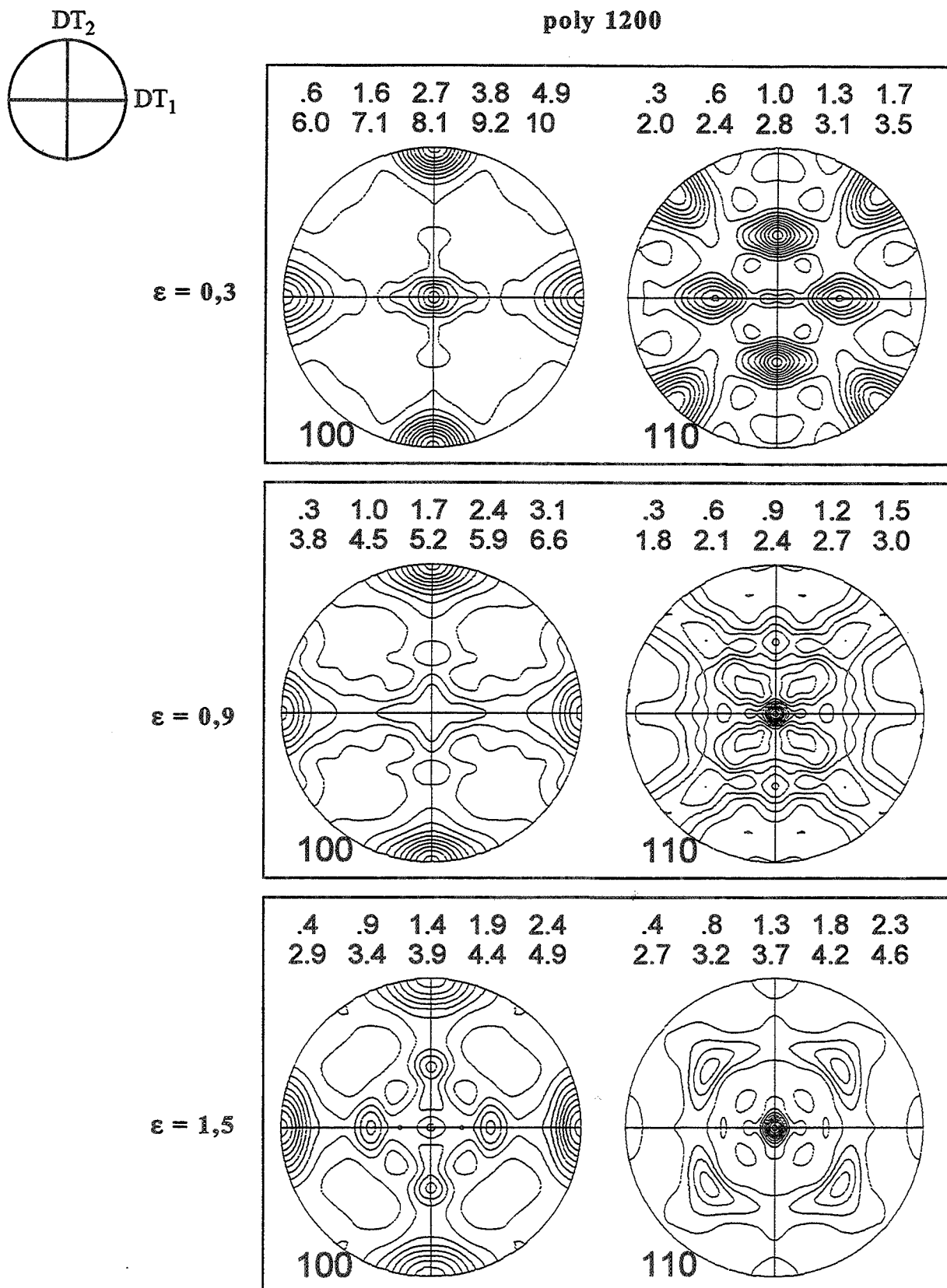


Figure IV.6 : Evolution de la texture globale des éprouvettes polycristallines 1200 comprimées à $T = 0,7 T_f$ et $\dot{\epsilon} = 10^{-2} s^{-1}$.

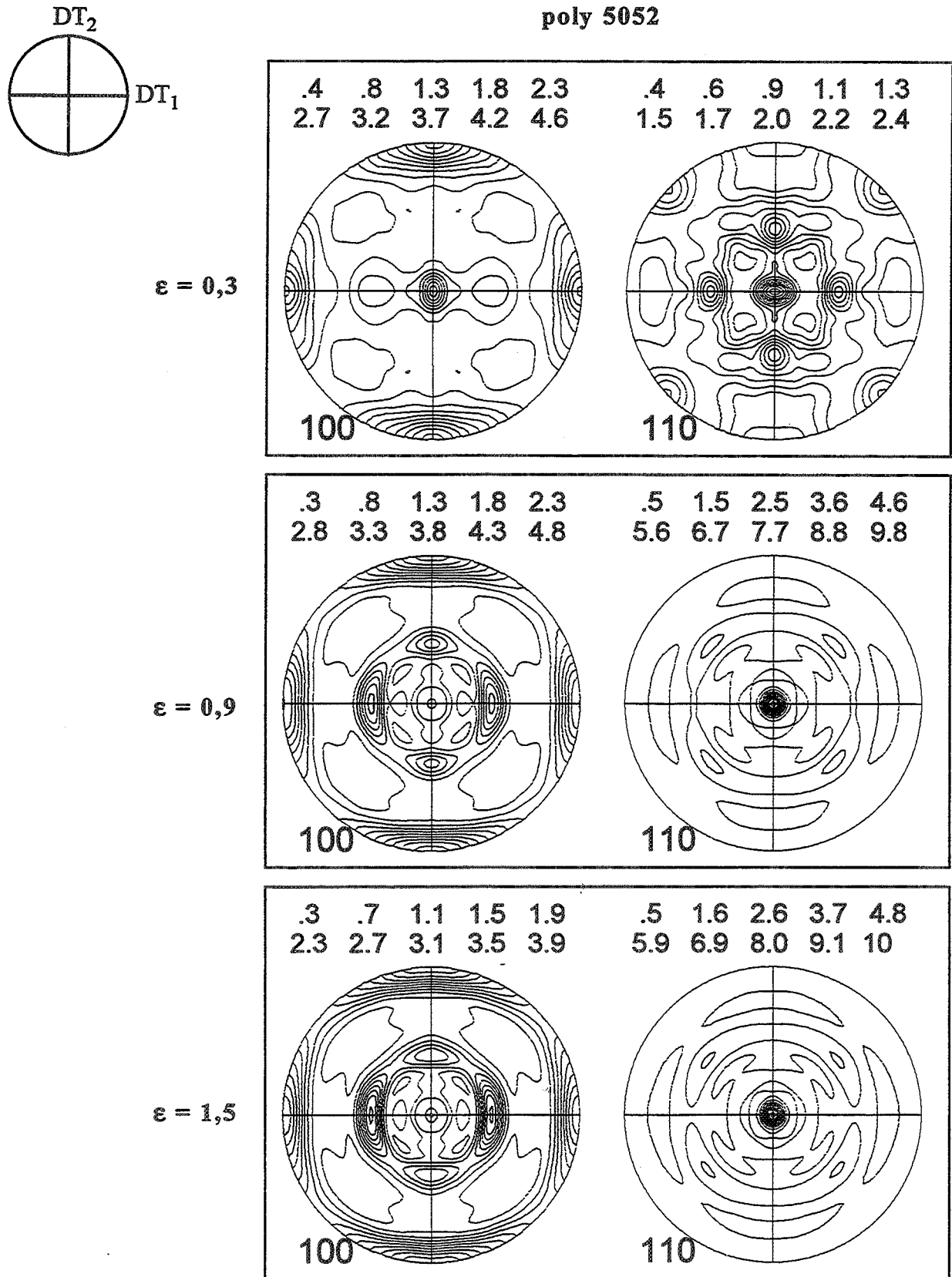


Figure IV.7 : Evolution de la texture globale des éprouvettes polycristallines 5052 comprimées à $T = 0,7 T_f$ et $\dot{\epsilon} = 10^{-2} s^{-1}$.

	AC	DT ₁	DT ₂	état initial	état déformé
cube	[001]	[100]	[010]	mono <001> poly 1199, 1200 et 5052	
G	[011]	[100]	[01 $\bar{1}$]	mono <011>	mono <011> poly 1200 et 5052
Gt	[011]	[0 $\bar{1}$ 1]	[100]		poly 1200 et 5052
L	[011]	[21 $\bar{1}$]	[$\bar{1}$ 1 $\bar{1}$]		mono <111>
Lo	[011]	[2 $\bar{1}$ 1]	[11 $\bar{1}$]		
Lt	[011]	[1 $\bar{1}$ 1]	[21 $\bar{1}$]		poly 1199
Lto	[011]	[$\bar{1}$ $\bar{1}$ 1]	[2 $\bar{1}$ 1]		poly 1199

Tableau IV.1 : Récapitulatif des principales orientations idéales rencontrées dans les textures de compression. Les lettres G et L font référence aux composantes Goss et Laiton des textures de compression plane ; la lettre t indique que la composante est tournée de 90° par rapport à la composante de référence, la lettre o qu'il s'agit d'une composante symétrique par rapport aux deux plans transverses (symétrie orthotrope).

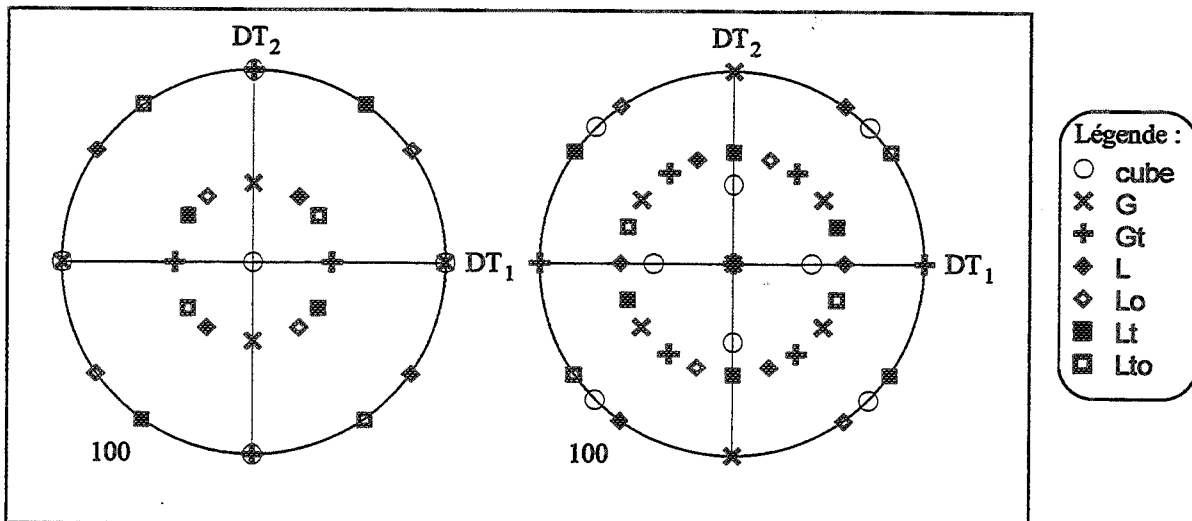


Figure IV.8 : Représentation des principales orientations idéales observées sur les figures de pôles (cf. tableau IV.1).

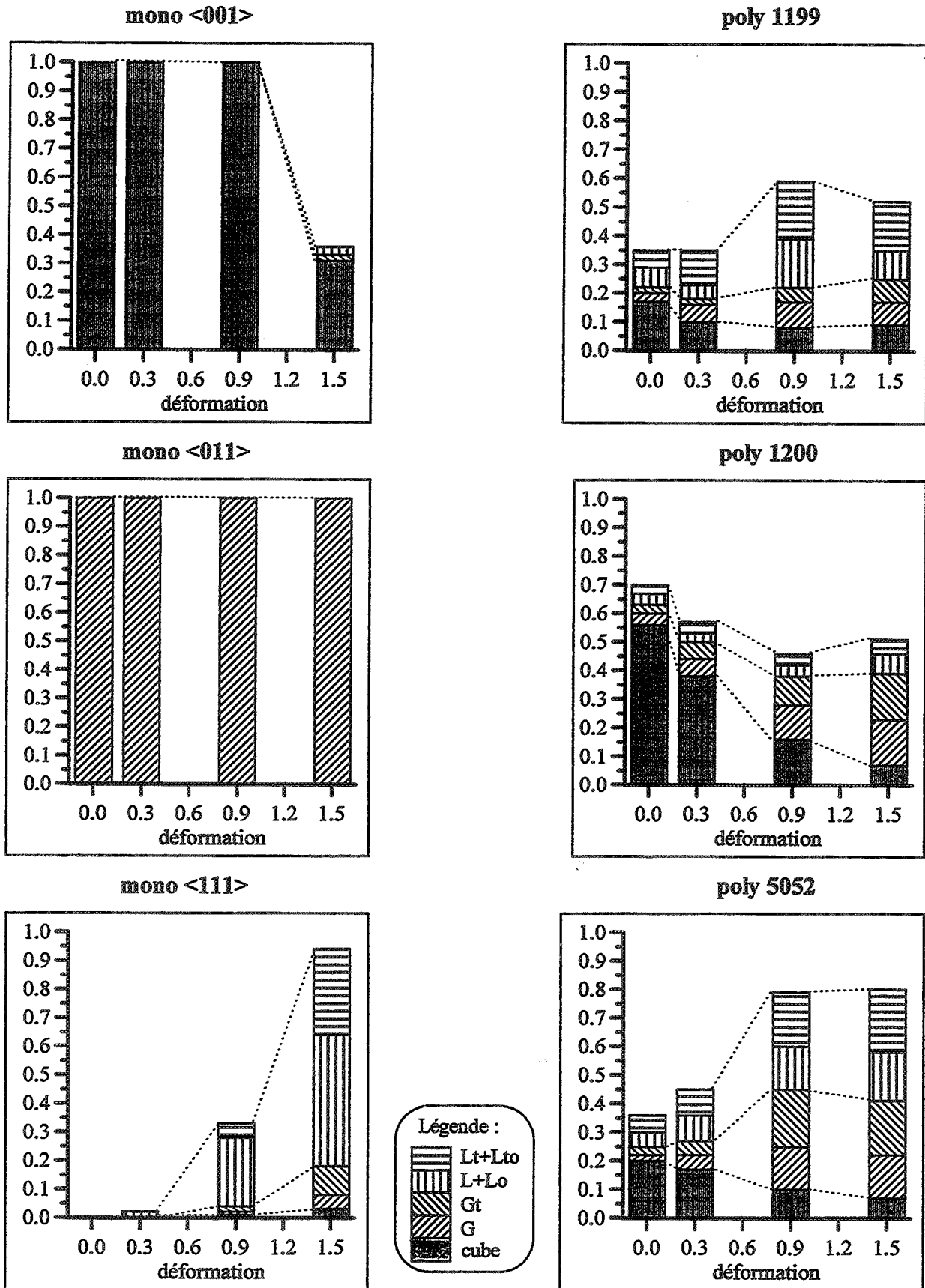


Figure IV.9 : Estimation des fractions volumiques des principales composantes des textures de compression (cf. tableau IV.1), $T = 0,7 T_f$, $\dot{\epsilon} = 10^{-2} s^{-1}$.

IV.1.1.3 - Estimation des fractions volumiques des principales composantes

Une estimation des fractions volumiques des principales composantes rencontrées a été effectuée (fig. IV.9). Il est à noter que le logiciel employé ne permet pas de distinguer les différentes composantes des textures de symétrie orthotropes. Dans ce cas, seule la somme des fractions volumiques est indiquée. Alors que sur les figures de pôles certaines orientations apparaissent beaucoup plus prononcées que d'autres, les histogrammes indiquent généralement des fractions volumiques assez voisines. Cet effet est certainement dû au fait que les orientations considérées sont très proches les unes des autres. Par conséquent, les ODF modèles (fonctions gaussiennes d'écart type 11°) peuvent se superposer partiellement aux ODF d'orientations autres que celle qu'elles représentent. Les histogrammes confirment néanmoins l'ensemble des résultats exposés ci-dessus :

éprouvettes monocristallines

- stabilité de l'orientation cube jusqu'à $\varepsilon = 0,9$
- stabilité de l'orientation $\langle 011 \rangle$
- rotation rapide de l'orientation $\langle 111 \rangle$ et apparition d'une texture de type $L [011] [21\bar{1}] + L_o [011] [2\bar{1}1]$.

éprouvettes polycristallines

- prédominance de l'orientation cube à l'état initial
- forte diminution de l'orientation cube avec la déformation
- texture $L_t [011] [1\bar{1}1] + L_{to} [011] [\bar{1}\bar{1}1]$ bien représentée dans la nuance 1199
- texture $G [011] [100] + G_t [011] [0\bar{1}1]$ prépondérante dans la nuance 1200
- fractions volumiques assez proches dans l'alliage 5052 (évolution vers une texture de fibre).

IV.1.2 - COMMENTAIRES

Toutes les éprouvettes comprimées présentent une rotation du réseau qui a pour effet d'aligner la direction $\langle 011 \rangle$ avec l'axe de compression. Ce résultat est conforme aux données de la littérature [90,91]. La réorientation vers la direction $\langle 001 \rangle$, parfois observée dans les polycristaux comprimés à haute température (400°C) [109,110], ne semble pas se produire ici. La figure IV.10 permet de comparer les rotations obtenues sur les monocristaux $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ (orientations symétriques) avec celles observées par Mécif et al. après compression uniaxiale de monocristaux d'aluminium d'orientations non symétriques, dans des conditions proches de celles utilisées dans cette étude. On remarque que l'orientation $\langle 111 \rangle$ tourne beaucoup plus rapidement que toutes les autres (même si le taux de déformation est plus important). On peut noter que l'axe de compression a tendance à se déplacer d'abord vers le centre du triangle stéréographique avant de se diriger vers l'axe $\langle 110 \rangle$. Ce changement de réorientation est certainement lié à l'activation de nouveaux systèmes de glissement, comme les simulations en IV.3.2 semblent l'indiquer.

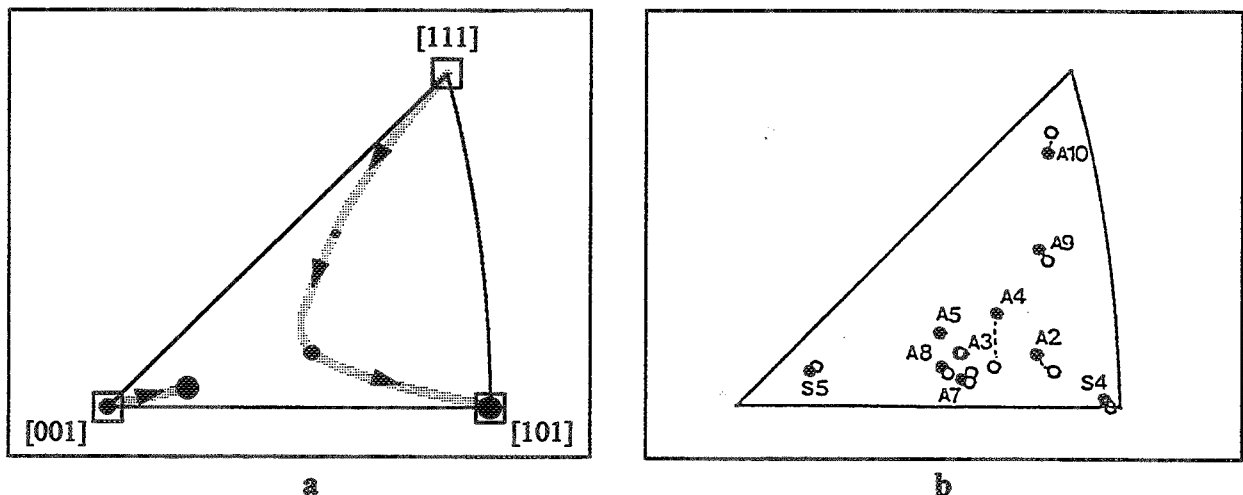


Figure IV.10 : Rotations de l'axe de compression. a) Monocristaux de la présente étude déformés de $\varepsilon = 0,3, 0,9$ et $1,5$ (taille des points croissante), $T = 0,7 T_f$, $\dot{\varepsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. b) Monocristaux (99,98% Al) déformés par Mécif [90], $\varepsilon = 0,35$ ou $0,6$, $T = 0,7 T_f$, $\dot{\varepsilon}_{\text{initial}} = 2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$; les points représentent les orientations initiales, les cercles les orientations finales.

Les résultats concernant le monocristal $\langle 001 \rangle$ et les éprouvettes polycristalline à forte texture cube laissent supposer que l'orientation cube est métastable en compression uniaxiale. En effet, alors que la composante cube des éprouvettes polycristallines s'atténue très rapidement, le monocristal qui possède une orientation cube parfaite (à 1 ou 2 degrés près) reste stable jusqu'à $\varepsilon = 0,9$.

Il existe une autre différence notable entre le comportement du monocristal $\langle 001 \rangle$ et celui des polycristaux à forte texture cube. Dans le premier cas, le réseau semble tourner autour d'axes cristallographiques proches de $\langle 011 \rangle$, alors que dans le second la rotation se fait globalement autour d'axes $\langle 001 \rangle$. Les simulations présentées en IV.3.2 permettent de proposer une explication : elles montrent en effet que la rotation du réseau est extrêmement sensible à l'orientation initiale du monocristal : une différence d'orientation de l'ordre du degré peut conduire à des rotations très différentes. Cependant, sauf si l'axe de compression se situe sur la frontière $[001]$ - $[111]$ du triangle stéréographique (ce qui est peut-être le cas de l'éprouvette utilisée), auquel cas la rotation s'effectue autour d'un axe $\langle 011 \rangle$, les rotations simulées s'effectuent généralement autour d'axes de type $\langle 001 \rangle$. Le fait que la seconde éprouvette $\langle 001 \rangle$ étudiée par EBSD présente des rotations autour des axes $[100]$ et $[010]$ (cf. fig. V.22) conforte cette hypothèse.

IV.2 - OBSERVATION DES LIGNES DE GLISSEMENTS

IV.2.1 - RAPPELS BIBLIOGRAPHIQUES

A température ambiante, la déformation plastique des métaux de structure cubique à faces centrées (CFC) est caractérisée par le glissement des dislocations sur les plans denses {111} parallèlement aux directions denses <011> (systèmes de glissement octaédriques). Lorsque la température de déformation augmente, de nombreux auteurs ont mis en évidence la présence d'autres systèmes de glissement. Les plans {100}, {110}, {112} et {113} sont les plus couramment cités (cf. fig. IV.11), la direction de glissement semblant rester de type <011>. Ces résultats sont cependant contestés par d'autres auteurs, selon lesquels les traces observées pourraient être le résultat de déviations courtes et répétées entre deux plans {111}.

En ce limitant au cas de la compression et de la traction uniaxiale, on peut citer les travaux de Le Hazif et al. [111] qui, lors d'essais sur des monocristaux de différents métaux CFC (Al, Ni, Au, Cu et Ag) comprimés parallèlement à la direction [001], ont mis en évidence trois domaines de température : à basse

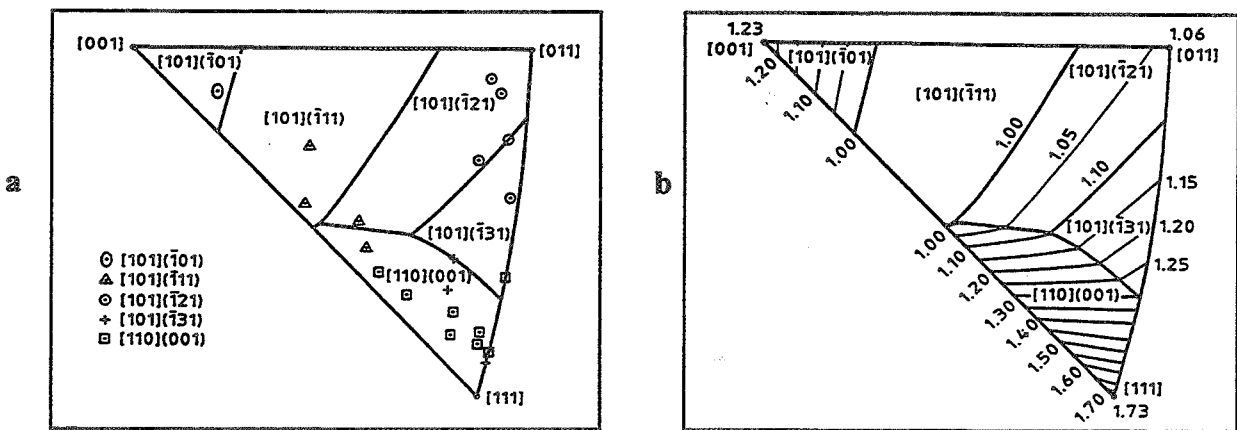


Figure IV.11 : a) Systèmes de glissement associés au facteur de Schmid le plus élevé en fonction de l'orientation de l'axe de sollicitation, les résultats expérimentaux de Johnson et al. [114] ont également été reportés. b) Même triangle avec indication du rapport des facteurs de Schmid du système non octaédrique considéré et du système octaédrique le mieux orienté. D'après Carrard et Martin [113].

température ($T < T_1$), seuls les systèmes octaédriques sont actifs ; lorsque la température augmente ($T_1 < T < T_2$), des glissements de type $\{110\} < 011 >$ apparaissent, puis supplantent totalement les glissements octaédriques ($T > T_2$).

Pour l'aluminium, $T_1 \approx 0,35 T_f$, $T_2 \approx 0,6 T_f$.

Ces trois domaines de température ont également été observés par Carrard et Martin [112-113] dans le cas de l'activation, en plus des systèmes octaédriques classiques, du système $(001) < 110 >$ lors de la traction parallèlement à la direction $[112]$ de monocristaux d'aluminium ($T_1 \approx 0,5 T_f$, $T_2 \approx 0,7 T_f$). Ces auteurs suggèrent qu'à haute température, la friction sur les plans de type $\{100\}$, $\{110\}$, $\{112\}$ et $\{113\}$ devient négligeable, le glissement se faisant alors sur les systèmes possédant le facteur de Schmid le plus élevé (fig. IV.11). Il est à noter que les travaux cités (Le Hazif et al., Carrard et Martin) ont été effectués sur des éprouvettes déformées par fluage à des vitesses beaucoup plus faibles (de 10^{-7} à 10^{-4} s^{-1}) que celles utilisées dans la présente étude (10^{-2} s^{-1}). Il est par conséquent possible que, dans le second cas, l'apparition des glissements non octaédriques soit décalée vers des températures plus élevées.

IV.2.2 - RESULTATS ET COMMENTAIRES

L'étude des lignes de glissement a concerné les éprouvettes monocristallines $< 001 >$, $< 011 >$ et $< 111 >$, déformées de $\epsilon = 0,3$ à $T = 0,7 T_f$ et à $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. Pour chacune de ces trois orientations, les observations ont été effectuées par microscopie électronique à balayage sur les faces transverses d'au moins deux échantillons. L'orientation des éprouvettes pouvant être modifiée au cours de la déformation, les indices cristallographiques correspondant à chaque face ont été recalculés grâce aux mesures de texture décrites précédemment. Les dépouillements ont été réalisés en considérant uniquement comme plans de glissement possibles les plans $\{111\}$, $\{100\}$, $\{110\}$, $\{112\}$ et $\{113\}$.

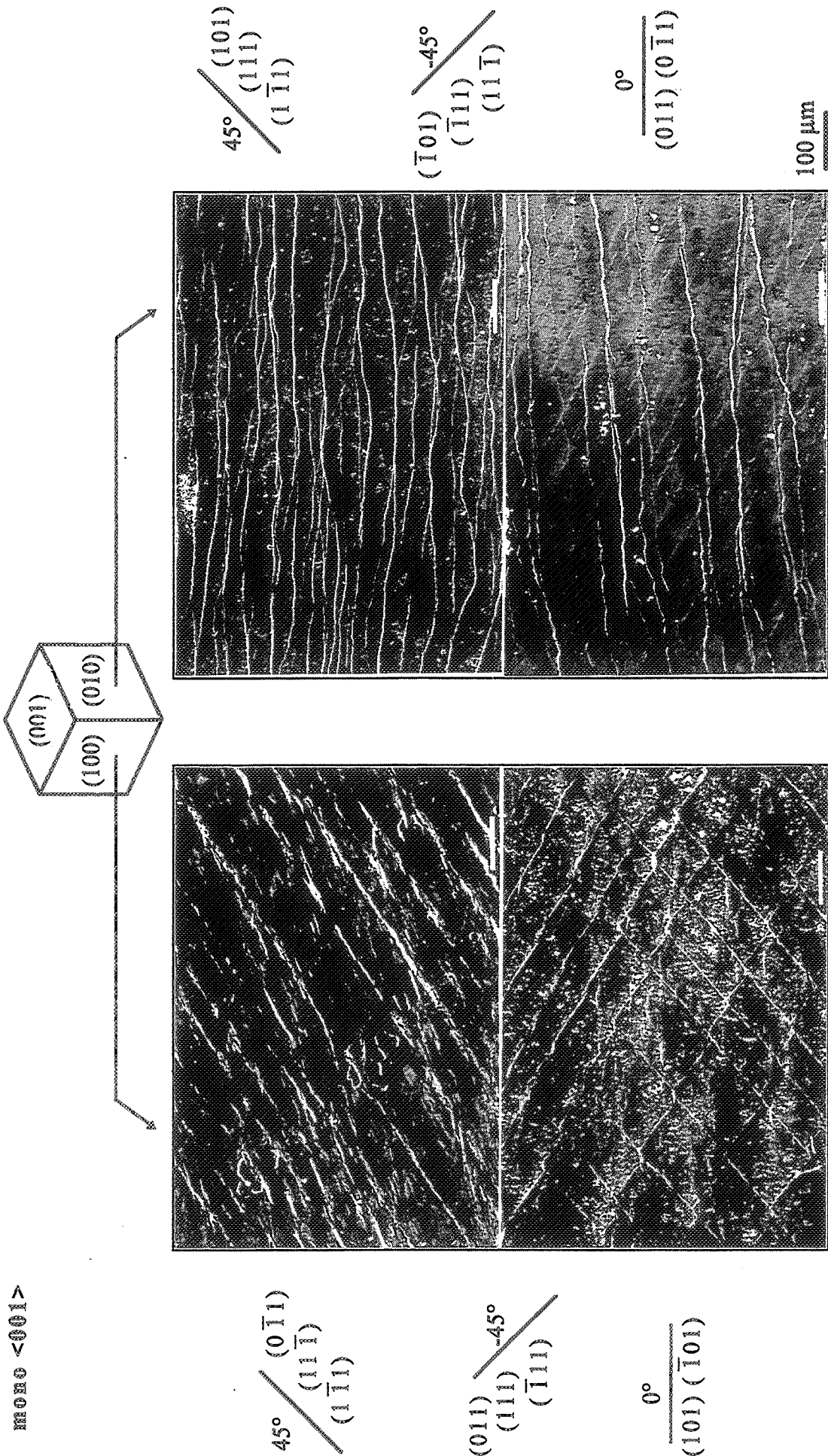


Figure IV.12 : Observations micrographiques des lignes de glissement sur les faces transverses des éprouvettes $\langle 001 \rangle$ avec l'indication des principaux plans susceptibles de glisser et dont l'inclinaison est proche de celle des traces observées.

IV.2.2.1 - Les éprouvettes $\langle 001 \rangle$

Bien que les faces transverses de ces éprouvettes soient identiques du point de vue cristallographique, les traces observées sur les faces (100) et (010) sont très différentes (fig. IV.12). Sur la première, on observe des traces rectilignes, inclinées de 30 à 35° par rapport à l'horizontale ; dans une zone proche d'une arête, on observe également un second réseau de lignes inclinées de -30 à -35°. Sur la seconde, les traces présentent un aspect sinueux et sont globalement horizontales. Elles sont parfois coupées par des traces rectilignes également inclinées de 30 à 35°.

Les traces horizontales correspondent probablement aux systèmes de glissement (011)[01 $\bar{1}$] et (0 $\bar{1}$ 1)[011]. Il est normal de ne pas observer de traces à $\pm 45^\circ$ sur la face (100) car le glissement s'effectue parallèlement à cette dernière. Il est en revanche étonnant que les systèmes (101)[10 $\bar{1}$] et ($\bar{1}$ 01)[101] ne soient pas visibles. Même si cela peut s'expliquer par le fait que l'axe de compression n'est pas exactement parallèle à [001], le fait que la section des éprouvettes reste parfaitement carrée plaide plutôt en faveur de l'activation des quatre systèmes $\{011\}\langle 011 \rangle$ symétriques.

Si l'allongement dans la direction [100] n'est pas dû aux systèmes (101)[10 $\bar{1}$] et ($\bar{1}$ 01)[101], il peut être dû aux glissements qui ont laissé les traces à $\pm 35^\circ$. Il est à noter que la présence de traces rectilignes est inhabituelle à des températures aussi élevées. Ces glissements sont postérieurs aux glissements sur les plans $\{011\}$ car les traces à -35° ont cisailé les traces horizontales sur la face (010) alors que les traces à $\pm 35^\circ$ de la face (100) sont restées intactes. L'identification des plans correspondant aux traces à $\pm 35^\circ$ pose problème. En effet, si l'on suppose qu'ils contiennent les directions $\langle 032 \rangle$ (inclinées de $\pm 33,7^\circ$) et $\langle 101 \rangle$, on obtient des plans $\{233\}$, a priori peu susceptibles d'être activés. L'hypothèse de glissements déviés répétitifs, par exemple entre les systèmes (111)[10 $\bar{1}$] et (1 $\bar{1}$ 1)[10 $\bar{1}$], ne permet pas d'avancer une explication satisfaisante. En effet, les deux plans étant également sollicités, la trace résultante serait horizontale.

MONO $\langle 011 \rangle$

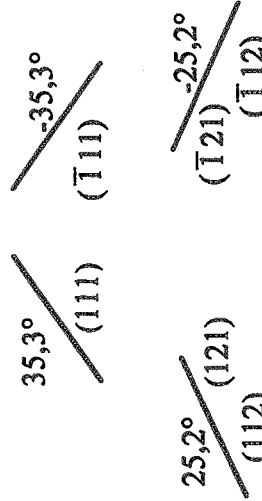
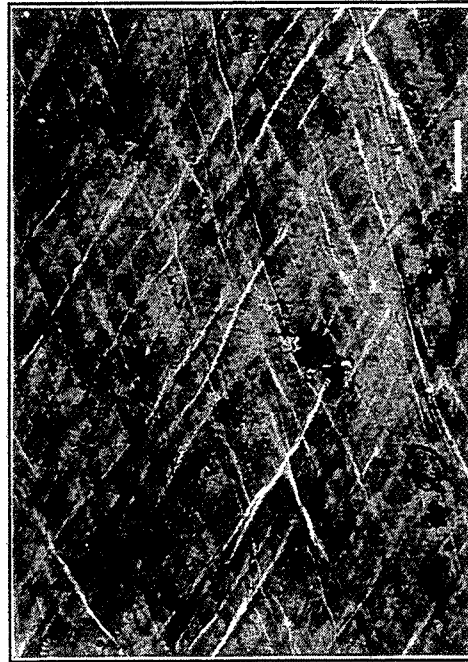
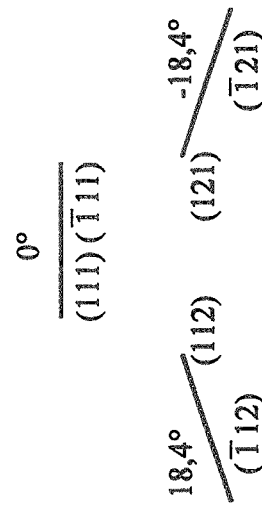
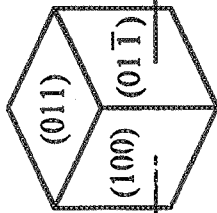


Figure IV.13 : Observations micrographiques des lignes de glissement sur les faces transverses des éprouvettes $\langle 011 \rangle$ avec l'indication des principaux plans susceptibles de glisser et dont l'inclinaison est proche de celle des traces observées.

IV.2.2.2 - Les éprouvettes $\langle 011 \rangle$

Sur la face (100) , des lignes sinueuses et à peu près horizontales sont visibles. Sur la face $(01\bar{1})$, on observe deux réseaux de lignes, inclinées de ± 30 à 35° (fig. IV.13). Ces traces correspondent assez bien aux plans (111) et $(\bar{1}11)$. De plus, en supposant que le plan (111) glisse alternativement dans les directions $[10\bar{1}]$ et $[1\bar{1}0]$, le plan $(\bar{1}11)$ dans les directions $[\bar{1}0\bar{1}]$ et $[\bar{1}\bar{1}0]$, l'éprouvette s'allongerait uniquement dans la direction $[100]$ (fig. IV.14), ce qui est observé expérimentalement (cf. fig. III.1).

Les systèmes de glissement associés aux quatre plans $\{112\}$ signalés sur la figure IV.13 sont un peu mieux orientés que les systèmes octaédriques (cf. fig. IV.11) et sont donc susceptibles d'être activés. Compte tenu du caractère sinueux des lignes, il est toujours possible de trouver quelques segments qui peuvent effectivement correspondre à ce type de plan. Cependant l'activation de ces quatre systèmes implique un allongement non nul de l'éprouvette dans la direction $[01\bar{1}]$, or ce dernier est quasiment nul jusqu'à $\varepsilon = 0,9$. Il est donc raisonnable de penser que les principaux systèmes actifs sont les quatre systèmes octaédriques précédents.

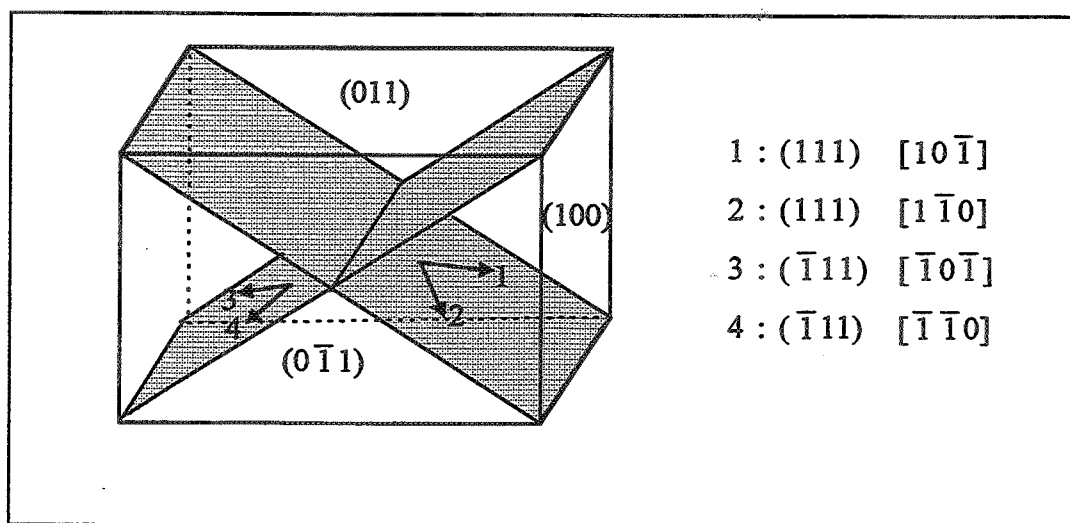


Figure IV.14 : Schémas des quatre systèmes de glissement activés dans une éprouvette $\langle 011 \rangle$.

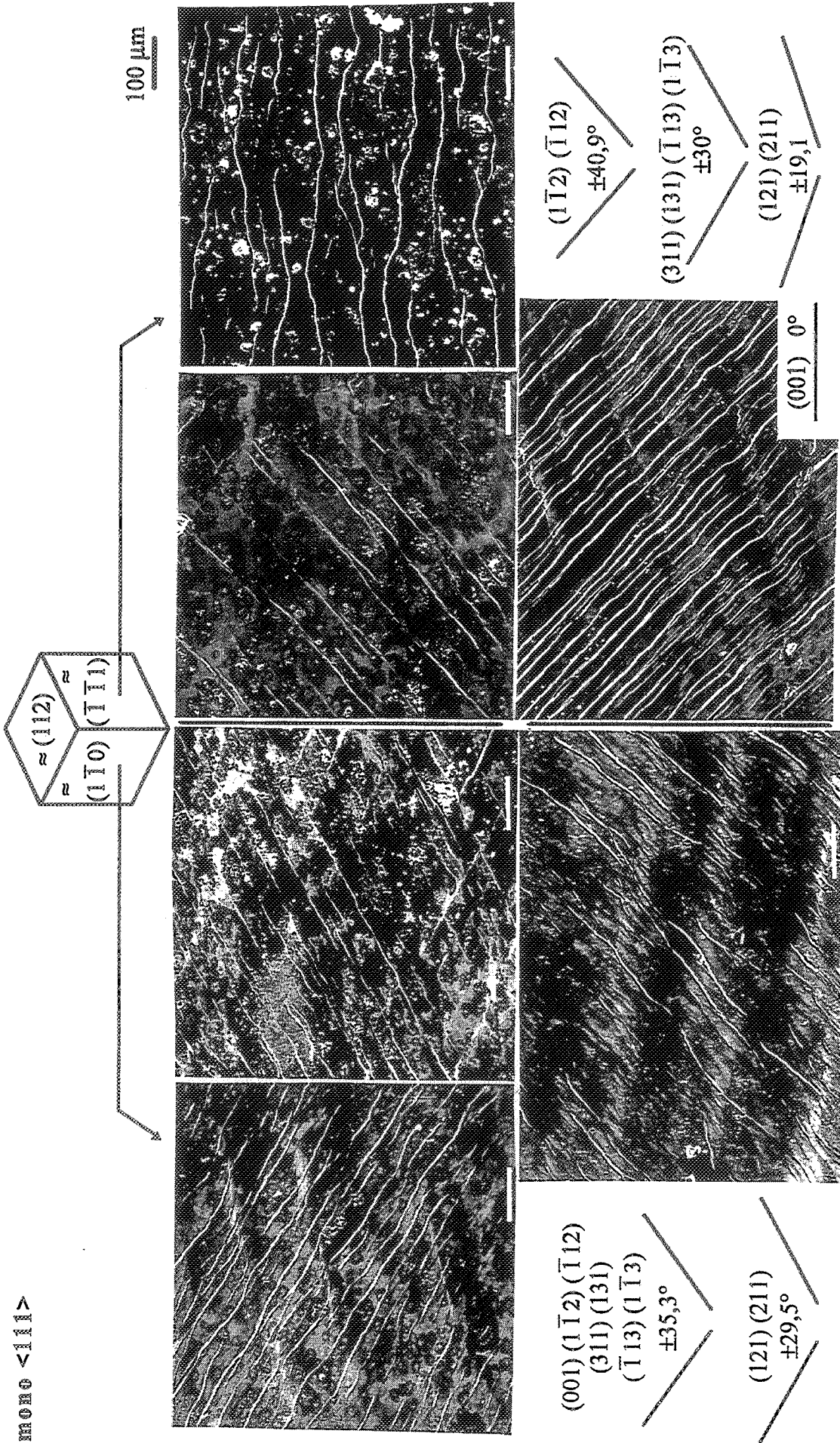


Figure IV.15 : Observations micrographiques des lignes de glissement sur les faces transverses des éprouvettes $\langle 111 \rangle$ avec indication des principaux plans susceptibles de glisser et dont l'inclinaison est proche de celle des traces observées.

IV.2.2.3 - Les éprouvettes $\langle 111 \rangle$

Cette orientation est la seule à avoir tourné au cours de la déformation, les nouveaux plans cristallographiques associés à chaque face sont indiqués sur la figure IV.15. La déformation semble beaucoup plus hétérogène que dans les deux cas précédents. La surface des éprouvettes présente en effet de nombreuses facettes, chacune d'entre elles étant associée à un réseau de lignes de glissement différent. La figure IV.16 donne une idée de l'aspect des faces latérales.

Sur la face $(1\bar{1}0)$, on observe de nombreuses lignes sinueuses, généralement inclinées de $\pm 30-40^\circ$. Sur l'autre face, les traces sont majoritairement horizontales. Quelques zones présentent également des lignes inclinées d'environ $\pm 40^\circ$ (fig. IV.15). La complexité de ces observations ne permet pas d'identifier précisément les systèmes actifs. Les plans qui paraissent les mieux en accord avec les traces observées sont cependant les plans (001) , $(1\bar{1}2)$ et $(\bar{1}12)$. De plus, l'étendue de la zone présentant des traces horizontales pourrait indiquer une prédominance du glissement sur le plan (001) . Il est à noter que ce résultat est en bon accord avec la figure IV.11. On peut effectivement y voir que lorsque l'axe de compression se déplace de $\langle 111 \rangle$ vers $\langle 112 \rangle$, le système $(001)\langle 110 \rangle$ est le mieux orienté.

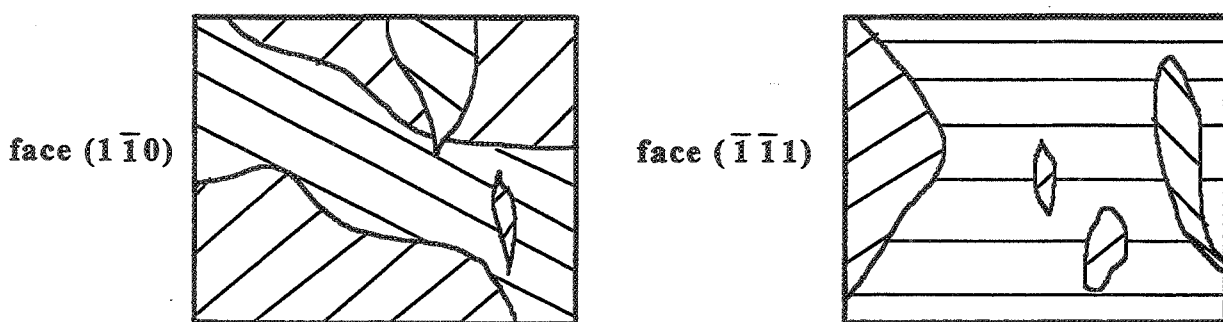


Figure IV.16 : Schéma simplifié des facettes observées sur les deux faces latérales des éprouvettes $\langle 111 \rangle$. Les lignes de glissement présentes majoritairement dans chaque zone sont indiquées.

IV.2.2.4 - Conclusion

L'éprouvette $\langle 011 \rangle$ est la seule à présenter nettement un glissement sur les plans octaédriques, alors que le glissement sur les plans $\{112\}$ est géométriquement un peu plus favorable (le rapport des facteurs de Schmid n'est cependant que de 1,06, cf. fig. IV.11b). Dans les éprouvettes $\langle 001 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$, le glissement paraît s'effectuer principalement sur d'autres systèmes de glissement (respectivement de type $\{110\}$ et $\{100\}$), associés à des facteurs de Schmid nettement plus élevés que ceux des systèmes octaédriques les mieux orientés (les rapports valent respectivement 1,23 et 1,73). On ne peut toutefois pas exclure la possibilité de glissements déviés répétitifs sur deux plans octaédriques. Compte-tenu de leur caractère sinueux, des traces observées pourraient en effet est une succession de traces élémentaires sur des plans de type $\{111\}$.

IV.3 - CONFRONTATION AVEC DES RESULTATS DE SIMULATIONS NUMERIQUES

IV.3.1 - PRESENTATION DU MODELE

Les simulations ont été effectuées à partir d'un logiciel développé à l'Ecole des Mines par Pérocheau [115] dans le but de prévoir des textures d'extrusion à chaud. La partie du logiciel utilisée ici calcule la rotation cristallographique d'un monocristal lorsqu'on lui impose un tenseur de vitesse de déformation.

Ce logiciel est basé sur une approche viscoplastique classique de la déformation à chaud des monocristaux. Seuls les plans {001}, {011}, {111} et {112} sont susceptibles de glisser. Le glissement sur les systèmes non octaédrique est "autonome", dans le sens où il n'est pas dévié d'un glissement octaédrique. La cission résolue τ^s sur le système s est reliée à la vitesse de glissement $\dot{\gamma}^s$ par une loi puissance :

$$\tau^s = \tau_0^s \left(\frac{\dot{\gamma}^s}{\dot{\gamma}_0^s} \right)^m \quad (\text{IV.3})$$

Les simulations ont été effectuées pour deux valeurs de m , 0,13 et 0,20, qui correspondent aux valeurs extrémales du coefficient de sensibilité à la vitesse mesurées à $0,7 T_f$ (cf. tableau III.4). Dans une étude précédente portant sur l'alliage Al-1%Mn-1%Mg [116], les valeurs des cissions résolues critiques τ_0^s ont été ajustées pour que les textures de laminage simulées reproduisent les textures expérimentales. Ce sont ces mêmes valeurs qui ont été retenues pour la présente étude (cf. tableau IV.2).

Dans un premier temps, seule la composante $\dot{\epsilon}_{33}$ du tenseur des vitesses de déformation a été imposée. Pour la grande majorité des orientations initiales, l'axe de compression se dirige alors rapidement vers la direction $\langle 001 \rangle$, ce qui est en complet désaccord avec les observations expérimentales. Dans un second temps, les vitesses de cisaillement $\dot{\epsilon}_{13}$ et $\dot{\epsilon}_{23}$ ont également été imposées nulles. Cette hypothèse peut se justifier par la présence de frottement qui interdit tout cisaillement parallèle au plan de compression. Dans ces conditions, l'axe de

compression se dirige vers la direction $\langle 011 \rangle$, conformément aux observations expérimentales. Cette seconde hypothèse a par conséquent été retenue.

IV.3.2 - COMPARAISON SIMULATION / EXPERIENCE

Le tableau IV.2 résume les résultats de ces simulations pour les trois orientations initiales [001], [011] et [111] ainsi que pour deux orientations situées à 2° de [001] et [111]. Les trois orientations idéales sont parfaitement stables, les petites déviations observées pour l'orientation [111] étant dues à l'approximation sur la valeur de l'angle d'Euler ϕ . Les systèmes les plus actifs sont de type {011} pour l'orientation [001], {111} pour [011] et {001} pour [111], ce qui est plutôt en accord avec les traces de glissement observées. La simulation prévoit également un allongement identique dans les directions DT_1 et DT_2 pour les orientations [001] et [111], alors que le cristal [011] s'allonge presque exclusivement dans la direction DT_1 .

Afin de reproduire les rotations de réseau observées expérimentalement, des simulations ont été effectuées à partir d'orientations éloignées de 2° par rapport aux orientations idéales (ces orientations sont représentées sur la figure IV.17c). Les systèmes de glissement n'étant plus parfaitement symétriques, les orientations proche de [001] et [111] deviennent instables. L'orientation proche de [001] tourne relativement peu, alors que celle voisine de [111] se rapproche rapidement de l'orientation [011]. Ces résultats sont donc assez comparables aux résultats expérimentaux. On peut noter que la rotation du cristal [111] provoque l'activation de systèmes octaédriques qui supplantent progressivement les systèmes de type {001}. Cependant, la dissymétrie des systèmes de glissement favorise également l'élongation des cristaux dans l'une des directions transverses, alors qu'expérimentalement les monocristaux semblent s'allonger de manière identique dans ces deux directions. Dans les deux exemples présentés, la vitesse de déformation devient en effet trois fois plus importante dans la direction DT_1 que dans la direction DT_2 .

ε	$\varphi_1 \phi \varphi_2$	AC	DT_1	principaux systèmes activés	$\dot{\varepsilon}_{11} / \dot{\varepsilon}_{22}$
0 → 1,5	0° 0° 0°	[001]	[100]	(101) [10 $\bar{1}$] (011) [01 $\bar{1}$] (10 $\bar{1}$) [101] (01 $\bar{1}$) [011]	1
0	22,5° 2° -22,5°	≈ [001]	[100]	(101) [10 $\bar{1}$] (10 $\bar{1}$) [101] (011) [01 $\bar{1}$] (01 $\bar{1}$) [011]	1,3
0,3	14,5° 2,3° 345,5°	≈ [001]	[100]	(101) [10 $\bar{1}$] (10 $\bar{1}$) [101] (011) [01 $\bar{1}$] (01 $\bar{1}$) [011]	1,4
0,9	3,7° 3,6° 356,3°	≈ [001]	[100]	(101) [10 $\bar{1}$] (10 $\bar{1}$) [101] (011) [01 $\bar{1}$] (01 $\bar{1}$) [011]	2,2
1,5	0,7° 5,7° 359,4°	≈ [001]	[100]	(101) [10 $\bar{1}$] (10 $\bar{1}$) [101] (111) [10 $\bar{1}$] ($\bar{1}$ 11) [$\bar{1}$ 0 $\bar{1}$]	3,4
0 → 1,5	0° 45° 0°	[011]	[100]	(111) [10 $\bar{1}$] ($\bar{1}$ 11) [$\bar{1}$ 0 $\bar{1}$] (111) [1 $\bar{1}$ 0] ($\bar{1}$ 11) [$\bar{1}$ $\bar{1}$ 0]	82
0 →1,5	0° 54,74° 45° → 0° 54,86° 45°	[111]	[1 $\bar{1}$ 0]	(001) [$\bar{1}$ $\bar{1}$ 0] (100) [0 $\bar{1}$ $\bar{1}$] (010) [$\bar{1}$ 0 $\bar{1}$]	1
0	0° 53° 46°	≈ [111]	≈ [1 $\bar{1}$ 0]	(001) [$\bar{1}$ $\bar{1}$ 0] (100) [0 $\bar{1}$ $\bar{1}$] (010) [$\bar{1}$ 0 $\bar{1}$]	1
0,3	359,4° 51,4° 47°	≈ [111]	≈ [1 $\bar{1}$ 0]	(001) [$\bar{1}$ $\bar{1}$ 0] (100) [0 $\bar{1}$ $\bar{1}$] (010) [$\bar{1}$ 0 $\bar{1}$]	1
0,9	355,1° 43,2° 54,3°	≈ [11 8 14]	≈ [1 $\bar{1}$ 0]	(001) [$\bar{1}$ $\bar{1}$ 0] (1 $\bar{1}$ 1) [0 $\bar{1}$ $\bar{1}$]	1,3
1,5	339,5° 37,2° 82,3°	≈ [618]	≈ [2 $\bar{4}$ $\bar{1}$]	(111) [01 $\bar{1}$] (1 $\bar{1}$ 1) [0 $\bar{1}$ $\bar{1}$] (111) [1 $\bar{1}$ 0] (1 $\bar{1}$ 1) [0 $\bar{1}$ $\bar{1}$]	3,6

Tableau IV.2 : Résultats d'une simulation par un modèle de type viscoplastique. Tous les glissements sont autonomes, $\tau_0\{111\} = 1$, $\tau_0\{011\} = 0,75$, $\tau_0\{001\} = \tau_0\{112\} = 1,3$, $m = 0,2$.

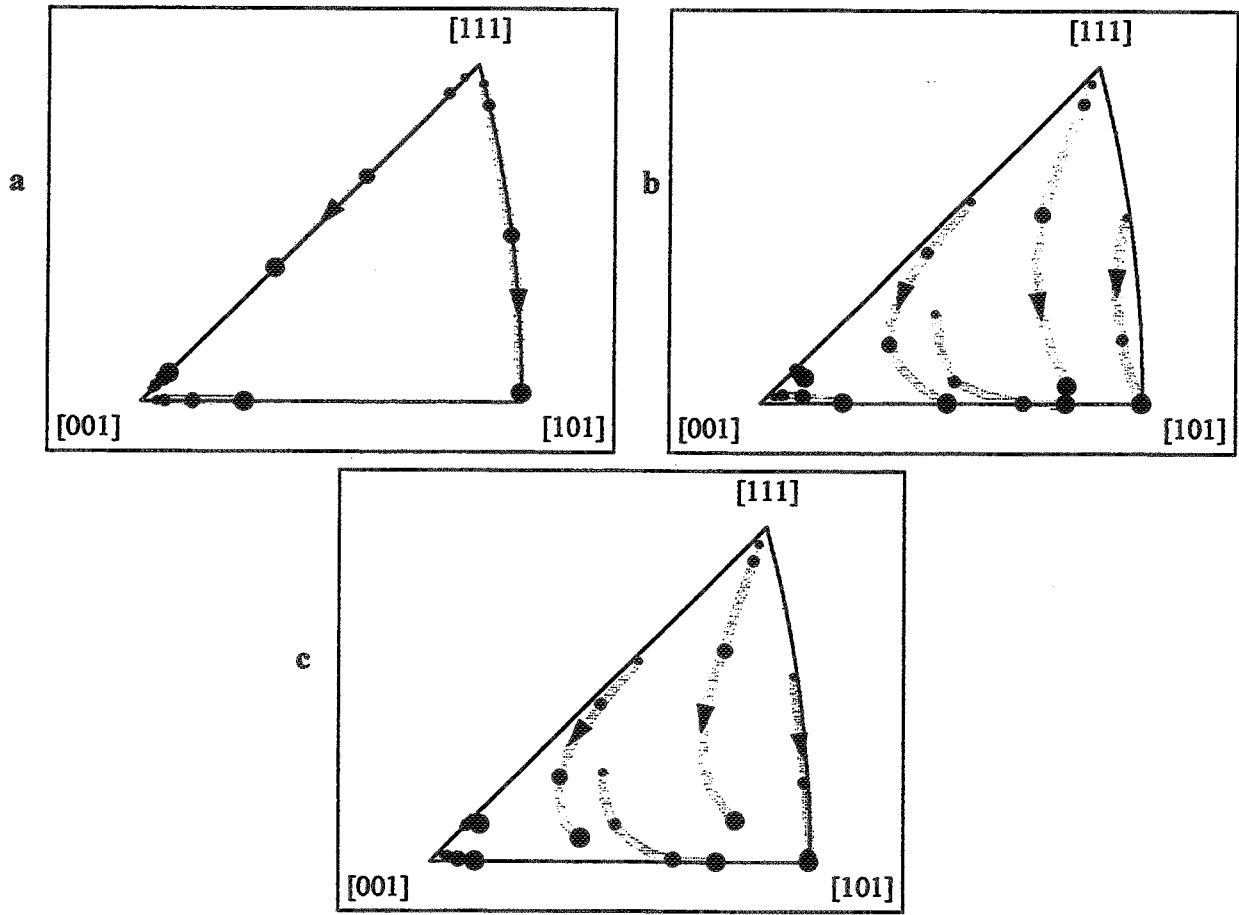


Figure IV.17 : Simulation de la rotation de l'axe de compression avec la déformation, $\epsilon = 0, 0,3, 0,9$ et $1,5$ (taille des points croissante). Glissements non octaédriques autonomes, a) et b) $m = 0,13$, c) $m = 0,2$.

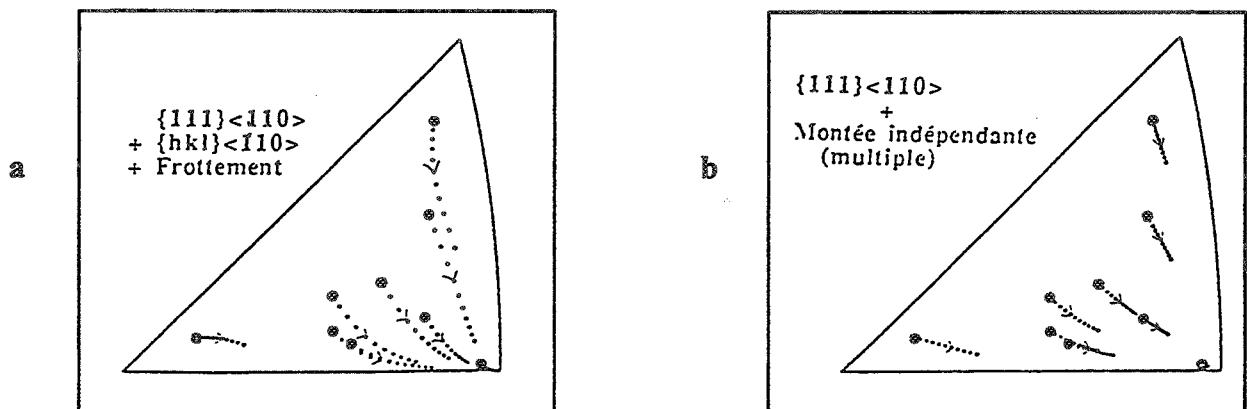


Figure IV.18 : Simulation de l'évolution de l'axe de compression. a) Glissements octaédriques et déviés avec interdiction du déplacement des faces de compression ; b) glissements octaédriques et montée prépondérante. D'après Mécif [90].

Les rotations induites par des déviations de 2° par rapport aux orientations idéales sont présentées plus en détail sur la figure IV.17. La figure IV.17a montre que si l'axe de compression se situe initialement sur l'une des frontières du triangle cristallographique, il continue à évoluer sur cette frontière. En revanche, s'il est situé à l'intérieur de triangle (fig. IV.17b-c), il se dirige vers la base du triangle puis se rapproche de $[101]$ en suivant cette frontière.

La comparaison des figures IV.17b et IV.17c indique que l'augmentation du coefficient de sensibilité à la vitesse provoque une petite diminution de la rotation du réseau et modifie légèrement le trajet de l'axe de compression.

Les résultats simulés sont en assez bon accord avec les résultats expérimentaux de la présente étude : stabilité de l'orientation $[011]$, légère rotation (10 à 15°) de l'orientation $[001]$ et forte rotation de l'orientation $[111]$, l'axe de compression se dirigeant vers l'intérieur du triangle stéréographique avant de se rapprocher de $\langle 011 \rangle$. En revanche, les rotations simulées sont généralement beaucoup plus importantes que celle observées par Mécif et al. (fig. IV.10b). Cela peut s'expliquer par le fait que les vitesses de déformation employées par ces auteurs sont relativement faibles, ce qui favorise l'activation de nombreux systèmes dont les effets contradictoires ralentissent les rotations de réseau.

Il est à noter que des simulations basées sur des hypothèses différentes peuvent aboutir à des résultats très voisins. La bonne adéquation entre simulation et expérience ne suffit donc pas pour valider ces hypothèses. A titre d'exemple, la figure IV.18 présente des résultats obtenus à partir d'une loi de comportement légèrement différente : les glissements non octaédriques ne sont pas autonomes, mais déviés d'un glissement octaédrique ; de plus la loi inclut la montée des dislocations $[88-90,110]$.

CHAPITRE V

EVOLUTION DE LA MICROSTRUCTURE

On s'intéressera dans un premier temps à l'évolution morphologique de la microstructure : formation des sous-grains (taille et facteur de forme), aplatissement (en compression) et élongation (en torsion) des grains initiaux, migration des joints.

Dans un second temps, l'étude portera sur l'évolution des désorientations. Les observations effectuées sur les éprouvettes monocristallines confirment que, sous certaines conditions, les sous-joints peuvent se transformer en joints et précisent l'influence de l'orientation initiale. A l'aide d'un calcul simple permettant de séparer les joints initiaux de ceux formés pendant la déformation, les mesures effectuées sur les éprouvettes polycristallines permettent d'évaluer la cinétique de la recristallisation dynamique géométrique et de la recristallisation dynamique continue. On s'efforcera pour cette dernière de déterminer l'influence de la composition chimique du matériau et du chemin de déformation (compression ou torsion).

Quelques éprouvettes déformées en fluage ont également été étudiées. Les résultats sont présentés en annexe II.

V.1 - EVOLUTION MORPHOLOGIQUE

L'évolution de la microstructure a principalement été suivie par microscopie optique en lumière polarisée. La microscopie électronique à balayage a également été utilisée afin d'obtenir une description plus fine de la sous-structure. Dans le cas des éprouvettes comprimées, les observations ont parfois été effectuées dans plusieurs sections (perpendiculaires à l'axe de compression et aux directions transverses DT_1 et DT_2) mais, dans tous les cas de figure, les zones observées se trouvent à coeur des échantillons (cf. fig. III.11). Quant aux éprouvettes de torsion, un léger polissage permet d'obtenir une surface plane dans une région se trouvant à environ 80% du rayon.

V.1.1 - LES EPROUVETTES MONOCRISTALLINES

V.1.1.1 - Observation qualitative des éprouvettes $\langle 001 \rangle$

La figure V.1 présente l'aspect microstructural de ces éprouvettes en fonction de la déformation. Les deux faces transverses (initialement $\{001\}$ et $\{010\}$) étant équivalentes du point de vue cristallographique comme de la géométrie de l'essai, les observations n'ont généralement été effectuées que sur l'une d'entre elles.

L'aspect de la face de compression évolue peu. On y observe la présence de sous-grains équiaxes dès $\varepsilon = 0,3$. Lorsque la déformation augmente, ces derniers apparaissent un peu plus fins et un peu plus contrastés, ce qui laisse supposer une augmentation de leur désorientation.

En revanche, la microstructure des faces transverses se modifie rapidement. A $\varepsilon = 0,3$, on observe des bandes inclinées d'environ 30° . Il est à noter que l'espacement et l'inclinaison de ces bandes correspondent assez bien aux lignes de glissement (non identifiées) observées en surface (cf. fig. IV.12). Dans la mesure où la microstructure de cette éprouvette n'a pu être révélée que sur une faible portion de la surface, l'existence de zones présentant des bandes

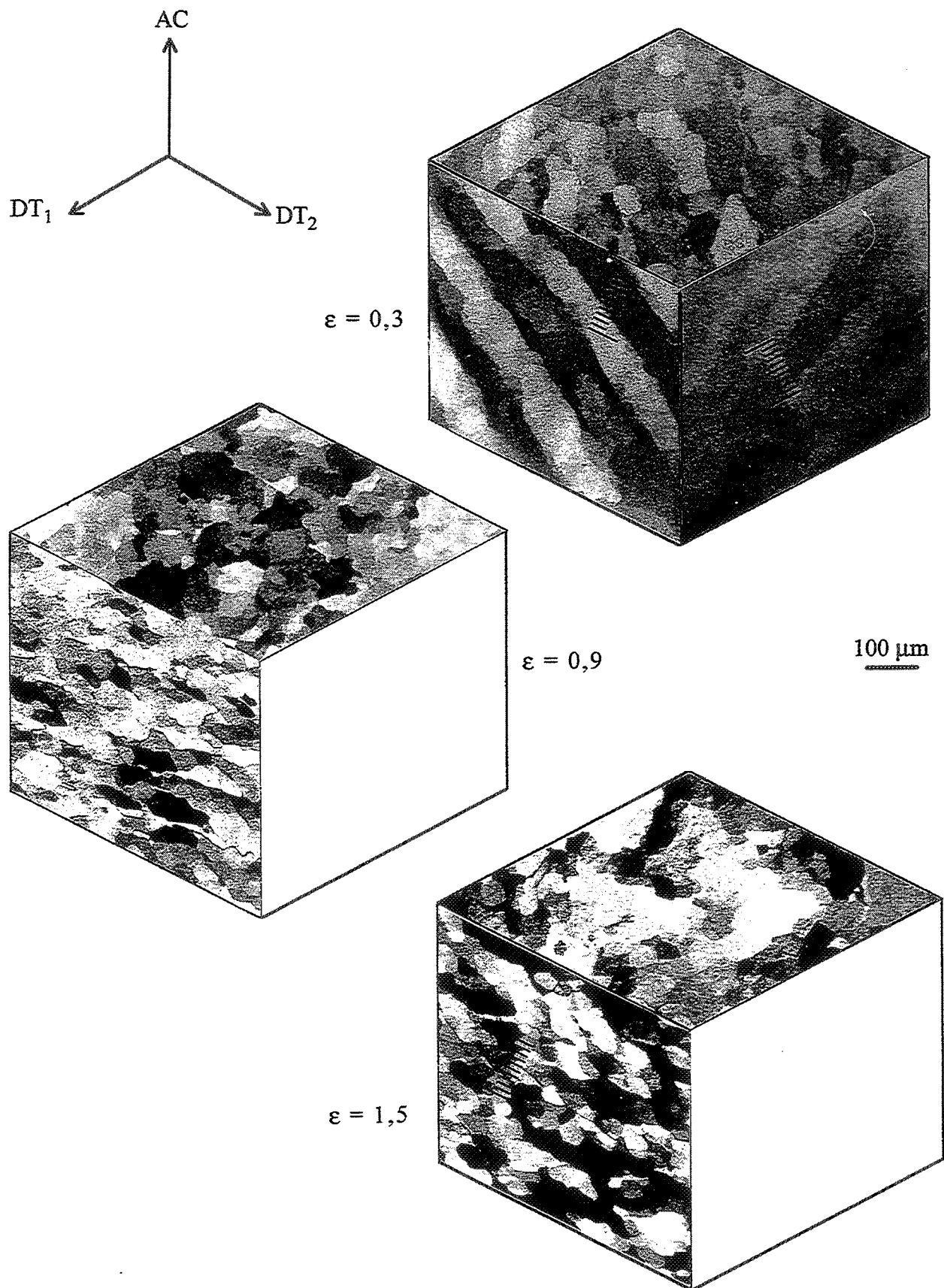


Figure V.1 : Evolution de la microstructure des éprouvettes monocristallines $\langle 001 \rangle$ déformées à $0,7 T_f$ et 10^{-2} s^{-1} microscopie optique.
Orientation initiale : AC = $[001]$, DT₁ = $[100]$, DT₂ = $[010]$.

AC
↑
→ DT

$\varepsilon = 0,3$



$\varepsilon = 1,5$



Figure V.2 : Evolution de la microstructure des éprouvettes monocristallines $\langle 001 \rangle$ comprimées à $0,7 T_f$ et $10^{-2} s^{-1}$, microscopie électronique à balayage.

horizontales (provoquées par l'activation des systèmes de glissement $\{011\}\langle 011\rangle$) n'est pas exclue. A $\varepsilon = 0,9$, des (sous-)grains légèrement aplatis se sont formés, quelques joints apparaissent marqués d'un trait noir, ce qui est l'indication d'une désorientation relativement importante. Ce phénomène est encore plus accentué à $\varepsilon = 1,5$.

La figure V.2 permet de comparer ces micrographies à celles obtenues au MEB. Si aux fortes déformations les microstructures apparaissent identiques pour les deux types de microscopie, elles sont très différentes à $\varepsilon = 0,3$. La microscopie électronique permet en effet de mettre en évidence la présence de sous-grains à l'intérieur des bandes observées en microscopie optique.

V.1.1.2 - Observation qualitative des éprouvettes $\langle 011\rangle$

Les micrographies de ces éprouvettes sont présentées sur la figure V.3. On peut tout d'abord remarquer que les bandes observables sur les faces latérales à $\varepsilon = 0,3$ correspondent aux lignes de glissement décrites précédemment (fig. IV.13). Lorsque le taux de déformation augmente, l'aspect en damier de la face transverse $\{011\}$ reste inchangé, alors que, sur les deux autres faces, les bandes laissent progressivement la place à une structure de sous-grains.

La microstructure de ces éprouvettes (qui se sont allongées fortement dans la direction DT_1 et pratiquement pas selon DT_2) est analogue aux microstructures obtenues après compression plane de monocristaux d'orientations diverses (fig. V.4) : structure en bandes sur la face de compression et la face libre, structure en damier sur la face transverse [86,117]. Cette similitude peut être attribuée à la géométrie particulière des systèmes de glissement qui permettent un allongement unidirectionnel.

Si l'on observe la sous-structure de la face latérale $\{011\}$ au MEB (fig. V.5), on s'aperçoit que la structure en damier est encore visible à $\varepsilon = 0,3$, ce qui signifie que les bandes sont encore peu subdivisées. En revanche, cette structure a complètement disparu à $\varepsilon = 0,9$; la microstructure est alors

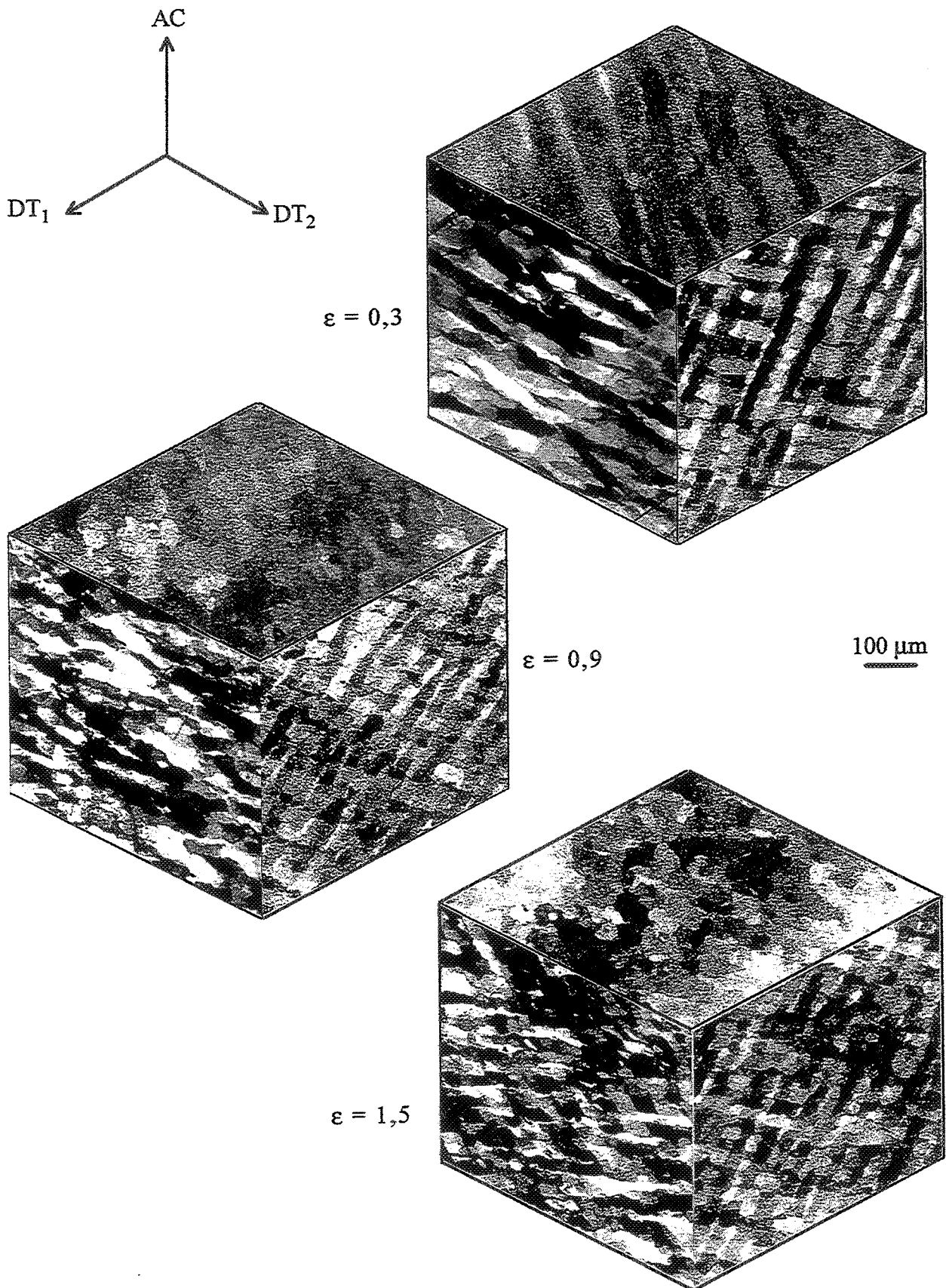


Figure V.3 : Evolution de la microstructure des éprouvettes monocristallines $\langle 011 \rangle$ déformées à $0,7 T_f$ et 10^{-2} s^{-1} , microscopie optique.

Orientation initiale : AC = $[011]$, DT₁ = $[100]$, DT₂ = $[01\bar{1}]$.

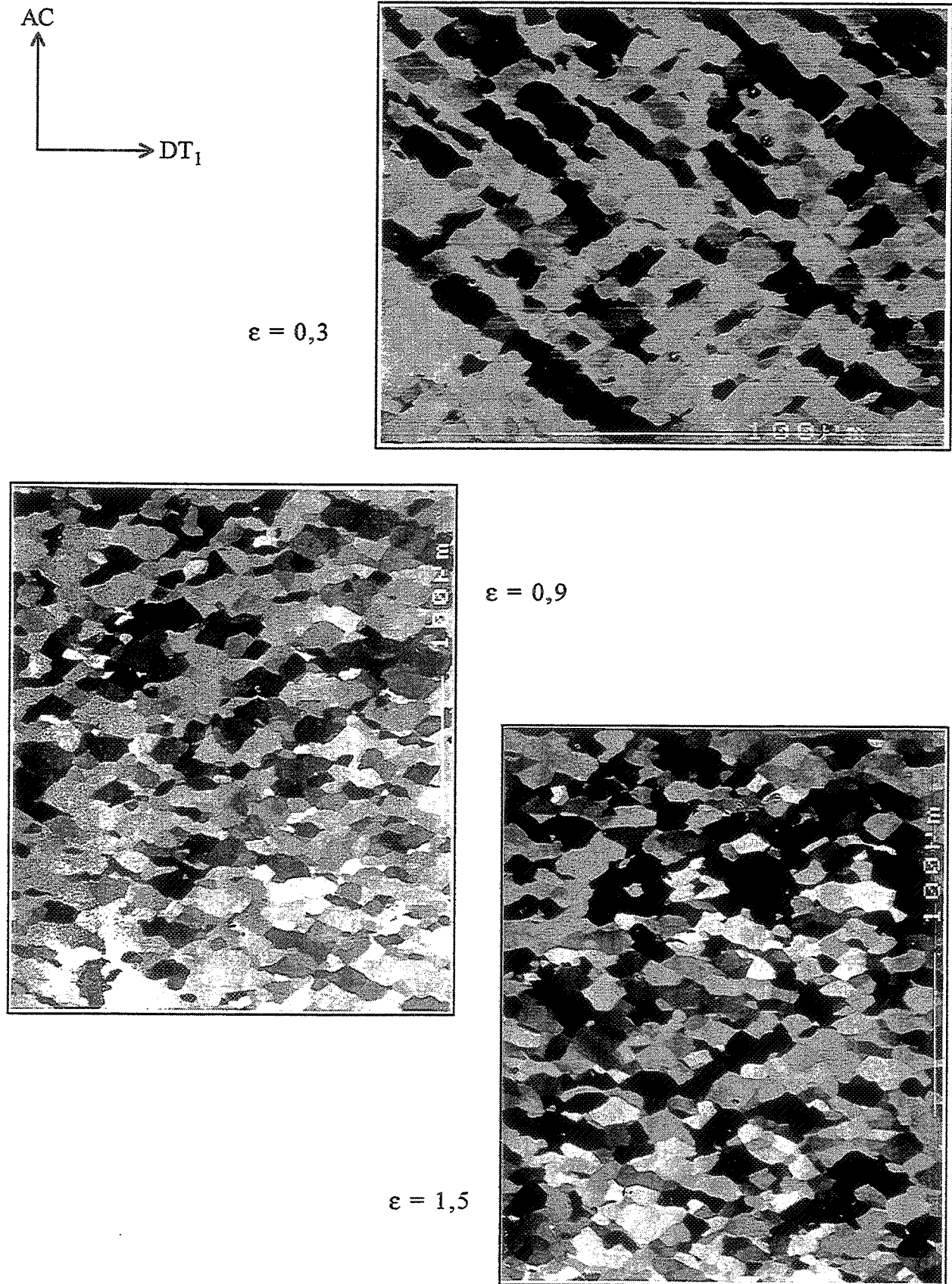


Figure V.5 : Evolution de la microstructure des éprouvettes monocristallines <011> comprimées à $0,7 T_f$ et $10^{-2} s^{-1}$, microscopie électronique à balayage

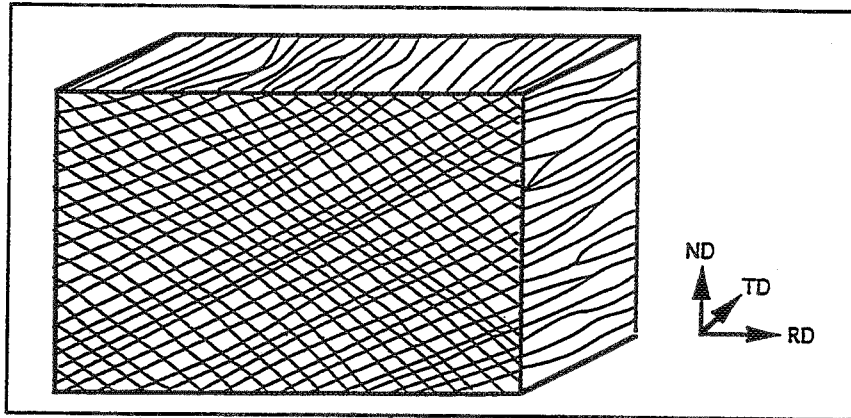


Figure V.4 : Représentation schématique des sous-structures de déformation dans des monocristaux d'aluminium d'orientation $S\{124\}\langle 112\rangle$, $L\{110\}\langle 112\rangle$ et $C\{112\}\langle 111\rangle$ déformés par compression plane à chaud. D'après Theyssier [117].

composée de sous-grains sensiblement plus fins que ceux observés dans les éprouvettes $\langle 001\rangle$.

V.1.1.3 - Observation qualitative des éprouvettes $\langle 111\rangle$

L'observation des lignes de glissement a d'ores et déjà mis en évidence la présence de différentes zones de déformation (fig. IV.16). Les micrographies indiquent que ces hétérogénéités se retrouvent au coeur des éprouvettes (fig. V.6). On peut par exemple remarquer la présence de deux zones, la première contenant des bandes inclinées et la seconde des bandes horizontales, sur la face transverse T_1 de l'éprouvette déformée de $\varepsilon = 0,3$. Lorsque la déformation augmente, les bandes disparaissent peu à peu et une structure de sous-grains, plus ou moins organisés en bandes ou en damier, se forme. La présence de parois marquées de noir, notamment sur la face de compression, laisse présager l'existence de joints à forte désorientation.

Les bandes inclinées et horizontales présentes à $\varepsilon = 0,3$ sont également visibles en microscopie électronique, même si elles sont fortement subdivisées en sous-grains (fig. V.7). Les micrographies révèlent également la présence

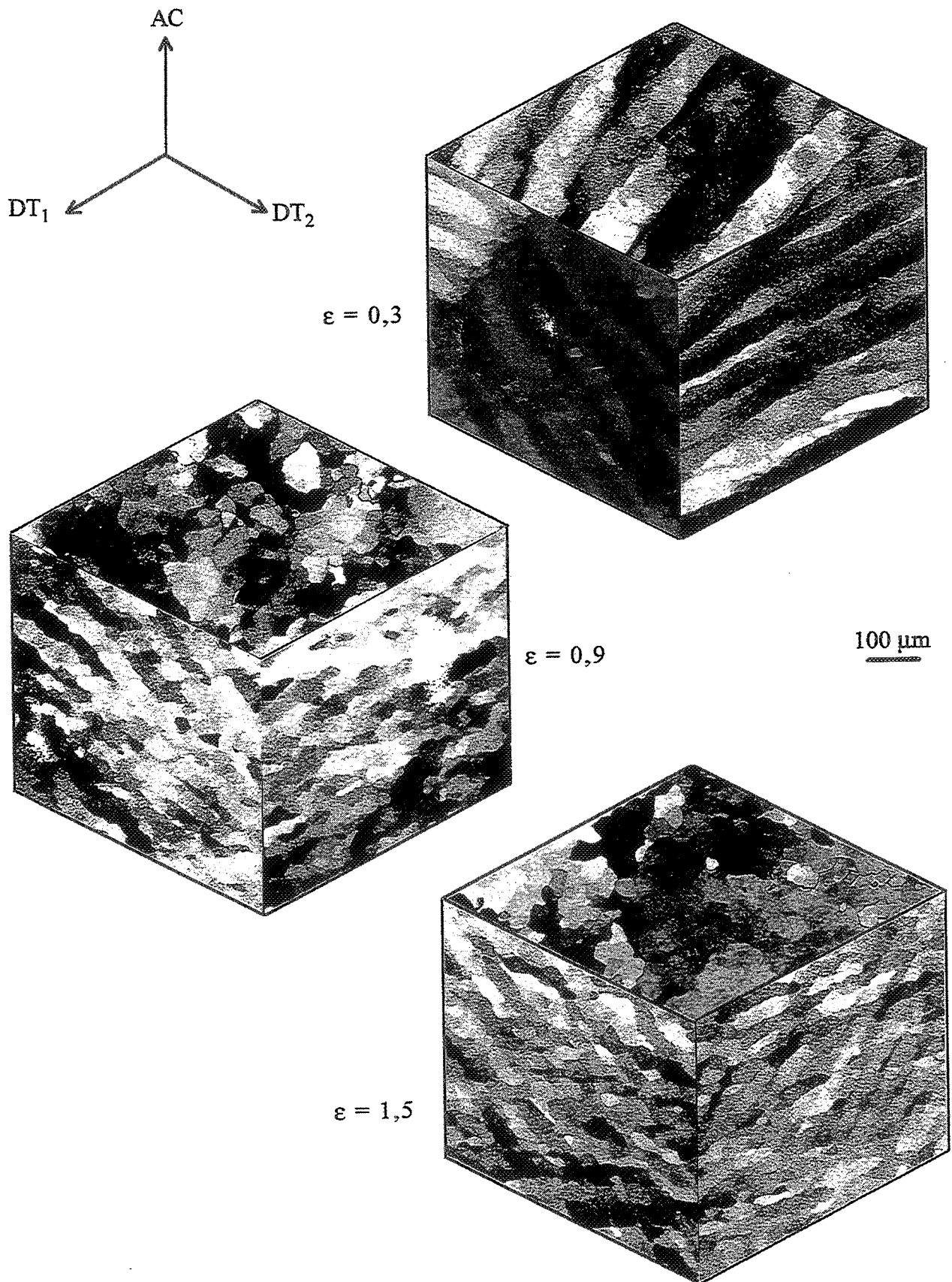


Figure V.6 : Evolution de la microstructure des éprouvettes monocristallines $\langle 111 \rangle$ déformées à $0,7 T_f$ et $10^{-2} s^{-1}$, microscopie optique.

Orientation initiale : AC = $[111]$, $DT_1 = [1\bar{1}0]$, $DT_2 = [11\bar{2}]$.

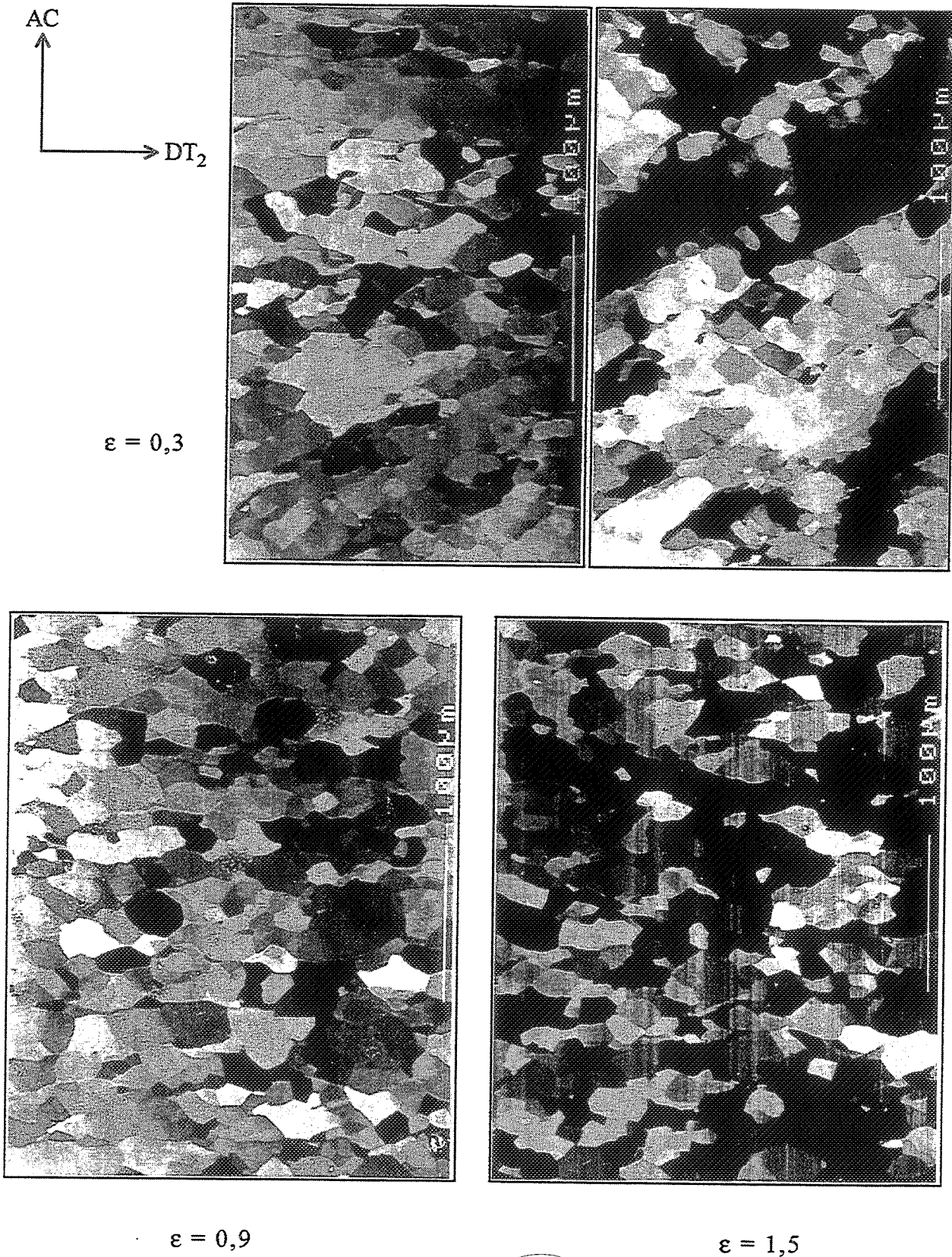


Figure V.7 : Evolution de la microstructure des éprouvettes monocristallines $\langle 111 \rangle$ comprimées à $0,7 T_f$ et $10^{-2} s^{-1}$, microscopie électronique à balayage.

d'un autre type de bandes (signalées par des flèches) dans les éprouvettes déformées de 0,3 et 0,9. L'analyse par EBSD a permis d'en déterminer l'origine : ce sont des bandes de déformation qui résultent de la décomposition de l'orientation initiale en deux composantes symétriques.

V.1.1.4 Estimation de la taille des (sous-)grains

A partir des micrographies obtenues en microscopie électronique à balayage, la taille des sous-grains (qui se sont éventuellement transformés en grains) a été mesurée par la méthode de l'intercept moyen. Les résultats sont indiqués par la figure V.8. On peut tout d'abord remarquer que l'intercept moyen est toujours plus faible dans la direction de compression que dans la direction transverse (le rapport entre les deux varie entre 1,1 et 1,5). Cela signifie que les sous-grains sont légèrement aplatis, la vitesse de migration de leur paroi étant insuffisante pour compenser complètement la convection de la matière. La taille des sous-grains des éprouvettes $\langle 001 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ évolue peu avec la déformation : à $\varepsilon = 1,5$ elle atteint 13 à 14 μm pour les deux types d'éprouvettes. Les sous-grains des éprouvettes $\langle 011 \rangle$ s'affinent avec la déformation : ils atteignent une taille d'environ 10 μm à $\varepsilon = 1,5$. Ils sont donc sensiblement plus fins que les précédents.

V.1.2 - LES EPROUVETTES POLYCRISTALLINES

V.1.2.1 - Caractérisation de l'état initial

Les micrographies correspondantes sont présentées par les figures V.9 (1199), V.10 (1200) et V.11 (5052). L'intercept moyen a été mesuré dans trois directions, les résultats sont indiqués dans le tableau V.1. Par rapport à l'état brut de laminage, on observe une légère croissance des grains dans l'aluminium 1199 et les grains de la nuance 1200 sont un peu plus équiaxes.

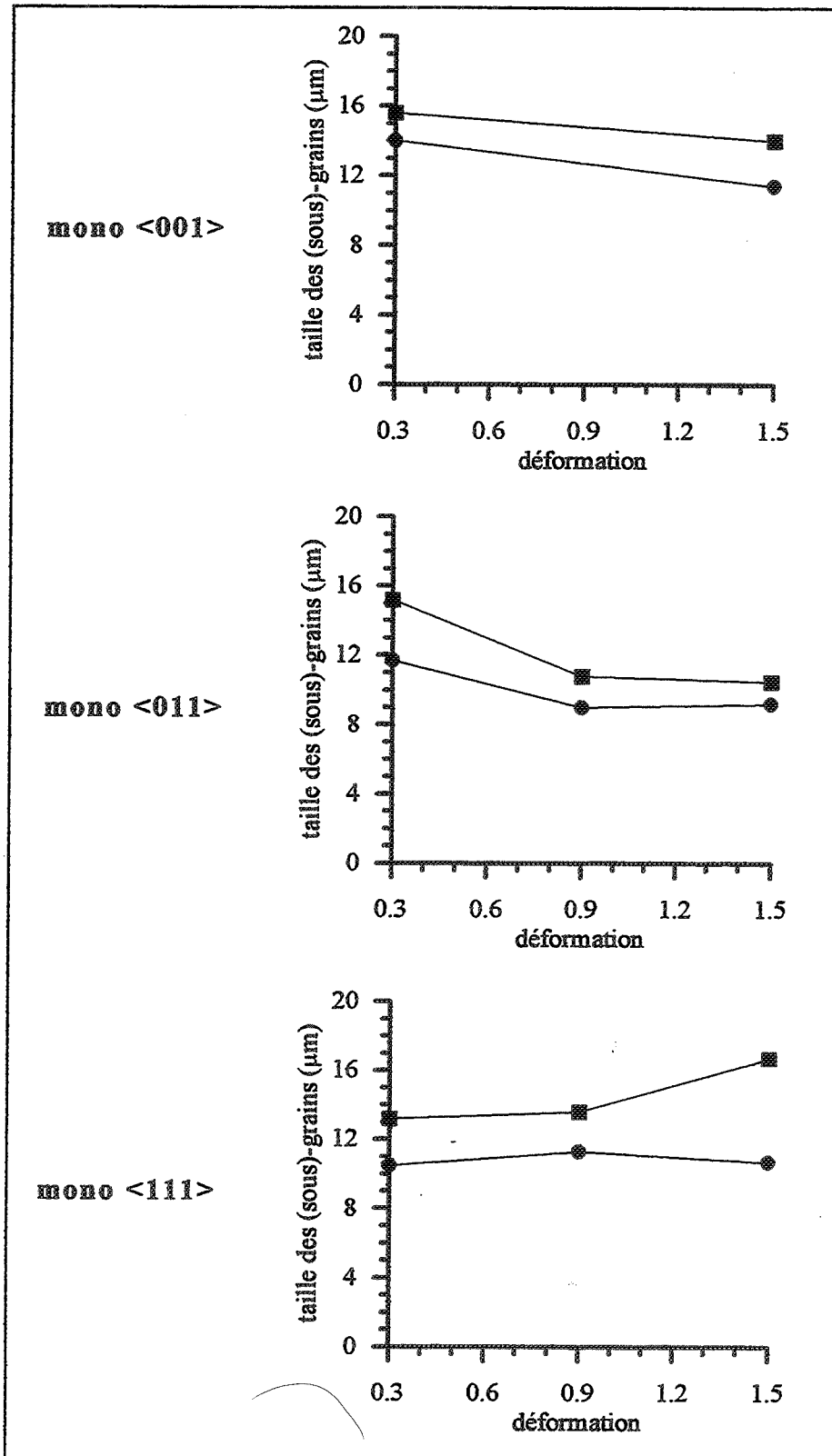


Figure V.8 : Evolution de l'intercept moyen selon l'axe de compression (●) et la direction transverse DT₁ ou DT₂ (■) des sous-grains (ou des nouveaux grains) dans les éprouvettes monocristallines. Chaque point représente environ 100 mesures.

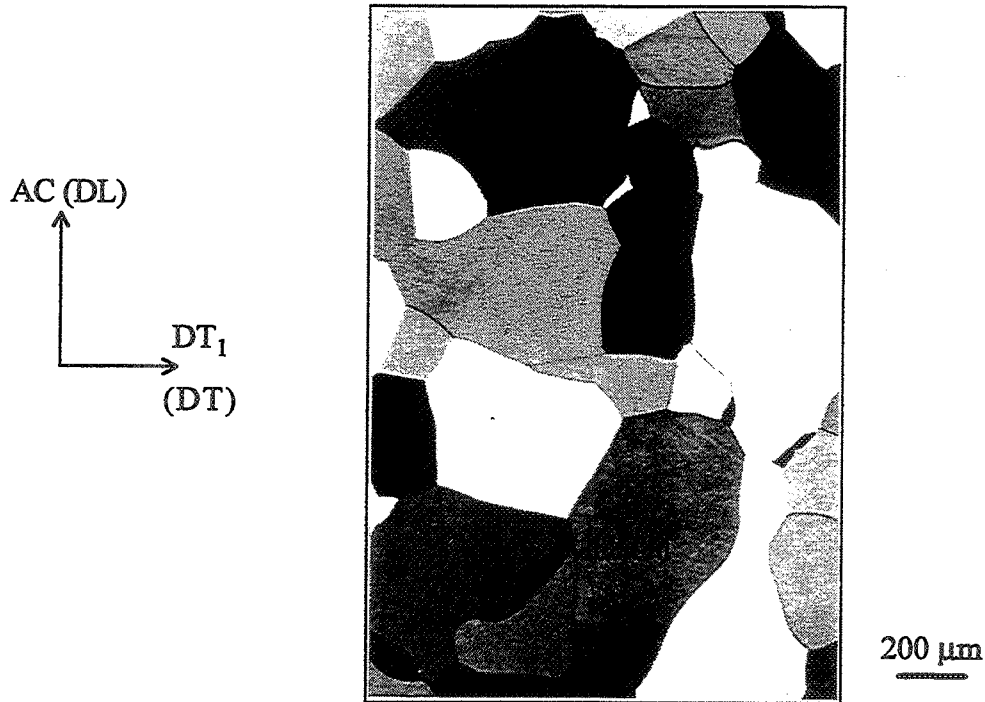


Figure V.9 : Micrographie d'une éprouvette d'aluminium 1199 à l'état $\epsilon = 0$ (maintenue 20 min à $0,7 T_f$ puis trempée), microscopie optique.

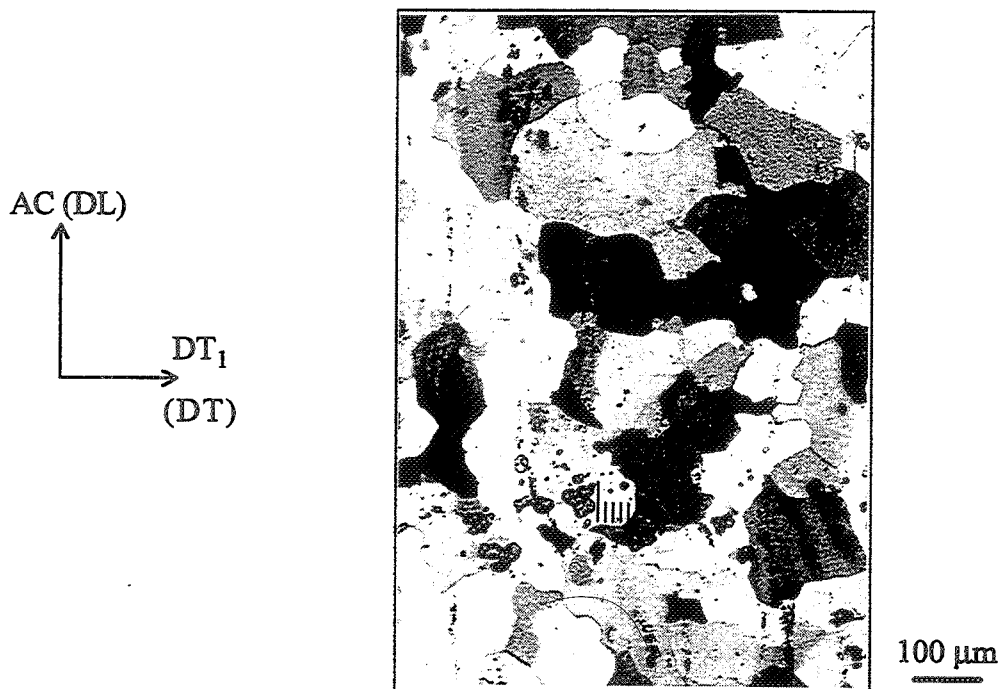


Figure V.11 : Micrographie d'une éprouvette d'aluminium 5052 à l'état $\epsilon = 0$.

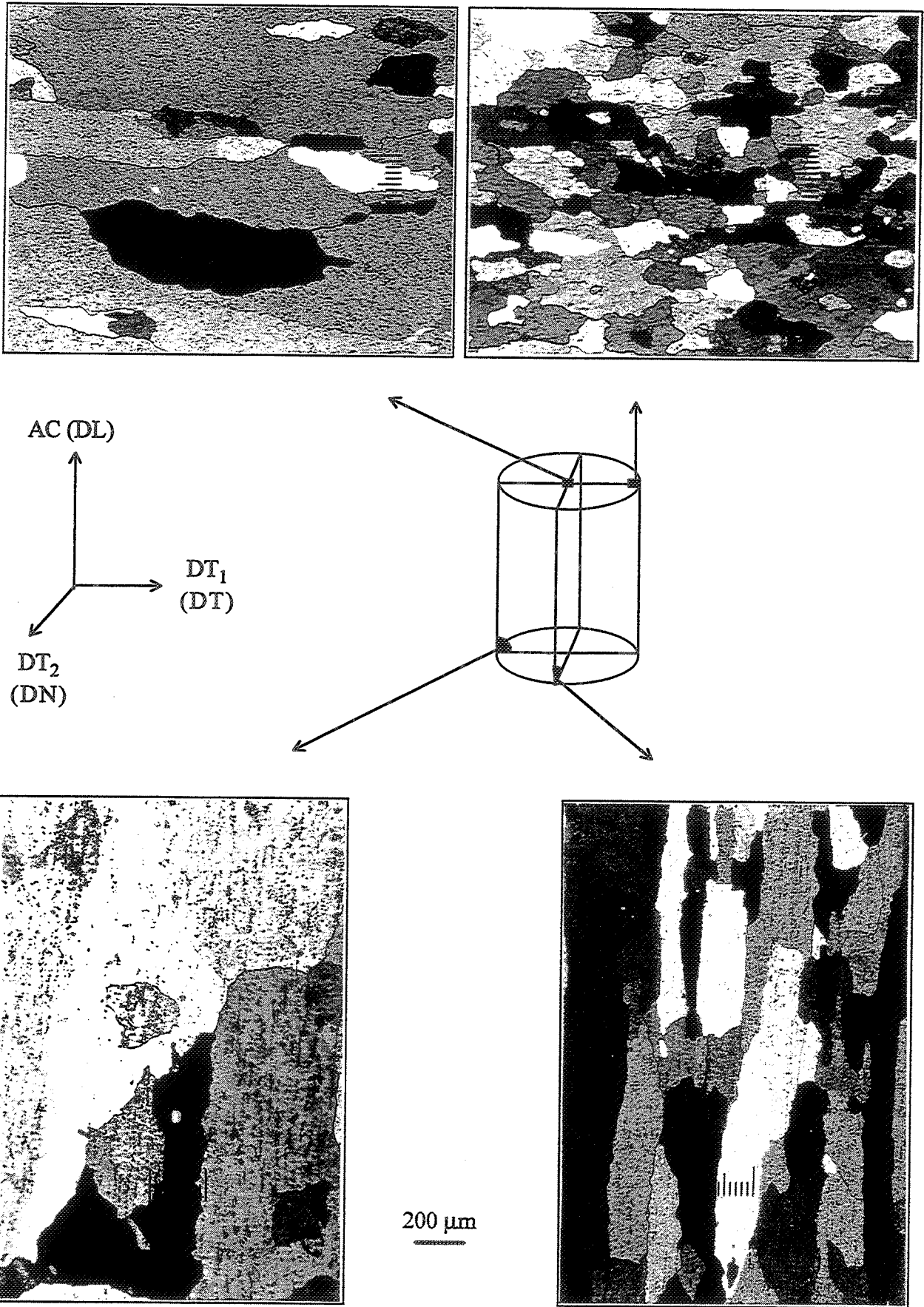


Figure V.10 : Micrographies d'une éprouvette d'aluminium 1200 à l'état $\epsilon = 0$.

	AC (DL)	DT ₁ (DT°)	DT ₂ (DN)
1199	226	204	227
1200	285	215	98
5052	78	86	59

Tableau V.1 : Tailles de grains (en μm) mesurées par la méthode de l'intercept moyen dans les trois directions AC, DT₁ et DT₂ pour des éprouvettes à l'état $\varepsilon = 0$.

L'aluminium 1199 présente une structure très homogène composée de gros grains équiaxes ($\approx 220 \mu\text{m}$).

La structure de l'aluminium 1200 est beaucoup plus hétérogène. La taille moyenne des grains est similaire à celle de l'aluminium 1199 ($\approx 200 \mu\text{m}$) mais ces derniers ont des dimensions très variables selon la direction considérée : le tableau indique un rapport 3:2:1 pour les directions AC/DT₁/DT₂. De plus leur dimension varie très fortement lorsque l'on se déplace, dans la direction DN, du centre vers la périphérie de l'éprouvette. On peut aussi noter la présence de nombreux précipités alignés suivant la direction de laminage.

Les grains de l'aluminium 5052 sont beaucoup plus petits ($\approx 75 \mu\text{m}$) et pratiquement équiaxes. On note là encore la présence de nombreux précipités alignés suivant la direction de laminage.

V.1.2.2 - Evolution de la sous-structure

V.1.2.2.1 - Observation qualitative des éprouvettes 1199

Dès le début de la déformation ($\varepsilon = 0,3$), les sous-grains apparaissent relativement bien formés, ce qui provoque l'ondulation des joints de grains initiaux (fig. V.12). Entre $\varepsilon = 0,9$ et $\varepsilon = 1,5$, la microstructure ne semble pas évoluer de façon significative. Les parois marquées de noir sont beaucoup plus nombreuses. Elles délimitent non seulement les grains initiaux mais aussi des

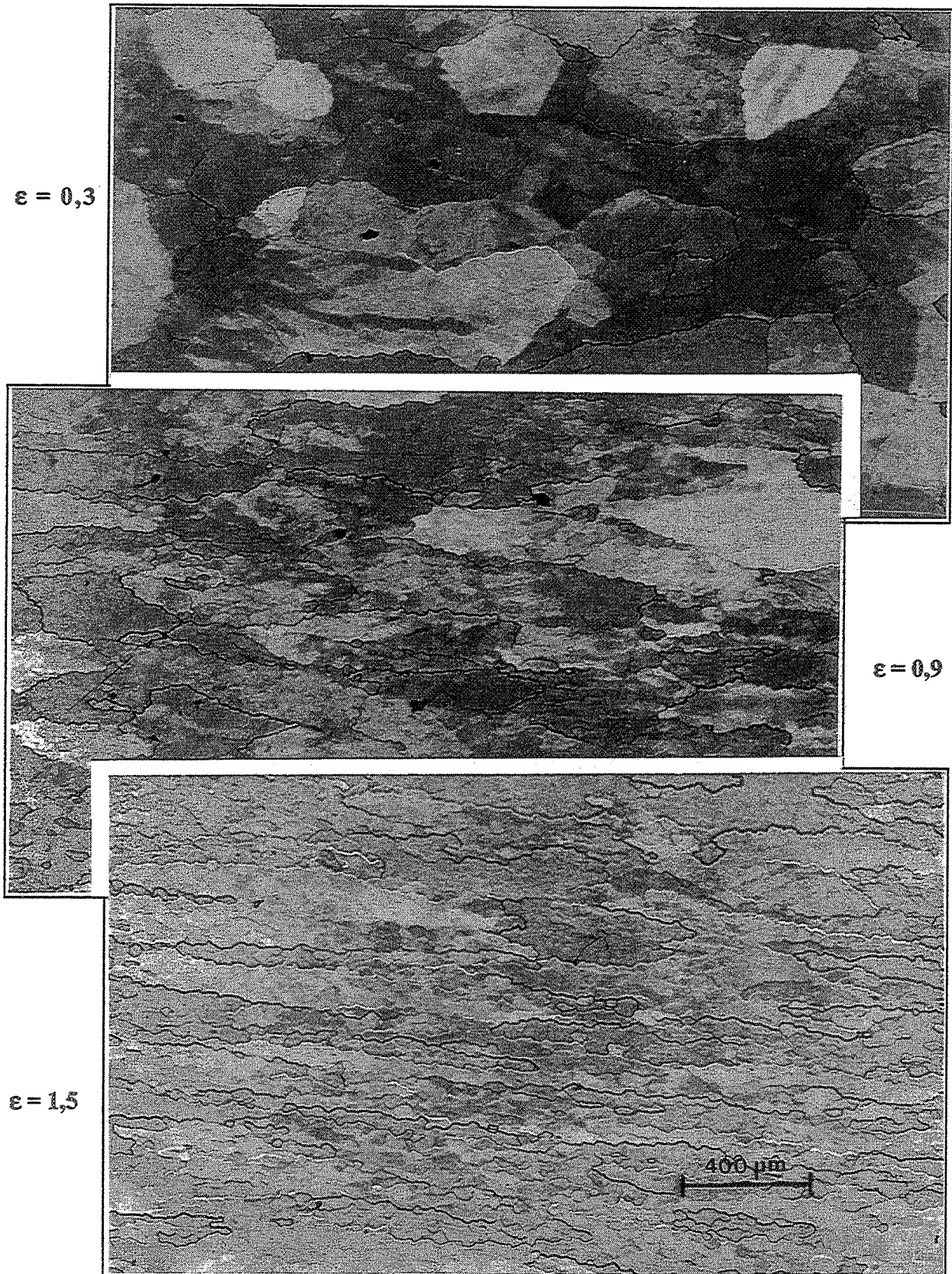


Figure V.12 : Evolution de la microstructure des éprouvettes polycristallines de l'aluminium 1199 déformées à $0,7 T_f$ et $10^{-2} s^{-1}$, microscopie optique. Micrographies réalisées par M. Krishtoforov (stagiaire I.A.E.S.T.E.).

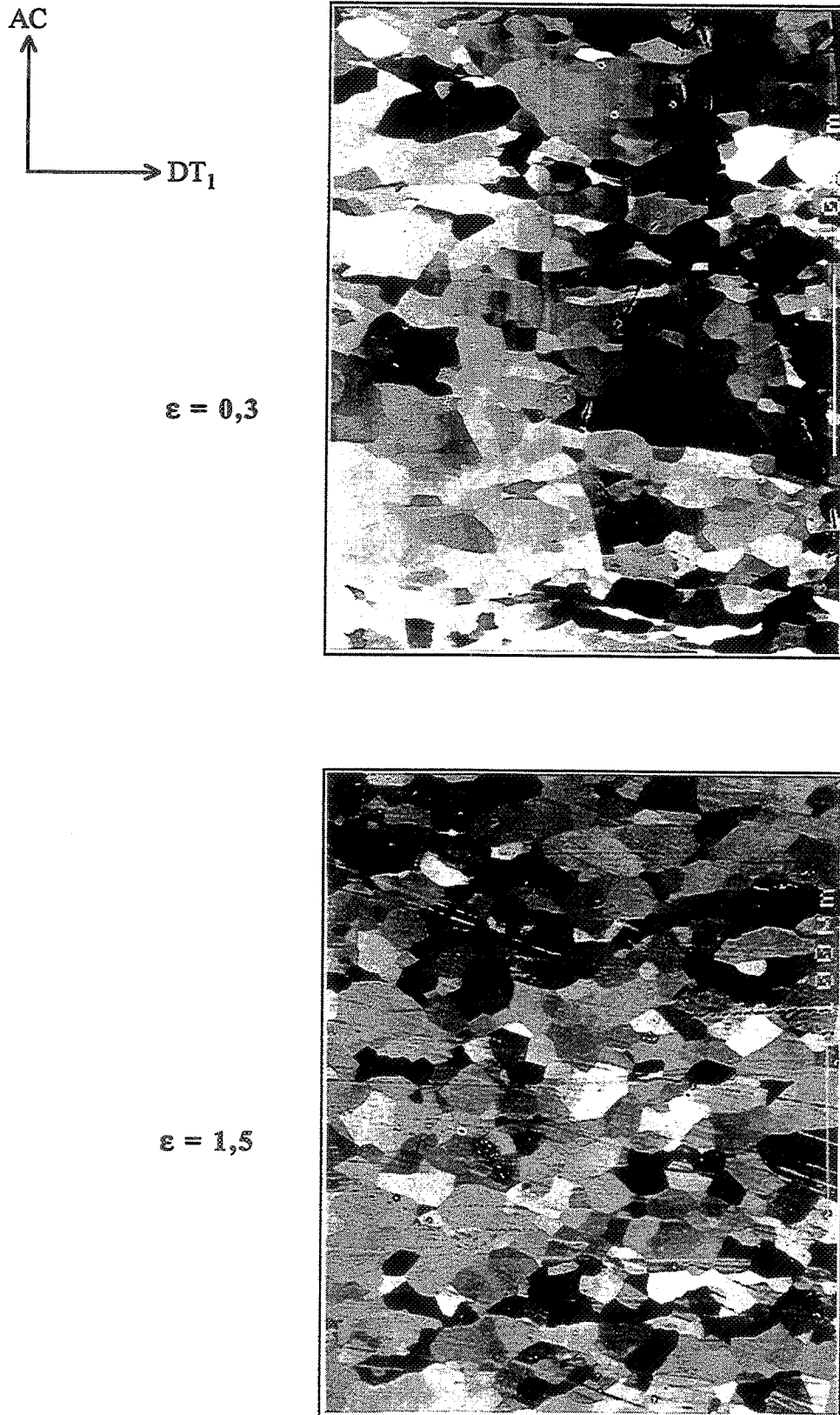


Figure V.13 : Evolution de la microstructure des éprouvettes polycristallines 1199 comprimées à $0,7 T_f$ et $10^{-2} s^{-1}$, microscopie électronique à balayage.

groupes de sous-grains, ce qui est un signe de la transformation progressive de certains sous-joints en joints.

La microscopie électronique (fig. V.13) montre également que les sous-grains sont bien développés à $\varepsilon = 0,3$. Les joints de grains initiaux sont aussi parfaitement visibles sur cette micrographie ; les sous-grains ont tendance à être un peu plus fins à leur voisinage. A $\varepsilon = 1,5$, la taille moyenne de ces sous-grains semble être à peu près identique mais la distribution de taille semble plus resserrée.

V.1.2.2.2 - Observation qualitative des éprouvettes 1200

La microscopie optique (fig. V.14) met en évidence la présence de sous-grains à $\varepsilon = 0,3$, même si certains grains en semblent encore dépourvus. Ces sous-grains s'affinent rapidement lorsque la déformation progresse.

Cette évolution est également visible par microscopie électronique (fig. V.15). On peut en outre observer le réarrangement des précipités, initialement parallèles à la direction de laminage, dans le plan de compression. La micrographie relative à l'éprouvette de torsion montre que la sous-structure est identique à celle de l'éprouvette de compression, avec, en particulier, une taille de sous-grains identique.

V.1.2.2.3 - Observation qualitative des éprouvettes 5052

La formation des sous-grains est beaucoup plus lente que dans les deux cas précédents car la restauration est fortement retardée par la présence des solutés. La microscopie optique (fig. V.16) ne permet pas de mettre en évidence leur présence à $\varepsilon = 0,3$. Ils semblent se former vers $\varepsilon = 0,9$. A cette déformation l'ondulation des parois commence d'ailleurs à être visible. Ces sous-grains sont difficilement observables en microscopie électronique (fig. V.17). Les micrographies permettent néanmoins de déceler un affinement de la microstructure au cours de la déformation.

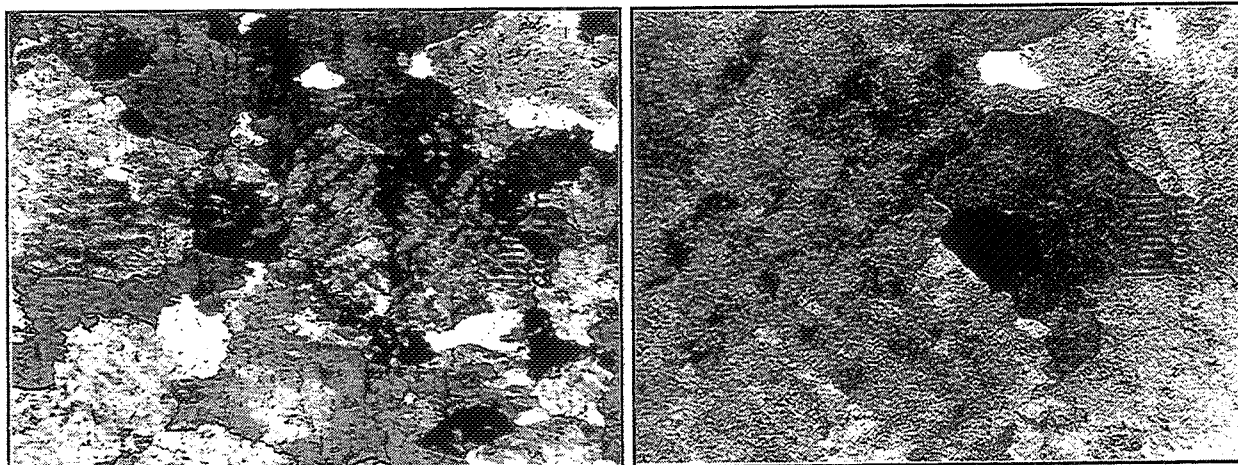
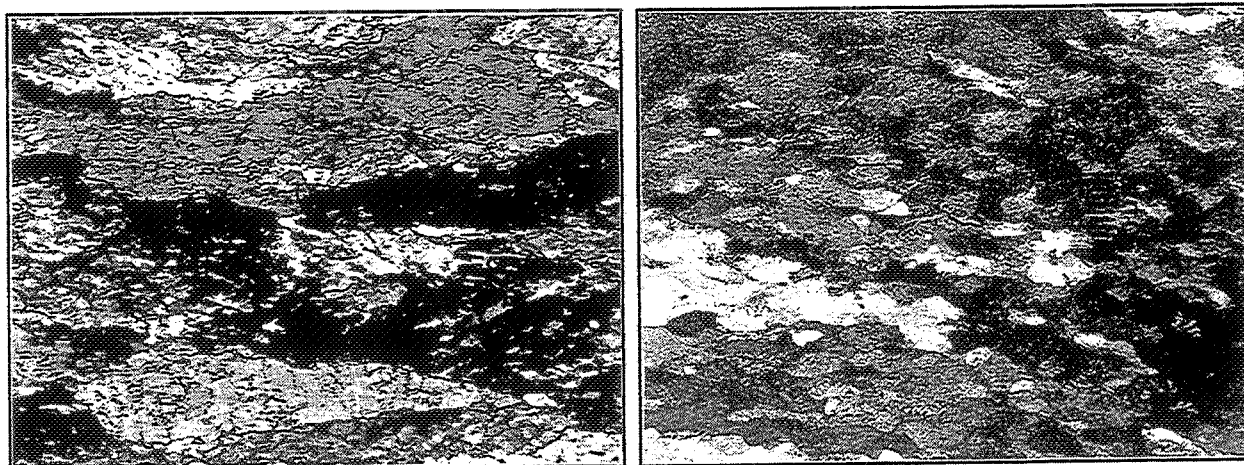
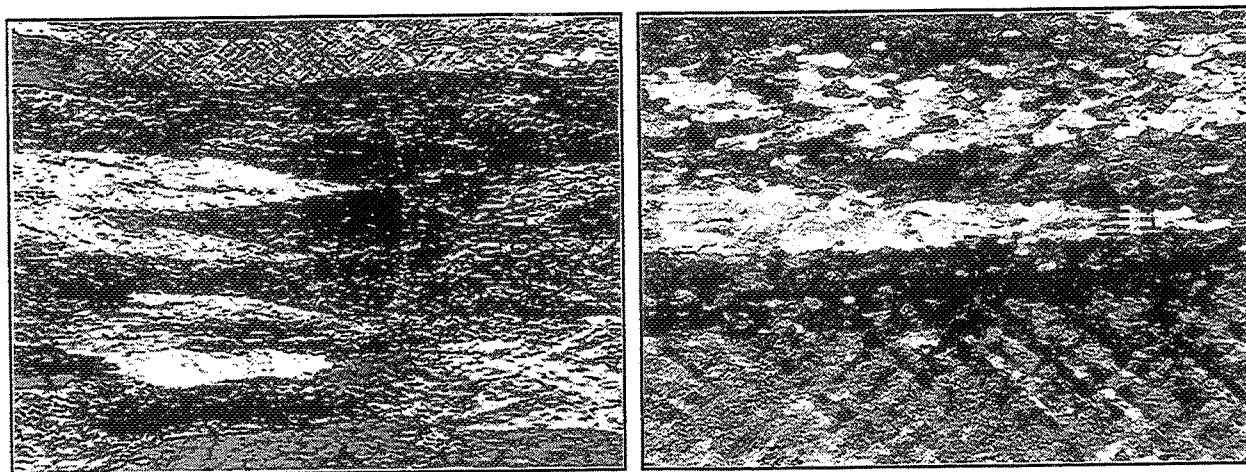
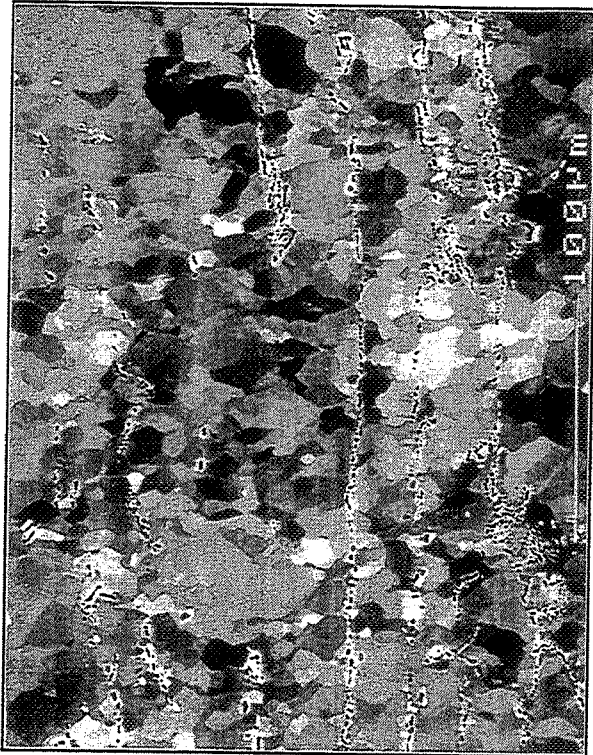
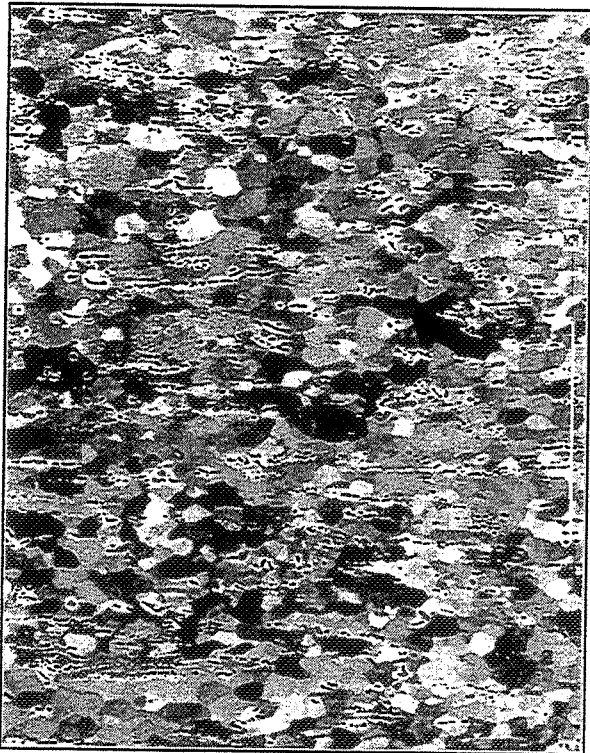
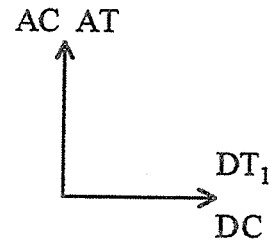
$\varepsilon = 0,3$  $\varepsilon = 0,9$  $\varepsilon = 1,5$ 

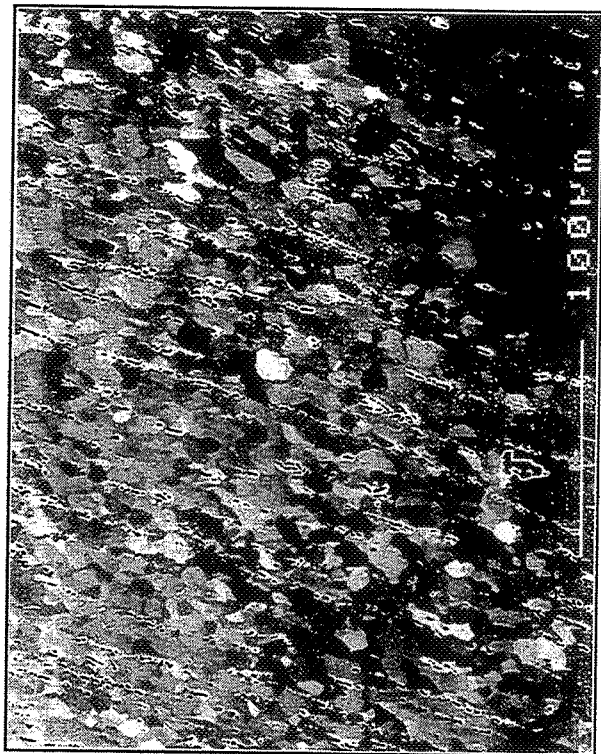
Figure V.14 : Evolution de la microstructure des éprouvettes polycristallines 1200 déformées à $0,7 T_f$ et $10^{-2} s^{-1}$, microscopie optique (axe de compression vertical).



$\epsilon = 0,3$ (compression)



$\epsilon = 1,5$ (compression)



$\epsilon = 1,5$ (torsion)

Figure V.15 : Evolution de la microstructure des éprouvettes 1200 déformées par compression et torsion à $0,7 T_f$ et $10^{-2} s^{-1}$, microscopie électronique à balayage.

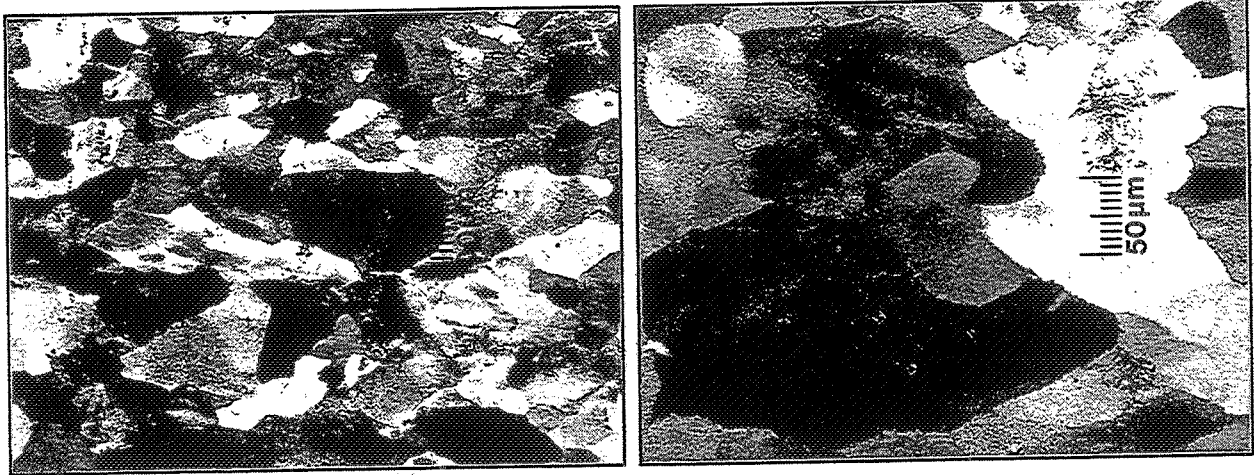
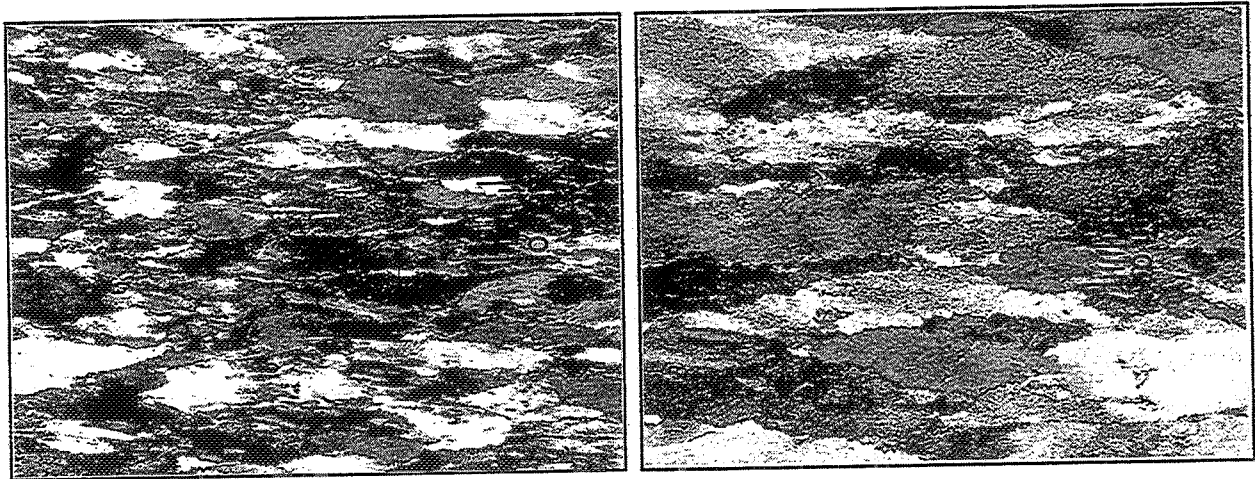
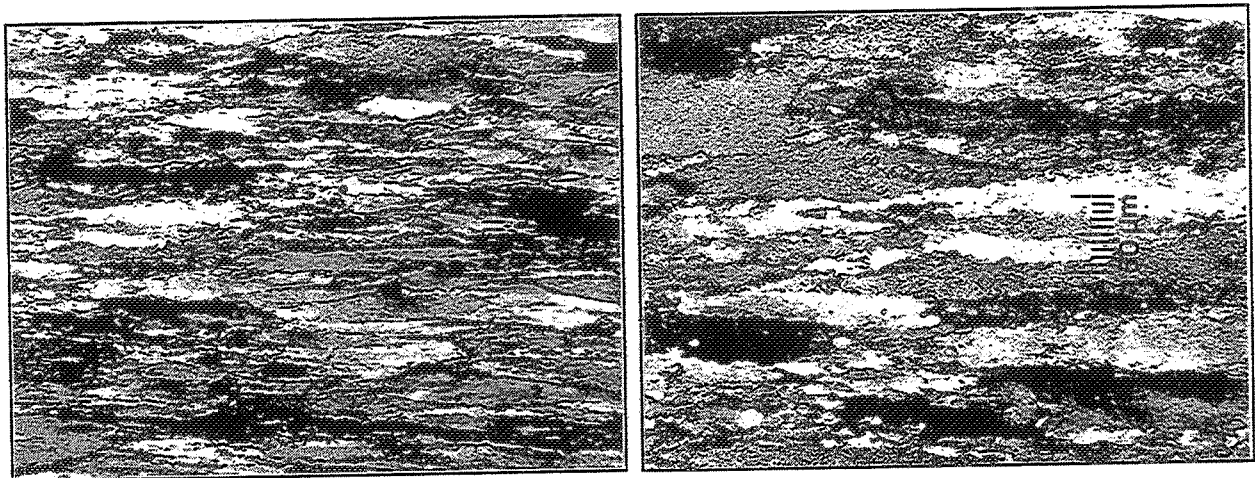
$\varepsilon = 0,3$  $\varepsilon = 0,9$  $\varepsilon = 1,5$ 

Figure V.16 : Evolution de la microstructure des éprouvettes polycristallines 5052 déformées à $0,7 T_f$ et $10^{-2} s^{-1}$, microscopie optique (axe de compression vertical).

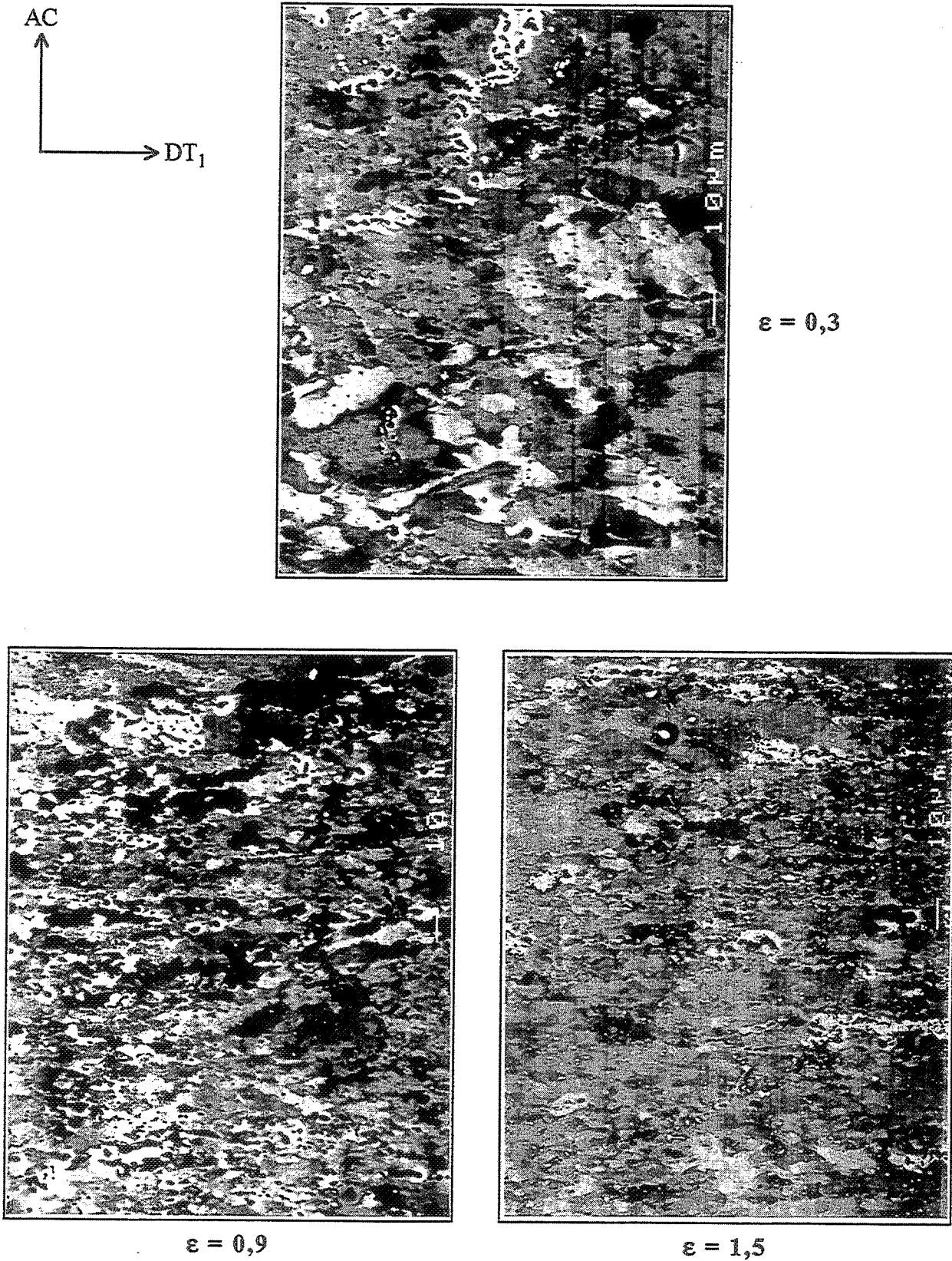


Figure V.17 : Evolution de la microstructure des éprouvettes polycristallines 5052 comprimées à $0,7 T_f$ et $10^{-2} s^{-1}$, microscopie électronique à balayage.

V.1.2.2.4 - Estimation de la taille des (sous-)grains

La taille des sous-grains (ou des nouveaux grains) a également été mesurée à partir des micrographies obtenues au MEB. La mauvaise qualité des micrographies de l'alliage 5052 ne permettant pas une évaluation correcte, la taille des sous-grains a dans ce cas été estimée en repérant les sous-joints par EBSD. Les résultats sont présentés sur la figure V.18. Comme dans les monocristaux, on remarque que les sous-grains sont légèrement aplatis. Le tableau V.2 permet de comparer la valeur moyenne de l'intercept pour $\varepsilon = 1,5$ avec la valeur donnée par l'équation $D = 28bG/\sigma$ (éq. I.9). On remarque un assez bon accord entre les deux valeurs. La taille calculée est néanmoins légèrement supérieure à l'intercept mesuré pour les nuances 1199 et 1200. Selon Blum [51], cette différence est due à la réorganisation, dans l'intervalle de temps qui sépare la fin de l'essai de compression et la trempe, des dislocations mobiles en sous-joints. Selon cet auteur, cet artefact peut être évité en trempant les échantillons sous charge. Dans le cas de l'alliage 5052, la valeur mesurée est un peu plus élevée que la valeur calculée. Cette différence peut s'expliquer par la présence de zones sans sous-grains, ce qui augmente artificiellement la taille de ces derniers.

		D_s théorique	D_s expérimental
1199	mono <001>	15,7 μm	12,7 μm
	mono <111>		13,7 μm
	poly		14,3 μm
	mono <011>	11,8 μm	9,9 μm
1200	compression	7,9 μm	6,6 μm
	torsion		6,9 μm
5052		2,2 μm	3,4 μm

Tableau V.2 : Comparaison entre la taille des sous-grains calculée et mesurée à $\varepsilon = 1,5$.

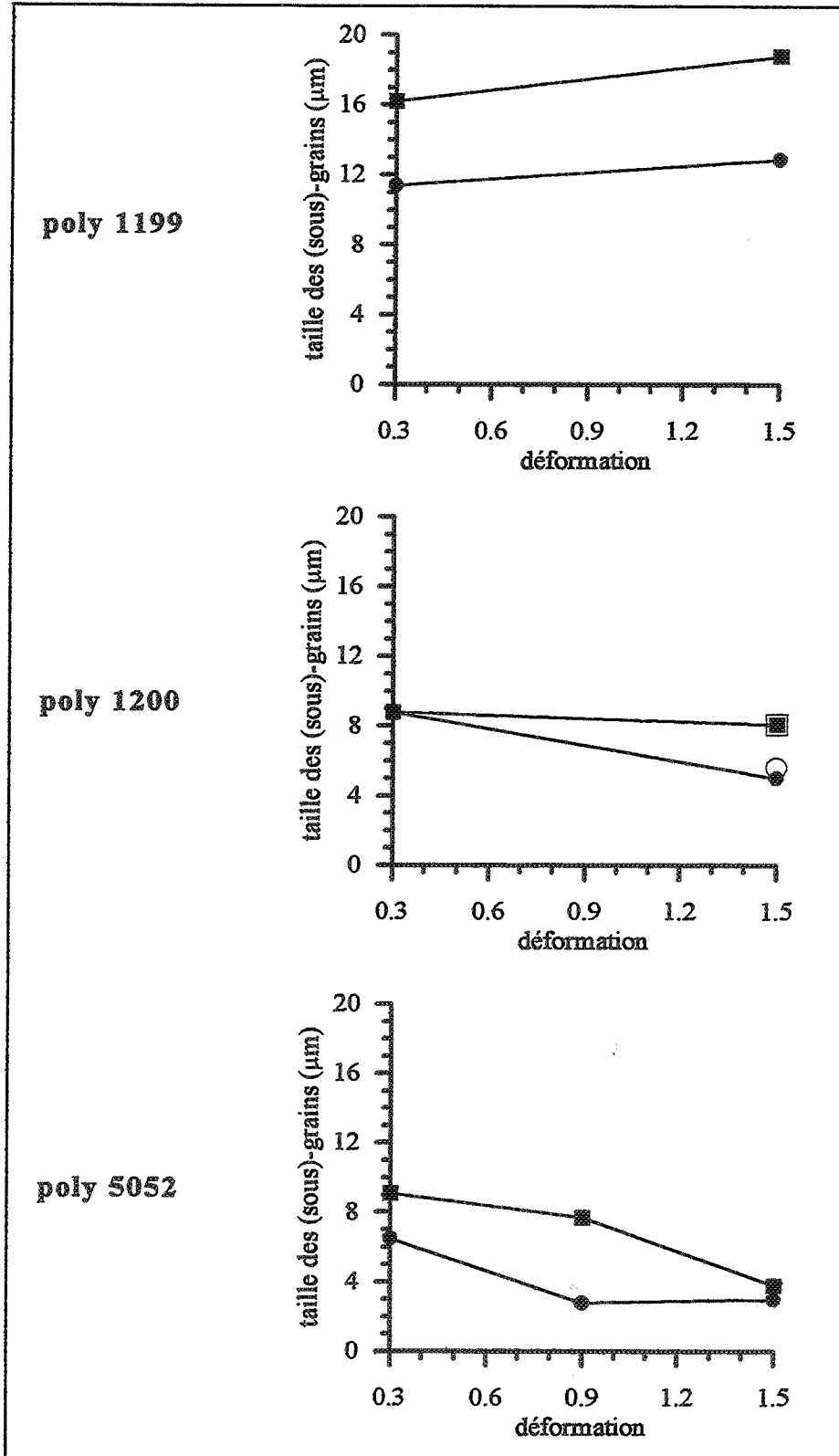


Figure V.18 : Evolution de l'intercept moyen selon l'axe de compression (●) et la direction transverse DT₁ (■), ou l'axe de torsion (○) et la direction de cisaillement (□), des (sous-)grains dans les éprouvettes polycristallines. Chaque point représente environ 100 mesures.

V.1.2.3 - Evolution des grains initiaux

V.1.2.3.1 - Résultats expérimentaux et interprétation [118]

Lorsque l'on compare l'épaisseur des grains initiaux dans des éprouvettes d'alliage 5052 déformées à différentes vitesses (fig. V19), on remarque que ces grains sont d'autant plus épais que la vitesse de déformation est faible. Cette variation d'épaisseur peut s'expliquer par la migration des joints de grains sur des distances d'autant plus importantes que l'essai dure longtemps.

Cette évolution est représentée de façon schématique par la figure V.20. La convection de la matière engendrée par la compression provoque une diminution de l'épaisseur h des grains. En supposant que la déformation est la même dans tous les grains, la vitesse \dot{h}_G de diminution de h par convection est d'origine purement géométrique : $\dot{h} = -\dot{h}_G / h$. La migration des joints provoque en moyenne une augmentation de l'épaisseur, la vitesse correspondante \dot{h}_M étant égale à deux fois la vitesse de migration v_M . L'évolution résultante de l'épaisseur est donc décrite par l'équation suivante :

$$\dot{h} = \dot{h}_G + \dot{h}_M = -\dot{h} + 2v_M \quad (\text{V.1})$$

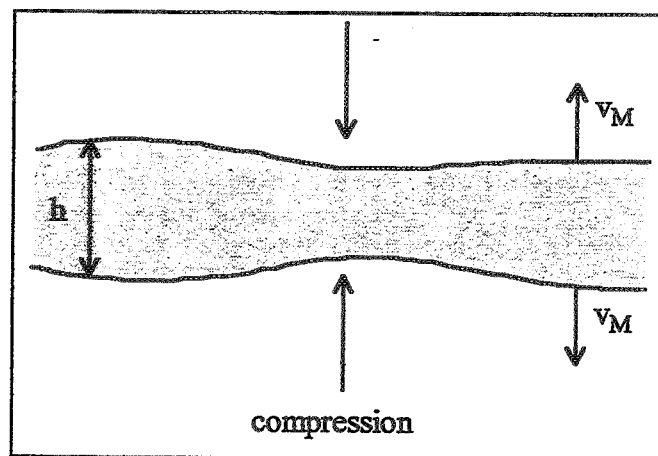


Figure V.20 : Schéma de l'évolution de l'épaisseur des grains sous l'effet combiné de la convection de la matière due à la compression et de la migration des joints.

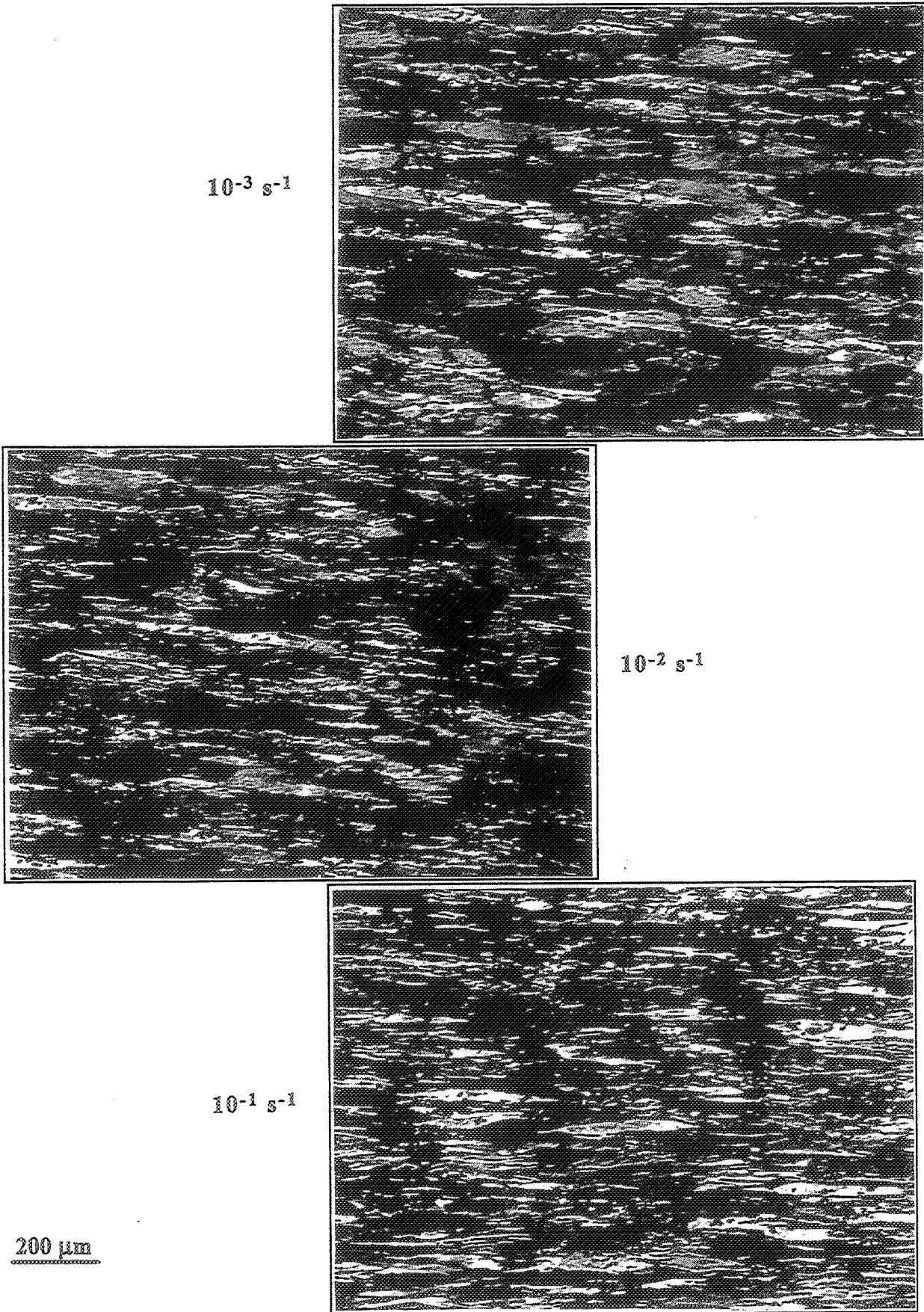


Figure V.19 : Micrographies réalisées sur des éprouvettes d'aluminium 5052 déformées à différentes vitesses, $T = 0,7 T_f$, $\epsilon = 1,2$.

En supposant que v_M ne dépend pas de ε , on obtient après intégration :

$$h = (h_0 - h_s) \exp(-\varepsilon) + h_s \quad (\text{V.2})$$

avec

h_0 : épaisseur initiale

et $h_s = \frac{2v_M}{\dot{\varepsilon}}$: épaisseur des grains en régime stationnaire

Des mesures effectuées sur un alliage de titane par Girinon [95,118] indiquent que \dot{h}_M augmente avec la vitesse de déformation selon une loi puissance :

$$\dot{h}_M = A \dot{\varepsilon}^p \quad (\text{V.3})$$

avec $p \approx 0,67$

A $0,58 T_f$, \dot{h}_M vaut environ $0,3 \mu\text{m/s}$ à $\dot{\varepsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ et $6 \mu\text{m/s}$ à $\dot{\varepsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$.

Quelques mesures effectuées sur des éprouvettes d'aluminium [119] ont donné des valeurs comparables : pour l'aluminium 1199 comprimé à $0,7 T_f$ et 10^{-2} s^{-1} , \dot{h}_M vaut environ $0,3 \mu\text{m/s}$; et environ $2 \mu\text{m/s}$ pour un alliage Al-0,4Mg-0,4Si comprimé à $0,76 T_f$ et 10^{-1} s^{-1} .

En utilisant la relation $\sigma = k \dot{\varepsilon}^m$ (éq. I.2), il est possible de relier l'épaisseur des grains au régime stationnaire à la contrainte appliquée :

$$\sigma = \frac{B}{h_s^q} \quad (\text{V.4})$$

avec $q = m/(1-p) \approx 0,61$.

A température donnée, cette relation est similaire aux autres relations (éqs. I.9 et I.11) entre la contrainte et la taille des sous-grains ou des grains.

V.1.2.3.2 - Conséquences sur l'évolution de la RDG

D'après le modèle précédent, la migration des joints implique que les grains initiaux atteignent une épaisseur limite h_s . Ce résultat est très important, en particulier pour mieux comprendre l'évolution de la recristallisation dynamique géométrique. Il semble cependant avoir été négligé par l'ensemble

des auteurs qui ont étudié ce type de recristallisation. Deux conséquences principales peuvent être mentionnées.

Tout d'abord, les modèles qui permettent de calculer la déformation critique ϵ_c pour laquelle la condition $h \approx 2D$ est réalisée [47,51] tiennent uniquement compte de la variation géométrique de l'épaisseur, et par conséquent sous-estiment ϵ_c . De plus, si $h_s > 2D$, cette condition ne peut pas être atteinte, même aux très grandes déformations.

En second lieu, la migration permet d'expliquer l'obtention du régime stationnaire. Les différents auteurs ont jusqu'à présent considéré que la fraction de parois à forte désorientation cesse d'augmenter car les joints se recombinent lors du pincement des grains ; elle atteint alors une valeur stationnaire de l'ordre de $1/3$ à $1/2$ [16,17,28,46-48]. Cependant, ce processus permet seulement de ralentir l'augmentation de la fraction de parois à forte désorientation, mais pas de l'annuler complètement. En effet, en l'absence de migration à longue distance, l'épaisseur des grains tendrait vers zéro. Dans ces conditions, toutes les cristallites seraient à terme entourées par les joints de grains initiaux (fig. V.21) et la fraction de parois à forte désorientation

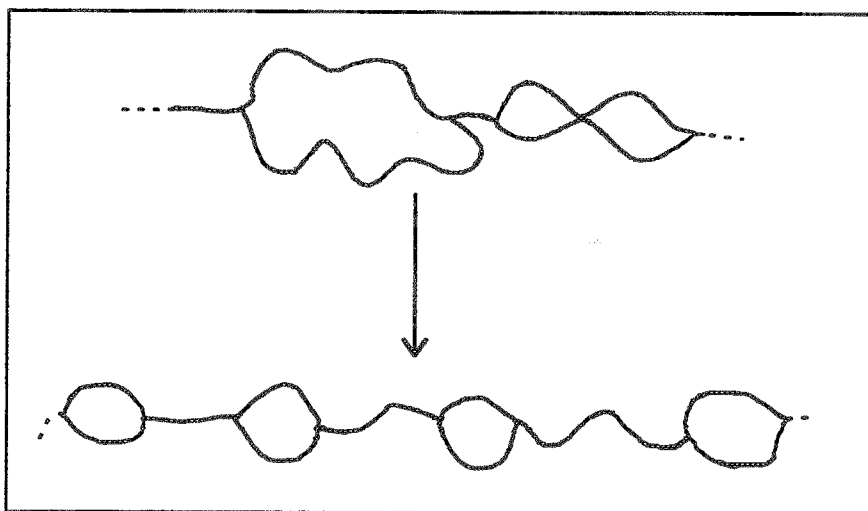


Figure V.21 : Evolution aux très grandes déformations d'un grain initial dont l'épaisseur devient très inférieure à la taille des sous-grains.

tendrait vers 1. En revanche, il est tout à fait concevable que cette fraction tende vers une valeur stationnaire de l'ordre de $1/3$ à $1/2$ si l'on suppose que les grains initiaux atteignent une épaisseur limite h_s .

Il faut aussi noter que le mécanisme décrit précédemment induit un effet de taille. Plus un grain est petit, plus il lui sera facile de se maintenir équiaxe car cela nécessite une migration de ses parois sur de plus courtes distances. Ainsi, même si les sous-joints sont beaucoup moins mobiles que les joints, les sous-grains restent équiaxes alors que les gros grains s'aplatissent.

V.2 - EVOLUTION DES DESORIENTATIONS [118,120]

La technique EBSD permet de mesurer précisément la désorientation entre tous les cristaux adjacents, et par conséquent de suivre la transformation éventuelle des sous-joints en joints. En l'absence d'une automatisation complète des mesures, les plages ainsi étudiées sont assez limitées en taille (en moyenne $\approx 100 \times 150 \mu\text{m}^2$), ce qui pose le problème de leur représentativité. Néanmoins, les résultats présentés sont généralement le fruit de mesures sur deux ou trois plages, ce qui leur confère une meilleure valeur statistique.

Les désorientations n'ont pas été calculées à partir de l'orientation mesurée au milieu des cristaux mais à partir d'un balayage systématique de la plage par des lignes parallèles à l'axe de compression, les mesures étant effectuées de part et d'autre de chaque paroi rencontrée. En effet, les orientations ne sont pas toujours constantes à l'intérieur des cristaux ; on peut en particulier observer un glissement progressif du diagramme de Kikuchi, qui, sur une distance de quelques microns, induit des désorientations de plusieurs degrés. De plus, le balayage systématique permet de repérer des parois non décelées par l'imagerie.

Les figures de pôles présentées dans cette partie permettent surtout d'évaluer les désorientations locales. L'alignement de l'échantillon dans le MEB étant difficilement contrôlable, les orientations absolues ne sont qu'approximatives. Des mesures beaucoup plus fiables ont été obtenues par diffraction des RX (cf. IV.1).

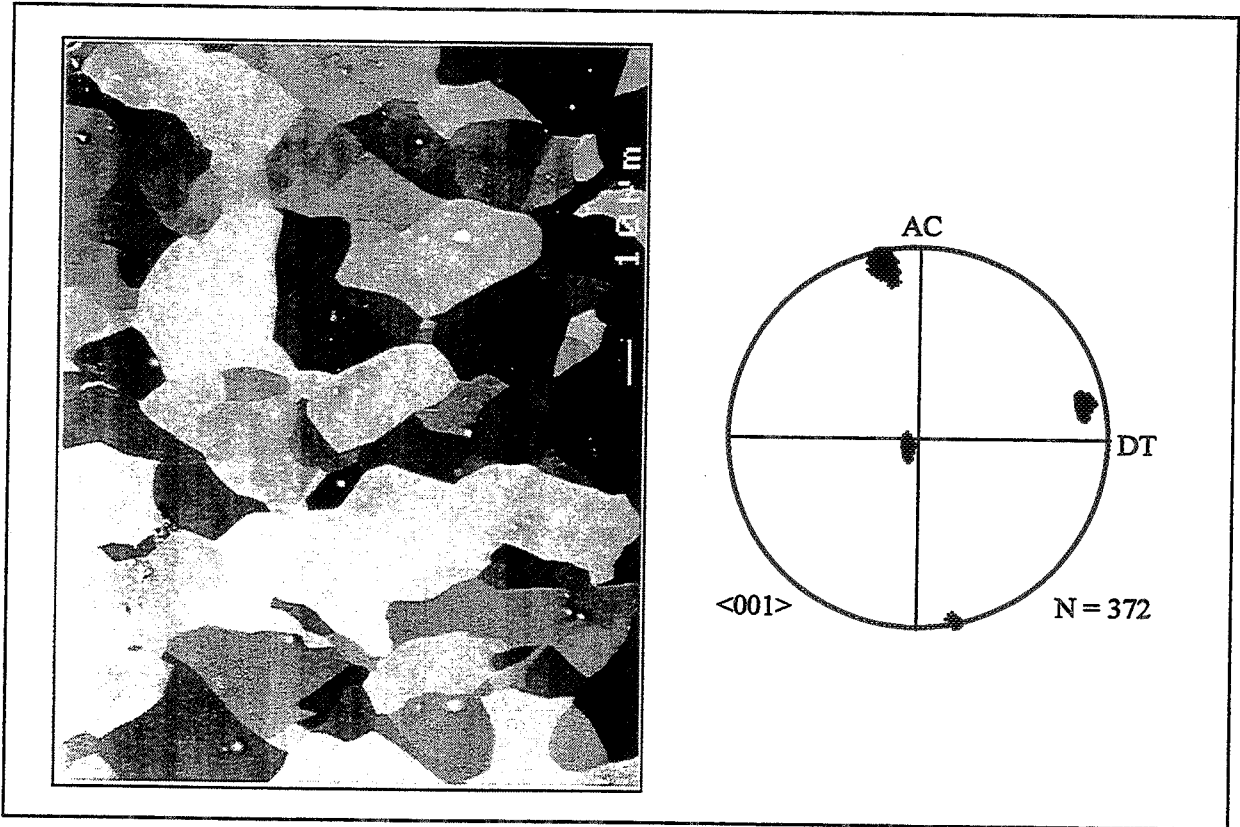
V.2.1 - LES EPROUVETTES MONOCRISTALLINES

V.2.1.1 - Résultats expérimentaux

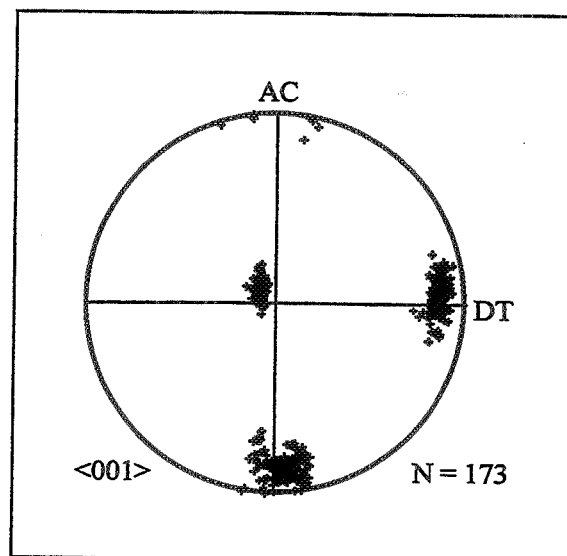
Les figures de pôles locales des éprouvettes $\langle 001 \rangle$ (fig. V.22) montrent un étalement des pôles avec la déformation. L'orientation moyenne reste stable. Les rotations semblent s'effectuer autour des deux axes transverses (100) et (010) et aboutissent à la formation de parois à forte désorientation. A $\epsilon = 1,5$,

mono $\langle 001 \rangle$

$\epsilon = 0,3$



$\epsilon = 0,9$



$\epsilon = 1,5$

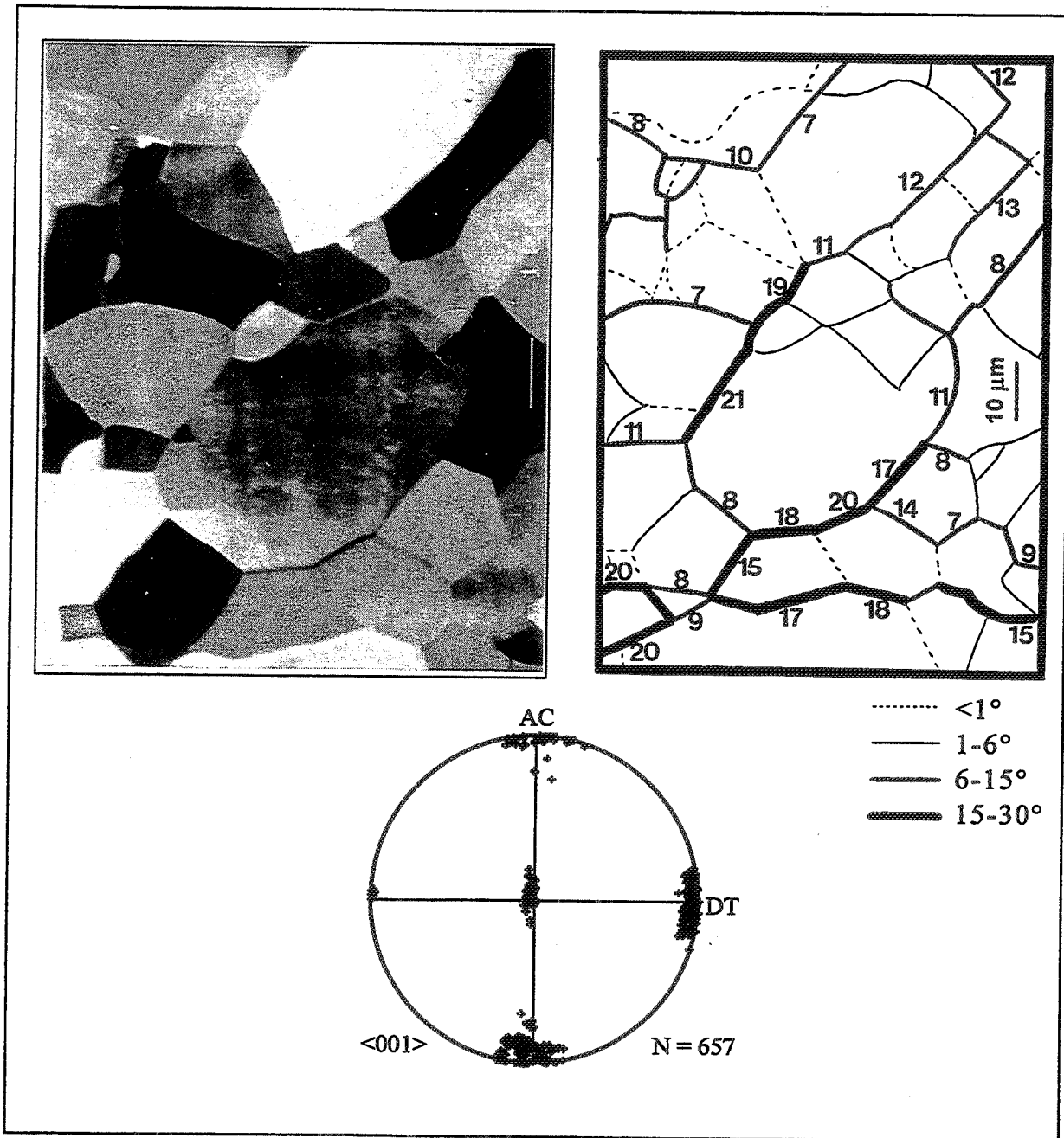
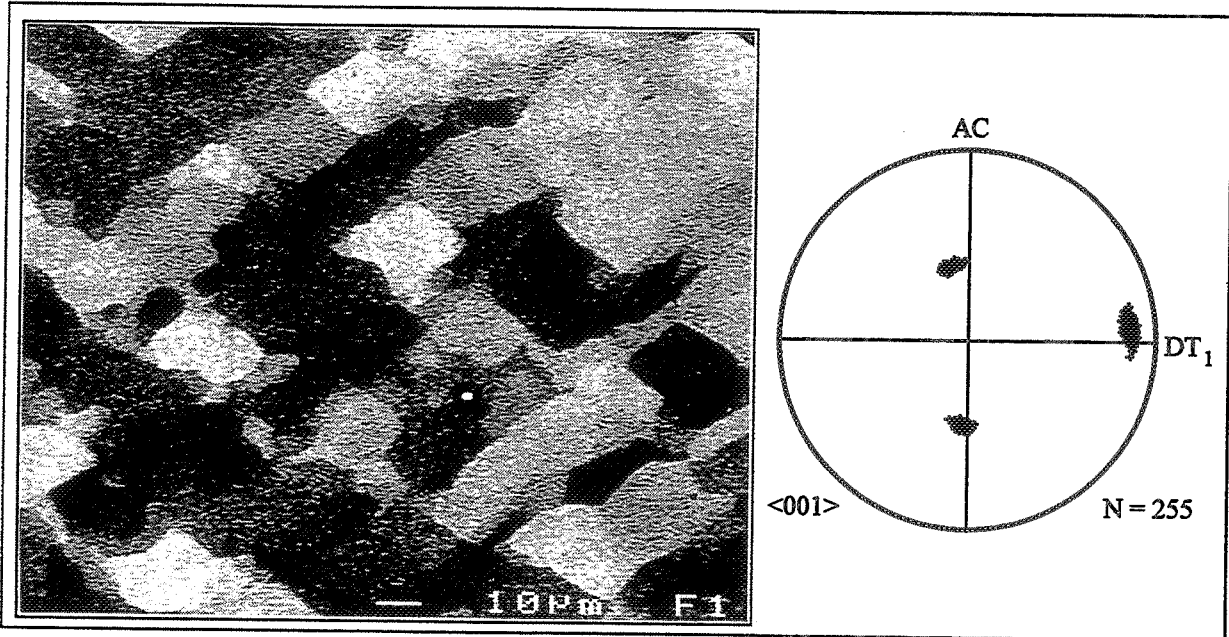


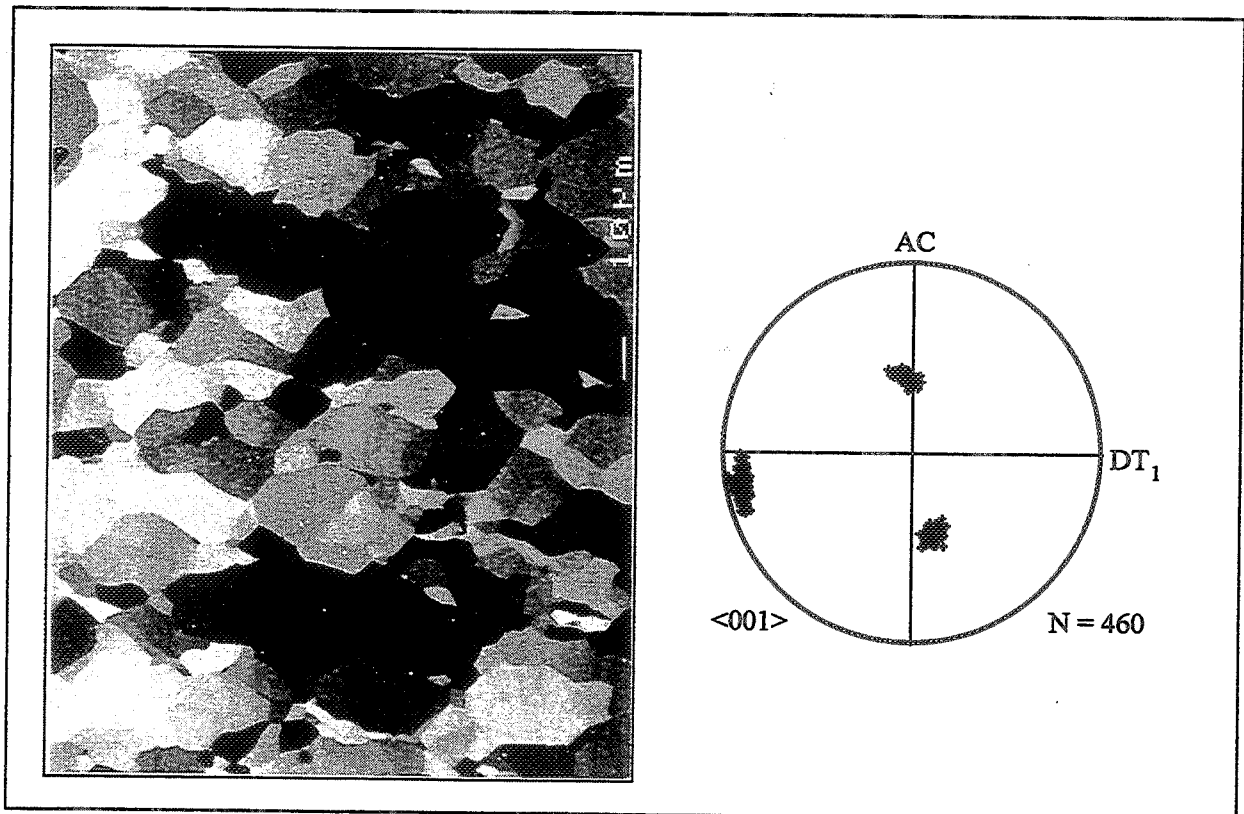
Figure V.22 : Etude par EBSD de trois plages ($\epsilon = 0,3, 0,9$ et $1,5$) de la face latérale $\{100\}$ des éprouvettes monocristallines $\langle 001 \rangle$ comprimées à $0,7 T_f$ et 10^{-2} s^{-1} (micrographies, schémas des désorientations, figures de pôles).

mono $\langle 011 \rangle$

$\epsilon = 0,3$



$\epsilon = 0,9$



$\epsilon = 1,5$

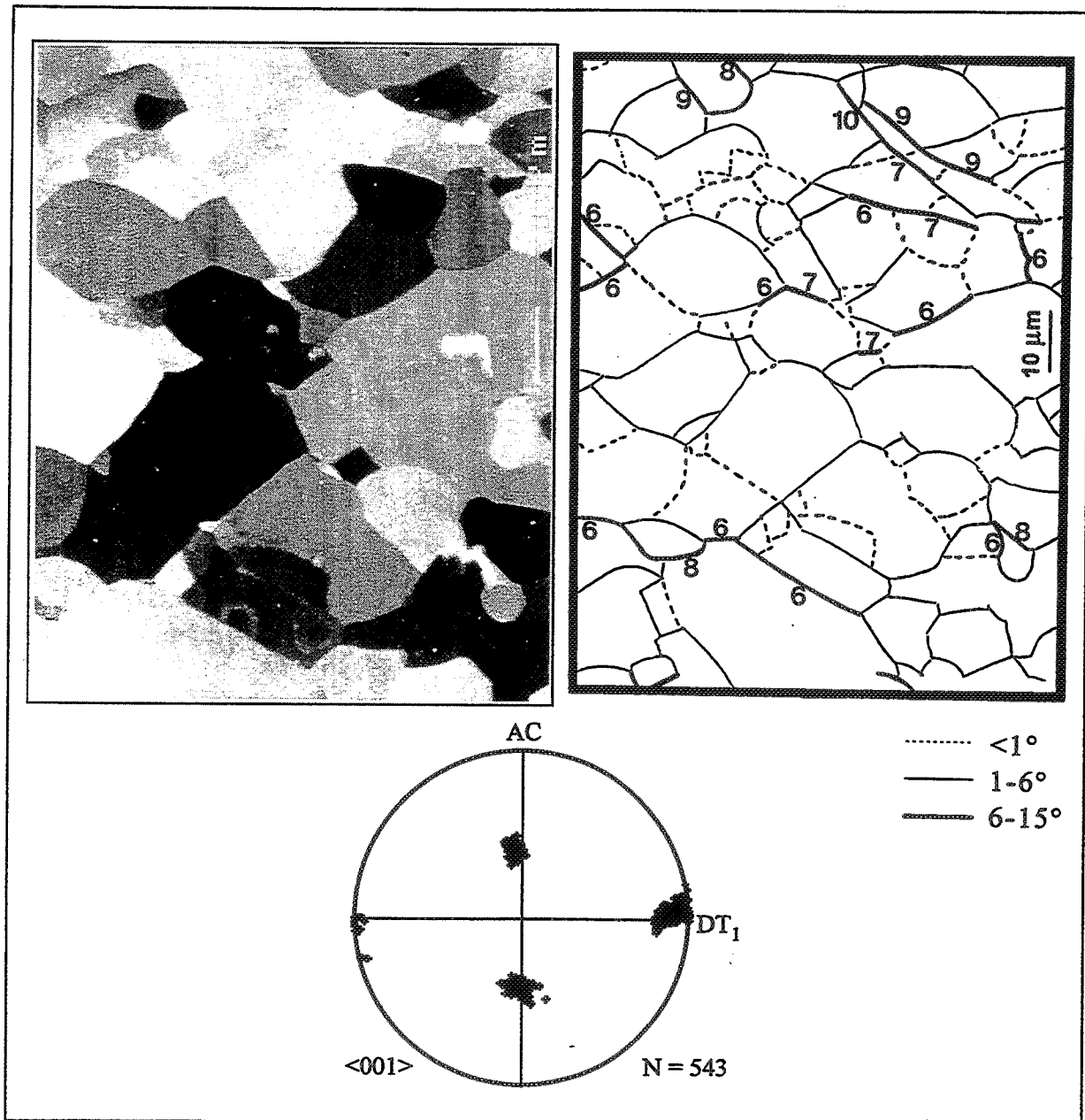
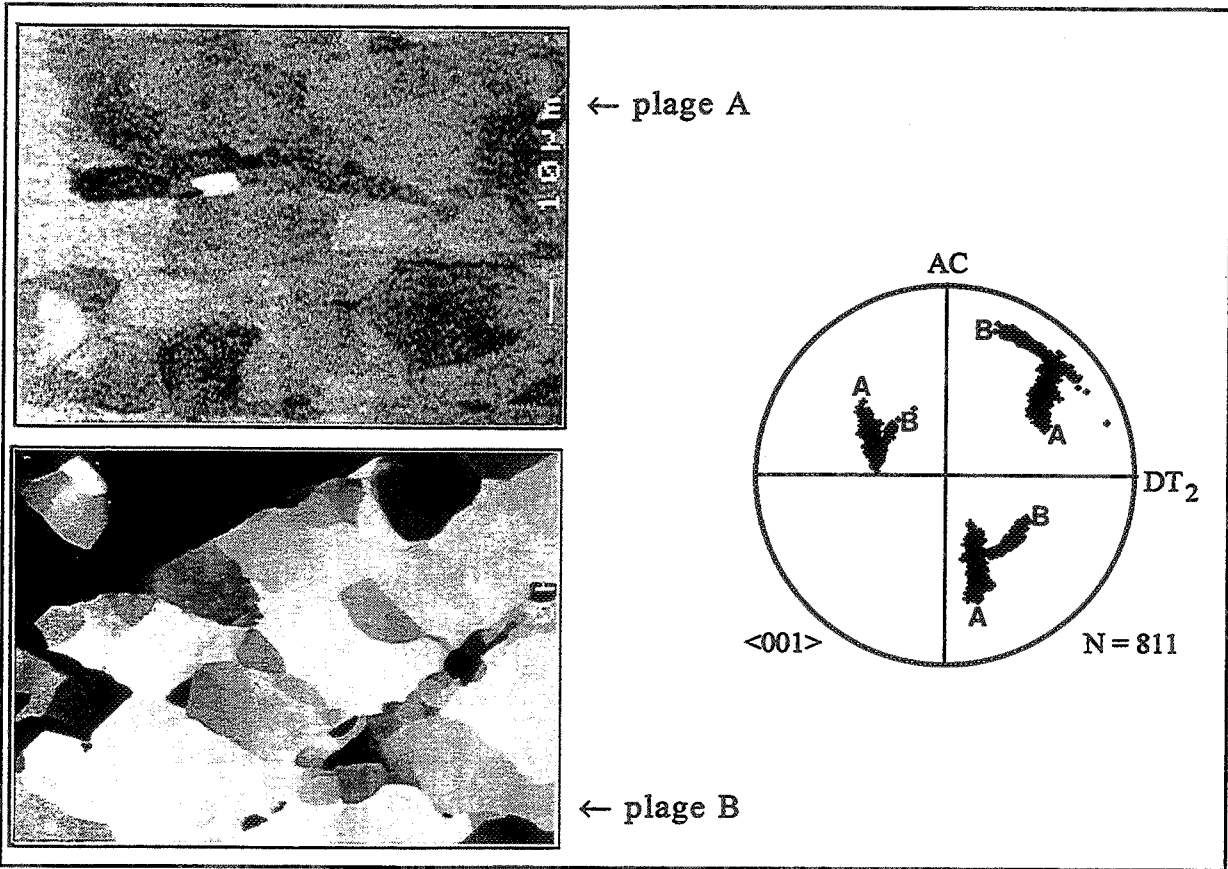


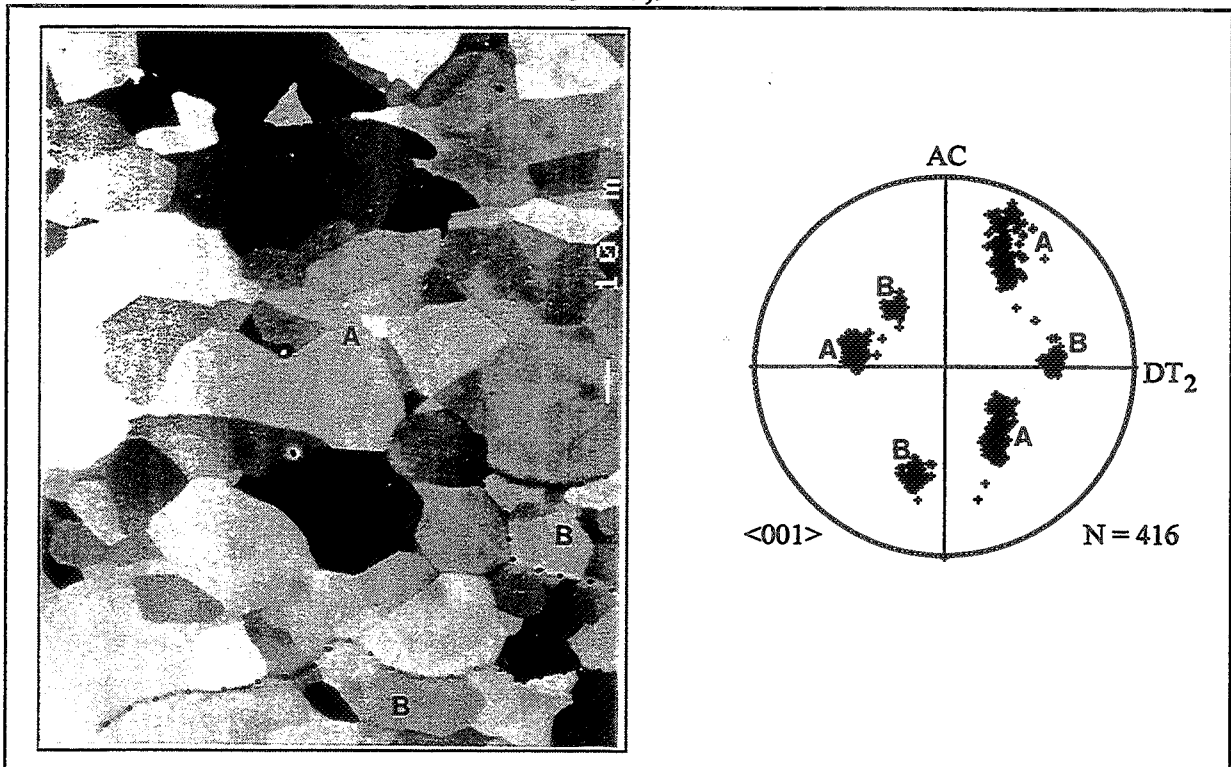
Figure V.23 : Etude par EBSD de trois plages ($\epsilon = 0,3, 0,9$ et $1,5$) de la face latérale ($01\bar{1}$) des éprouvettes monocristallines $\langle 011 \rangle$ comprimées à $0,7 T_f$ et 10^{-2} s^{-1} (micrographies, schémas des désorientations, figures de pôles).

mono $\langle 111 \rangle$

$\epsilon = 0,3$



$\epsilon = 0,9$



$\epsilon = 1,5$

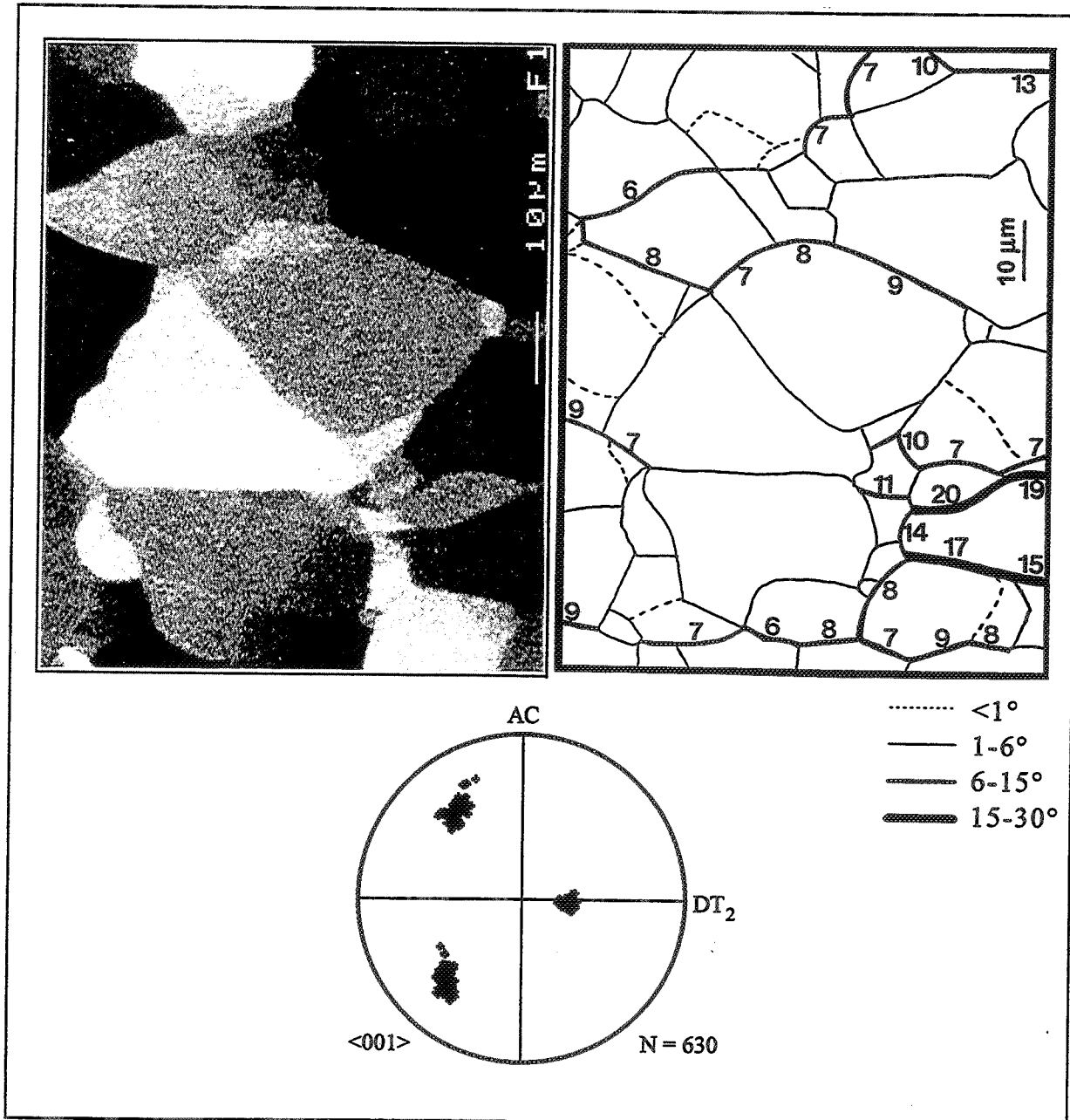


Figure V.24 : Etude par EBSD de trois plages ($\epsilon = 0,3, 0,9$ et $1,5$) de la face latérale initialement $(1\bar{1}0)$ des éprouvettes monocristallines $\langle 111 \rangle$ comprimées à $0,7 T_f$ et $10^{-2} s^{-1}$ (micrographies, schémas des désorientations, figures de pôles).

on observe une fraction significative de joints ayant une désorientation voisine de 20° . Il est à noter que le plus gros cristal de cette plage est entouré majoritairement de parois à forte désorientation. On peut penser que la transformation des sous-joints en joints plus mobiles a permis un grossissement de ce grain.

Contrairement aux précédentes, les figures de pôles des éprouvettes $\langle 011 \rangle$ (fig. V.23) évoluent peu avec la déformation. Aucune paroi à forte désorientation n'est apparue à $\varepsilon = 1,5$. La majorité des sous-joints sont associés à de très faibles désorientations ($<6^\circ$), les désorientations les plus élevées atteignant 10° .

La présence de rotations vers des orientations différentes rend l'étude des éprouvettes $\langle 111 \rangle$ (fig. V.24) plus complexe. A $\varepsilon = 0,3$, la figure de pôles met en évidence une rotation rapide des cristaux. Les deux zones à bandes horizontales et inclinées décrites précédemment tournent différemment. Dans les deux cas, la rotation s'effectue probablement autour de deux axes $\langle 011 \rangle$ contenus dans le plan de compression (pour la plage B, l'axe de rotation $\langle 1\bar{1}0 \rangle$, parallèle à DT_1 , est facilement identifiable). La figure de pôles obtenue à $\varepsilon = 0,9$ indique la présence de deux composantes qui évoluent vers deux orientations symétriques par rapport au plan transverse de normale DT_2 . Les bandes de déformation correspondantes sont repérables sur la micrographie : la bande B apparaît en creux par rapport à la bande A. En revanche, une seule orientation (l'orientation $[011] [21\bar{1}]$ déjà identifiée par RX) est visible à $\varepsilon = 1,5$. L'étalement des pôles n'est pas très important. Quelques parois à forte désorientation se sont toutefois formées, avec des désorientations pouvant atteindre 20° . Elles sont cependant moins nombreuses que dans l'éprouvette $\langle 001 \rangle$.

Les histogrammes de la figure V.25 présentent l'évolution des désorientations avec la déformation ; ils regroupent généralement des mesures effectuées sur plusieurs plages. Pour les éprouvettes $\langle 001 \rangle$, on observe une translation importante vers les fortes désorientations. La valeur moyenne de l'angle passe de $3,9^\circ$ ($\varepsilon = 0,3$) à $8,9^\circ$ ($\varepsilon = 1,5$). Les premiers joints apparaissent à $\varepsilon = 0,9$; à $\varepsilon = 1,5$, ils représentent plus de 18% des parois. Le régime

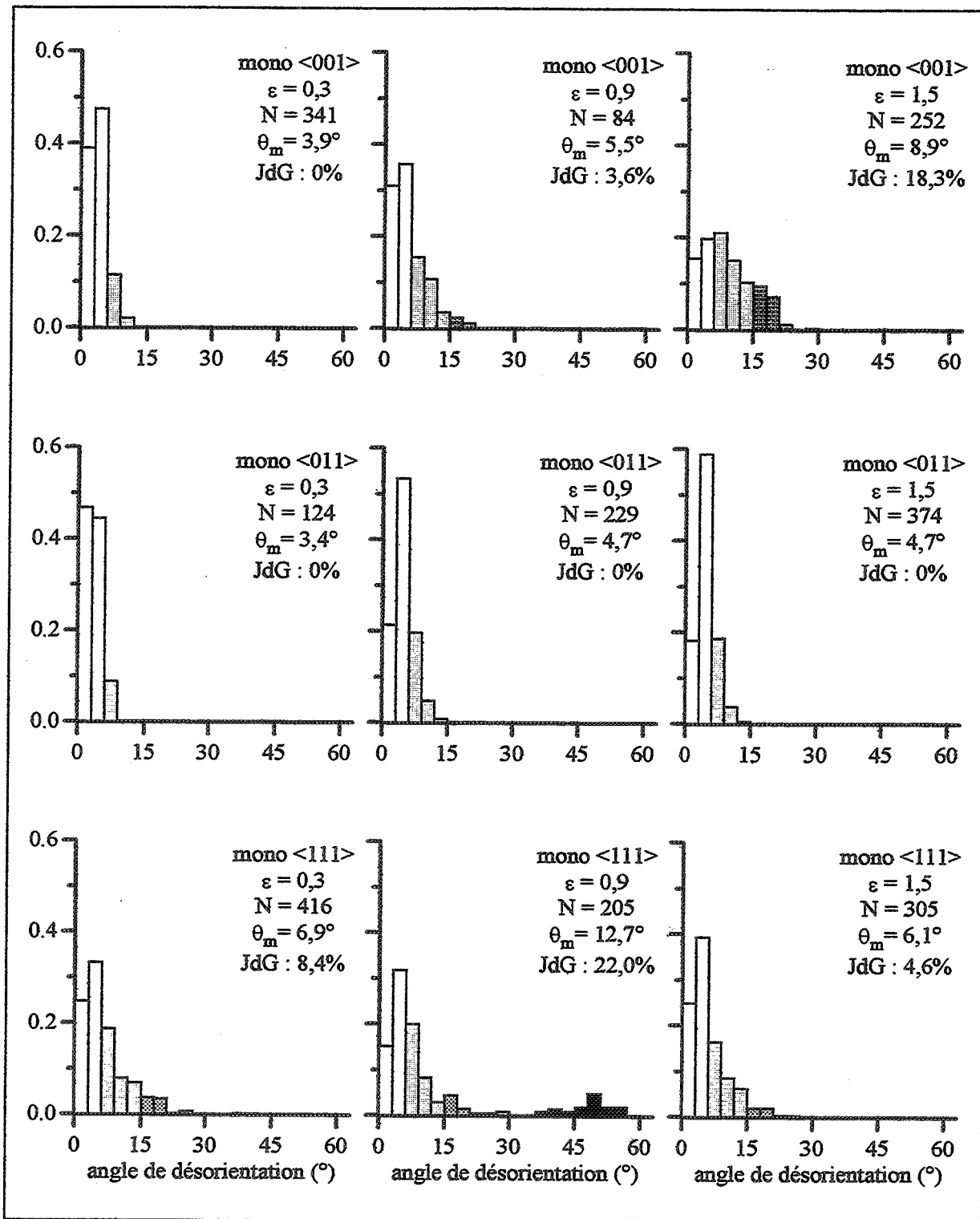


Figure V.25 : Evolution des angles de désorientation avec la déformation dans les trois types d'éprouvettes monocristallines comprimées à $0,7 T_f$ et $10^{-2} s^{-1}$. Le nombre total de mesures (N), la valeur moyenne de l'angle (θ_m) et le pourcentage de joints de grains (JdG) sont indiqués sur chaque histogramme.

stationnaire ne paraissant pas être atteint, il est tout à fait probable que des déformations plus importantes conduiraient à une fraction de joints de grains encore plus élevée.

Comme le laissent supposer les figures de pôles, les histogrammes des éprouvettes <011> évoluent peu. Un régime stationnaire semble même atteint dès $\varepsilon = 0,9$ alors qu'aucun joint ne s'est encore formé.

L'évolution des histogrammes des éprouvettes <111> est plus difficile à interpréter car leur allure dépend fortement de la présence ou non de bandes de déformation. Ces dernières sont associées à de très grandes désorientations (entre 35° et 60°) et se manifestent seulement dans l'éprouvette déformée de $\varepsilon = 0,9$. Si l'on ne tient pas compte de leur présence, les désorientations semblent diminuer avec la déformation. On passe en effet d'une valeur moyenne de $6,9^\circ$ ($\varepsilon = 0,3$) à $6,1^\circ$ ($\varepsilon = 1,5$). Les joints de grains sont également moins fréquents, ils ne représentent plus que 4,6% des parois contre 8,4% auparavant. La diminution des désorientations peut s'expliquer par le fait que la rotation du réseau est très rapide au début et qu'elle s'effectue à des vitesses différentes dans chaque cristal (d'où l'étalement des pôles observé à $\varepsilon = 0,3$), ce qui produit des désorientations importantes entre les cristaux qui tournent rapidement et ceux qui tournent plus lentement. A $\varepsilon = 1,5$, tous les cristaux ont atteint leur orientation finale et les désorientations moins importantes ne sont alors dues qu'à des fluctuations autour de l'orientation moyenne.

La distribution des axes de désorientation a été étudiée dans deux repères : le repère cristallographique [001] [101] [111] et le repère de l'échantillon AC DT₁ DT₂ (fig. V.26). Pour les trois orientations étudiées, les axes associés aux sous-joints ($\theta < 15^\circ$) sont distribués de manière uniforme dans tout le triangle stéréographique, aucune direction cristallographique n'étant privilégiée. Dans le repère de l'échantillon, ces axes sont tous éloignés de l'axe de compression et, dans le cas de l'orientation <001>, ils se concentrent dans le plan de compression.

Dans le cas des monocristaux <001>, les axes associés aux nouveaux joints sont nettement regroupés dans le plan de compression, et en particulier proches des directions DT₁ et DT₂ de type <100>. Pour l'orientation <111>,

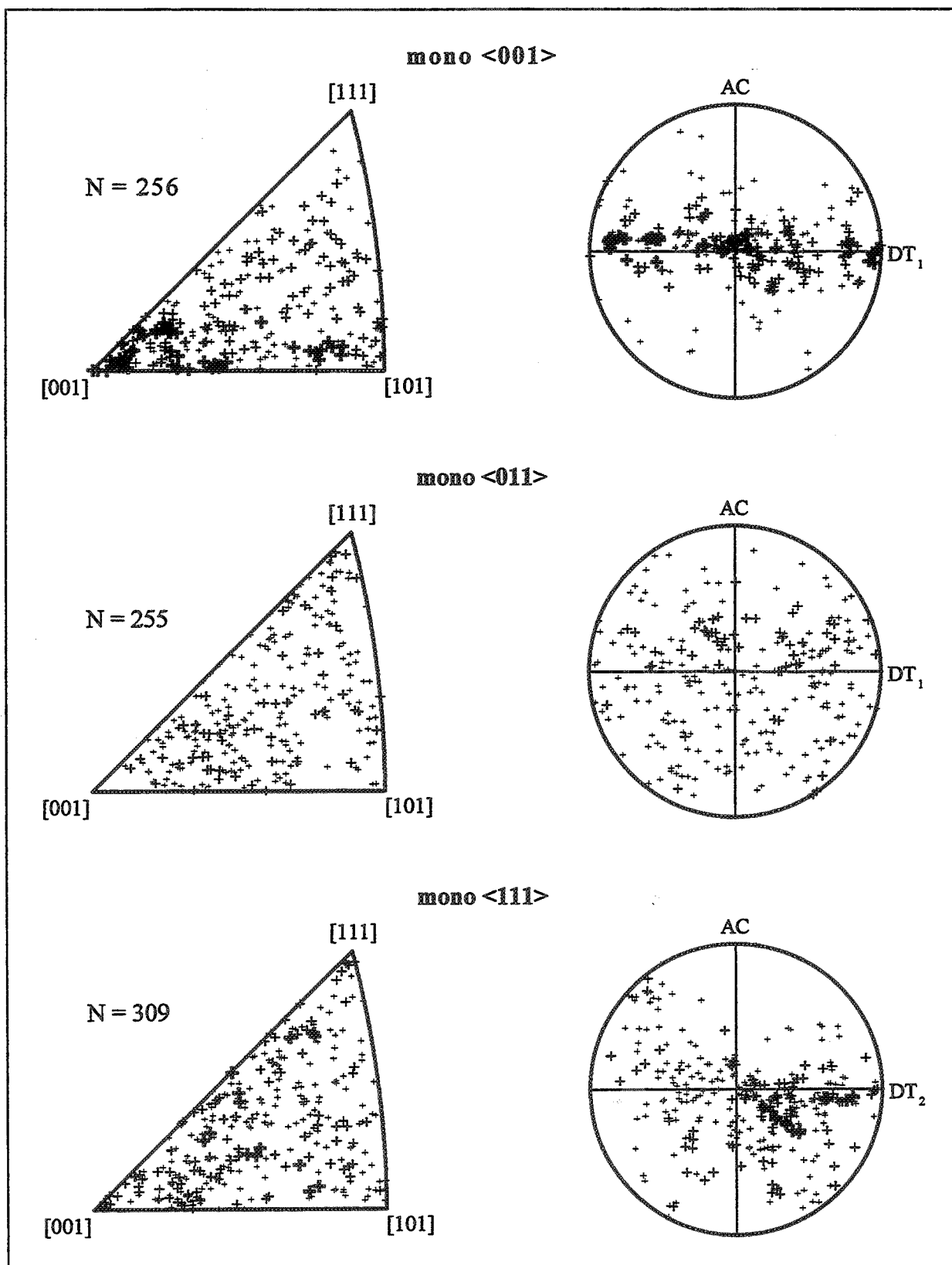


Figure V.26 : Distribution des axes de désorientation en fonction de l'angle associé : $\theta < 6^\circ$ (+), $6^\circ \leq \theta < 15^\circ$ (+) $15^\circ \leq \theta < 30^\circ$ (†) dans les trois types d'éprouvettes monocristallines comprimées de $\epsilon = 1,5$ à $0,7 T_f$ et $10^{-2} s^{-1}$.

aucune direction cristallographique ne semble privilégiée, mais les axes sont néanmoins tous situés à proximité du plan de compression.

A la vue de ces résultats, on peut penser que lorsque les désorientations sont dues à la polygonisation, qui introduit de petites fluctuations autour de l'orientation moyenne, les axes sont distribués uniformément, que ce soit dans le repère cristallographique ou le repère de l'échantillon (à l'exception des directions parallèles à l'axe de compression). En revanche, lorsque les désorientations sont provoquées par une rotation de réseau, les axes de désorientation sont parallèles à des directions cristallographiques particulières. Ces résultats confirment notamment que l'orientation $\langle 001 \rangle$ commence à se scinder en deux composantes par des rotations d'axes $[100]$ et $[010]$.

V.2.1.2 - Commentaires et comparaison avec les résultats antérieurs

Des travaux antérieurs, menés sur des monocristaux d'aluminium déformés en compression plane à chaud, ont montré que certaines orientations sont plus propices à la formation de parois à fortes désorientations que d'autres. Ainsi, pour une déformation de l'ordre de $\varepsilon = 1$, les orientations $C\{112\}\langle 111 \rangle$ et $S\{421\}\langle 112 \rangle$ permettent la formation de véritable joints, alors que dans les monocristaux d'orientation $L\{110\}\langle 112 \rangle$, les sous-joints atteignent une désorientation maximale de 10° [86,117].

L'influence de l'orientation initiale est confirmée par les résultats exposés précédemment : en compression uniaxiale également, l'augmentation de la désorientation des sous-joints dépend fortement de l'orientation initiale (stable ou instable) du monocristal. L'orientation $\langle 011 \rangle$, qui est une orientation parfaitement stable, ne permet qu'un accroissement limité des désorientations. La formation de joints n'a pas été observée, même si certaines parois ont un angle très proche de 15° . L'orientation $\langle 001 \rangle$ est relativement stable. Les figures de pôles obtenues par RX ne montrent un début de décomposition qu'à $\varepsilon = 1,5$. Cette décomposition n'est pas encore amorcée dans l'éprouvette examinée par EBSD, mais l'étalement des pôles montre que les cristaux commencent à tourner. Il en résulte une forte dispersion autour de l'orientation

moyenne qui induit de fortes désorientations. Les joints ainsi formés sont associés à des désorientations comprises entre 15 et 30°. Les fortes désorientations observées dans les éprouvettes $\langle 111 \rangle$ (orientation très instable) sont provoquées à leur tour par de fortes fluctuations autour de l'orientation moyenne, mais aussi par la présence de plusieurs orientations symétriques. Dans le second cas, les désorientations sont beaucoup plus fortes que dans le premier. Les bandes de déformations observées produisent en effet des désorientations de l'ordre de 35 à 60°.

Certains auteurs considèrent que les joints formés par ce dernier mécanisme ne sont pas de véritables joints de grains. Il est vrai qu'à température ambiante les bandes de déformation ne sont pas séparées par un joint mais par une bande de transition, plus épaisse (1 à 2 μm) et formée de petites cellules [85]. Cependant, ce type de bandes tend à disparaître lorsque la température de déformation augmente. Les frontières des bandes de déformation observée au MEB paraissent d'ailleurs identiques aux autres joints et aucune bande de transition n'a été décelée. On peut alors penser que toutes les parois à forte désorientation se comportent de façon identiques à chaud, quelle que soit leur origine.

Les résultats présentés ne mettent en évidence qu'une recristallisation continue partielle. Même dans le cas du monocristal $\langle 001 \rangle$, de nombreux cristaux sont encore entourés de sous-joints. Cependant, le taux de déformation atteint n'est pas très élevé. Si l'évolution observée entre $\epsilon = 0,3$ et 1,5 se poursuit, on peut s'attendre à la formation rapide d'une microstructure complètement recristallisée par RDC.

Ces résultats mettent donc clairement en évidence le fait que la désorientation des sous-joints augmente fortement avec la déformation et que ces derniers peuvent, sous certaines conditions, se transformer en joints. Cette transformation a longtemps été mise en doute dans la littérature, en particulier sur la base des travaux de Kassner et McMahon [16,17]. Ces auteurs ont étudié l'évolution de la microstructure d'éprouvettes d'aluminium raffiné (99,999%) lors d'essais de torsion à $0,69 T_f$, 5×10^{-4} et $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Les observations ont principalement été effectuées par microscopie électronique en transmission, la

désorientation des sous-joints étant calculée à partir de l'espacement des dislocations qui composent leurs parois. Selon ces travaux, la désorientation des sous-joints augmente très peu avec la déformation : la valeur moyenne passe de $0,5^\circ$ à $\varepsilon = 0,2$ à $1,2^\circ$ à $\varepsilon = 16$. Aux grandes déformations, la recristallisation géométrique conduit à une forte augmentation de la fraction des joints de grains initiaux, qui représentent alors environ un tiers des parois. Des essais de torsion ont également été effectués sur des éprouvettes monocristallines. Aux grandes déformations, la fraction de parois à forte désorientation est plus faible que dans les polycristaux, mais elle atteint tout de même 10%. Selon ces auteurs, ces parois pourraient ne pas être de véritables joints de grains mais traduire la présence de bandes de déformation. Ces résultats ne sont cependant pas en contradiction avec ceux de la présente étude. Tout d'abord les conditions opératoires ne sont pas exactement identiques. On peut penser que la restauration dynamique est plus rapide dans les essais de Kassner et McMahon (l'aluminium est plus pur et la vitesse de déformation plus faible), ce qui limite l'accumulation de dislocations dans les sous-joints. Les techniques d'observation utilisées sont aussi très différentes. Celle employée par Kassner et McMahon permet d'identifier un très grand nombre de sous-joints de désorientation inférieure au degré, alors que ces derniers ne sont pas identifiables par EBSD. Il est tout à fait probable que les sous-grains observés par ces auteurs correspondent à une sous-structure présente à l'intérieur des cristaux repérés par EBSD. Cette hypothèse est confirmée par la faible valeur de la taille de sous-grains mesurée ($13 \mu\text{m}$) par rapport à celle calculée par la relation 1.9 ($23 \mu\text{m}$). De plus la technique utilisée par Kassner et McMahon ne permettant d'effectuer qu'un nombre limité de mesures par échantillon (20 dans le cas présent), les histogrammes ne sont pas nécessairement représentatifs de la microstructure dans son ensemble. On peut également souligner que des parois à forte désorientation ont été observées dans l'éprouvette monocristalline (même si leur origine est incertaine), ce qui est en accord avec les résultats de la présente étude.

V.2.2 - LES EPROUVETTES POLYCRISTALLINES

V.2.2.1 - Caractérisation de l'état initial

La désorientation des joints de grains a été mesurée dans les éprouvettes d'aluminium 1199, 1200 et 5052 non déformées (fig. V.27). A titre de comparaison, l'histogramme d'un matériau possédant une texture uniforme est également représenté. Cet histogramme a été obtenu à partir de la fonction de densité des désorientations de Mackenzie [121].

Les distributions expérimentales sont décalées vers les faibles désorientations par rapport à l'histogramme de référence. Ceci est bien sûr dû à la forte présence de la texture cube : de nombreux grains ont des orientations voisines et sont par conséquent peu désorientés les uns par rapport aux autres. On remarque d'ailleurs que, plus la texture est accentuée (dans l'ordre 1199, 5052 et 1200), plus l'histogramme se déplace vers la gauche, la valeur moyenne des désorientations et la fraction de joints de grains diminuant également.

Cependant, même lorsque la texture n'est constituée quasiment que d'une seule composante (cas de la nuance 1200), la grande majorité des parois (72%) sont des joints de grains et ces derniers peuvent atteindre de très fortes désorientations.

V.2.2.2 - Evolution avec la déformation

Les résultats obtenus sur l'aluminium 1199 sont présentés par la figure V.28. L'aspect des figures de pôles varie peu avec la déformation ; on peut toutefois noter une légère dispersion des points lorsque le taux de déformation augmente. A $\epsilon = 0,3$, les joints de grains initiaux sont facilement repérables. On peut remarquer la présence de quelques sous-joints associés à des désorientations relativement élevées ($> 6^\circ$), tous localisés à proximité des joints initiaux, et en particulier des points triples. A $\epsilon = 1,5$, il est possible de distinguer deux familles de parois à forte désorientation. La première est constituée de parois isolées et associées à des désorientations moyennes (15 à

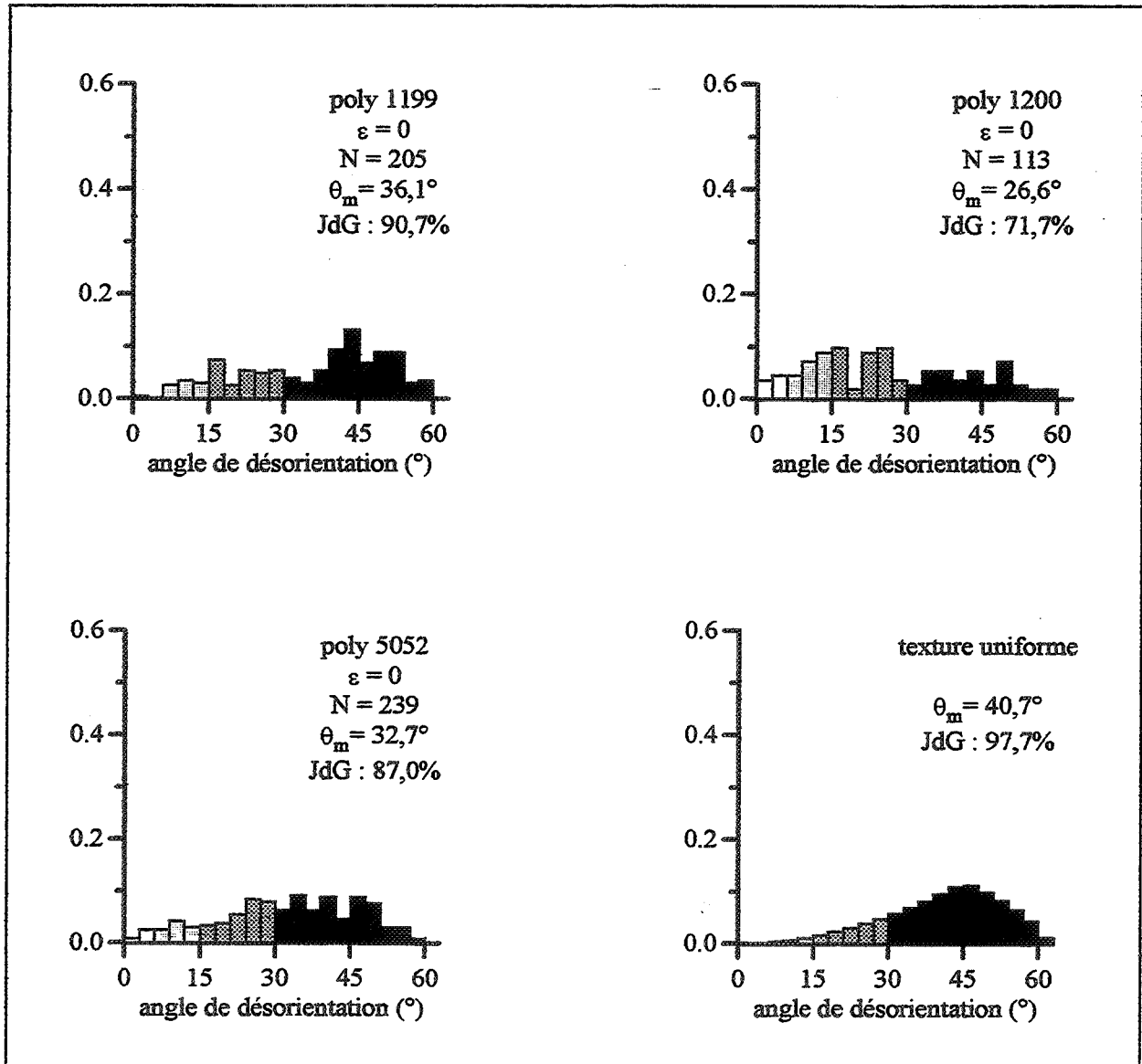


Figure V.27 : Distributions des angles de désorientation des joints de grains dans les éprouvettes d'aluminium 1199, 1200 et 5052 à l'état initial. Le dernier histogramme représente les désorientations dans une éprouvette idéale non texturée.

30°). La seconde est caractérisée par de plus fortes désorientations (30 à 60°) ; ces parois forment deux joints distants d'environ 50 μm . Il est alors très probable que la première famille correspond à de nouveaux joints formés par désorientation des sous-grains, et la seconde aux joints de grains initiaux.

La dispersion des pôles est beaucoup plus marquée dans l'aluminium 1200 (fig. V.29), ce qui indique une rotation des sous-grains plus rapide. Le schéma signale la présence de nombreuses parois à forte désorientation à $\varepsilon = 1,5$. Contrairement au cas précédent, il n'est plus possible de distinguer les joints de grains initiaux. Les parois à forte désorientation ne forment en effet pas de chaîne continue. Cette caractéristique, qui a déjà été observée précédemment dans des nuances d'aluminium comparables [27,92], est certainement due à une rotation très importante des sous-grains qui fragmente les joints de grains initiaux (fig. V.30).

La mauvaise qualité des micrographies obtenues pour l'aluminium 5052 n'a pas permis de tracer de cartes de désorientation. Les figures de pôles (fig. V.31) indiquent néanmoins une forte dispersion des orientations.

L'évolution des désorientations dans les trois nuances d'aluminium est présentée par les histogrammes de la figure V.32. Dans les trois cas, on y remarque une translation des faibles vers les fortes désorientations lorsque le taux de déformation augmente. Cela se traduit par une augmentation de la valeur moyenne des désorientations d'environ 8°. La fraction des sous-joints à très faible désorientation ($<6^\circ$) diminue fortement, alors que la fraction des

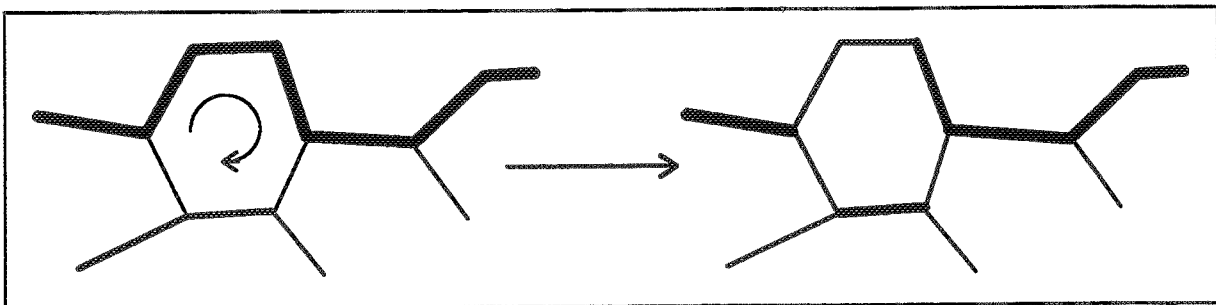
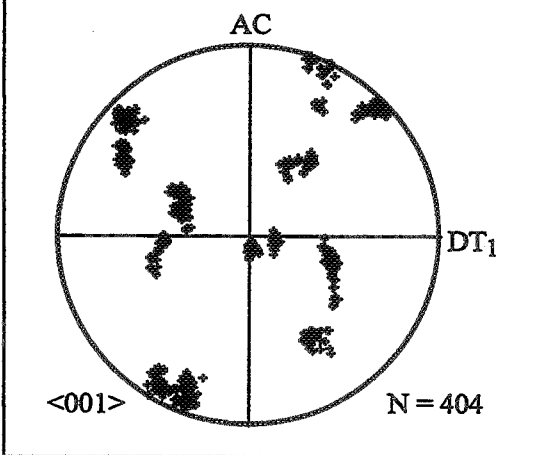
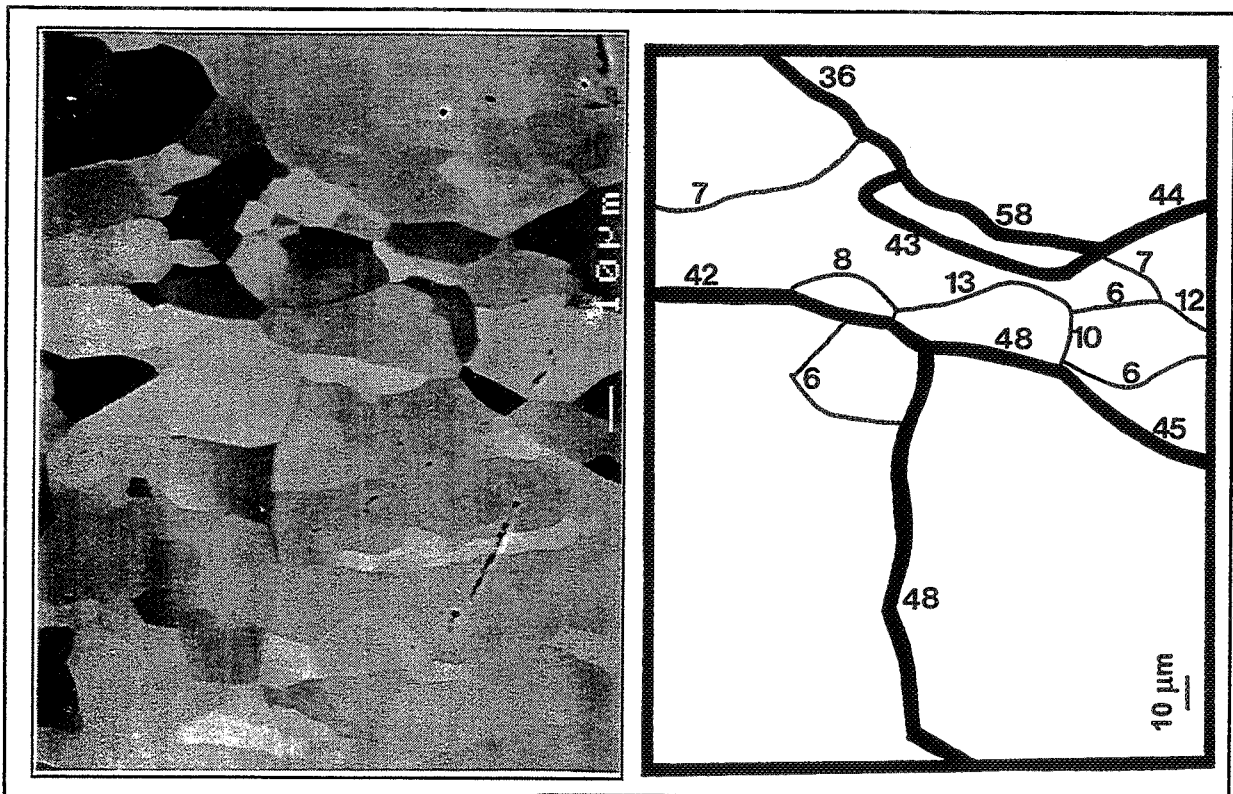


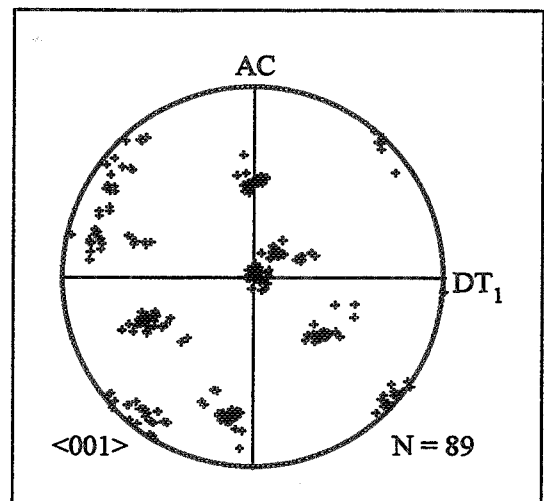
Figure V.30 : Schéma montrant la fragmentation des joints de grains initiaux sous l'effet de rotations cristallographiques importantes des sous-grains.

poly 1199

$\epsilon = 0,3$



$\epsilon = 0,9$



$\epsilon = 1,5$

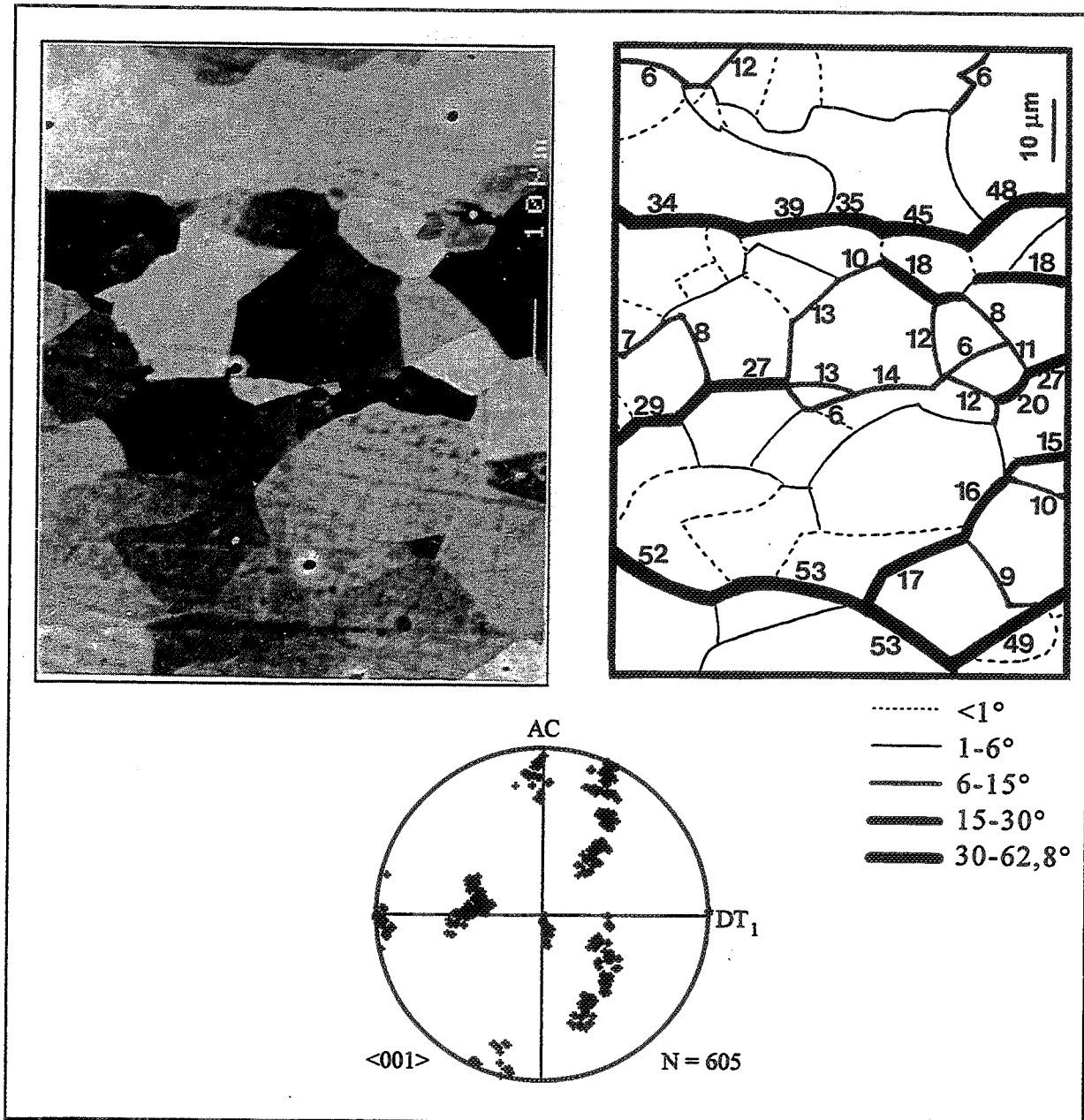
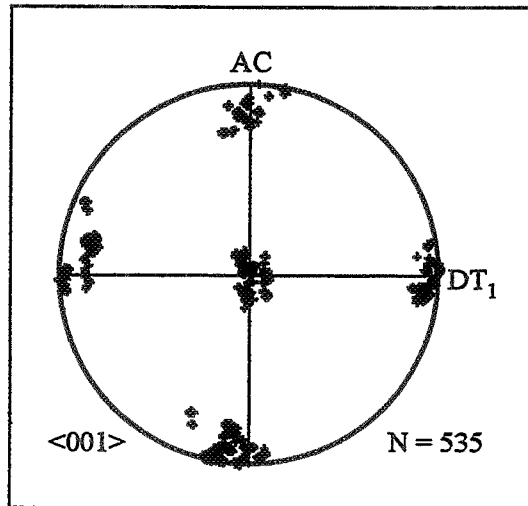


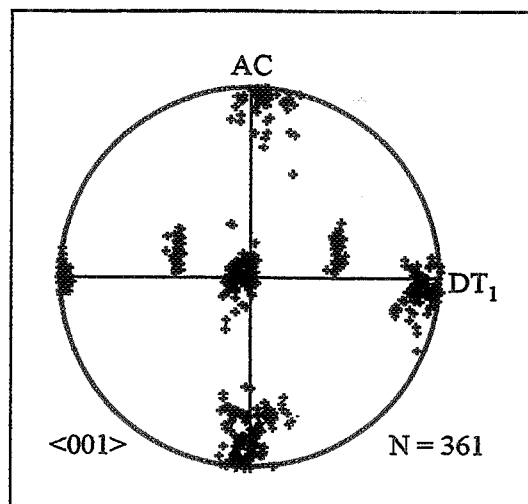
Figure V.28 : Etude par EBSD de trois plages ($\epsilon = 0,3, 0,9$ et $1,5$) dans des éprouvettes polycristallines d'aluminium 1199 comprimées à $0,7 T_f$ et $10^{-2} s^{-1}$ (micrographies, schémas des désorientations, figures de pôles).

poly 1200

$\varepsilon = 0,3$



$\varepsilon = 0,9$



$$\epsilon = 1,5$$

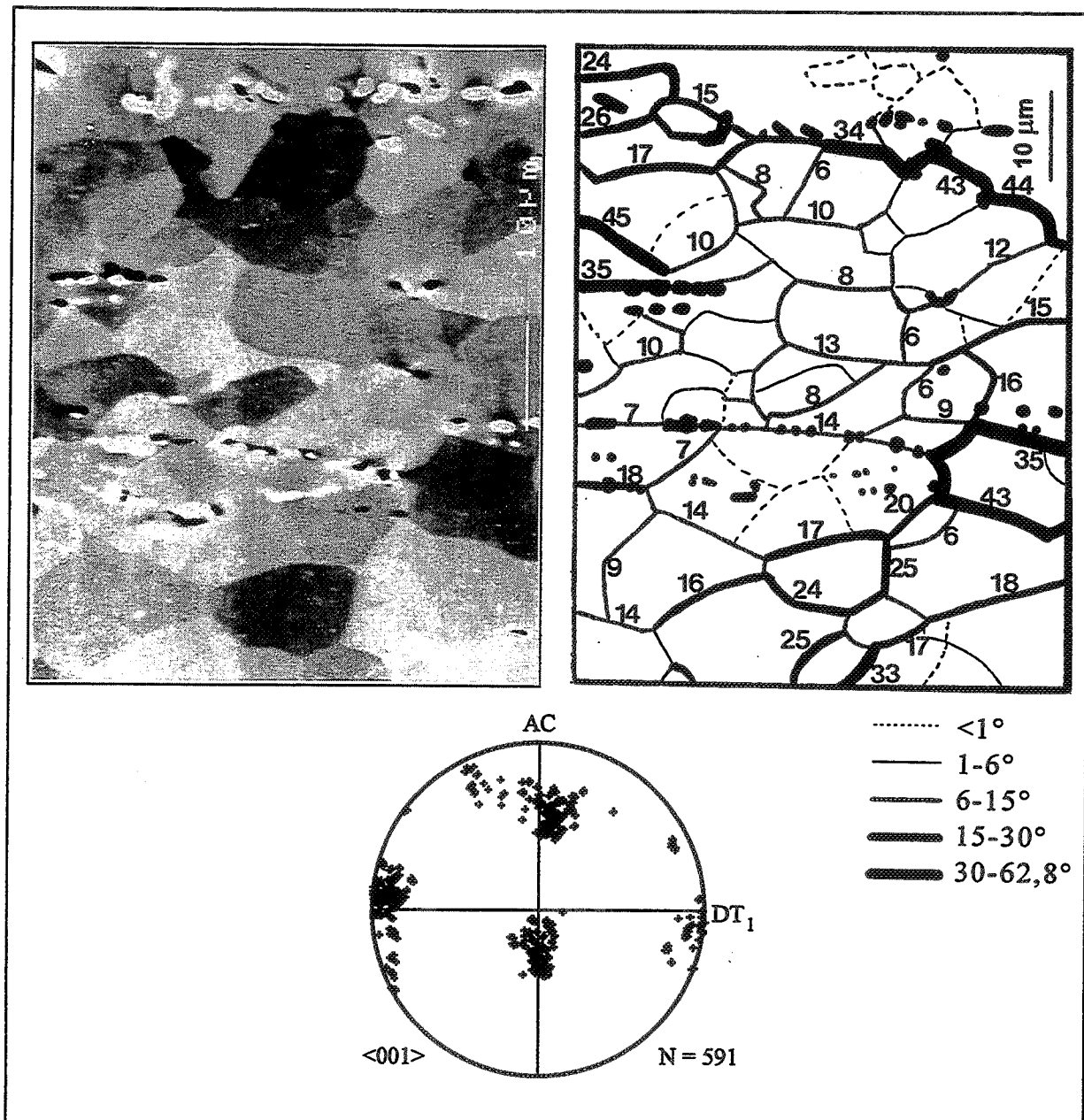


Figure V.29 : Etude par EBSD de trois plages ($\epsilon = 0,3, 0,9$ et $1,5$) dans des éprouvettes polycristallines d'aluminium 1200 comprimées à $0,7 T_f$ et 10^{-2} s^{-1} (micrographies, schémas des désorientations, figures de pôles).

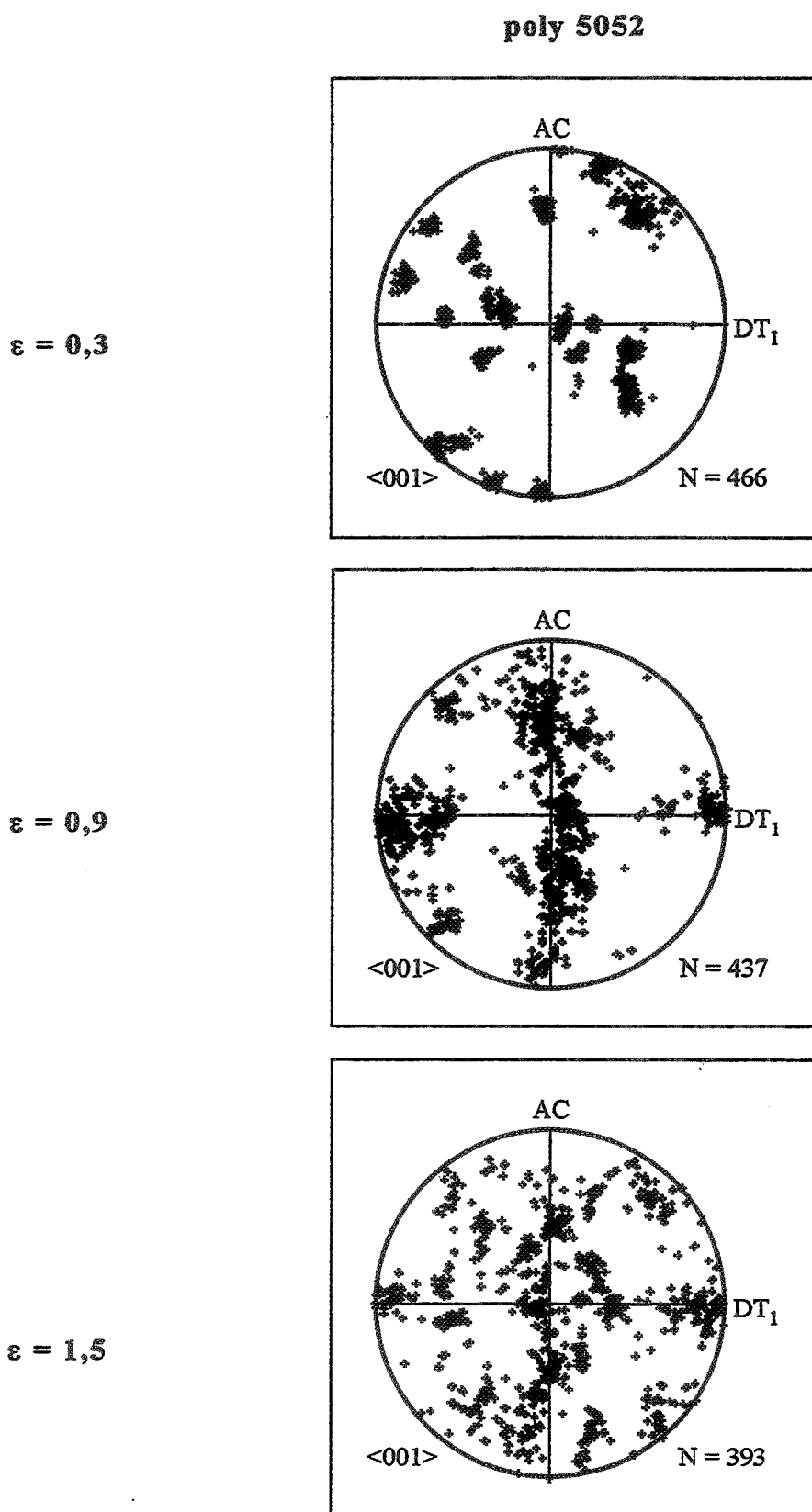


Figure V.31 : Figures de pôles de trois plages ($\epsilon = 0,3, 0,9$ et $1,5$) dans des éprouvettes polycristallines d'aluminium 5052 comprimées à $0,7 T_f$ et $10^{-2} s^{-1}$.

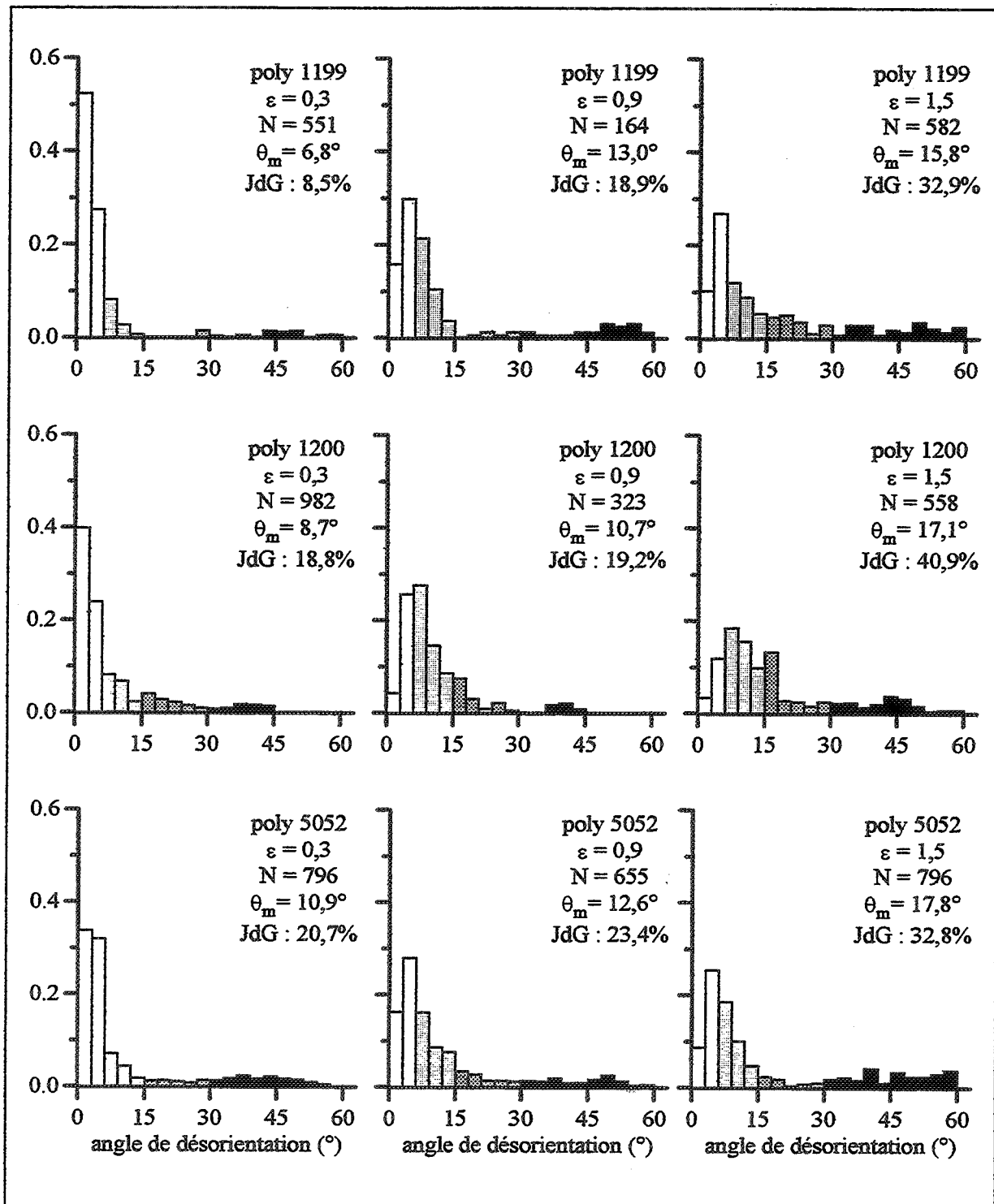


Figure V.32 : Evolution des angles de désorientation avec la déformation dans les trois types d'éprouvettes polycristallines comprimées à $0,7 T_f$ et $10^{-2} s^{-1}$.

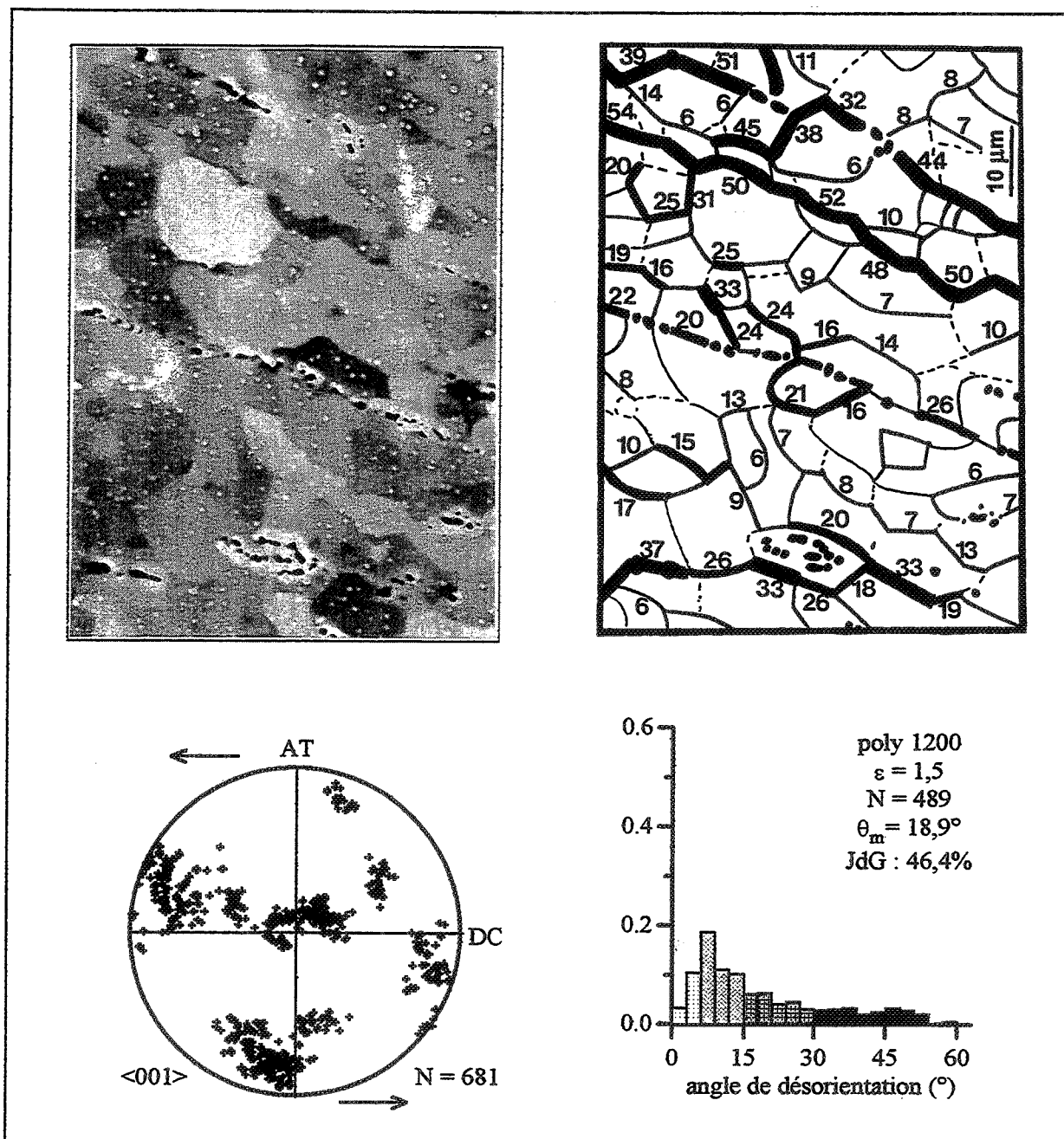


Figure V.33 : Micrographie avec schéma des désorientations, figure de pôles et distribution des désorientations dans une éprouvette d'aluminium 1200 déformée par torsion à $0,7 T_f$, 10^{-2} s^{-1} et $\varepsilon = 1,5$.

autres sous-joints (6 à 15°) augmente jusqu'à $\varepsilon = 0,9$ puis diminue. Les joints représentent une part de plus en plus importante des parois, qui dépasse 30% à $\varepsilon = 1,5$. Cette évolution vers les fortes désorientations résulte donc d'une augmentation progressive des désorientations, des faibles vers les moyennes, puis des moyennes vers les fortes, ce qui est tout à fait conforme à l'évolution attendue dans le cas de la recristallisation dynamique continue (cf. fig. I.14).

La figure V.33 présente les résultats de torsion de l'aluminium 1200. La dispersion des pôles est très importante. De nombreux joints de grains sont visibles sur la carte. Certains, en haut de la plage, forment une chaîne continue et sont associés à de très fortes désorientations (30 à 55°) ; ils correspondent donc probablement aux joints initiaux. L'histogramme est assez semblable à celui obtenu après compression, mais les désorientations sont un peu plus importantes dans le cas de la torsion.

V.2.3 - CONTRIBUTIONS RESPECTIVES DES ANCIENS ET DES NOUVEAUX JOINTS A LA RECRISTALLISATION DYNAMIQUE

V.2.3.1 - Description des calculs

Dans les polycristaux, l'augmentation de la fraction de parois à forte désorientation n'est pas due seulement à la formation de nouveaux joints, mais aussi à l'augmentation de la surface des joints de grains initiaux. Afin d'évaluer plus précisément les effets de la RDC et de la RDG, une estimation de la part des anciens et des nouveaux joints est présentée dans cette section. Les calculs qui suivent ont été effectués sur la base d'un modèle axisymétrique, qui permet d'évaluer les variations de la longueur par unité de surface des différents types de parois (sous-joints, anciens et nouveaux-joints).

Dans un premier temps, une estimation de l'évolution de la longueur des joints de grains initiaux est effectuée en assimilant les grains à des ellipses de *mêmes*

intercepts moyens. Les intercepts moyens D_{DL} et D_{DT} des grains initiaux ayant été mesurés (cf. tableau V.2), on en déduit la longueur des demi-axes des ellipses qui les représentent (cf. fig. V.34):

$$a_0 = \frac{\pi}{4} D_{DL} \tag{V.5a}$$

$$b_0 = \frac{\pi}{4} D_{DT} \tag{V.5b}$$

En compression, la variation de l'épaisseur des grains avec la déformation est donnée par l'équation V.2, qui tient compte à la fois de la convection de la matière et de la migration des parois. En combinant les équations V.2 et V.5, on obtient :

$$a = (a_0 - a_s) \exp(-\epsilon) + a_s \tag{V.2'}$$

avec

$$a_s = \frac{\pi v_M}{2 \dot{\epsilon}}$$

$$(v_M = 0,1 \mu\text{m/s pour } \dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}).$$

L'influence de la migration des parois sur la longueur des grains est moins bien documentée. A la vue des micrographies (fig. V.19), elle semble être très

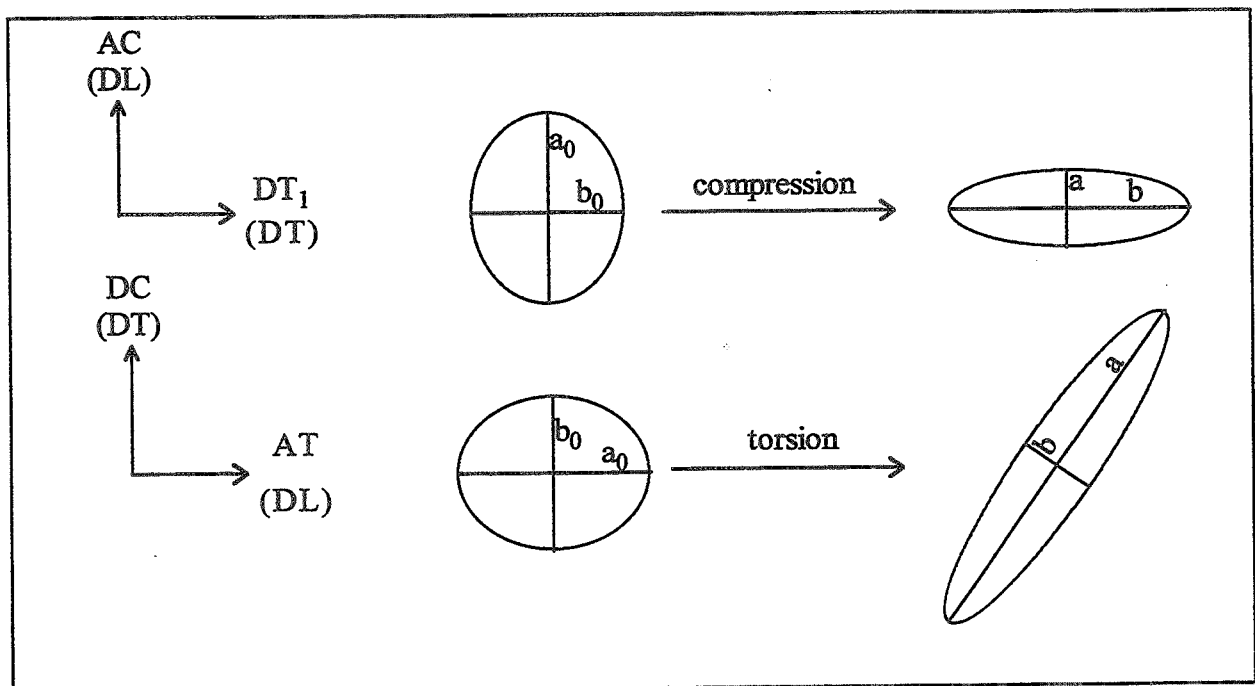


Figure V.34 : Evolution des axes des ellipses après compression ou torsion.

faible : si l'épaisseur des grains varie fortement avec la vitesse de déformation, la longueur semble rester à peu près identique. En conséquence, la variation du second demi-axe est considérée comme purement géométrique :

$$b = b_0 \exp(\varepsilon/2). \quad (\text{V.6})$$

Le cas de la torsion est un peu plus difficile à traiter et la migration des joints n'a pas été prise en compte. L'équation de l'ellipse initiale est $\frac{x^2}{a_0^2} + \frac{y^2}{b_0^2} = 1$.

Après un cisaillement γ qui provoque le changement de coordonnées $X = x$, $Y = y + \gamma x$, cette équation devient :

$$\frac{(a_0^2 \gamma^2 + b_0^2) X^2}{a_0^2 b_0^2} + \frac{Y^2}{b_0^2} - \frac{2\gamma XY}{b_0^2} = 1 \quad (\text{V.7})$$

On peut montrer que la relation V.7 est l'équation d'une ellipse d'axes a et b donnés par :

$$a = \frac{A}{\sqrt{B-C}}, \quad (\text{V.8a})$$

$$b = \frac{A}{\sqrt{B+C}} \quad (\text{V.8b})$$

avec $A = \sqrt{2} a_0 b_0$,

$$B = (\gamma^2 + 1) a_0^2 + b_0^2,$$

et $C = \sqrt{(\gamma^2 + 1) a_0^4 + b_0^4 + 2(\gamma^2 - 1) a_0^2 b_0^2}$.

Connaissant la longueur des axes a et b après compression ou torsion, un programme permet alors de calculer numériquement le périmètre P des ellipses en fonction de ε .

Les joints de grains initiaux ondulent fortement lorsque les sous-grains se forment, ce qui a pour effet d'augmenter leur longueur. Afin d'évaluer l'importance de cet effet, des mesures ont été effectuées sur l'aluminium 1199. La figure V.35 indique l'évolution du rapport k entre la longueur réelle des joints initiaux et la longueur d'un joint fictif dépourvu d'ondulations. La relation :

$$k = 1 + 0,25[1 - \exp(-4\varepsilon)] \quad (\text{V.9})$$

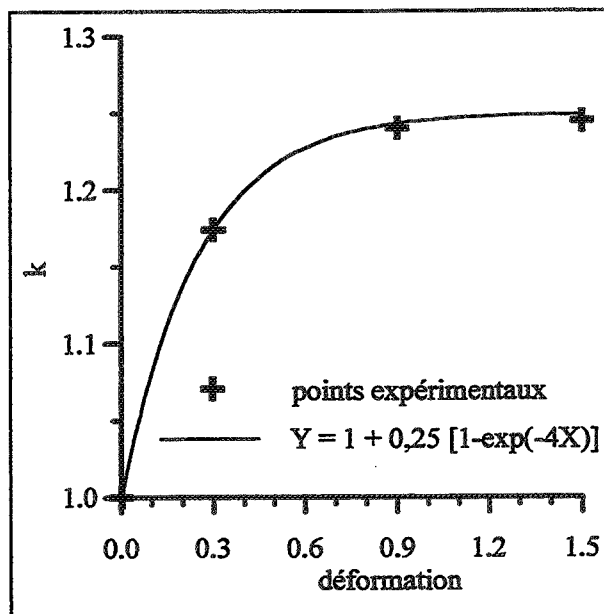


Figure V.35 : Estimation du rapport k entre la longueur réelle des joints initiaux et la longueur de joints fictifs sans ondulations dans l'aluminium 1199 déformé par compression à $0,7 T_f$ et $10^{-2} s^{-1}$.

permet de décrire assez fidèlement les résultats expérimentaux. Bien que les ondulations soient supposées augmenter lorsque la pureté du matériau diminue (cf. I.1.3), en l'absence de mesures complémentaires la relation V.9 a également été utilisée pour les nuances d'aluminium 1200 et 5052.

La longueur L d'anciens joints par unité de surface peut alors être évaluée par la relation suivante :

$$L = \frac{kP}{2\pi ab} \quad (V.10)$$

A partir des intercepts moyens des (sous-)grains (fig. V.18), il est possible de calculer la longueur totale des parois, en assimilant toujours les cristaux à des ellipses. Les histogrammes présentés plus haut (fig. V.32) indiquent le pourcentage de parois à fortes désorientations, ce qui permet de déduire de la longueur totale la longueur cumulée des anciens et des nouveaux joints. Par soustraction, on obtient alors la longueur des nouveaux joints.

V.2.3.2 - Cinétique de la recristallisation dynamique géométrique

La figure V.36 montre l'évolution de la longueur des joints de grains initiaux. La taille des grains initiaux étant sensiblement identique dans l'aluminium 1199 et l'aluminium 1200 (200-220 μm , cf. tableau V.1), la longueur des anciens joints par unité de surface reste sensiblement identique dans ces deux nuances. L'alliage 5052 contenant des grains beaucoup plus fins ($\approx 75 \mu\text{m}$), la longueur des anciens joints est environ trois fois plus importante (fig. V.36a). Lorsque cette longueur est rapportée à la longueur totale des parois (fig. V.36b), l'aluminium 1199 se distingue par son fort pourcentage en joints initiaux : 17,5% à $\varepsilon = 1,5$ contre seulement 7 à 8% pour les deux autres nuances.

L'évolution est sensiblement identique dans les éprouvettes de la nuance 1200, qu'elles soient déformées en compression ou en torsion. Cependant, la longueur des joints étant surestimée pour la torsion (migration non prise en compte), l'évolution est en réalité un peu moins rapide dans le second cas. Sur la base de la longueur de joints initiaux calculée avec et sans migration dans le cas de la compression, on peut estimer que la longueur réelle de joints dans les éprouvettes de torsion est inférieure d'environ 10%.

Par comparaison de l'épaisseur h des grains (fig. V.37) et de la taille des (sous-)grains D (tableau V.2 et fig. V.18), on remarque que le rapport h/D vaut environ 5 pour l'aluminium 1199 et 10 pour les nuances 1200 et 5052. La RDG est donc un peu plus avancée dans l'aluminium pur mais on est encore très loin d'un rapport 2 pour lequel la fragmentation des grains initiaux se produit. Les taux de déformation que l'on peut atteindre par compression ne sont donc pas assez importants pour permettre le développement d'une microstructure recristallisée par RDG.

V.2.3.3 - Cinétique de la recristallisation dynamique continue

L'évolution des nouveaux joints de grains est observable sur la figure V.38. Les graphes a et b sont relatifs aux mono et polycristaux d'aluminium

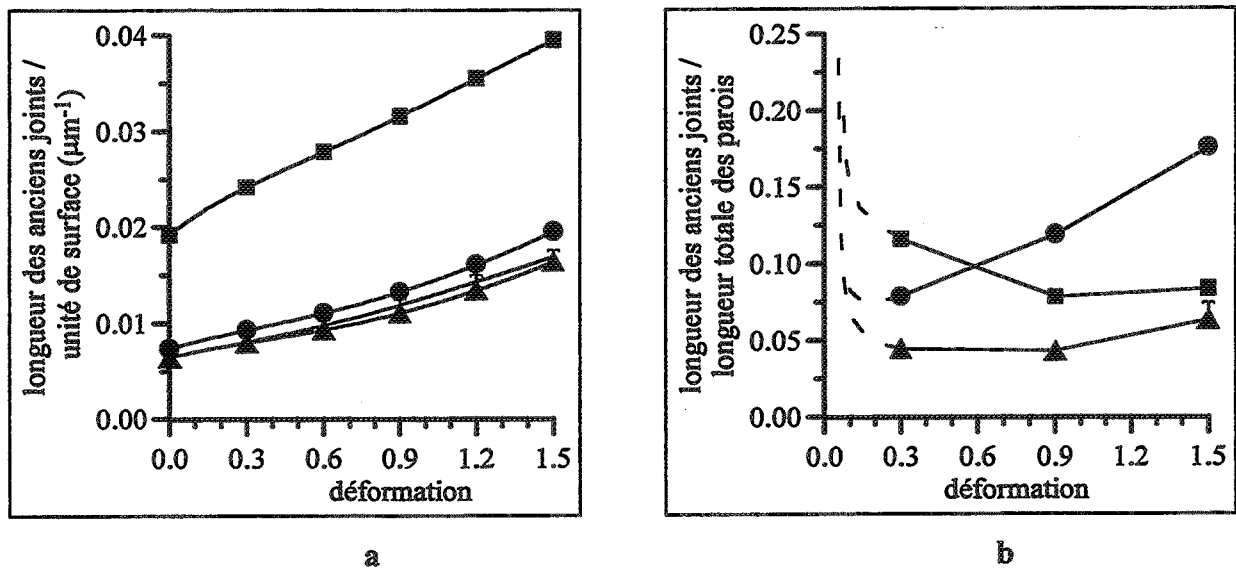


Figure V.36 : Evolution de la longueur des joints de grains initiaux rapportée à l'unité de surface (a) et à la longueur totale des parois (b) dans des éprouvettes d'aluminium 1199 (●), 1200 (▲) et 5052 (■) déformées par compression et d'aluminium 1200 déformées par torsion (T), $T = 0,7 T_f$, $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$

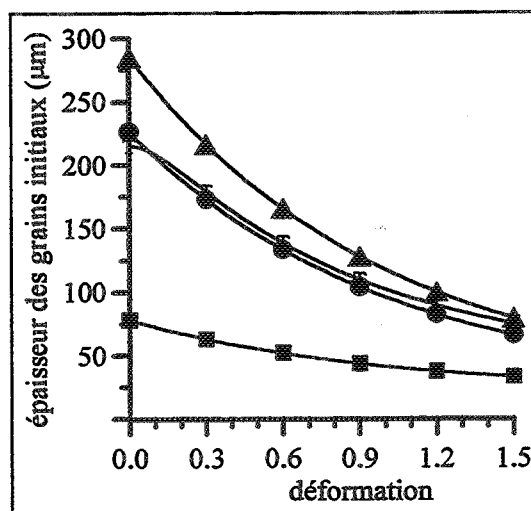


Figure V.37 : Evolution de l'épaisseur des grains initiaux, légende cf. fig. V.36.

1199. Pour les monocristaux $\langle 111 \rangle$, deux points ont été reportés à $\varepsilon = 0,9$: le carré inférieur correspond à la longueur des nouveaux joints en excluant les frontières des bandes de déformation. Le monocristal $\langle 001 \rangle$ et le polycristal se comportent de manière assez semblable : à $\varepsilon = 1,5$ la fraction de nouveaux joints atteint respectivement 18 et 15%. Les deux autres orientations ne permettent pas de former autant de nouveaux joints, sauf lorsque des bandes de déformation apparaissent dans les monocristaux $\langle 111 \rangle$.

Lorsque l'on compare les polycristaux entre eux (graphes c et d), l'aluminium 1199 se distingue par la faible longueur de joints créés. Il est à noter que les longueurs d'anciens et de nouveaux joints sont à peu près identiques : ils représentent respectivement 17,5 et 15% des parois. Avec 35% (compression) et 39% (torsion) de nouveaux joints, l'aluminium 1200 est la nuance pour laquelle la RDC semble se développer le plus rapidement. Dans l'alliage 5052, ce pourcentage est un peu plus faible : 24%. Pour ces deux nuances, la plupart des joints présents ont été formés par RDC, les anciens joints ne représentant que 7 à 8% des parois.

Le fait que la RDC soit moins rapide dans les nuances 1199 et 5052 par rapport à l'aluminium 1200 peut s'expliquer par une restauration très efficace dans l'aluminium pur, qui élimine un grand nombre de dislocations et limite l'augmentation de la désorientation des sous-joints ; à l'opposé, la restauration dans l'alliage 5052 est plus difficile car les atomes de solutés et les précipités interagissent avec les dislocations, ce qui se traduit par une formation des sous-grains beaucoup plus lente.

La comparaison des résultats après torsion et compression ne permet pas de conforter l'hypothèse selon laquelle la RDC serait plus rapide dans le cas de la compression (cf. II.1). Les résultats indiquent même une tendance inverse. Compte-tenu de la faible surface des plages étudiées, il serait nécessaire de confirmer ces résultats par des mesures complémentaires. Il n'est en effet pas impossible que la plage de l'échantillon de torsion se situe dans une zone où les joints initiaux sont particulièrement concentrés, le surplus d'anciens joints étant alors erronément considéré comme de nouveaux joints.

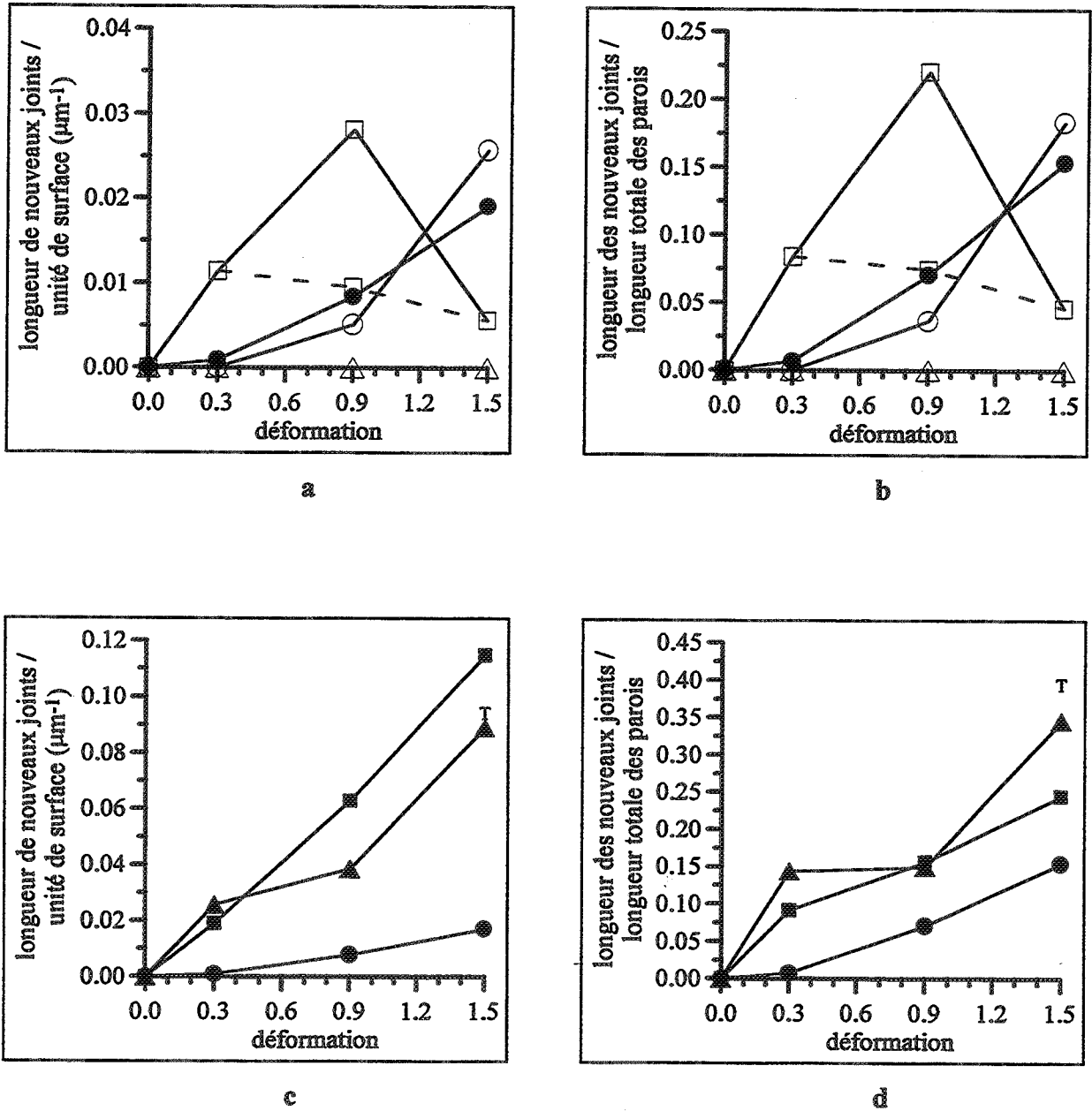


Figure V.38 : Evolution de la longueur des nouveaux joints rapportée à l'unité de surface (à gauche) et à la longueur totale des parois (à droite) dans les monocristaux $\langle 001 \rangle$ (○), $\langle 011 \rangle$ (△) et $\langle 111 \rangle$ (□) et les polycristaux d'aluminium 1199 (a,b), ainsi que dans les polycristaux des nuances 1199 (●), 1200 (▲, T) et 5052 (■) (c,d), $T = 0,7 T_f$, $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.

Cette hypothèse est en partie étayée par des mesures directes de la longueur des joints par unité de surface à partir des schémas obtenus par EBSD. Dans le cas de l'aluminium 1199, où il est possible de distinguer les anciens joints des nouveaux, les longueurs de joints initiaux mesurées et calculées sont sensiblement identiques (respectivement $0,022$ et $0,020 \mu\text{m}^{-1}$). Cela indique que le calcul permet de retrouver avec une bonne approximation la longueur des anciens joints. En revanche, en mesurant directement la longueur des joints qui semblent correspondre aux joints initiaux dans l'éprouvette de torsion (i.e. les trois chaînes situées en haut de la plage (fig. V.33) et associées à des désorientations supérieures à 30°), on obtient une longueur par unité de surface de plus de $0,03 \mu\text{m}^{-1}$ alors que le calcul prévoit seulement $0,017 \mu\text{m}^{-1}$.

Le tableau ci-dessous (tableau V.3) présente un récapitulatif de l'ensemble des résultats obtenus dans cette section.

	cinétique de la RDG		cinétique de la RDC
	E/D	% anciens joints	% nouveaux joints
Mono <001>	-	-	18
Mono <011>	-	-	0
Mono <111>	-	-	5
Poly 1199	5	17	15
Poly 1200 compression	12	7	35
torsion	11	7	39
Poly 5052	10	8	24

Tableau V.3 : Avancement de la recristallisation dynamique géométrique et de la recristallisation dynamique continue dans les différentes éprouvettes déformées de $\varepsilon = 1,5$ à $T = 0,7 T_f$ et $\dot{\varepsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ (E : épaisseur des grains initiaux, D : taille des (sous-)grains).

CHAPITRE VI

MODELISATION DE LA RECRISTALLISATION DYNAMIQUE CONTINUE

Le modèle proposé dans ce chapitre permet de combiner les mécanismes élémentaires de la recristallisation continue tels que l'on peut les imaginer à partir des données expérimentales :

- formation de sous-joints à très faible désorientation,
- croissance de la désorientation par absorption de dislocations,
- transformation en joints lorsque l'angle critique $\theta_c \approx 15^\circ$ est atteint,
- migration lente des parois (de l'ordre de 0,1 à 1 $\mu\text{m/s}$).

Il a pour objectif de simuler l'évolution de la microstructure (taille et désorientation des cristaux, densité de dislocations) en prenant comme valeurs numériques des différents paramètres (paramètres d'écroutissage et de restauration dynamique, vitesse de migration, taille de grain initiale) les valeurs mesurées expérimentalement.

Il permet donc de vérifier si ces mécanismes élémentaires permettent effectivement de reproduire, au moins qualitativement, les principaux changements microstructuraux caractéristiques de la recristallisation dynamique continue.



VI.1 - PRESENTATION DU MODELE

VI.1.1 - DEFINITION DES DIFFERENTS PARAMETRES MICROSTRUCTURAUX

La structure considérée est un ensemble de parois constitué de sous-joints et de joints. Les dislocations sont classées en deux catégories : les dislocations libres à l'intérieur des cristaux et les dislocations organisées en sous-joints (fig. VI.1). L'évolution de cette structure avec la déformation ϵ est caractérisée par les paramètres suivants :

- la densité de dislocations à l'intérieur des cristaux $\rho_i(\epsilon)$

- la surface totale de parois par unité de volume $S(\epsilon)$.

S est reliée à l'intercept moyen des cristaux D (mesuré dans toutes les directions de l'espace) par la relation classique [122] :

$$S = 2/D. \quad (\text{VI.1})$$

- la distribution des angles de désorientation θ des sous-joints définie par la fonction $\varphi(\theta, \epsilon)$:

$$\varphi(\theta, \epsilon) \delta\theta = \delta S(\theta, \epsilon)/S(\epsilon), \quad (\text{VI.2})$$

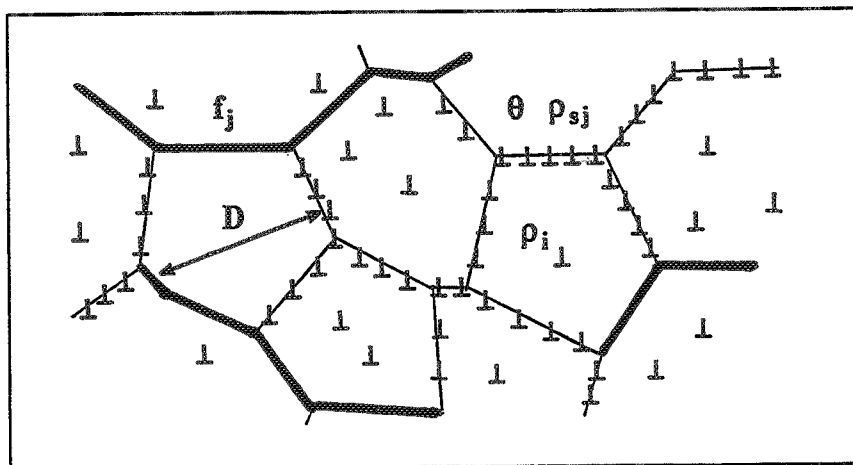


Figure VI.1 : Présentation des différents éléments microstructuraux pris en compte dans le modèle.

ou $\delta S(\theta, \varepsilon)$ désigne la surface par unité de volume de sous-joints dont l'angle est compris entre θ et $\theta + \delta\theta$. Les dislocations contenues dans ces sous-joints sont associées à la densité ρ_{sj} . En utilisant la relation I.6, on trouve :

$$\rho_{sj} = \frac{2}{b} S \int_{\theta_0}^{\theta_c} \varphi(\theta, \varepsilon) \theta d\theta, \quad (\text{VI.3a})$$

avec $\theta_0 \approx 1^\circ$: angle à partir duquel des sous-joints sont pris en compte,

$\theta_c \approx 15^\circ$: angle de transformation des sous-joints en joints.

La relation VI.3a peut également s'écrire :

$$\rho_{sj} = \frac{2}{b} S_{sj} \bar{\theta} \quad (\text{VI.3b})$$

avec S_{sj} : surface des sous-joints par unité de volume,

$\bar{\theta}$: angle de désorientation moyen des sous-joints.

- la fraction surfacique de joints $f_j(\varepsilon)$:

$$f_j(\varepsilon) = S_j(\varepsilon) / S(\varepsilon),$$

où S_j désigne la surface de joints par unité de volume. Ce paramètre est en fait redondant puisqu'il se déduit de la fonction φ : la somme des fractions surfaciques de sous-joints et de joints étant égale à l'unité,

$$f_j = 1 - \int_{\theta_0}^{\theta_c} \varphi(\theta, \varepsilon) d\theta. \quad (\text{VI.4})$$

Il est à noter que la population des joints est seulement caractérisée par sa fraction surfacique, la distribution de leurs angles de désorientation θ n'est pas prise en compte.

VI.1.2 - EVOLUTION DE LA MICROSTRUCTURE AVEC LA DEFORMATION

Les paramètres microstructuraux évoluent de la manière suivante. La densité de dislocation ρ_i obéit à la loi de Laasraoui-Jonas (cf. éq. I.22 et III.1.4) :

$$d\rho_i = d\rho_i^+ - d\rho_i^-, \quad (\text{VI.5a})$$

avec $d\rho_i^+ = h \, d\varepsilon$ (VI.5b)

et $d\rho_i^- = r \, \rho_i \, d\varepsilon$. (VI.5c)

Après intégration, on obtient :

$$\rho_i = \rho_i^s - (\rho_i^s - \rho_i^0) \exp(-r\varepsilon), \quad (\text{VI.6})$$

avec ρ_i^0 : densité de dislocations dans le matériau recuit

et $\rho_i^s = h/r$: densité de dislocations au régime stationnaire.

Les dislocations qui disparaissent de l'intérieur des cristaux sont supposées, soit former de nouveaux sous-joints, soit être absorbées dans les parois existante. Les annihilations de dislocations individuelles n'apparaissant pas devoir jouer un rôle important, elles ont été négligées en première approximation, mais pourraient être introduites ultérieurement dans le modèle. La répartition de la densité $d\rho_i^-$ s'effectue comme l'indique la figure VI.2. Une fraction α forme de nouveaux sous-joints, les dislocations restantes étant absorbées dans les parois. La fraction qui disparaît dans les joints est égale à la

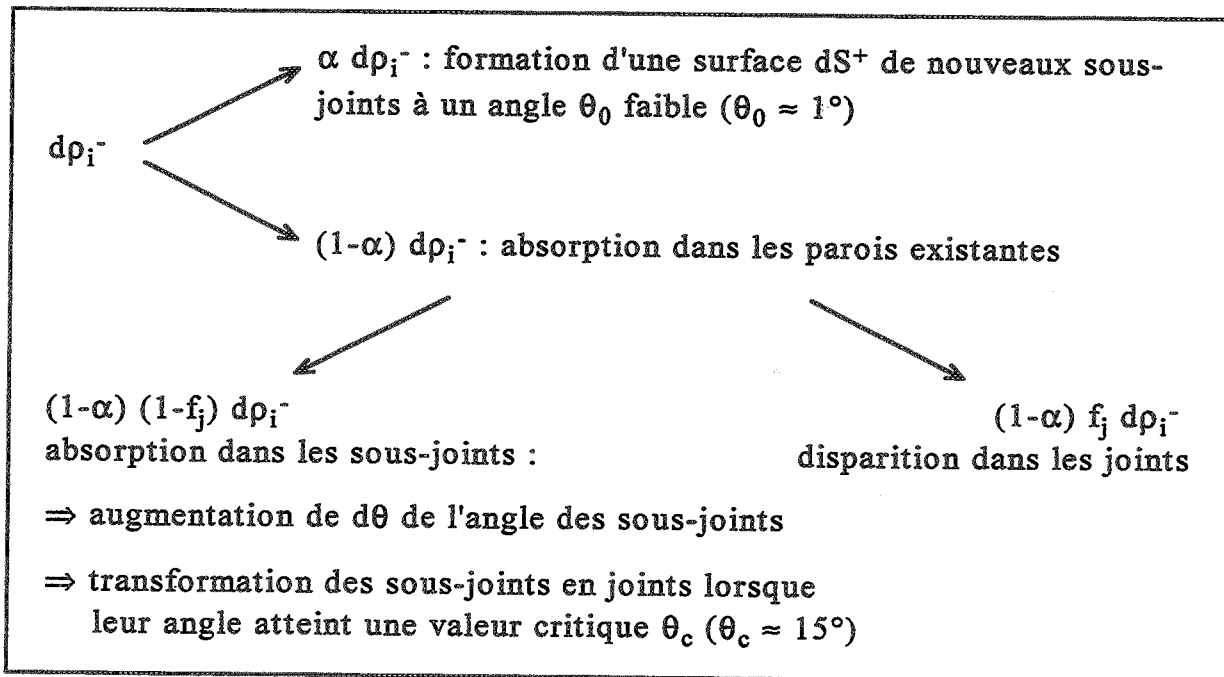


Figure VI.2 : Schéma de répartition des dislocations qui disparaissent de l'intérieur des cristaux.

fraction surfacique de ces derniers. Les autres contribuent à l'augmentation de la désorientation des sous-joints. Le coefficient α a été choisi comme une fonction sigmoïdale de la taille des cristaux D :

$$\alpha = 1 - \exp[-(D/D_0)^n]. \quad (\text{VI.7})$$

(D_0 et n sont des constantes ajustables)

En effet, si les cristaux sont très gros, les dislocations vont principalement se regrouper pour former de nouveaux sous-joints et seul un petit nombre d'entre elles vont être absorbées dans les parois existantes. Inversement, si les cristaux sont très fins, leurs parois vont absorber un très grand nombre de dislocations et peu de nouveaux sous-joints vont apparaître.

En utilisant les équations VI.3b et VI.5c, il est possible de calculer les incréments de désorientation des sous-joints et de surface totale des parois lorsque la déformation augmente de $d\varepsilon$:

$$d\theta = \frac{1}{2} \frac{b}{S(1-f_j)} (1-\alpha)(1-f_j) d\rho_i^-$$

soit
$$d\theta = \frac{b}{2S} (1-\alpha) r \rho_i d\varepsilon, \quad (\text{VI.8})$$

et
$$dS^+ = \frac{b}{2\theta_0} \alpha r \rho_i d\varepsilon. \quad (\text{VI.9})$$

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 (cf. V.1.2.3), contrairement aux sous-joints considérés fixes par souci de simplification. Au cours de leur migration, les joints absorbent toutes les parois présentes dans le volume balayé dV :

$$dV = f_j S v_j d\varepsilon / \dot{\varepsilon}, \quad (\text{VI.10})$$

d'où
$$dS^- = f_j S^2 v_j d\varepsilon / \dot{\varepsilon}. \quad (\text{VI.11})$$

(v_j : vitesse de migration des joints)

La décroissance de la densité de dislocations libres ρ_i due à la migration des joints a été négligée dans la version actuelle du modèle, ce qui permet la résolution analytique partielle des équations.

VI.2 - RESOLUTION ANALYTIQUE PARTIELLE

La densité de dislocations à l'intérieur des sous-grains ρ_i étant connue (éq. VI.6), seules la surface de paroi S et la fonction $\varphi(\theta, \varepsilon)$ restent à déterminer.

VI.2.1 - EN REGIME TRANSITOIRE

On cherche tout d'abord à déterminer la forme de la fonction $\varphi(\theta, \varepsilon)$ pour $\theta = \theta_0$. Par définition, $\varphi(\theta_0, \varepsilon) \delta\theta = \delta S(\theta_0, \varepsilon) / S(\varepsilon)$ (éq. VI.2). L'élément de surface $\delta S(\theta_0, \varepsilon)$, qui regroupe les sous-joints dont l'angle est compris entre θ_0 et $\theta_0 + \delta\theta$, correspond à la surface de sous-joints formée pendant l'incrément de

déformation $\delta\varepsilon = \frac{2S}{b(1-\alpha)r\rho_i} \delta\theta$ (cf. éq. VI.8), soit $\delta S(\theta_0, \varepsilon) = \frac{\alpha}{(1-\alpha)\theta_0} S \delta\theta$

(éq. VI.9). Par conséquent :

$$\varphi(\theta_0, \varepsilon) = \frac{\alpha}{(1-\alpha)\theta_0}. \quad (\text{VI.12})$$

Ainsi, $\varphi(\theta_0, \varepsilon)$ dépend uniquement du coefficient de répartition des dislocations α (lui-même fonction de D , et donc de ε) et de l'angle θ_0 auquel les sous-joints se forment.

On recherche maintenant une relation entre $\varphi(\theta, \varepsilon)$ et $\varphi(\theta, \varepsilon + d\varepsilon)$. La figure VI.3 montre l'évolution des parois d'angle compris entre θ et $\theta + \delta\theta$ pendant un incrément de déformation $d\varepsilon$. L'angle de ces parois augmente de $d\theta$ (éq. VI.8) et leur surface diminue de $\delta S(\theta, \varepsilon) dV$ car une partie est absorbée lors de la migration des joints. Par conséquent,

$$\varphi(\theta + d\theta, \varepsilon + d\varepsilon) \delta\theta = \delta S(\theta, \varepsilon) [1 - dV] / S(\varepsilon + d\varepsilon).$$

On obtient alors une relation permettant de calculer la distribution des angles à $\varepsilon + d\varepsilon$ lorsque cette distribution est connue à ε :

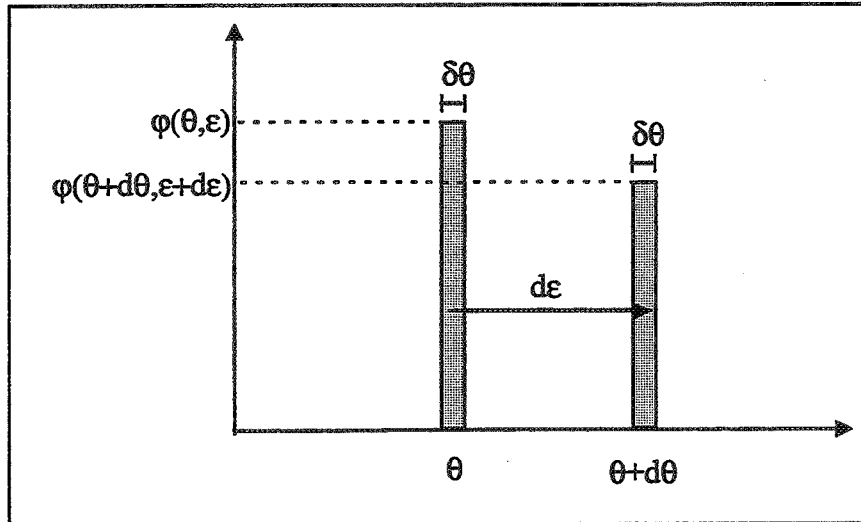


Figure VI.3 : Evolution de la fonction de distribution $\varphi(\theta, \epsilon)$ pendant un incrément de déformation $d\epsilon$.

$$\varphi(\theta + d\theta, \epsilon + d\epsilon) = \frac{S(\epsilon)[1 - dV]}{S(\epsilon + d\epsilon)} \varphi(\theta, \epsilon) \quad (\text{VI.13})$$

où $d\theta$ et $d\epsilon$ sont liés par l'équation VI.8.

VI.2.2 - EN REGIME STATIONNAIRE

La surface totale de paroi étant constante, $dS^+ = dS^-$. Par conséquent, en combinant les équations VI.9 et VI.11, on obtient la relation suivante :

$$f_j^s = \frac{bh\dot{\epsilon}\alpha^s}{2\theta_0 v_j S^{s^2}} \quad (\text{VI.14})$$

(l'exposant s est relatif à la valeur des paramètres au régime stationnaire)

En régime stationnaire, l'équation VI.13 s'écrit $\varphi_s(\theta + d\theta) = [1 - dV] \varphi_s(\theta)$. En utilisant les relations VI.8, VI.10, VI.12 et VI.14, elle se met sous la forme :

$$\frac{d\varphi_s}{\varphi_s} = -\varphi_s(\theta_0) d\theta, \quad (\text{VI.15})$$

ce qui donne après intégration :

$$\varphi_s(\theta) = \varphi_s(\theta_0) \exp[-\varphi_s(\theta_0)(\theta - \theta_0)] \quad (VI.16)$$

avec

$$\varphi_s(\theta_0) = \frac{\alpha^s}{(1 - \alpha^s)\theta_0}$$

L'équation VI.14 fait seulement intervenir la taille de la structure S^s . En effet, la fraction de sous-joints f_j^s se déduit de $\varphi(\theta)$ grâce à la relation VI.4 :

$$f_j^s = \exp[-\varphi_s(\theta_0)(\theta_c - \theta_0)], \quad (VI.17)$$

et $\varphi_s(\theta_0)$ est une fonction de α^s , qui lui-même est une fonction de S^s (cf. éqs. VI.1 et VI.7). La forme de la fonction α^s choisie rend cependant difficile la résolution analytique directe de cette équation.

La relation VI.16 indique que, quelle que soit la valeur de α^s , φ est une fonction exponentielle décroissante de θ ; et, lorsque α^s tend vers zéro, φ tend vers une fonction uniforme proche de zéro (fig. VI.4a). La fraction surfacique des joints décroît lorsque α^s croît (éq. VI.17) ; et, lorsque α^s est proche de zéro, quasiment toutes les parois sont des joints (fig. VI.4b). Cela implique

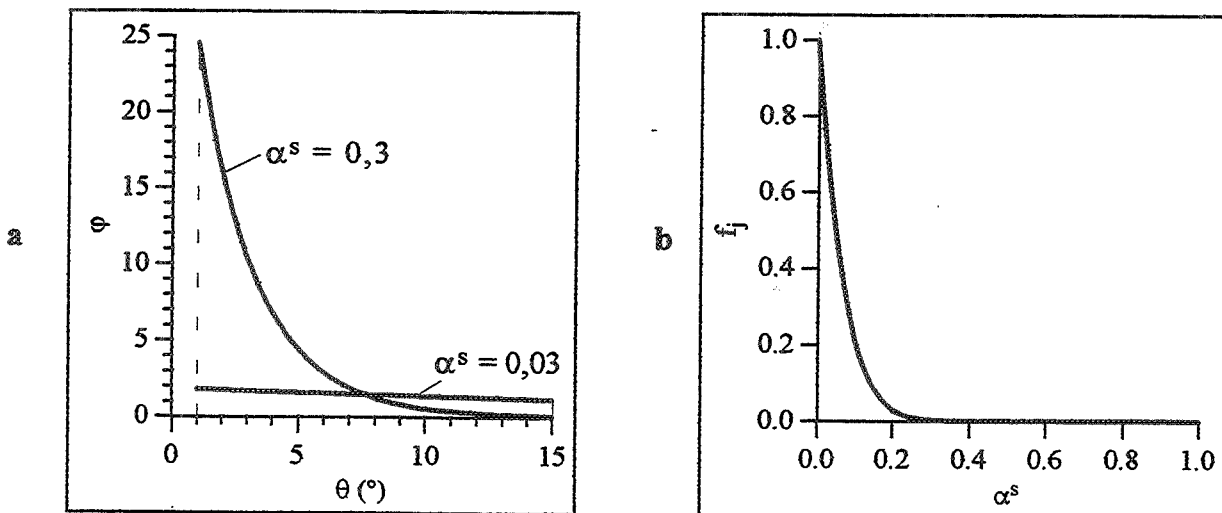


Figure VI.4 : a) Représentation de la fonction $\varphi(\theta)$ pour deux valeurs du coefficient α^s . b) Représentation de la fraction surfacique de joints f_j en fonction de α^s .

qu'une structure à grains très fins (α^s faible) présentera également de très fortes désorientations, et inversement, une structure à gros grains (α^s élevé) sera principalement composée de sous-joints à très faibles désorientations.

VI.3 - RESULTATS NUMERIQUES

VI.3.1 - CHOIX DES PARAMETRES

La structure initiale est composée exclusivement de joints de grains. Pour simuler le comportement d'éprouvettes monocristallines, on assimile la taille de grain initiale D_i à la taille de l'éprouvette. A l'instant initial, la structure est donc définie par $S = 2/D_i$ et $\varphi(\theta, 0) = 0$. L'ensemble des équations présentées en VI.1 permettent alors de réactualiser la valeur de ces paramètres à chaque incrément de déformation.

Les constantes qui interviennent dans l'expression du coefficient de répartition des dislocations α ont été ajustées de manière à obtenir une taille de cristaux en régime stationnaire proche de celle mesurée expérimentalement. Les valeurs retenues sont $D_0 = 30 \mu\text{m}$ et $n = 2$ (fig. VI.5).

Les valeurs des paramètres d'écroissage h et de restauration dynamique r utilisées sont celles qui ont été mesurées à partir des courbes contrainte-déformation (tableau III.1 et éqs. III.2a-c).

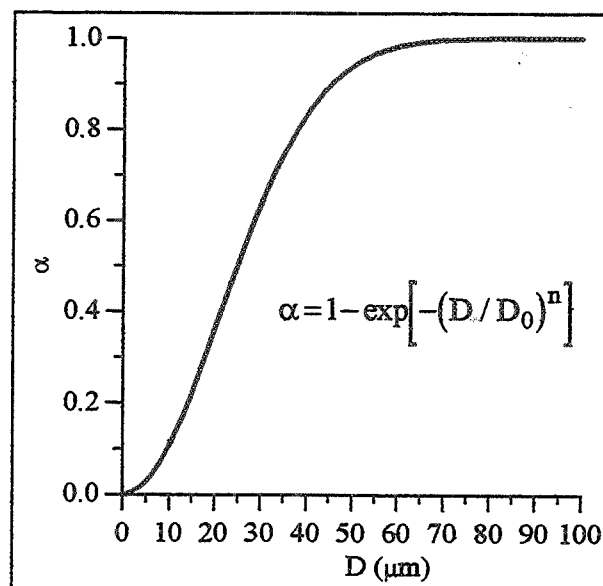


Figure VI.5 : Variation du coefficient de répartition α en fonction de la taille des cristaux pour $D_0 = 30 \mu\text{m}$ et $n = 2$.

La vitesse de migration des joints v_j a également été évaluée expérimentalement (en V.1.2.3.1). Dans les matériaux à forte énergie de défaut d'empilement, on peut estimer, qu'à $0,7 T_f$, v_j est de l'ordre de $0,1 \mu\text{m/s}$ pour $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ et $1 \mu\text{m/s}$ pour $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ (cf. V.1.2.3.1).

VI.3.2 - INFLUENCE DES DIFFERENTS PARAMETRES

Les résultats numériques ont été obtenus en programmant l'ensemble des équations en Fortran. Une série de tests a été effectuée en prenant comme référence l'aluminium 1200 déformé à $0,7 T_f$ et 10^{-2} s^{-1} (ligne 1 du tableau VI.1). La température et la vitesse de déformation sont prises en compte par l'intermédiaire des paramètres d'écrouissage et de restauration dynamique h et r et de la vitesse de migration v_j . La ligne 4 du tableau VI.1 donne la valeur de ces paramètres pour $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$. Les tests 2 et 3 visent à séparer l'influence des paramètres h et r d'une part, et de la vitesse de migration d'autre part. La taille de grain initiale D_i n'intervient pas au régime stationnaire. Elle est en revanche susceptible de modifier le régime transitoire. Les tests 5 et 6 permettront de le vérifier.

	$h \text{ (m}^{-2}\text{)}$	r	$v_j \text{ (}\mu\text{m/s)}$	$D_i \text{ (}\mu\text{m)}$
1	$1,1 \times 10^{14}$	15,0	0,1	200
2	$2,4 \times 10^{14}$	9,6	0,1	200
3	$1,1 \times 10^{14}$	15,0	1	200
4	$2,4 \times 10^{14}$	9,6	1	200
5	$1,1 \times 10^{14}$	15,0	0,1	2000
6	$1,1 \times 10^{14}$	15,0	0,1	20

Tableau VI.1 : Valeurs numériques des paramètres utilisées pour les différents tests. Les nombres en gras indiquent les valeurs de référence.

La figure VI.6 montre l'évolution de la taille des cristaux pour les six tests réalisés. Il est à noter que les courbes correspondant aux paramètres h et r du test de référence présentent des oscillations qui s'estompent progressivement. Un accroissement rapide de la taille des cristaux se produit en effet lorsque les premiers sous-joints se transforment en joints, ce qui s'explique par une forte augmentation du volume balayé au cours de la migration des joints. Rappelons que, par souci de simplification, seuls les joints sont supposés mobiles. Il est probable que ces oscillations s'atténueraient si l'on supposait que les sous-joints migrent également, même s'ils le font à des vitesses plus faibles.

Lorsque la vitesse de déformation augmente, le nombre de dislocations créées s'accroît car le paramètre d'écroutissage h est plus élevé. En conséquence, la taille des cristaux diminue fortement (test 2). Dans le même temps, la migration des joints plus rapide élimine un plus grand nombre de parois, ce qui provoque une augmentation de la taille des cristaux (test 3). Lorsque ces deux effets se conjuguent (test 4), le premier l'emporte sur le second et globalement la taille des cristaux diminue d'un facteur 1,7. A $\varepsilon = 10$, on atteint en effet une taille de $9,6 \mu\text{m}$ à 10^{-2} s^{-1} (test 1) contre $5,8 \mu\text{m}$ à 1 s^{-1} (test 4). La contrainte mesurée lors des essais de compression étant multipliée par un facteur 1,9 (respectivement 21 MPa et 39,5 MPa, cf. fig. III.4), il semblerait que la diminution de la taille des cristaux soit un peu plus faible qu'escompté. En

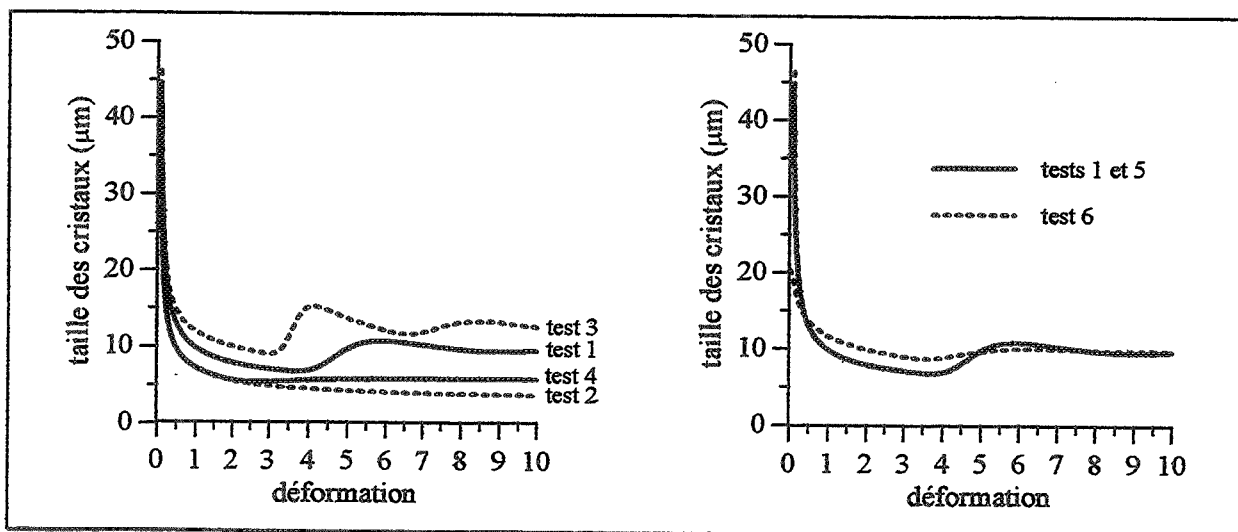


Figure VI.6 : Evolution de la taille des cristaux pour les six tests effectués.

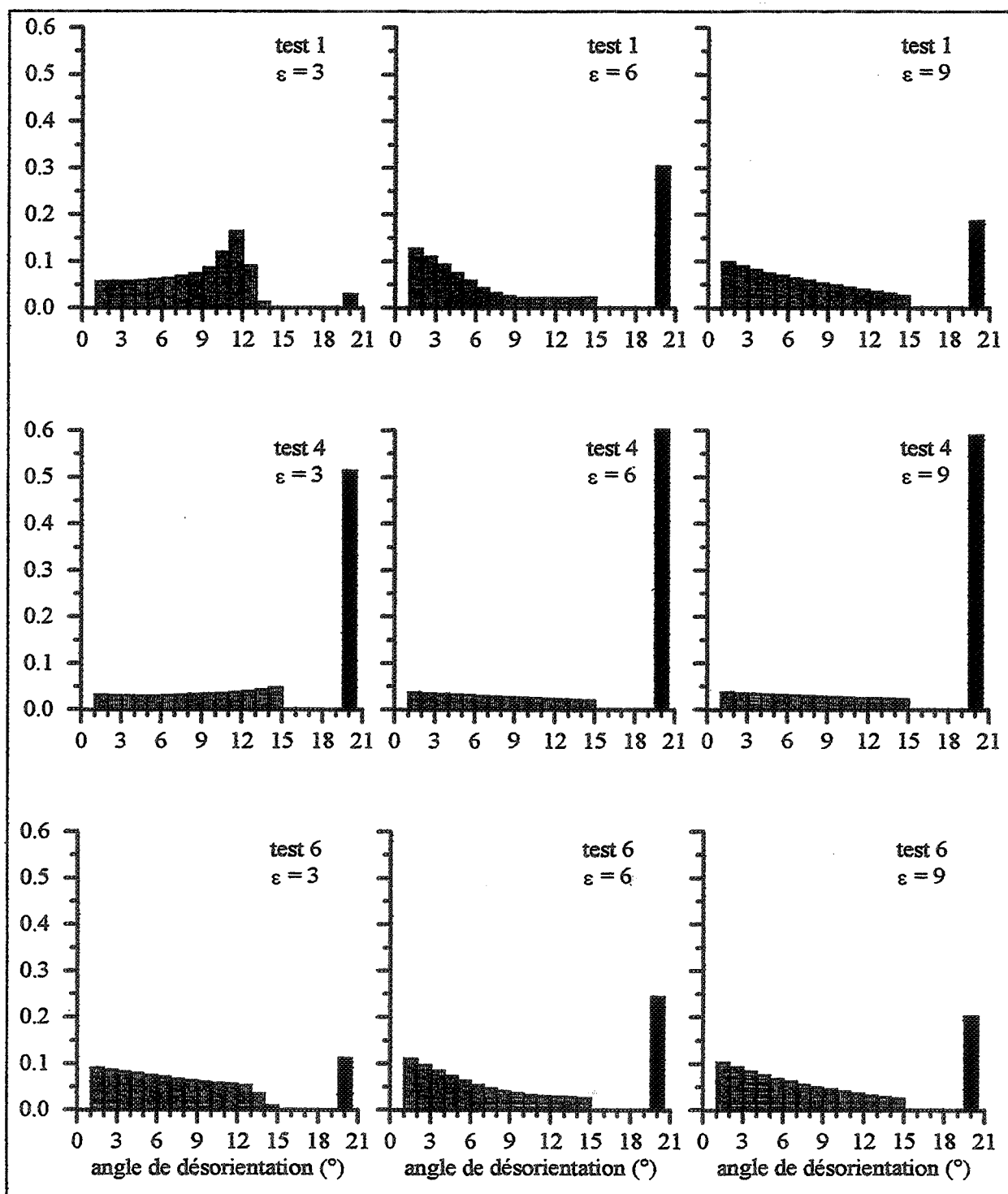


Figure VI.7 : Evolution de la distribution des angles de désorientation. Les joints de grains ont été arbitrairement placés à 20°.

effet, dans ces conditions, l'exposant q de la relation $\sigma = \sigma_0 + \beta G b D^{-q}$ (éq. I.11) vaudrait environ 1,35 (valeur confirmée par des tests complémentaires à $\dot{\epsilon} = 10^{-3}$ et 10^{-1} s^{-1}), alors que les valeurs expérimentales sont comprises entre 0,5 et 1.

Lorsque les grains initiaux sont très gros, leur taille a peu d'influence sur l'évolution de la microstructure. Ainsi, les courbes calculées pour une taille initiale de 200 et 2000 μm (tests 1 et 5) sont pratiquement confondues. Cela peut s'expliquer par le fait que la surface des joints initiaux devient rapidement négligeable devant la surface des sous-joints. En revanche, lorsque la taille des grains initiaux est faible (test 6), le régime transitoire est beaucoup plus court et les oscillations disparaissent. La structure initiale est en effet plus proche de la structure obtenue en régime stationnaire.

La figure VI.7 présente l'évolution des désorientations. Lorsque la vitesse de déformation augmente, le pourcentage de joints est plus élevé. En effet, en régime stationnaire, 20% des parois sont des joints à 10^{-2} s^{-1} (test 1) contre 60% à 1 s^{-1} (test 4). L'histogramme est également beaucoup plus plat dans le second cas, conformément à ce qu'indique la résolution analytique des équations (cf. fig. VI.4). Il se confirme que la taille de grain initiale modifie seulement le régime transitoire : à $\epsilon = 9$, les histogrammes des tests 1 et 6 sont identiques.

Les figures VI.6 et VI.7 indiquent en outre que le régime transitoire est d'autant plus court que la vitesse de déformation est élevée ou que la taille de grain initiale est faible.

La figure VI.8 permet de comparer la densité des dislocations à l'intérieur des sous-grains ρ_i et la densité des dislocations qui constituent les sous-joints ρ_{sj} . Dans l'exemple présenté, la densité des dislocations arrangées en sous-joints est environ dix fois plus importante que la densité des dislocations libres. Si la densité ρ_i varie en fonction de la vitesse de déformation, conformément à l'équation VI.6, il est remarquable de constater que la densité ρ_{sj} semble tendre vers la même valeur pour les deux vitesses de

déformation. Des tests réalisés pour $\dot{\epsilon} = 10^{-3}$ et 10^{-1} s^{-1} aboutissent également au même résultat.

Lorsque la vitesse de déformation augmente, l'angle de désorientation moyen augmente, mais, dans le même temps, la surface des sous-joints diminue. En effet, même si la surface totale des parois est un peu plus importante, le pourcentage de sous-joints diminue fortement. Il n'est alors pas inconcevable que la densité de dislocations des sous-joints soit la même pour toutes les vitesses de déformation (cf. éq. VI.3b), même s'il reste surprenant que ces deux effets se compensent exactement.

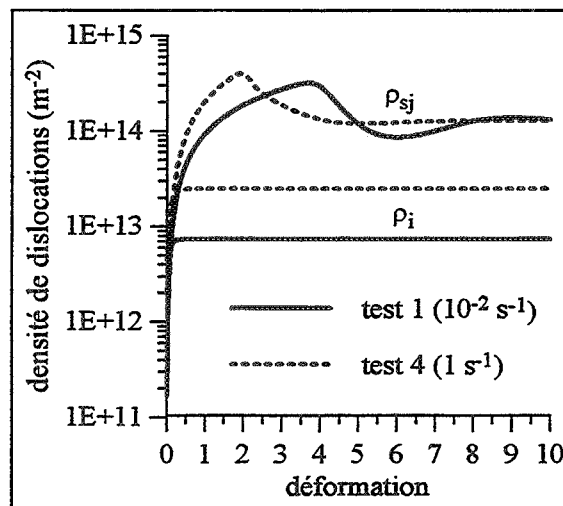


Figure VI.8 : Evolution de la densité des dislocations à l'intérieur des sous-grains et des dislocations qui constituent les sous-joints.

VI.3.3 - CONFRONTATION AVEC LES RESULTATS EXPERIMENTAUX

Le comportement des différentes éprouvettes étudiées dans la partie expérimentale de la présente étude a été simulé en utilisant les paramètres indiqués dans le tableau VI.2. Les résultats sont présentés par la figure VI.9. Si le modèle permet de reproduire qualitativement les évolutions de la microstructure, la comparaison quantitative fait apparaître un certain nombre de différences.

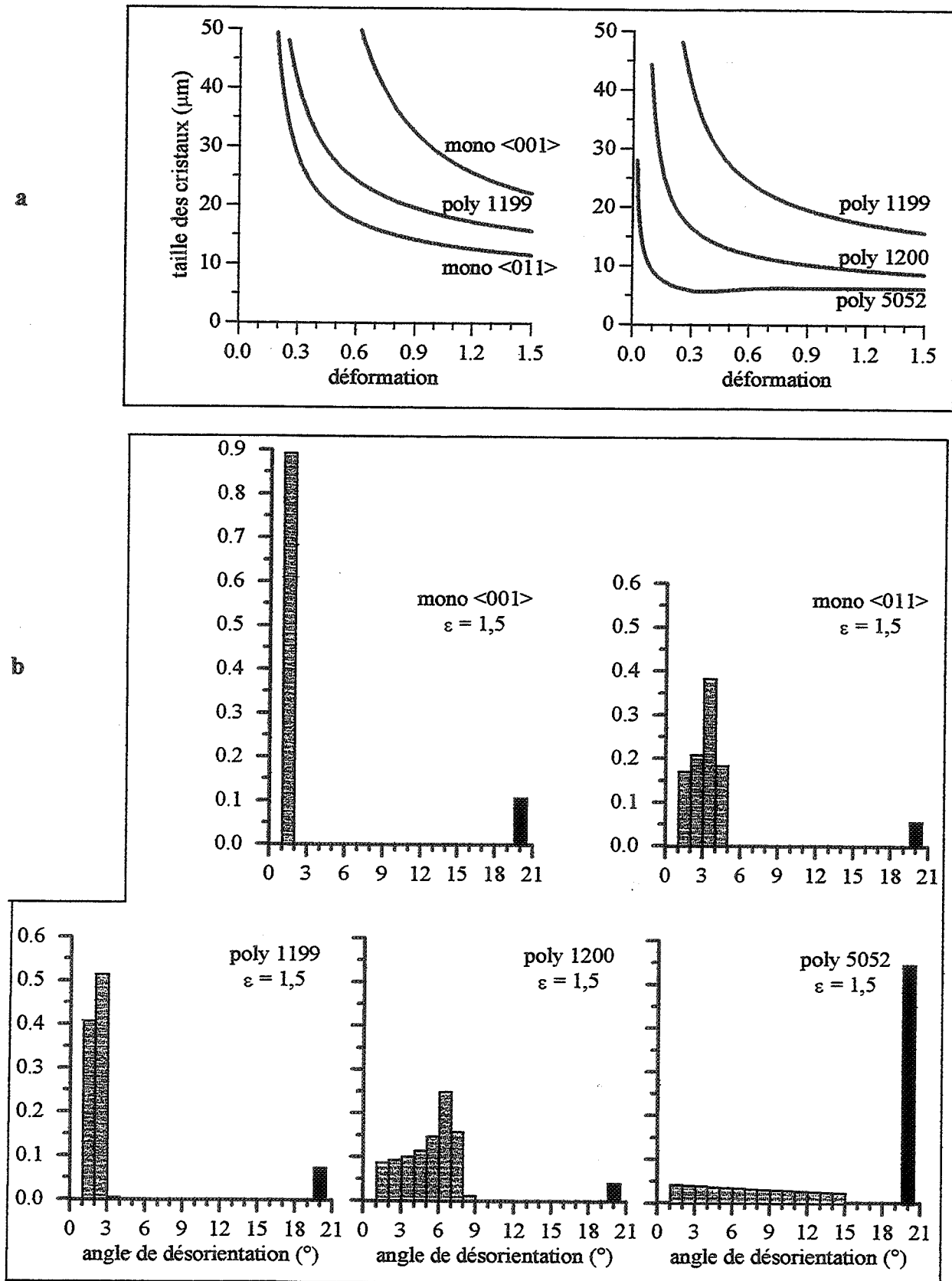


Figure VI.9 : Simulation de l'évolution de la taille des cristaux (a) et des désorientations (b) dans les différentes éprouvettes de la présente étude ($T = 0,7 T_f$, $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$).

	h (m ⁻²)	r	D_i (μm)
mono <001>	$1,3 \times 10^{13}$	4	10000
mono <011>	$5,1 \times 10^{13}$	9	10000
poly 1199	$2,3 \times 10^{13}$	12,8	200
poly 1200	$1,1 \times 10^{14}$	15,0	200
poly 5052	$1,7 \times 10^{15}$	25,1	80

Tableau VI.2 : Paramètres d'écrouissage et de restauration dynamique et taille de grain initiale utilisés pour simuler le comportement des différentes éprouvettes comprimées à $0,7 T_f$ et $10^{-2} s^{-1}$.

Par exemple, les tailles des cristaux du monocristal <001> et de l'éprouvette d'alliage 5052 sont surestimées. En revanche, celles de l'éprouvette monocristalline <011> et des éprouvettes polycristallines des nuances 1199 et 1200 sont proches des valeurs mesurées expérimentalement (cf. tableau V.2).

On peut de plus remarquer que les microstructures simulées semblent évoluer plus lentement que les microstructures expérimentales. En effet, à $\varepsilon = 1,5$, l'angle critique de 15° n'est atteint que dans le cas de l'alliage 5052. Le test 1 montre qu'il faut dépasser $\varepsilon = 3$ pour que les premiers sous-joints se transforment en joints dans la nuance 1200. Cette différence peut en partie s'expliquer par le fait que, dans le matériau réel, les zones proches des joints de grains, et a fortiori des points triples, se déforment plus rapidement que l'intérieur des grains. De plus, le nombre moyen de systèmes de glissement est plus important dans ces zones, ce qui favorise également l'accroissement des désorientations.

Le modèle ne tient pas non plus compte de l'évolution de la texture cristallographique des échantillons. Ainsi, les fortes désorientations observées dans l'éprouvette monocristalline <001> sont en grande partie dues à un début de décomposition de l'orientation initiale en deux composantes symétriques, ce qui ne peut pas être reproduit par le modèle. De même, il n'est pas possible de simuler le comportement de l'éprouvette <111>, car la courbe contrainte-

déformation ne peut pas être ajustée sur sa totalité par la loi de Laasraoui-Jonas. La rotation de réseau provoque en effet une forte diminution de la contrainte d'écoulement à partir de $\varepsilon = 0,3$.

Si l'on se réfère aux résultats expérimentaux, la taille des cristaux de l'alliage 5052 est surestimée ($D_{\text{exp}} = 3,4 \mu\text{m}$) et les désorientations sont trop importantes (expérimentalement, les désorientations augmentent plus rapidement dans l'aluminium 1200 que dans l'alliage 5052). Une meilleure adéquation entre simulation et expérience pourrait être obtenue en modifiant les constantes D_0 et n qui interviennent dans l'expression du paramètre α de manière à favoriser la création de nouveaux sous-joints. Cela suggère que la fonction $\alpha(D)$ pourrait dépendre de la composition du matériau et être décalée vers les faibles valeurs de D lorsque la pureté diminue. Cette dépendance peut se justifier par le fait que les dislocations moins mobiles ont tendance à s'arranger en sous-joints, plutôt que de migrer sur de plus longues distances pour s'incorporer aux parois existantes.

SYNTHESE ET DISCUSSION

Le principal objectif de cette thèse était d'apporter une meilleure connaissance des mécanismes de recristallisation susceptibles d'opérer lors de la déformation à chaud de l'aluminium, et plus généralement des matériaux à forte énergie de défaut d'empilement. Les travaux ont principalement porté sur la recristallisation dynamique continue (RDC), mais également sur le second mode de recristallisation possible dans ce type de matériaux, la recristallisation dynamique géométrique (RDG).

Des essais de compression uniaxiale ont donc été effectués à différentes températures ($0,6 \leq T/T_f \leq 0,8$) et différentes vitesses de déformation ($10^{-3} \text{ s}^{-1} \leq \dot{\epsilon} \leq 10^{-1} \text{ s}^{-1}$) sur trois nuances d'aluminium polycristallin : un aluminium pur (1199), un aluminium de pureté commerciale (1200) et un alliage Al-2,5%Mg (5052), ainsi que sur des monocristaux d'aluminium 1199. Quelques éprouvettes d'aluminium 1200 ont également été déformées par torsion. Ces essais ont permis de caractériser le comportement rhéologique des différents échantillons : contrainte d'écoulement, sensibilité à la vitesse, énergie d'activation apparente. Les valeurs de ces paramètres sont en accord avec celles de la littérature.

En ajustant les courbes contrainte-déformation par la loi de Laasraoui-Jonas (éq. I.23), les variations des paramètres d'écrouissage h et de restauration dynamique r ont été déterminées en fonction du paramètre de Zener-Hollomon : $h = K_h Z^{m_h}$ et $r = K_r Z^{-m_r}$ (éqs. III.2a-c), où m_h et m_r sont proches de la valeur moyenne de la sensibilité à la vitesse sur l'intervalle de température considéré. Il apparaît alors que ces deux paramètres varient inversement : h augmente et r diminue lorsque la vitesse de déformation augmente ou lorsque la température diminue.

La texture et la microstructure des éprouvettes déformées à $0,7 T_f$ et 10^{-2} s^{-1} ont ensuite été étudiées à différents stades de déformation. Des mesures de texture globale par diffraction des rayons X sur les éprouvettes monocristallines font apparaître que l'orientation $\langle 011 \rangle$ est parfaitement stable. L'orientation $\langle 001 \rangle$ est quant à elle relativement stable : un début de décomposition n'est en effet perceptible qu'à $\epsilon = 1,5$. En revanche, l'orientation

$\langle 111 \rangle$ tourne rapidement et, à $\varepsilon = 1,5$, l'axe de compression est parallèle à la direction $\langle 011 \rangle$. Les textures des éprouvettes polycristallines montrent également une rotation rapide des orientations initiales vers des composantes de la fibre $\langle 011 \rangle$.

L'observation des lignes de glissement sur les faces latérales des éprouvettes monocristallines déformées de $\varepsilon = 0,3$ semble confirmer que le glissement peut s'effectuer sur des plans non octaédriques, si ces derniers sont mieux orientés que les plans $\{111\}$ (facteur de Schmid plus élevé). Les systèmes de glissement activés semblent en effet être de type $\{110\}$ pour l'orientation $\langle 001 \rangle$ et de type $\{100\}$ pour l'orientation $\langle 111 \rangle$. Pour l'orientation $\langle 011 \rangle$, le glissement s'effectue néanmoins sur des plans $\{111\}$, alors que certains plans $\{112\}$ sont mieux orientés. La différence des facteurs de Schmid est cependant beaucoup plus faible que pour les deux autres orientations (cf. fig. IV.11b).

Les mesures de désorientations effectuées sur les éprouvettes monocristallines ont confirmé que le mécanisme de RDC peut effectivement conduire à la transformation des sous-joints en joints. Les orientations $\langle 001 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ présentent en effet une fraction relativement importante (entre 5 et 22%) de nouveaux joints. En revanche, l'orientation $\langle 011 \rangle$, qui est stable en compression uniaxiale, ne permet qu'un accroissement limité des désorientations : à $\varepsilon = 1,5$, les plus fortes ne dépassent pas 15° , aucun joint ne s'est donc encore formé. Deux processus sont à l'origine de la formation de ces parois à forte désorientation. Le premier est celui de la polygonisation qui entraîne des fluctuations autour de l'orientation moyenne. Les nouveaux joints sont alors associés à des désorientations de l'ordre de 15 à 30° . Le second consiste en la formation de bandes de déformation, les frontières de ces bandes étant associées à des désorientations plus importantes (30 à 60°).

On observe également une forte augmentation de la fraction des joints de grains dans les éprouvettes polycristallines. Un calcul simple, tenant compte à la fois de la convection de la matière et de la migration des joints, a été effectué afin d'estimer la longueur des joints de grains initiaux présents dans les sections étudiées. Il est alors possible de séparer la contribution de la recristallisation géométrique et celle de la recristallisation continue. La RDG

est un peu plus avancée dans l'aluminium 1199. Les joints de grains initiaux représentent en effet 17,5% des parois à $\varepsilon = 1,5$, contre seulement 7 à 8% pour les deux autres nuances. Avec 35% de nouveaux joints, l'aluminium 1200 est la nuance pour laquelle la RDC semble se développer le plus rapidement. Dans l'alliage 5052, les nouveaux joints représentent 24% des parois. Ce pourcentage plus faible peut s'expliquer par la formation très lente des sous-grains, les dislocations étant moins mobiles. Dans l'aluminium 1199, le pourcentage de nouveaux joints est encore plus faible (15%). Il est probable que dans ce cas la restauration très efficace élimine un grand nombre de dislocations, ce qui limite l'augmentation des désorientations.

La comparaison des microstructures obtenues par compression et torsion ne fait pas clairement apparaître une influence du chemin de déformation. On pouvait s'attendre à une évolution plus rapide en compression, car le nombre moyen de systèmes de glissement actifs par grain est plus élevé. Les résultats expérimentaux indiquent cependant une tendance inverse : le pourcentage de nouveaux joints atteint 35% en compression et 39% en torsion. Il existe toutefois de fortes présomptions pour que la fraction importante de nouveaux joints dans l'éprouvette de torsion soit simplement due au fait que la plage étudiée n'est pas représentative de l'ensemble de la microstructure.

Dans tous les exemples présentés, les microstructures ne sont jamais complètement recristallisées. Excepté le cas de l'éprouvette $\langle 011 \rangle$ dont l'évolution semble s'être fortement ralentie entre $\varepsilon = 0,9$ et $1,5$, le régime stationnaire en microstructure ne semble cependant pas encore atteint. Il est alors tout à fait probable que des déformations plus grandes conduiraient à une recristallisation beaucoup plus complète.

Enfin, un modèle a été élaboré pour tenter de reproduire, au moins qualitativement, les évolutions microstructurales caractéristiques de la recristallisation continue. Les principaux éléments sont les suivants. Une fraction α des dislocations créées par la déformation du matériau se regroupent pour former de nouveaux sous-joints à une désorientation très faible ($\theta_0 \approx 1^\circ$). Les dislocations restantes disparaissent dans les joints de grains ou sont absorbées dans les sous-joints existants. Dans le dernier cas, la désorientation

des sous-joints augmente et ces derniers se transforment en joints lorsque l'angle critique ($\theta_c \approx 15^\circ$) est atteint. Les joints de grains sont supposés mobiles ; ils éliminent toutes les parois rencontrées au cours de leur migration. La composition du matériau, la température et la vitesse de déformation sont prises en compte par l'intermédiaire des variations des paramètres d'écroutissage et de restauration dynamique et de la vitesse de migration des joints. En l'absence de données expérimentales sur les valeurs du paramètre de répartition des dislocations α , il a été choisi de le faire varier en fonction de la taille de la structure selon une fonction sigmoïdale.

Le modèle reproduit de manière satisfaisante les évolutions microstructurales observées dans la partie expérimentale. La désorientation des sous-joints augmente progressivement et suffisamment pour que l'angle critique de 15° soit atteint. La taille des cristaux est d'autant plus faible que la vitesse de déformation augmente ou que la pureté du matériau diminue.

Les travaux présentés ont donc permis de mettre clairement en évidence et de mieux caractériser le processus de la recristallisation dynamique continue. Ce dernier repose sur trois mécanismes :

(i) la restauration dynamique. Les dislocations créées par l'écroutissage disparaissent de l'intérieur des cristaux car elles s'annihilent individuellement ou s'arrangent en sous-joints à très faible désorientation (de l'ordre du degré).

(ii) l'augmentation de la désorientation des sous-joints. Elle peut être plus ou moins rapide selon la nature du matériau et les conditions expérimentales. Les travaux ont montré que la désorientation augmente rapidement lorsqu'il y a rotation ou décomposition des orientations initiales, et lorsque la restauration n'est ni trop efficace (annihilation importante des dislocations), ni pas assez (formation trop lente des sous-joints). Si ces conditions favorables sont réunies, une fraction importante des sous-joints peuvent atteindre l'angle critique de transformation en joints.

(iii) la migration lente des parois. Le premier mécanisme conduit à une augmentation de la surface des parois. La migration élimine quant à elle les parois contenues dans le volume balayé par les joints. On obtient ainsi une surface de parois constante en régime stationnaire.

Les résultats obtenus permettent également de proposer une interprétation du comportement du matériau au cours d'une déformation à chaud, trois processus de recristallisation -discontinue, continue ou géométrique- étant susceptible de se produire.

On peut estimer que la RDG opère sous deux conditions :

- des joints de grains initiaux doivent être présents. Or, ces derniers sont éliminés dès que la RDD est amorcée, ou lorsque la RDC est très avancée : la rotation des sous-grains est alors suffisamment importante pour les fragmenter (cf. fig. V.30).
- Diverses conditions doivent être réunies (taille de grain initiale et vitesse de migration faibles, déformation importante) afin que l'épaisseur des grains se rapproche de la taille des sous-grains.

Une différence importante entre les matériaux qui recristallisent par RDD et ceux qui recristallisent par RDC réside dans la vitesse de migration des parois. Cette vitesse est en effet beaucoup plus élevée dans le premier cas que dans le second : de l'ordre de $1000 \mu\text{m/s}$ contre seulement $1 \mu\text{m/s}$. Il est probable que la RDC opère tant que les parois ne migrent pas trop rapidement. Les sous-joints ont alors le temps d'atteindre la désorientation critique $\theta_c \approx 15^\circ$ avant de disparaître. Un paramètre déterminant peut être le rapport entre la vitesse de désorientation $\dot{\theta}$ et la vitesse de migration rapportée à la taille de la structure \dot{D}/D . En effet, en première approximation on peut estimer que la RDC se produit si la durée $t_1 = \dot{\theta}/\theta_c$ nécessaire pour qu'un sous-joint se transforme en joints est inférieure à la durée $t_2 = \dot{D}/D$ nécessaire pour balayer l'ancienne structure, i.e. si $\dot{\theta}D/\dot{D} < \theta_c$.

Le schéma ci-dessous (fig. VII.1) montre que les résultats expérimentaux sont en assez bon accord avec cette approche. Les résultats exposés précédemment indiquent que la vitesse de désorientation est maximale pour l'aluminium de pureté commerciale, d'où la forme de la courbe $\dot{\theta}$. Il est de plus probable que les parois migrent rapidement dans l'aluminium ultra pur (grande mobilité) et dans l'aluminium fortement allié (densité de dislocations élevée donc force motrice importante). Le rapport $\dot{\theta}D/\dot{D}$ est alors élevé dans un domaine de pureté intermédiaire qui comprend les trois nuances d'aluminium de la présente étude. Inversement, ce rapport est faible lorsque l'aluminium est extrêmement pur ou fortement allié, ce qui est en accord avec le fait que la RDD a été observée dans l'aluminium 5N (99,999%) [8-12] et dans des alliages tels que l'alliage Al-5Mg-1Mn [20].

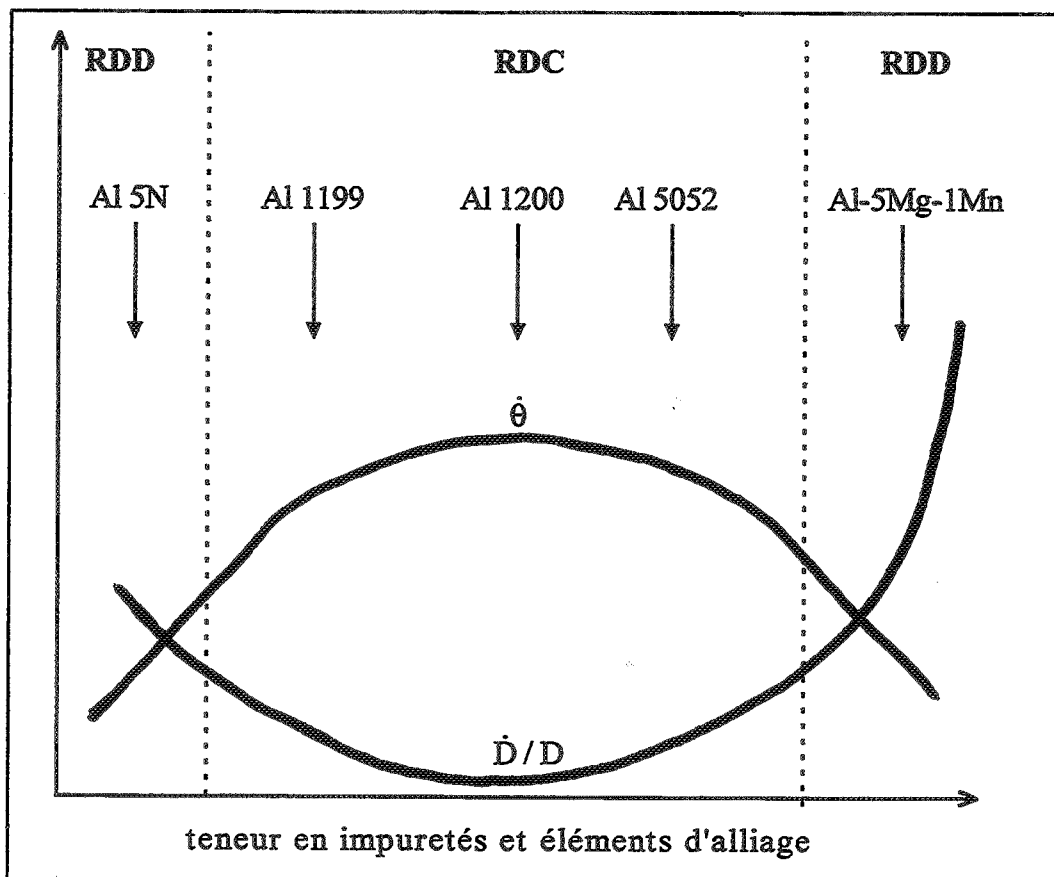


Figure VII.1 : Représentation qualitative des variations de la vitesse de désorientation $\dot{\theta}$ et la vitesse de migration rapportée à la taille de la structure \dot{D}/D en fonction de la pureté de l'aluminium.

Pour conforter ces hypothèses, il serait nécessaire à l'avenir de réunir les éléments permettant une description plus quantitative des mécanismes. Il faudrait pour cela disposer de données expérimentales sur la vitesse de migration des parois, en fonction de la température et de la vitesse de déformation et pour des matériaux de compositions diverses. De même, les travaux présentés permettent d'estimer les variations de θ en fonction de la pureté du matériau, mais l'influence de la température et de la vitesse de déformation devrait faire l'objet d'investigations ultérieures.

BIBLIOGRAPHIE

-
- [1] H.J. McQueen et E. Evangelista (1988), "Substructures in aluminium from dynamic and static recovery", *Czech. J. Phys. B*, **38**, 359-372.
 - [2] M. Guillopé et J.P. Poirier (1979), "Dynamic recrystallization during creep of single crystalline halite; an experimental study", *J. Geophys. Res.*, **84**, 5557.
 - [3] S.P. Belyayev, V.A. Likhachev, M.M. Myshlyayev et O.N. Senkov (1981), "Dynamic recrystallization of aluminium", *Phys. Met. Metall.*, **52**, 143-152.
 - [4] I. Gutierrez, F. Castro, J.J. Urcola et M. Fuentes (1990), "Recrystallization during deformation of a commercial aluminium alloy", *Z. Metallkde*, **81**, 136-143.
 - [5] M. Ueki, S. Horie et T. Nakamura (1986), "Hot deformation and dynamic restoration processes in a series of Al-Mg alloys", *Aluminum Alloys - Physical and Mechanical Properties*, Conf. Int., Charlottesville, Virginia, Ed. E.A. Starke et T.H. Sanders, 419-433.
 - [6] N. Ravichandra et Y.V.R.K. Prasad (1991), "Dynamic recrystallization during hot deformation of aluminum: a study using processing maps", *Metall. Trans. A*, **22**, 2339-2348.
 - [7] H.J. McQueen, E. Evangelista et M.E. Kassner (1991), "The classification and determination of restoration mechanisms in the hot working of Al-alloys", *Z. Metallkde*, **82**, 336-345.
 - [8] H. Yamagata (1992), "Multipeak stress oscillations of five-nine-purity aluminum during a hot compression test", *Scripta Metall. Mater.*, **27**, 201-203.
 - [9] H. Yamagata (1992), "Dynamic recrystallization of single-crystalline aluminum during compression tests", *Scripta Metall. Mater.*, **27**, 727-732.
 - [10] H. Yamagata (1992), "Microstructural evolution of single-crystalline aluminum during multipeak stress oscillation at 623 K", *Scripta Metall. Mater.*, **27**, 1157-1160.
 - [11] H. Yamagata (1994), "In situ observation of dynamic recrystallization in five-nine aluminum by a transmission Laue method", *Scripta Metall. Mater.*, **30**, 411-416.
 - [12] H. Yamagata (1995), "Dynamic recrystallization and dynamic recovery in pure aluminum at 583 K", *Acta Metall. Mater.*, **43**, 723-729.
 - [13] H.J. McQueen, W. Blum, S. Straub et M.E. Kassner (1993), "Dynamic grain growth - A restoration mechanism in 99.999 Al", *Scripta Metall. Mater.*, **28**, 1299-1304.
 - [14] T. Sakai et J.J. Jonas (1984), "Dynamic recrystallization: mechanical and microstructural considerations", *Acta Metall.*, **32**, 189-209.
 - [15] A.B.C. Dadson et R.D. Doherty (1991), "Plane polarized optical microscopy studies of the structure of hot-deformed and partially recrystallized aluminium samples", *Acta Metall. Mater.*, **39**, 2589-2596.

-
- [16] M.E. Kassner et M.E. McMahon (1987), "The dislocation microstructure of aluminum deformed to very large steady-state creep strains", *Metall. Trans. A*, **18**, 835-846.
- [17] M.E. Kassner (1989), "Large-strain deformation of aluminum single crystals at elevated temperature as a test of the geometric-dynamic-recrystallization concept", *Metall. Trans. A*, **20**, 2182-2185.
- [18] M.G. Ardakadi et M.J. Humphreys (1992), *Material Science Forum*, 113-115 (actes du colloque Recrystallization '92).
- [19] F.J. Humphreys et M. Hatherly (1995), *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, Pergamon.
- [20] T. Sheppard et M.G. Tutcher (1980), "Development of duplex deformation substructure during extrusion of a commercial Al-5Mg-0.8Mn alloys", *Met. Sci.*, **14**, 579-589.
- [21] H.J. McQueen, E. Evangelista, J. Bowles et G. Crawford (1984), "Hot deformation and dynamic recrystallization of Al-5Mg-0.8Mn alloy", *Met. Sci.*, **18**, 395-402.
- [22] W. Blum, Q. Zhu, R. Merkel et H.J. McQueen (1996), "Evolution of grain structure in hot torsion of Al-5Mg-0.7Mn (AA5083)", *Mat. Sci. Forum*, 217-222, (actes du colloque ICAA5, Grenoble), 611-616.
- [23] F.R. Castro-Fernandez et C.M. Sellars (1988), "Static recrystallization and recrystallization during hot deformation of Al-1Mg-1Mn alloy", *Mat. Sci. Tech.*, **4**, 621-627.
- [24] S. Amelinckx et W. Dekeyser (1959), "The structure and properties of grain boundaries", *Sol. Stat. Phys.*, **8**, 325-499.
- [25] C. Perdrix, M.Y. Perrin et F. Montheillet (1981), "Comportement mécanique et évolution structurale de l'aluminium au cours d'une déformation à chaud de grande amplitude", *Mem. Sci. Rev. Metall.*, **78**, 309-320.
- [26] F. Montheillet (1981), "Comportement mécanique et structural des matériaux à forte énergie de défaut d'empilement sous grande déformation à chaud", *Les Traitements Thermomécaniques*, 24^{ème} Colloque de Métallurgie, INSTN, Saclay, 57-70.
- [27] C. Perdrix (1983), *Comportement mécanique et évolution structurale de l'aluminium au cours de la déformation à chaud*, Thèse, Ecole des Mines de Paris.
- [28] J.K. Solberg, H.J. McQueen, N. Ryum et E. Nes (1989), "Influence of ultra-high strains at elevated temperatures on the microstructure of aluminium. Part I", *Phil. Mag. A*, **60**, 447-471.
- [29] L. Lombry, C. Rossard et B.J. Thomas (1981), "Etude des mécanismes de déformation et d'adoucissement dynamique des aciers ferritiques Fe-Cr au cours de la déformation à chaud", *Rev. Metall./CIT*, **78**, 975-988.

- [30] C.G. Schmidt, C.M. Young, B. Walser, R.H. Klundt et O.D. Sherby (1982), "The influence of substructure on the elevated and room temperature strength of a 26 Cr-1 Mo ferritic stainless steel", *Metall. Trans. A*, **13**, 447-456.
- [31] F. Chaussy et J.H. Driver (1994), "Hot deformation and α precipitation in a β -Cez alloy : a microdiffraction study", *Ed. Rev. Metall.*, **8**, (Conf. Int. SF2M, Les alliages de titane β), 57-64.
- [32] F. Chaussy et J.H. Driver (1996), "Evolutions microstructurales en compression uniaxiale à chaud de l'alliage β -cez", *Rev. Métall./CIT*, **93**, 1057-1066.
- [33] F. Chaussy (1996), *Evolutions microstructurales en compression à chaud des alliages de titane Betacez et 6246 et influence du forgeage sur la transition $\beta \rightarrow \alpha$* , Thèse, Ecole des Mines de Saint-Etienne.
- [34] P. Audrierie (1993), *Etude du comportement rhéologique et des évolutions microstructurales au cours des traitements thermomécaniques d'alliages de titane*, Thèse, Ecole des Mines de Paris.
- [35] A.-M. Chaze et F. Montheillet (1994), "Hot working of the β phase of titanium alloys : which type of dynamic recrystallization", *Ed. Rev. Metall.*, **8**, (Conf. Int. SF2M, Les alliages de titane β), 41-48.
- [36] R.H. Bricknell et J.W. Edington (1979), "Deformation characteristics of an Al-6Cu-0.4Zr superplastic alloy", *Metall. Trans. A*, **10**, 1257-1263.
- [37] R.H. Bricknell et J.W. Edington (1979), "Textures in a superplastic Al-6Cu-0.4Zr alloy", *Acta Metall.*, **27**, 1303-1311.
- [38] E. Nes (1979), "Hot deformation behaviour of particle-stabilized structures in Zr-bearing Al alloys", *Met. Sci.*, **13**, 211-215.
- [39] M.T. Lyttle et J.A. Wert (1994), "Modelling of continuous recrystallization in aluminium alloys", *J. Mater.Sci.*, **29**, 3342-3350.
- [40] E. Nes (1978), "Strain-induced continuous recrystallization in Zr-bearing aluminium alloys", *J. Mater. Sci.*, **13**, 2052-2055.
- [41] H. Gudmundsson, D. Brooks et J.A. Wert (1991), "Mechanisms of continuous recrystallization in an Al-Zr-Si alloy", *Acta Metall. Mater.*, **39**, 19-35.
- [42] T.R. McNelley, E.-W. Lee et M.E. Mills (1986), "Superplasticity in a thermomechanically processed high-Mg, Al-Mg alloy", *Metall. Trans. A*, **17**, 1035-1041.
- [43] E.-W. Lee, T.R. McNelley, et A.F. Stengel (1986), "The influence of thermomechanical processing variables on superplasticity in a high Mg, Al-Mg alloy", *Metall. Trans. A*, **17**, 1043-1050.

-
- [44] E.-W. Lee et T.R. McNelley (1987), "Microstructure evolution during processing and superplastic flow in a high magnesium Al-Mg alloy", *Mater. Sci. Eng.*, **93**, 45-55.
- [45] S.J. Hales et T.R. McNelley (1988), "Microstructural evolution by continuous recrystallization in a superplastic Al-Mg alloy", *Acta Metall.*, **36**, 1229-1239.
- [46] H.J. McQueen, O. Knustad, N. Ryum et J.K. Solberg (1985), "Microstructural evolution in Al deformed to strains of 60 at 400°C", *Scripta Metall.*, **19**, 73-78.
- [47] G.A. Henshall, M.E. Kassner et H.J. McQueen (1992), "Dynamic restoration mechanisms in Al-5.8at.pctMg deformed to large strains in the solute drag regime", *Metall. Trans. A*, **23**, 881-889.
- [48] M.E. Kassner, H.J. McQueen et E. Evangelista (1993), "Geometric dynamic recrystallization in aluminium and aluminium alloys above $0.6 T_m$ ", *Mat. Sci. Forum*, **113-115**, (actes du colloque Recrystallization'92), 151-156.
- [49] W. Blum, Q. Zhu, R. Merkel et H.J. McQueen (1996), "Geometric dynamic recrystallization in hot torsion of Al-5Mg-0.6Mn (AA5083)", *Mater. Sci. Eng. A*, **205**, 23-30.
- [50] W. Blum et H.J. McQueen (1996), "Dynamic recovery and recrystallization", *Mat. Sci. Forum*, **217-222**, (actes du colloque ICAA5, Grenoble), 31-42.
- [51] W. Blum, Q. Zhu, R. Merkel et H.J. McQueen (1996), "Dynamic restoration mechanisms in hot torsion of Al-5Mg and Al", *Z. Metallkd*, **87**, 14-23.
- [52] E. V. Konopleva, H.J. McQueen et E. Evangelista (1995), "Serrated grain boundaries in hot-worked aluminum alloys at high strains", *Materials Characterization*, **34**, 251-264.
- [53] J.P. Poirier (1985), *Creep of crystals - High temperature deformation processes in metals, ceramics and minerals*, Cambridge Earth Science Serie.
- [54] P. Duval et O. Castelnau (1995), "Dynamic recrystallization of polar ice sheets", *J. Phys. IV, Colloque n°3, suppl. J. Phys. III*, (37^{ème} colloque de Métallurgie, INSTN, Saclay), 197-205.
- [55] L. Briottet, J.J. Jonas et F. Montheillet (1996), "A mechanical interpretation of the activation energy of high temperature deformation in two phase materials", *Acta Metall. Mater*, **44**, 1665-1672.
- [56] H.J. McQueen E. Evangelista, N. Jin et M.E. Kassner (1994), "Dynamic recovery, dynamic recrystallization and energy dissipation efficiency in aluminium alloys", *Advances in hot deformation textures and microstructures*, éd. J.J. Jonas, T.R. Bieler et K.J. Bowman, TMS.
- [57] F. Montheillet, M. Cohen et J.J. Jonas (1984), "Axial stresses and texture development during the torsion testing of Al, Cu and α -Fe", *Acta Metall.*, **32**, 2077-2089.

-
- [58] C.M. Sellars et W.J. McG Tegart (1972), *Int. Met. Rev.*, **17**, 1-24.
- [59] J.R. Read Jr (1957), *Les dislocations dans les cristaux*, éd. Dunod.
- [60] W. Blum (1996), "Dislocation structure evolution and deformation kinetics of pure materials", Johannes Weertman Symposium, Ed. Arsenault, TMS.
- [61] A. Orlova et J. Cadek (1973), "Some substructural aspects of high-temperature creep in metals", *Phil. Mag.* **28**, 891-899.
- [62] S. Vogler et W. Blum (1990), "Micromechanical modelling of creep in terms of the composite model", *Creep and fracture of engineering materials and structures*, Ed. Wilshire et Evans, The Institute of Metals, 65-79.
- [63] D. Kuhlmann-Wilsdorf et J.H. Van der Merwe (1982), "Theory of dislocation cell sizes in deformed metals", *Mat. Sci. Eng.*, **55**, 79-83.
- [64] F.R. Castro-Fernandez et C.M. Sellars (1989), "Relationship between room-temperature proof stress, dislocation density and subgrain size", *Phil. Mag. A*, **60**, 487-506.
- [65] C.M. Sellars (1992), "The hot worked state", *Mat. Sci. Forum*, **113-115** (actes du colloque Recrystallization'92), 29-40.
- [66] P. Guyot et G.M. Raynaud (1991), "Dislocation structure distributions and properties of heavily cold rolled aluminum and aluminum-magnesium alloys", *Acta Metall. Mater.*, **39**, 317-322.
- [67] F.R. Castro-Fernandez, C.M. Sellars et J.A. Whiteman (1990), "Changes of flow stress and microstructure during hot deformation of Al-1Mg-1Mn", *Mater. Sci. Tech.*, **6**, 453-460.
- [68] H. Mecking et U.F. Kocks (1981), "Kinetics of flow and strain-hardening", *Acta Metall.*, **29**, 1865-1875.
- [69] J.J. Urcola et C.M. Sellars (1987), "Influence of changing strain rate on microstructure during hot deformation", *Acta Metall.*, **35**, 2649-2657.
- [70] M.R. Staker et D.L. Holt (1972), "The dislocation cell size and the dislocation density in copper deformed at temperature between 25 and 700°C", *Acta Metall.*, **20**, 569-579.
- [71] H.W. Hayden, W.G. Moffatt et J. Wulff (1965), *The structure and properties of materials*, **III**, Wiley & Sons.
- [72] D.L. Holt (1970), "Dislocation cell formation in metals", *J. Appl. Phys.*, **41**, 3197-3201.
- [73] M.E. Kassner (1993), "Role of small-angle (subgrain boundary) and large angle (grain boundary) interfaces on 5- and 3-power-law creep", *Mater. Sci. Eng. A*, **166**, 81-88.

-
- [74] M.E. Kassner, A.K. Miller et O.D. Sherby (1982), "The separate roles of subgrains and forest dislocations in the isotropic hardening of type 304 stainless steel", *Metall. Trans. A*, **13**, 1977-1986.
- [75] J. Hertel (1979), *Ein Modell der dynamischen Erholung von Stählen während der Warmumformung*, Doktor-Ingenieurs Dissertation, Fakultät für Bergbau und Hüttenwesen der Rheinisch-Westfälischen Technischen Hochschule Aachen.
- [76] U.F. Kocks (1976), "Laws for work-hardening and low-temperature creep", *J. Engng. Mater. Tech. (Trans. ASME H)*, **98**, 76-85.
- [77] Y. Estrin et H. Mecking (1984), "A unified phenomenological description of work hardening and creep based on one-parameter models", *Acta Metall.*, **32**, 57-70.
- [78] W. Roberts (1984) "Dynamic changes that occur during hot working and their significance regarding microstructural development and hot workability", *Deformation, Processing and Structure*, ed. Krauss, ASM, 109-183.
- [79] A. Laasraoui et J.J. Jonas (1991), "Prediction of steel flow stresses at high temperatures and strain rates", *Metall. Trans. A*, **22**, 1545-1558.
- [80] G. Ferron, E.L. Ouakdi, J.R. Klepaczko et M. Mliha-Touati (1987), "A state variable modelling of aluminium behaviour under constant strain-rate and creep", 8th Riso International Symposium on Metallurgy and Materials Science.
- [81] G. Ferron et M. Mliha-Touati (1987), "Phenomenological study of the plastic behaviour of aluminium at low and medium temperature", *Acta Metall.*, **35**, 1281-1288.
- [82] J.R. Klepaczko (1986), "Constitutive modelling of strain rate and temperature effect in f.c.c. metals", proc. International Symposium on Intense dynamic loading and its effects, Beijing, Chine.
- [83] H. Braasch, Y. Estrin et Y. Brechet (1996), "A stochastic model for dislocation density evolution", *Scripta Mater.*, **35**, 279-284.
- [84] C. Maurice et J.H. Driver (1993), "High temperature plane strain compression of cube oriented aluminium crystals", *Acta Metall. Mater*, **41**, 1653-1664.
- [85] J.H. Driver (1995), "Effect of crystal orientation on recrystallization", Microstructural and Crystallographic Aspects of Recrystallization, 16th Riso International Symposium on Material Science, Danemark, 25-34.
- [86] M.C. Theyssier, B. Chenal, J.H. Driver et N. Hansen (1995), "Mosaic dislocation structures in aluminium crystals deformed in multiple slip at 0.5 to 0.8 T_M ", *Phys. Stat. Sol. (a)*, **149**, 367-378.
- [87] J.H. Driver, M.C. Theyssier et C. Maurice (1996), "Electron backscattered diffraction microtexture studies on hot deformed aluminium crystals", *Mat. Sci. Tech.*, **12**, 851-858.

- [88] B. Bacroix, P. Franciosi et A. Mecif (1992), "On the FCC single crystals hardening stages and plasticity kinematics at various temperatures", *Modelling of plastic deformation and its engineering applications* (13th Riso International Symposium on Materials Science, Danemark), 205-212.
- [89] A. Mecif, B. Bacroix et P. Franciosi (1993), "High temperature plastic behaviour under axial compression of differently oriented copper and aluminium single crystals", *Plasticity 93*, Baltimore.
- [90] A. Mecif (1994), *Contribution à l'étude des mécanismes de déformation et des caractéristiques d'écrouissage de monocristaux de cuivre et d'aluminium, entre la température ambiante et $0,9 T_f$* , Thèse, Université Paris XIII.
- [91] A. Mecif, B. Bacroix et P. Franciosi (1997), "Temperature and orientation dependent plasticity features of Cu and Al single crystals under axial compression - I. Lattice rotation effects and true hardening stages", *Acta Mater.*, **45**, 371-381.
- [92] S. Gourdet (1993), *Rhéologie et recristallisation continue d'un aluminium à haute température*, DEA, Ecole des Mines de Saint Etienne.
- [93] S. Gourdet et F. Montheillet (1995), "Recristallisation continue au cours de la déformation à chaud d'un aluminium 1200", *J. Phys. IV, Colloque n°3, suppl. J. Phys. III* (actes du 37^{ème} colloque de Métallurgie, INSTN, Saclay), 255-260.
- [94] C. Tome, G.R. Canova, U.F. Kocks, N. Christodoulou et J.J. Jonas (1984), "The relation between macroscopic and microscopic strain hardening in fcc polycrystals", *Acta Metall.*, **32**, 1637-1653.
- [95] A. Girinon, *Etude du comportement rhéologique et de l'évolution microstructurale de l'alliage Ti10-2-3 au cours de traitements thermomécaniques dans le domaine β* , Mémoire CNAM, Ecole des Mines de Saint-Etienne, à paraître.
- [96] M.L. Lovato et M.G. Stout (1992), "Compression testing techniques to determine the stress/strain behavior of metals subject to finite deformation", *Metall. Trans A*, **23**, 935-951.
- [97] P. Weidinger, W. Blum, U. Hunsche et A. Hampel (1996), "The influence of friction on plastic deformation in compression tests", *Phys. Stat. Sol. (a)*, **156**, 305-315.
- [98] B. Dumanowski (1997), *Simulation de traitements thermomécaniques de l'alliage de titane Ti-6%Al-4%V dans le domaine biphasé $\alpha+\beta$* , Thèse, Ecole des Mines de Saint-Etienne.
- [99] A.T. Male et M.G. Cockcroft (1964), "A method for the determination of the coefficient of friction of metals under conditions of bulk plastic deformation", *J. Inst. Metals*, **93**, 38-46.
- [100] C.C. Chen et J.E. Coyne (1976), "Deformation characteristics of Ti-6Al-4V under isothermal forging conditions", *Metall. Trans. A*, **7**, 1931-1941.

-
- [101] S.L. Semiatin, G.D. Lahoti et J.J. Jonas (1985), *ASM Metals Handbook*, 9^{ème} édition, Metals Park, Ohio, 8, 154.
- [102] J. Baczynski (1996), *Torsion textures produced by deformation and by dynamic recrystallization in α -iron and two IF steels*, PhD Thesis, McGill University, Montréal.
- [103] D.S. Fields et W.A. Backofen (1957), "Determination of strain-hardening characteristics by torsion testing", *Proc. ASTM*, 57, 1259-1272.
- [104] R. Fillit et R. Perrache (1988), "Le dosophatex, dispositif polyvalent d'analyse par diffraction de RX", *Spectra 2000*, 16, 31-34.
- [105] C. Perdrix, F. Montheillet, G. Wyon et F. Weill (1980), "A new technique for observing the subgrains in hot-worked aluminum with an optical microscope", *Metallography*, 13, 289-297.
- [106] N.H. Schmidt et N.O. Olesson (1989), "Computer-aided determination of crystal-lattice orientation from electron-channeling patterns in the SEM", *Canadian Mineralogist*, 27, 15-22.
- [107] N.C. Krieger Lassen, D. Juul Jensen et K. Conradsen (1992), "Image processing procedures for analysis of electron back scattering patterns", *Scanning Microscopy*, 6, 115-121.
- [108] H. J. Frost et M.F. Ashby (1982), *Deformation Mechanism Maps*, Pergamon Press, Oxford.
- [109] S.R. Chen et U.F. Kocks (1994), "Texture and Microstructure in Al-Mg alloys at high temperatures", *Advances in hot deformation textures and Microstructures*, TMS, 469-476.
- [110] B. Bacroix et P. Franciosi (1993), "Influence de la température sur les mécanismes de changement d'orientations de monocristaux et de textures de polycristaux cfc", *Arch. Metall.*, 38, 353-372.
- [111] R. Le Hazif, P. Dorizzi et J.P. Poirier (1973), "Glissement $\{110\}\langle 110 \rangle$ dans les métaux de structure cubique à faces centrées", *Acta Metall.*, 21, 903-911.
- [112] M. Carrard et J.L. Martin (1987), "A study of (001) glide in [112] aluminium single crystals - I. Creep characteristics", *Phil. Mag. A*, 56, 391-405.
- [113] M. Carrard et J.L. Martin (1988), "A study of (001) glide in [112] aluminium single crystals - II. Microscopic mechanism", *Phil. Mag. A*, 58, 491-505.
- [114] R.D. Johnson, A.P. Young et A.D. Schwofe (1956), *Symposium on the creep and fracture of metals at high temperatures* (London : Her Majesty's Stationery Office), 25.
- [115] F. Pérocheau, J.H. Driver et T. Aukrust (1997), "A viscoplastic simulation of texture evolution during extrusion of an aluminium alloy", *Clausthal Texture and Anisotropy Conference*, à paraître.

-
- [116] C. Maurice et J.H. Driver (1995), "The influence of deformation temperature and strain rate on the plane strain compression textures of Al-1%Mn-1%Mg", *Mat. Sci. Forum*, 217-222, (actes du colloque ICAA5, Grenoble), 547-552.
- [117] M.C. Theyssier (1996), "Compression plane à chaud de cristaux d'aluminium et d'aluminium-magnésium", Thèse, Ecole des Mines de Saint-Etienne.
- [118] S. Gourdet, A. Girinon et F. Montheillet (1997), "Discussion and modelling of continuous dynamic recrystallization", Actes du colloque Thermec'97, à paraître.
- [119] M. Krishtoforov (1997), communication personnelle.
- [120] S. Gourdet, E.V. Konopleva, H.J. McQueen et F. Montheillet (1995), "Recrystallisation during hot deformation of aluminium", *Mat. Sci. Forum*, 217-222, (actes du colloque ICAA5, Grenoble), 441-446.
- [121] J.K. Mackenzie (1958), "Second paper on statistics associated with the random disorientation of cubes", *Biometrika*, 45, 229-240.
- [122] R.T. De Hoff et F.W. Rhines (1968), *Quantitative Metallography*, Mc Graw-Hill, New-York.

ANNEXE I

MINIMUM ANGLE VERSUS LOW INDEX AXIS ROTATIONS FOR REPRESENTING SMALL ANGLE AND LARGE ANGLE GRAIN BOUNDARY MISORIENTATIONS IN CUBIC LATTICES

S. Gourdet, J.J. Jonas, and F. Montheillet*

Abstract - It is well known that the misorientation between two cubic crystals is equivalently described by 24 rotations. On the one hand, it is common practice to consider only the rotation associated with the least angle. To assess the physical meaning of such a representation, some new properties of this angle are derived. On the other hand, the rotation whose axis is closest to some special low index direction may also give insight into the physics of the boundary. The extent to which a misorientation is accurately described by such a low index axis rotation is then examined. Finally, the advantages of each type of representation for describing small angle and large angle grain boundaries are compared and discussed.

* A paraître dans Journal of Applied Crystallography

1. Introduction

The cubic lattice is invariant under 48 symmetry operations consisting of 24 proper and 24 improper transformations. The former, denoted S_k below, are comprised of the identity element, and rotations of $\pm 90^\circ$ and 180° about the three $\langle 100 \rangle$ axes, of 180° about the six $\langle 110 \rangle$ axes and of $\pm 120^\circ$ about the four $\langle 111 \rangle$ axes (Table 1). The improper transformations are obtained in turn by combining one of the above 24 rotations with a mirror reflexion or an inversion [1]; they will no longer be referred to here. Starting from any right handed reference frame, 24 RH sets of coordinate systems are thus generated by the application of the 24 proper transformations.

The crystallographic misorientation between two crystals A and B can be described by any rotation R^{ij} that transforms one of the 24 sets A_i of the coordinates of crystal A into one of the 24 sets B_j of crystal B. There are, therefore, $24 \times 24 = 576$ rotations that give equivalent descriptions of the same misorientation (Fig. 1).

When the 24 proper transformations are applied *only to crystal A*, 24 equivalent rotations

$$R^{k1} = S_1 R^{11} S_k^{-1} = R^{11} S_k^{-1} \quad (1)$$

are obtained (Fig. 1). Denoting the angle and axis of rotation R^{k1} as θ_k and $n_k(\alpha_k, \beta_k, \gamma_k)$, respectively, this rotation can be represented by the following matrix [1]:

$$R^{k1} = \begin{pmatrix} \cos\theta_k + \alpha_k^2(1 - \cos\theta_k) & \alpha_k\beta_k(1 - \cos\theta_k) - \gamma_k \sin\theta_k & \alpha_k\gamma_k(1 - \cos\theta_k) + \beta_k \sin\theta_k \\ \alpha_k\beta_k(1 - \cos\theta_k) + \gamma_k \sin\theta_k & \cos\theta_k + \beta_k^2(1 - \cos\theta_k) & \beta_k\gamma_k(1 - \cos\theta_k) - \alpha_k \sin\theta_k \\ \alpha_k\gamma_k(1 - \cos\theta_k) - \beta_k \sin\theta_k & \beta_k\gamma_k(1 - \cos\theta_k) + \alpha_k \sin\theta_k & \cos\theta_k + \gamma_k^2(1 - \cos\theta_k) \end{pmatrix} \quad (2)$$

where the columns are the unit vectors of the set of axes B_1 expressed in the set A_k . The angles and axes of these rotations are given by:

k	S _k		2 cosθ _k
	axis	angle	
1	any	0°	2 cosθ ₁
2	[100]	180°	2α ₁ ² (1-cosθ ₁)-1
3	[010]	180°	2β ₁ ² (1-cosθ ₁)-1
4	[001]	180°	2γ ₁ ² (1-cosθ ₁)-1
5	[100]	90°	(α ₁ ² -1)(1-cosθ ₁)+2α ₁ sinθ ₁
6	[100]	-90°	(α ₁ ² -1)(1-cosθ ₁)-2α ₁ sinθ ₁
7	[010]	90°	(β ₁ ² -1)(1-cosθ ₁)+2β ₁ sinθ ₁
8	[010]	-90°	(β ₁ ² -1)(1-cosθ ₁)-2β ₁ sinθ ₁
9	[001]	90°	(γ ₁ ² -1)(1-cosθ ₁)+2γ ₁ sinθ ₁
10	[001]	-90°	(γ ₁ ² -1)(1-cosθ ₁)-2γ ₁ sinθ ₁
11	[110]	180°	(α ₁ +β ₁) ² (1-cosθ ₁)-2
12	[1 $\bar{1}$ 0]	180°	(α ₁ -β ₁) ² (1-cosθ ₁)-2
13	[101]	180°	(α ₁ +γ ₁) ² (1-cosθ ₁)-2
14	[10 $\bar{1}$]	180°	(α ₁ -γ ₁) ² (1-cosθ ₁)-2
15	[011]	180°	(β ₁ +γ ₁) ² (1-cosθ ₁)-2
16	[01 $\bar{1}$]	180°	(β ₁ -γ ₁) ² (1-cosθ ₁)-2
17	[111]	120°	(α ₁ β ₁ +α ₁ γ ₁ +β ₁ γ ₁)(1-cosθ ₁)+(α ₁ +β ₁ +γ ₁) sinθ ₁ -1
18	[111]	-120°	(α ₁ β ₁ +α ₁ γ ₁ +β ₁ γ ₁)(1-cosθ ₁)+(-α ₁ -β ₁ -γ ₁) sinθ ₁ -1
19	[$\bar{1}$ 11]	120°	(-α ₁ β ₁ -α ₁ γ ₁ +β ₁ γ ₁)(1-cosθ ₁)+(-α ₁ +β ₁ +γ ₁) sinθ ₁ -1
20	[$\bar{1}$ 11]	-120°	(-α ₁ β ₁ -α ₁ γ ₁ +β ₁ γ ₁)(1-cosθ ₁)+(α ₁ -β ₁ -γ ₁) sinθ ₁ -1
21	[1 $\bar{1}$ 1]	120°	(-α ₁ β ₁ +α ₁ γ ₁ -β ₁ γ ₁)(1-cosθ ₁)+(α ₁ -β ₁ +γ ₁) sinθ ₁ -1
22	[1 $\bar{1}$ 1]	-120°	(-α ₁ β ₁ +α ₁ γ ₁ -β ₁ γ ₁)(1-cosθ ₁)+(-α ₁ +β ₁ -γ ₁) sinθ ₁ -1
23	[11 $\bar{1}$]	120°	(α ₁ β ₁ -α ₁ γ ₁ -β ₁ γ ₁)(1-cosθ ₁)+(α ₁ +β ₁ -γ ₁) sinθ ₁ -1
24	[11 $\bar{1}$]	-120°	(α ₁ β ₁ -α ₁ γ ₁ -β ₁ γ ₁)(1-cosθ ₁)+(-α ₁ -β ₁ +γ ₁) sinθ ₁ -1

Table 1: The 24 proper symmetry transformations S_k and the 24 angles θ_k of the rotations R^{k1} = R¹¹ S_k⁻¹ with R₁ = R[θ₁, (α₁, β₁, γ₁)].

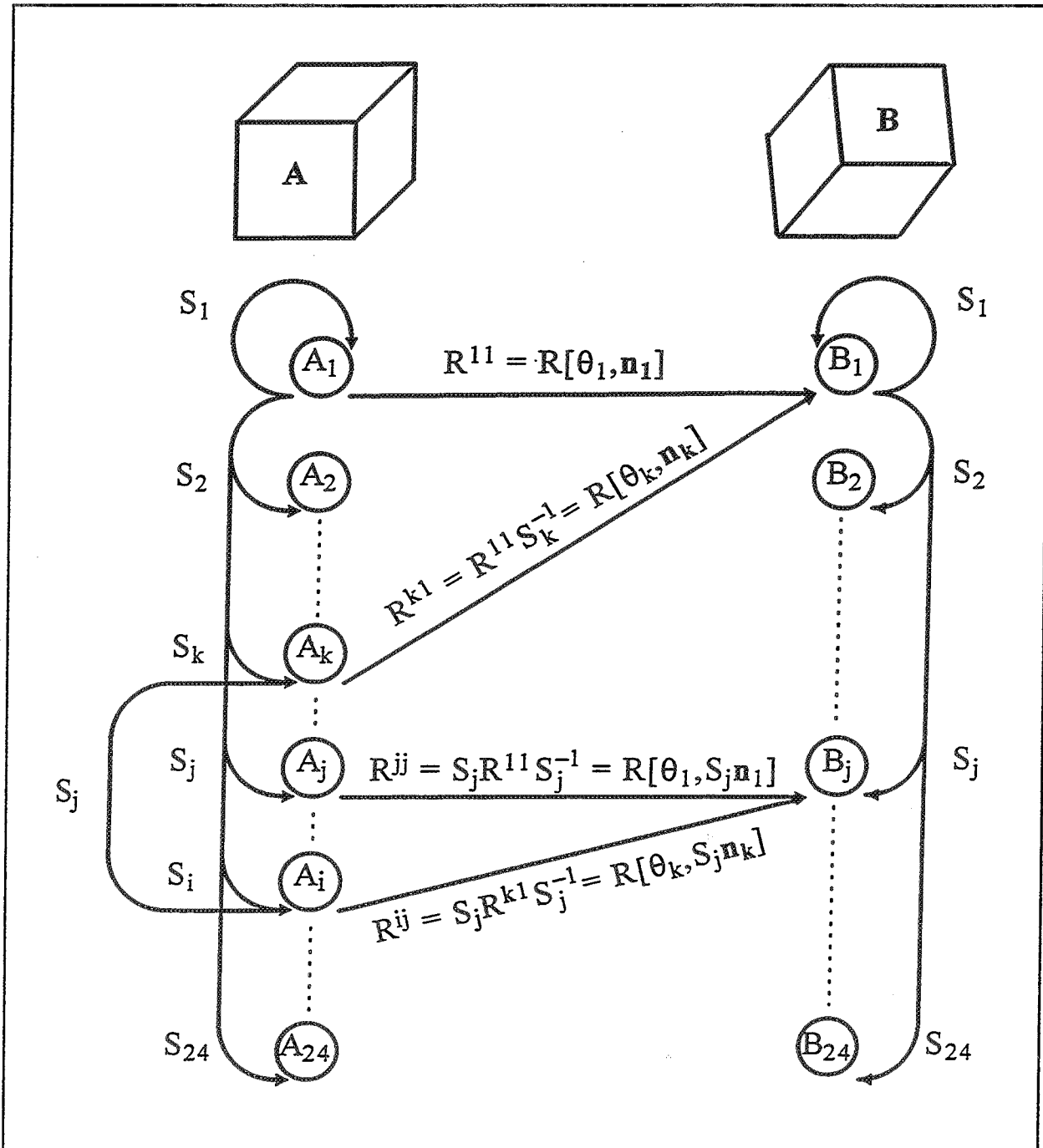


Figure 1: Schematic representation of the 576 rotations that transform one of the 24 coordinate sets A_i of crystal A into one of the 24 B_j sets of crystal B.

$$\theta_k = \cos^{-1} \left(\frac{\text{tr } R^{kl} - 1}{2} \right) \quad (3a)$$

where tr denotes the trace of the matrix, and:

$$\alpha_k = \frac{R_{32}^{kl} - R_{23}^{kl}}{2 \sin \theta_k}; \quad \beta_k = \frac{R_{13}^{kl} - R_{31}^{kl}}{2 \sin \theta_k}; \quad \gamma_k = \frac{R_{21}^{kl} - R_{12}^{kl}}{2 \sin \theta_k} \quad (3b)$$

The above equations hold for $\theta_k \neq 0^\circ$ and $\theta_k \neq 180^\circ$; when $\theta_k = 180^\circ$, the axes are given by:

$$\alpha_k = \left(\frac{1 + R_{11}^{kl}}{2} \right)^{1/2}; \quad \beta_k = \text{sgn}(R_{12}^{kl}) \left(\frac{1 + R_{22}^{kl}}{2} \right)^{1/2}; \quad \gamma_k = \text{sgn}(R_{13}^{kl}) \left(\frac{1 + R_{33}^{kl}}{2} \right)^{1/2} \quad (3c)$$

By combination of (1) and (3a), θ_k can be expressed as a function of θ_1 , and $\alpha_1, \beta_1, \gamma_1$ (Table 1).

When the proper symmetry transformations are applied to both *crystallites*, the general rotation matrix can be written $R^{ij} = S_j R^{11} S_i^{-1}$. By introducing a transformation S_k defined by $S_i = S_j S_k$, the above equation becomes $R^{ij} = S_j R^{11} S_k^{-1} S_j^{-1} = S_j R^{kl} S_j^{-1}$, which makes clear that R^{ij} corresponds to a rotation of angle θ_k about the axis $S_j \mathbf{n}_k$. Therefore, among the 576 possible misorientation angles, only 24 are different (these are the 24 θ_k given by (3a)). Each of these is associated with 24 crystallographic variants of the axis \mathbf{n}_k (3b,c), resulting from the application of the 24 proper transformations to this axis (Fig. 1). Since these 24 variants of \mathbf{n}_k are physically equivalent, it is sufficient to consider the 24 rotations whose axes lie within a single elementary triangle of the stereographic projection.

By convention, the *least* of the 24 angles, θ_{\min} , is taken as a measure of the misorientation. To justify this convention, it is of great importance to determine whether θ_{\min} has special properties compared to the other 23 angles

and especially whether any physical meaning can be attributed to this angle. In section 2, some known properties of θ_{\min} are reviewed and new results are derived about the distribution of the 24 angles.

An alternative representation consists of selecting the rotation whose axis is closest to some simple crystallographic direction. This representation is related to the mobility of boundaries: experimental results suggest that high mobility is associated with rotations about $\langle 111 \rangle$ axes in fcc and $\langle 011 \rangle$ axes in bcc metals. In section 3, the angle ϕ between a low index direction (e.g., $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$, or $\langle 111 \rangle$) and the rotation axis closest to this direction is calculated in order to determine the accuracy of such a representation.

2. Properties of θ_{\min}

Some properties of θ_{\min} and the associated rotation axes have already been investigated. Mackenzie [1] and Handscomb [2] derived the probability density function of θ_{\min} for a set of randomly oriented crystals. In particular, they have shown that the maximum value of θ_{\min} , $\theta_{\min}^M = 2 \tan^{-1} \left[(\sqrt{2} - 1) \sqrt{5 - 2\sqrt{2}} \right] \approx 62.8^\circ$, and that there is a probability maximum for θ_{\min} at 45° . More recently, Morawiec [3] and Basson [4] have calculated the distributions of the associated axes and found that the directions which have the highest probability densities are the $\langle 111 \rangle$ when the stereographic projection is used, but the $\langle 11\sqrt{2}-1 \rangle$ when the latter is replaced by the spherical projection. However, the distributions of the 24 angles of the equivalent rotations have not been dealt with to date.

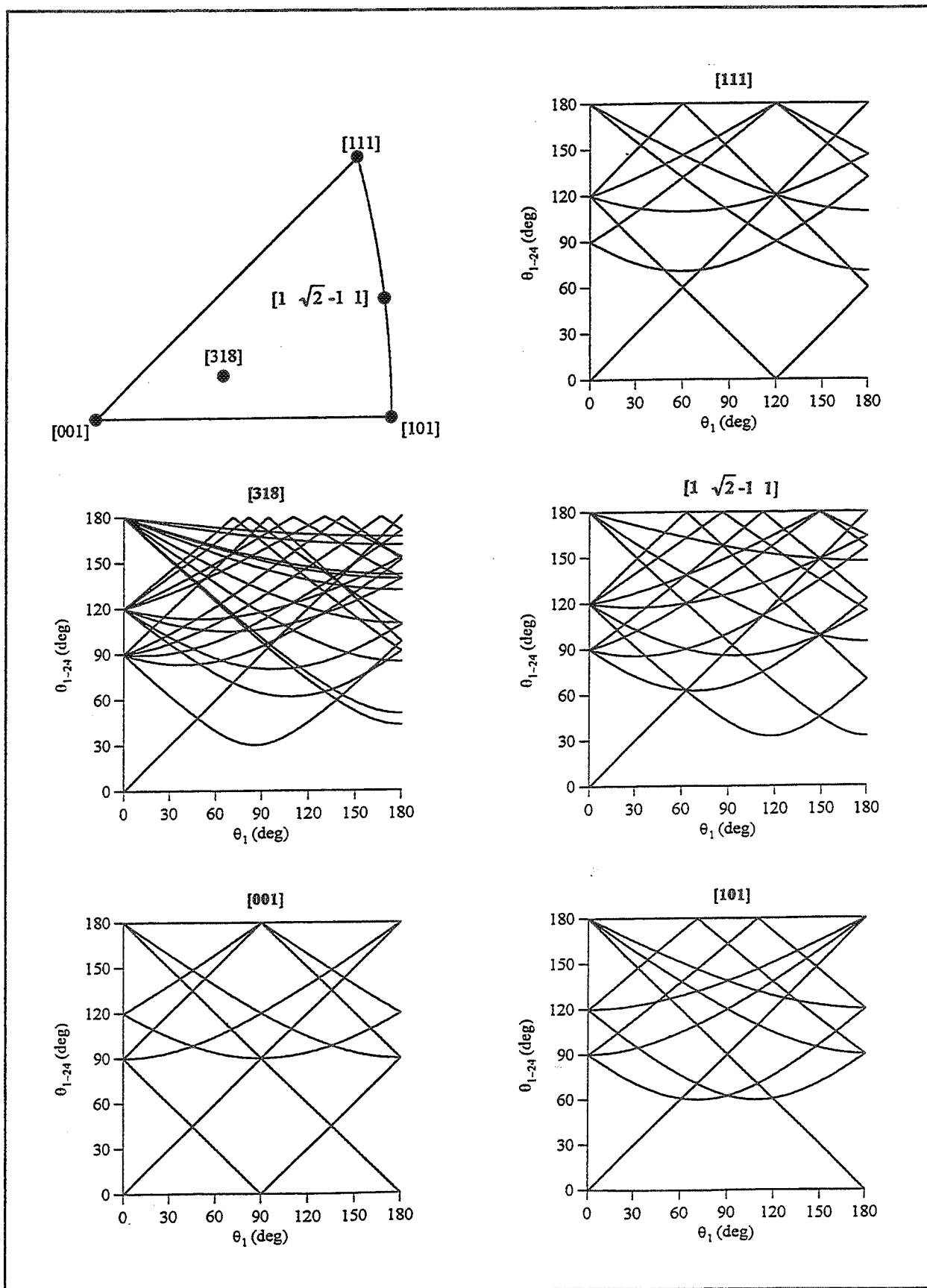


Figure 2: Distributions of the 23 rotation angles equivalent to the reference rotation $R^{11}[\theta_1, \mathbf{n}_1]$ for five selected axes \mathbf{n}_1 .

For five selected $\mathbf{n}_1(\alpha_1, \beta_1, \gamma_1)$ axes, the 24 angles of the rotations equivalent to the reference one $R^{11}[\theta_1, \mathbf{n}_1]$ were therefore calculated. They are displayed as functions of θ_1 in Fig. 2. It is of interest to note that θ_1 remains the smallest angle up to a value of at least 45° , and that the remaining curves are largely concentrated in the upper part of each diagram. This means that most of the misorientation angles are larger than 60° . This is especially true when the axis lies inside the stereographic triangle (e.g., when the rotation axis is [318]).

This property can be formulated more precisely as follows: a critical angle $\theta_c(\mathbf{n}_k)$ can be associated with each of the 24 rotations $[\theta_k, \mathbf{n}_k]$, that satisfies the following two inequalities:

$$(i) \theta_{\min} \leq \theta_c(\mathbf{n}_{\min}), \quad (4a)$$

$$(ii) \theta_i \geq \theta_c(\mathbf{n}_i) \text{ for all other rotations.} \quad (4b)$$

Furthermore, $\theta_c(\mathbf{n}_{\min})$ satisfies the condition that

$$(iii) \theta_i \geq \theta_c(\mathbf{n}_{\min}) \text{ for all other rotations.} \quad (4c)$$

A relationship will now be derived between the critical angle θ_c and the direction cosines $(\alpha_k, \beta_k, \gamma_k)$.

In the unit triangle ($[001], [101], [111]$), the direction cosines $(\alpha_1, \beta_1, \gamma_1)$ of the axes follow the order $0 \leq \beta_1 \leq \alpha_1 \leq \gamma_1$. Using these inequalities, it is possible to distinguish between the 24 rotation angles (Table 1) as follows:

$$\theta_4 \leq \theta_2 \text{ and } \theta_3$$

$$\theta_9 \leq \theta_5, \theta_6, \theta_7, \theta_8, \text{ and } \theta_{10}$$

$$\theta_{13} \leq \theta_{11}, \theta_{12}, \theta_{14}, \theta_{15}, \text{ and } \theta_{16}$$

$$\theta_{17} \leq \theta_{18}, \theta_{19}, \theta_{20}, \theta_{21}, \theta_{22}, \theta_{23}, \text{ and } \theta_{24}.$$

It is therefore sufficient to consider only $\theta_4, \theta_9, \theta_{13}$, and θ_{17} in what follows.

In a first step, it will be shown that $\theta_1 = \theta_{\min}$ whenever θ_1 is less than a critical value $\theta_c(n_1)$. After some calculation, the following relations can be derived:

$$\begin{aligned}\theta_1 \leq \theta_4 &\Leftrightarrow \tan \frac{\theta_1}{2} \leq \frac{1}{\gamma_1} \\ \theta_1 \leq \theta_9 &\Leftrightarrow \tan \frac{\theta_1}{2} \leq \frac{\sqrt{2}-1}{\gamma_1} \\ \theta_1 \leq \theta_{13} &\Leftrightarrow \tan \frac{\theta_1}{2} \leq \frac{\sqrt{2}}{\alpha_1 + \gamma_1} \\ \theta_1 \leq \theta_{17} &\Leftrightarrow \tan \frac{\theta_1}{2} \leq \frac{1}{\alpha_1 + \beta_1 + \gamma_1}.\end{aligned}$$

Evidently,

$$\theta_1 \leq \theta_9 \Rightarrow \theta_1 \leq \theta_4$$

and

$$\theta_1 \leq \theta_{17} \Rightarrow \theta_1 \leq \theta_{13}.$$

Thus, only θ_1 , θ_9 , and θ_{17} have to be compared.

$$(i) \text{ When } \frac{\sqrt{2}-1}{\gamma_1} \leq \frac{1}{\alpha_1 + \beta_1 + \gamma_1} \text{ or } \sqrt{2}\gamma_1 \geq \alpha_1 + \beta_1$$

$$\theta_1 = \theta_{\min} \Leftrightarrow \theta_1 \leq \theta_c = 2 \tan^{-1} \left(\frac{\sqrt{2}-1}{\gamma_1} \right). \quad (5a)$$

$$(ii) \text{ When } \frac{\sqrt{2}-1}{\gamma_1} \geq \frac{1}{\alpha_1 + \beta_1 + \gamma_1} \text{ or } \sqrt{2}\gamma_1 \leq \alpha_1 + \beta_1$$

$$\theta_1 = \theta_{\min} \Leftrightarrow \theta_1 \leq \theta_c = 2 \tan^{-1} \left(\frac{1}{\alpha_1 + \beta_1 + \gamma_1} \right). \quad (5b)$$

It is now convenient to introduce the classical stereographic projection coordinates, *viz.*, $p_1 = \alpha_1/(1+\gamma_1)$ and $p_2 = \beta_1/(1+\gamma_1)$. Cases (i) and (ii) above are then associated with two areas of the projection (I and II, respectively) separated by the curve $(p_1 + 1/\sqrt{2})^2 + (p_2 + 1/\sqrt{2})^2 = 2$. This is a circle C with center $(-1/\sqrt{2}, -1/\sqrt{2})$ and radius $\sqrt{2}$ (Fig. 3).

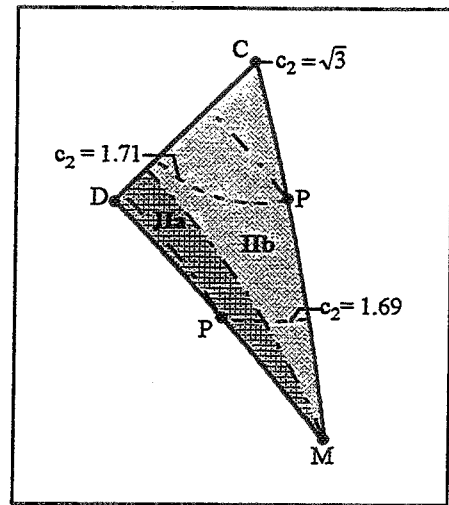
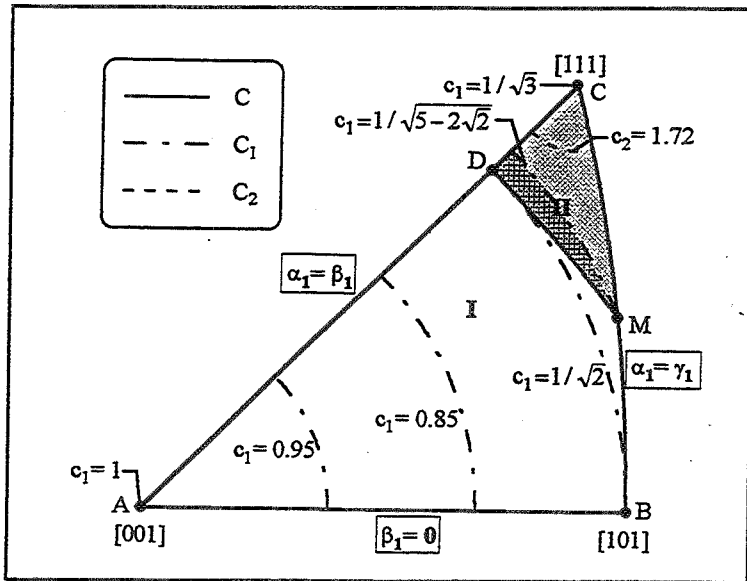


Figure 3: Elementary triangle of the stereographic projection showing the circles used in the calculations. C: $\sqrt{2} \gamma_1 = \alpha_1 + \beta_1$; C_1 : $\gamma_1 = c_1$; C_2 : $\alpha_1 + \beta_1 + \gamma_1 = c_2$.

Figure 5: Detailed view of region II of figure 3.

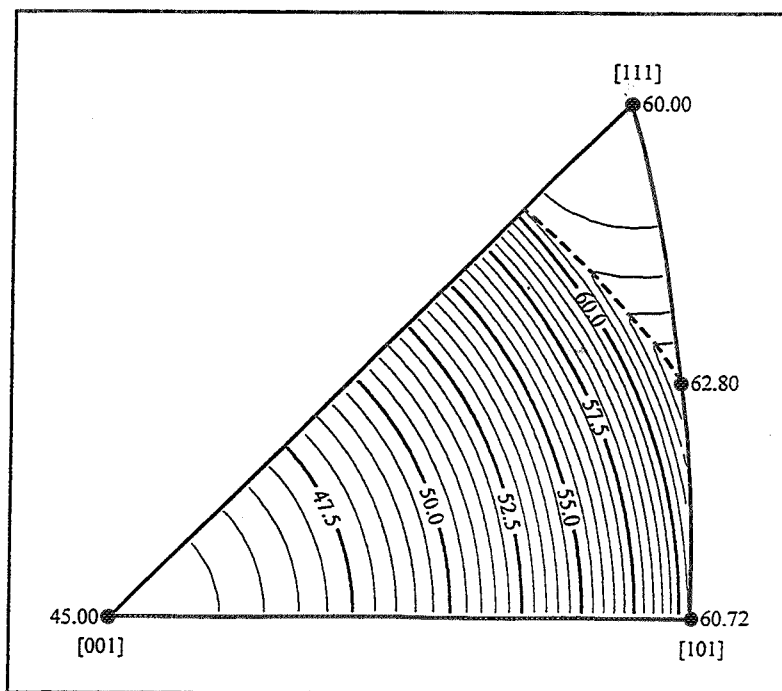


Figure 4: Dependence of θ_c ($0 \leq \theta_{\min} \leq \theta_c$) on rotation axis (in deg).

In area I (Fig. 3), γ_1 is equal to a constant c_1 along circles C_1 with center (0,0) and radius $\sqrt{(1-c_1)/(1+c_1)}$. The latter quantity increases with decreasing c_1 , so that the minimum value of γ_1 in area I is reached at point M ($\alpha_1 = \gamma_1 = 1/\sqrt{5-2\sqrt{2}}$, $\beta_1 = (\sqrt{2}-1)/\sqrt{5-2\sqrt{2}}$). Therefore θ_c is constant along the circles C_1 and is a maximum at point M.

In area II (Fig. 3), $\alpha_1 + \beta_1 + \gamma_1$ is equal to a constant c_2 along circles C_2 with center $(1/(c_2+1), 1/(c_2+1))$ and radius $\sqrt{3-c_2^2}/(c_2+1)$. It can be shown that $\alpha_1 + \beta_1 + \gamma_1$ is a minimum and thus θ_c a maximum at point M.

The maximum of θ_c , as derived from (5a) or (5b), is equal to $\theta_{\min}^M = 2 \tan^{-1} \left[(\sqrt{2}-1)\sqrt{5-2\sqrt{2}} \right]$. The minimum value, in turn, is reached at point A ($\alpha_1 = \beta_1 = 0$, $\gamma_1 = 1$). The dependence of θ_c on location within the unit triangle is displayed in Fig. 4. The angle θ_c defined in this way clearly satisfies inequalities (4a) and (4b).

In order to establish inequality (4c), it remains to be shown that when $\theta_1 = \theta_{\min}$, the four angles θ_4 , θ_9 , θ_{13} , and θ_{17} are larger than $\theta_c(n_1)$. This is obvious when $\theta_1 = \theta_c$. Let us then show that the four functions $\theta_i(\theta_1)$ ($i = 4, 9, 13, \text{ and } 17$) increase with decreasing θ_1 . This is straightforward for θ_4 , θ_{13} , and θ_{17} :

$$\text{in the range } 0 \leq \theta_1 \leq 62.8^\circ \quad \frac{d \cos \theta_4}{d \theta_1} = \gamma_1^2 \sin \theta_1 \geq 0,$$

$$\frac{d \cos \theta_{13}}{d \theta_1} = \frac{1}{2} (\alpha_1 + \gamma_1)^2 \sin \theta_1 \geq 0,$$

$$\text{and} \quad \frac{d \cos \theta_{17}}{d \theta_1} = \frac{(\alpha_1 \beta_1 + \alpha_1 \gamma_1 + \beta_1 \gamma_1) \sin \theta_1 + (\alpha_1 + \beta_1 + \gamma_1) \cos \theta_1}{2} \geq 0.$$

For θ_9 :

$$\frac{d \cos \theta_9}{d \theta_1} = \frac{(\gamma_1^2 - 1) \sin \theta_1 + 2 \gamma_1 \cos \theta_1}{2}$$

After some calculation, it can be shown that:

$$\frac{d \cos \theta_9}{d \theta_1} \geq 0 \Leftrightarrow \theta_1 \leq 2 \tan^{-1}(\gamma_1). \quad (6)$$

The above relations lead to:

In area I,
$$\theta_1 \leq 2 \tan^{-1} \left(\frac{\sqrt{2}-1}{\gamma_1} \right) \leq 2 \tan^{-1}(\gamma_1), \quad (7)$$

where the second inequality holds if $\gamma_1^2 \geq \sqrt{2}-1 \approx 0.41$. This is satisfied since $\gamma_1^2 \geq \frac{1}{5-2\sqrt{2}} \approx 0.46$ in area I.

In area II,
$$\theta_1 \leq 2 \tan^{-1} \left(\frac{1}{\alpha_1 + \beta_1 + \gamma_1} \right) \leq 2 \tan^{-1}(\gamma_1) \quad (8)$$

where the second inequality is tantamount to $\frac{1}{\alpha_1 + \beta_1 + \gamma_1} \leq \gamma_1$.

This is equivalent to stating that, for any γ_1 ,

$$\frac{1}{\min(\alpha_1 + \beta_1 + \gamma_1)} \leq \gamma_1. \quad (9)$$

For a given γ_1 , $\min(\alpha_1 + \beta_1 + \gamma_1)$ is given by the intersection P of the associated circle $C_1(\gamma_1)$ and the circle C_2 with the largest radius (Fig. 5). Area II can be seen from this figure to be divided into two parts IIa and IIb separated by the circle C_1 that passes through point M. The point of intersection P lies on the line DM ($\sqrt{2} \gamma_1 = \alpha_1 + \beta_1$) if γ_1 is in region IIa, and on the line MC ($\alpha_1 = \gamma_1$) if γ_1 is in region IIb.

In region IIa, for a given γ_1 ,

$$\min(\alpha_1 + \beta_1) = \sqrt{2} \gamma_1 \Rightarrow \frac{1}{\min(\alpha_1 + \beta_1 + \gamma_1)} = \frac{1}{(\sqrt{2}+1)\gamma_1}$$

so that relation (9) $\Leftrightarrow \frac{1}{\sqrt{2}+1} \approx 0.41 \leq \gamma_1^2$

The last inequality is valid because in area IIa :

$$\frac{1}{5-2\sqrt{2}} \approx 0.46 \leq \gamma_1^2 \leq \frac{1}{2}.$$

In region IIb, $\alpha_1 + \beta_1 + \gamma_1$ is a minimum when $\alpha_1 = \gamma_1$; then $\beta_1 = \sqrt{1-2\gamma_1^2}$

and thus
$$\frac{1}{\min(\alpha_1 + \beta_1 + \gamma_1)} = \frac{1}{2\gamma_1 + \sqrt{1-2\gamma_1^2}}.$$

Hence relation (9) $\Leftrightarrow 2\gamma_1^2 + \gamma_1\sqrt{1-2\gamma_1^2} \geq 1$

It can readily be shown that the last inequality holds for any γ_1 lying in region

IIb, *i.e.*, when γ_1 satisfies the relation $\frac{1}{\sqrt{3}} \leq \gamma_1 \leq \frac{1}{\sqrt{5-2\sqrt{2}}}$.

Consequently, the function $\theta_g(\theta_1)$ decreases in all areas and inequality (4c) is established in turn.

The latter can be used to give physical meaning to θ_{\min} : if $\theta_{\min} \leq \Theta$ ($\Theta \approx 15^\circ$), the associated boundary is generally made up of an array of dislocations and termed a *subgrain boundary*. Any alternative misorientation angle θ_i associated with the same boundary is then larger than θ_c , *i.e.*, $\theta_i \geq 45^\circ > \Theta$. This means that any sub-boundary misorientation is described unambiguously by the single angle θ_{\min} . The latter is known to be related to the average dislocation spacing d by the relationship $\theta_{\min} = b/d$ [5].

Furthermore, for any rotation $R[\theta, \mathbf{n}]$, whether θ is the smallest angle or not can be readily determined: θ need only be compared with the θ_c associated with \mathbf{n} by using Fig. 4 or applying eq. 5a or 5b.

3. Rotations about simple crystallographic axes

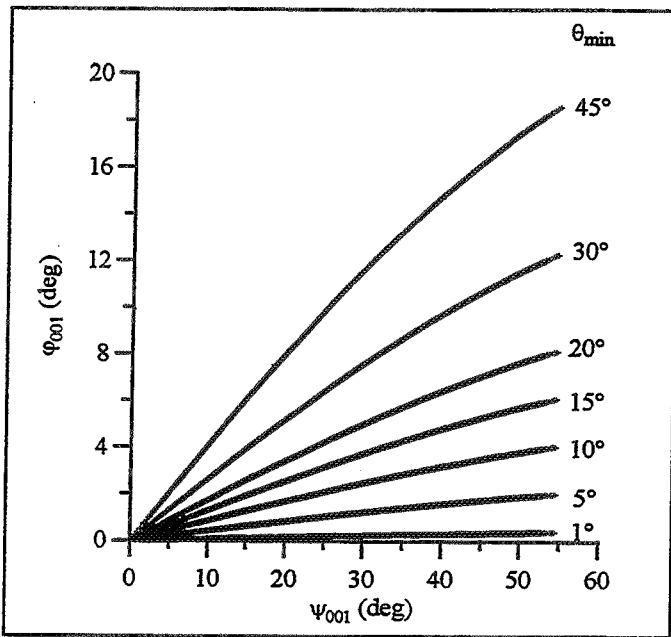
In practice, only the $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$, and $\langle 111 \rangle$ directions need be considered. In what follows, $\langle hkl \rangle$ always refers to one of these three low index directions. However, when used as a *subscript*, hkl denotes the particular rotation $R_{hkl} [\theta_{hkl}, n_{hkl}]$ among the 24 whose axis is closest to $\langle hkl \rangle$. In the latter case, h , k , and l *do not* represent the Miller indices of n (which are presumably very high) but indicate that we are dealing with an axis nearly parallel to a low index direction. Some more angles need be defined: ϕ_{001} , ϕ_{011} and ϕ_{111} denote the angle between the appropriate n_{hkl} axis and $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$, and $\langle 111 \rangle$, respectively; and ψ_{001} , ψ_{011} and ψ_{111} the angle between n_{min} and $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$ and $\langle 111 \rangle$, respectively.

Hutchinson et al. [6] have already dealt with this form of representation. For a set of random misorientations, these authors calculated the distributions of the angles θ_{hkl} . It has frequently been reported that highly mobile boundaries are associated with rotations of 30° - 40° about $\langle 111 \rangle$ in fcc metals, and with rotations of 25° - 35° and 80° - 90° about $\langle 011 \rangle$ in bcc metals. However, the θ_{hkl} distributions obtained by the above authors exhibit maxima that fall precisely within these angle intervals. This suggests that experimental mobility results need be viewed with circumspection, although they are not invalidated since the experimental distributions are in some cases sharper than those based on random misorientations.

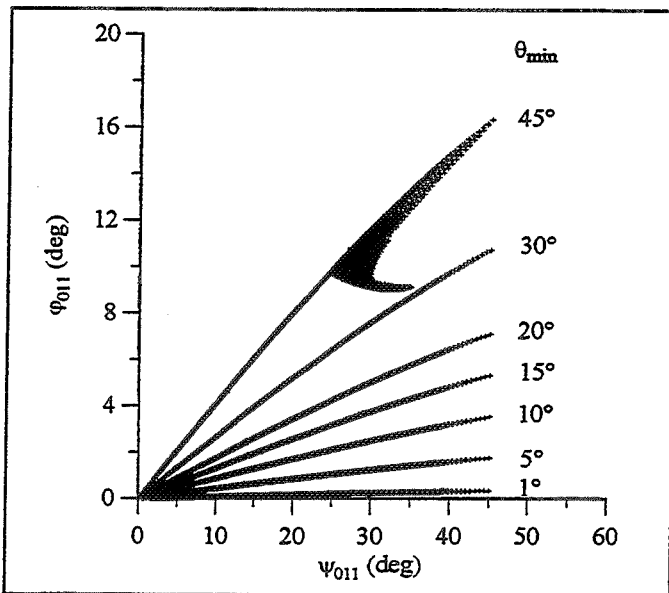
A further aspect of the problem is now addressed. For any rotation $[\theta_{min}, n_{min}]$, the equivalent rotations $[\theta_{hkl}, n_{hkl}]$ were considered. The angles ϕ_{001} , ϕ_{011} and ϕ_{111} are measures of the gap between the true rotation $[\theta_{hkl}, n_{hkl}]$ and the respective rotations about $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$, $\langle 111 \rangle$. In order to determine the extent to which this alternative representation is an accurate one, the 'gap' angles were calculated for all rotations $[\theta_{min}, n_{min}]$.

The φ angles are plotted as functions of the ψ angles for different values of θ_{\min} in Fig. 6. This is because, instead of two parameters, only one is necessary to describe the dependence of the φ angles on n_{\min} : except for some minor cases (when θ_{\min} becomes very large, *e.g.*, 45° for φ_{011} and φ_{111} in Fig. 6), the φ angles are related to n_{\min} solely through the angle ψ_{001} , ψ_{011} or ψ_{111} between n_{\min} and the appropriate $\langle hkl \rangle$ low index direction. It can be seen that φ_{001} remains small when θ_{\min} or ψ_{001} is itself small (similar remarks apply to φ_{011} and ψ_{011} , and φ_{111} and ψ_{111}). The fact that n_{hkl} approaches the exact direction $\langle hkl \rangle$ (*i.e.*, $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$, and $\langle 111 \rangle$) when θ_{\min} is reduced can be explained by the symmetry properties of cubic lattices: when θ_{\min} decreases, the rotation tends to the identity transformation, which is in turn equivalent to the symmetry rotations about the $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$, and $\langle 111 \rangle$ axes (Table 1).

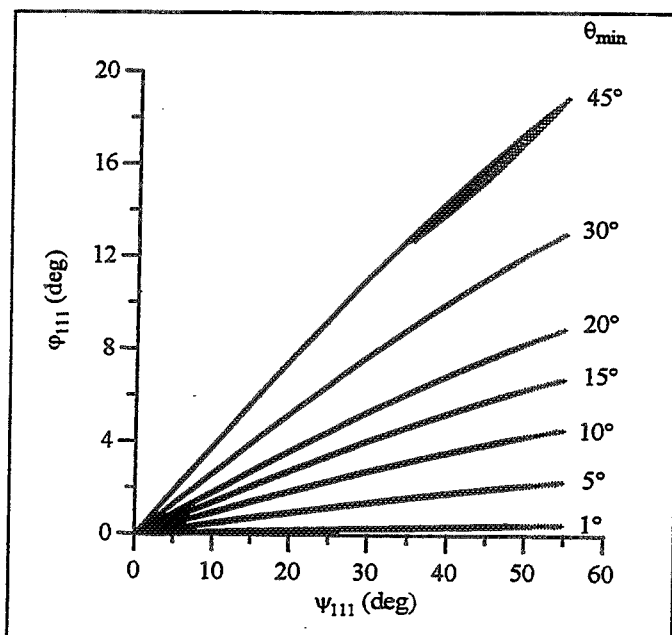
The dependences of θ_{hkl} on φ_{001} , φ_{011} and φ_{111} are displayed in Fig. 7. It is also apparent that the θ_{hkl} angles are related to n_{\min} solely through a single parameter (the φ angle). Note, however, that when θ_{\min} becomes very large, *e.g.*, 45° for θ_{011} and θ_{111} in Fig. 7, the above generalization does not apply. It is worthy of note that when φ is small, θ_{001} and θ_{011} are very close to $180^\circ - \theta_{\min}$ and θ_{111} is very close to $120^\circ + \theta_{\min}$. Since the $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$, and $\langle 111 \rangle$ directions are respectively four-fold, two-fold and three-fold symmetry axes, the rotations $[\theta_{\min}, \langle 001 \rangle]$, $[\theta_{\min}, \langle 011 \rangle]$, and $[\theta_{\min}, \langle 111 \rangle]$ are respectively equivalent to $[180^\circ - \theta_{\min}, \langle 001 \rangle]$, $[180^\circ - \theta_{\min}, \langle 011 \rangle]$, and $[120^\circ + \theta_{\min}, \langle 111 \rangle]$. It can therefore be considered that θ_{hkl} approaches θ_{\min} when φ is small.



a

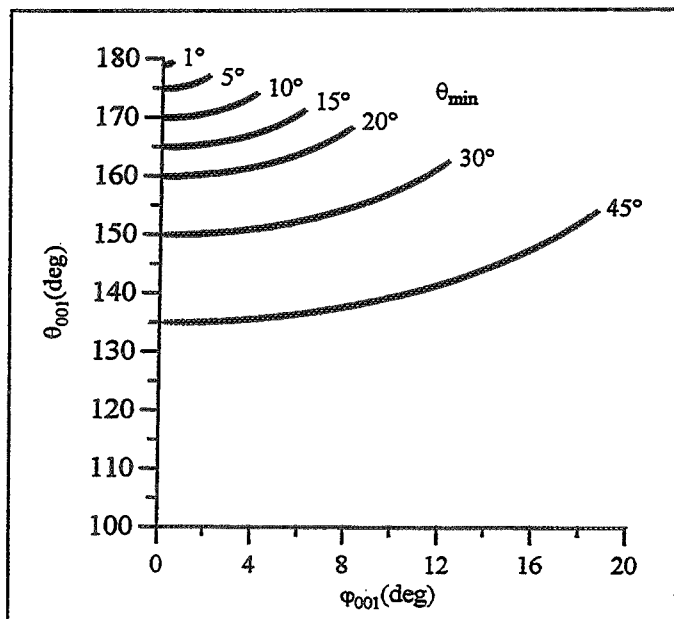


b

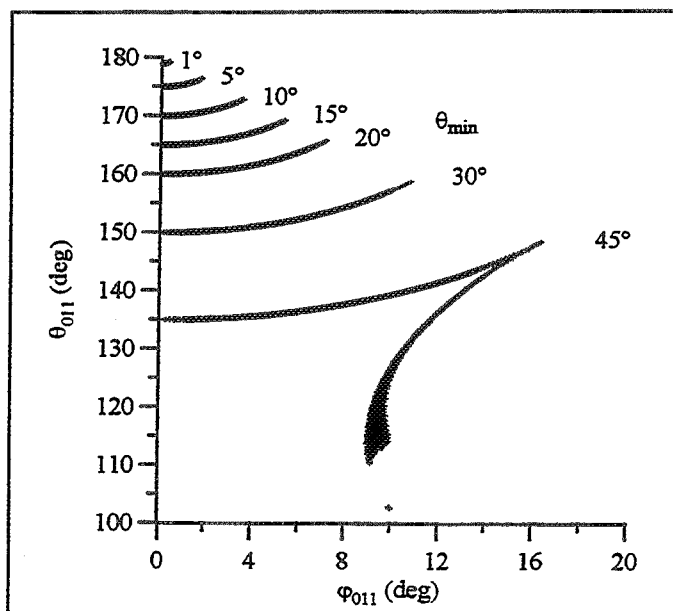


c

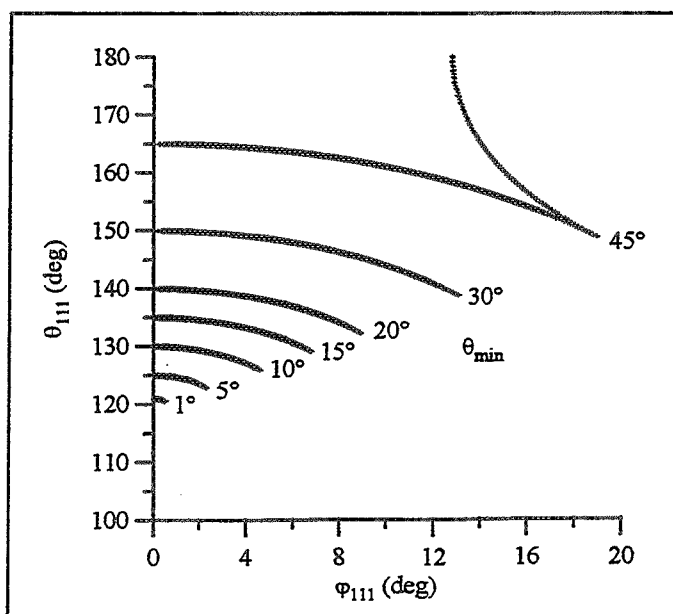
Figure 6: Dependence of φ (angle between n_{hkl} and $\langle hkl \rangle$) on ψ (angle between n_{\min} and $\langle hkl \rangle$) for various values of θ_{\min} between 1° and 45°. a) φ_{001} vs ψ_{001} ; b) φ_{011} vs ψ_{011} ; c) φ_{111} vs ψ_{111} .



a



b



c

Figure 7: Dependence of θ_{hkl} on ϕ for various values of θ_{\min} between 1° and 45°. a) θ_{001} vs ϕ_{001} ; b) θ_{011} vs ϕ_{011} ; c) θ_{111} vs ϕ_{111} .

It is clear from Fig. 6 that almost all small angle grain boundaries can be described with good accuracy by any of the low index rotations $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$, and $\langle 111 \rangle$. They all have a rotation axis within 7° of the above three low index directions. When a deviation of no more than 3° is acceptable, the small angle grain boundaries associated with an angle θ_{\min} near 15° and an axis n_{\min} far from the $\langle hkl \rangle$ direction of interest are excluded. By contrast, the θ_{hkl} values illustrated in Fig. 7 remain close to θ_{\min} and are far less than the high mobility angles.

For large angle grain boundaries, the dependence of φ on n_{\min} becomes more pronounced and the boundary can be accurately described by a rotation about a low index direction only when n_{\min} is itself close to this direction. Furthermore, as can be seen in Fig. 7, θ_{hkl} remains close to θ_{\min} when the gap angle φ is small. This means that when $[\theta_{\min}, n_{\min}]$ is close to one of the special rotations invoked for high mobility, $[\theta_{hkl}, n_{hkl}]$ may be closer to this special rotation; by contrast, when $[\theta_{\min}, n_{\min}]$ is far from the special rotation, $[\theta_{hkl}, n_{hkl}]$ will also be far from it (but still closer).

4. Concluding remarks

Any *small angle grain boundary* can be described by a rotation $[\theta_{\min}, n_{\min}]$ in which θ_{\min} is the only misorientation angle below 15° (the 23 others are all greater than 45°). Nevertheless, almost all small angle grain boundaries can also be described by a rotation $[\theta_{hkl}, n_{hkl}]$ whose axis is close to a $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$, or $\langle 111 \rangle$ direction. These θ_{hkl} values are all far from those associated with high mobility rotations, in agreement with the observation that sub-boundary mobilities are generally low.

A *large angle grain boundary* can of course also be described by a rotation $[\theta_{\min}, n_{\min}]$, but the physical meaning of this description is less

obvious than for sub-boundaries. This representation is appropriate, for instance, in the case of continuous dynamic recrystallization (the gradual transformation of subgrain into grain boundaries) because it makes evident the continuous increase in the misorientation angle. The alternative representation $[\theta_{hkl}, n_{hkl}]$ can be used to emphasize the existence of equivalent rotations about specific crystallographic axes. The present calculations have shown that n_{hkl} is close to the exact $\langle hkl \rangle$ direction only when n_{min} is itself not too far from $\langle hkl \rangle$. When this condition is fulfilled, θ_{hkl} is in turn close to θ_{min} . Consequently, $[\theta_{hkl}, n_{hkl}]$ corresponds to one of the special rotations associated with high mobility only when $[\theta_{min}, n_{min}]$ is itself close to this rotation.

In order to avoid drawing misleading conclusions, the low index axis rotation description should always be used with circumspection. For example, in the case where an actual "physical" rotation is associated with an irrational axis, the probability is nevertheless quite high that either θ_{min} is small or that n_{min} is not very far from a $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$ or $\langle 111 \rangle$ direction. Then, according to the present results, a low index axis n_{hkl} can be used to provide a good description of the rotation, even though the physical meaning of such an approximate description is questionable.

In a similar manner, the minimum angle rotation can also lead to erroneous conclusions. For instance, it has been shown that, during the room temperature plane strain compression of aluminium, the cube orientation splits into symmetric orientations by rotations about the transverse direction, leading to the formation of deformation bands [7]. It is then tempting to consider that the physical rotation and the minimum angle rotation are identical. This is effectively the case at moderate strains. However, at large strains, the bands exhibit misorientations greater than 60° and the minimum angle rotation no longer corresponds to the physical rotation [7].

Furthermore, for specific applications, knowledge of the rotation is insufficient and the boundary orientation must also be taken into account. For instance, twin boundaries are characterized by a $[180^\circ, \mathbf{n}_{\text{twin}}]$ rotation, where \mathbf{n}_{twin} is the normal to the twin plane. It is well known that twin planes are generally of the $\{111\}$ type in fcc and of the $\{112\}$ type in bcc metals. The associated rotations $[180^\circ, \langle 111 \rangle]$ and $[180^\circ, \langle 112 \rangle]$ are both equivalent to the minimum angle rotation $[60^\circ, \langle 111 \rangle]$. The latter can therefore be used to confirm the presence of twins in fcc and bcc metals. However, it should also be verified that the boundary normal is parallel to the $\langle 111 \rangle$ or the $\langle 112 \rangle$ direction, respectively.

ACKNOWLEDGMENTS

The authors are grateful to Frédéric Basson for useful discussions; they also wish to thank Drs Bevis Hutchinson and Adam Morawiec for their helpful comments.

REFERENCES

- [1] J.K. Mackenzie (1958), *Biometrika* **45**, 229-240.
- [2] D.C. Handscomb (1958), *Canad. J. Math.* **10**, 85-88.
- [3] A. Morawiec (1996), *J. Appl. Cryst.* **29**, 164-169 (erratum p. 593).
- [4] F. Basson (1997), *J. Appl. Cryst.*, **30** 102-106.
- [5] S. Amelinckx and W. Dekeyser (1959), *Solid State Physics* **8**, Academic Press, 329-339.
- [6] W.B. Hutchinson, L. Ryde, P.S. Bate and B. Bacroix (1996), *Scripta Mater.* **35**, 579-582.
- [7] J.H. Driver, M.-C. Theyssier et Cl. Maurice (1996), *Mater. Sci. Tech.* **12**, 851-858.

ANNEXE II

EVOLUTION DES DESORIENTATIONS EN FLUAGE

Ces travaux ont été réalisés lors d'un séjour de trois mois dans l'équipe du Professeur Blum à l'Université d'Erlangen-Nuremberg. Des mesures de désorientation ont été effectuées par EBSD sur des éprouvettes d'aluminium pur, déformées par fluage en compression avec sauts décroissants de contrainte à $0,98 T_f$ ($1,4 \rightarrow 0,3$ MPa) et $0,56 T_f$ ($17 \rightarrow 7,5$ MPa).

Les éprouvettes de fluage ont été usinées dans un lingot d'aluminium pur (99,99%) à très gros grains (quelques mm). La première série, notée R, a été comprimée par M. Riemer¹ à $0,98 T_f$ (640°C) sous une contrainte de 1,4 MPa, l'essai étant poursuivi éventuellement par une réduction à 0,3 MPa. La seconde, notée H, a été comprimée par T. Hennige² à $0,56 T_f$ (250°C) sous une contrainte de 17 MPa, l'essai étant poursuivi éventuellement par une réduction à 7,5 MPa. Les conditions expérimentales exactes ainsi que la taille des sous-grains sont indiquées dans le tableau 1.

Les résultats de l'étude de ces éprouvettes par EBSD sont présentés par les figures 1 à 6. Les désorientations ont été mesurées le long de lignes, le pas de mesure (33 μm pour la série R, 2,5 μm pour H1 et 7 μm pour H2) ayant été choisi pour avoir au moins deux pointés par sous-grain. Afin de situer ces

épreuve	σ_1 (MPa)	ϵ_1	σ_2 (MPa)	ϵ_2	D (μm)
R1	1,42	0,26	-	-	89
R2	1,41	0,51	-	-	106
R3	1,38	0,265	0,27	$\approx 10^{-4}$	95
R4	1,39	0,27	0,28	0,09	519
H1	17	0,50	-	-	6,5
H2	17	0,30	7,5	0,15	12,6

Tableau 1 : Conditions de déformation et taille des sous-grains. Les éprouvettes ont été déformées sous σ_1 d'une quantité ϵ_1 , puis éventuellement sous σ_2 de ϵ_2 . D'après M. Riemer et T. Hennige.

¹ M. Riemer, Studienarbeit "Verformungsverhalten und Mikrostruktur von Reinstaluminium nahe dem Schmelzpunkt", Institut für Werkstoffwissenschaften LS I, Universität Erlangen-Nürnberg, 1994.

² T. Hennige, Studienarbeit "Experimentelle Untersuchungen zur dynamischen Subkornvergrößerung von Reinaluminium", Institut für Werkstoffwissenschaften LS I, Universität Erlangen-Nürnberg, 1993.

lignes au sein des éprouvettes, des macrographies ont été réalisées après attaque à l'acide fluorhydrique.

Les sous-grains présents dans l'éprouvette R1 (fig. 1) sont peu désorientés. Les angles sont en effet inférieurs à 3° , à l'exception du grain central de la ligne 2 qui présente quelques sous-joints à plus de 5° . Lorsque la déformation est un peu plus importante (éprouvette R2, fig. 2), on note une légère augmentation des désorientations dans les deux grains de gauche, alors qu'aucun sous-joint n'est décelable dans le grain de droite. Ce dernier se distingue par ailleurs de ses voisins par son contraste très uniforme et l'absence d'ondulation de ses parois. Il s'agit probablement d'un grain qui croît rapidement. L'éprouvette R3 (fig. 3), observée immédiatement après la réduction de la contrainte, présente une microstructure similaire. Les deux gros grains qui semblent croître contiennent des sous-grains à désorientation très faible (1 à 2°), alors que ceux qui disparaissent renferment des sous-grains dont la désorientation avoisine 5° . Lorsque la déformation après réduction de contrainte se prolonge (éprouvette R4, fig. 4), la croissance des grains continue. Il n'en reste plus que deux dans la section étudiée.

Les désorientations mesurées dans les éprouvettes comprimées à $0,56 T_f$ sont beaucoup plus élevées. Même si le grain inférieur de l'éprouvette H1 (fig. 5) ne présente que des désorientations d'environ 5° , de nombreux sous-joints des grains supérieurs dépassent 15° et constituent donc de nouveaux joints. Après réduction de la contrainte (fig. 6), les désorientations diminuent pour plafonner à 10° et aucune croissance des grains initiaux n'est observée.

Ces résultats indiquent que les joints de grains sont extrêmement mobiles à $0,98 T_f$, ce qui conduit à une croissance rapide des grains initiaux et à la disparition des sous-grains présents dans les zones balayées par les joints. Dans les régions épargnées par cette migration, des désorientations d'environ 5° , relativement importantes compte tenu de la faible contrainte appliquée, peuvent être atteintes. Aucune croissance notable des grains n'est visible dans les éprouvettes comprimées à $0,58 T_f$. Cependant, l'éprouvette H1 confirme que certains sous-joints peuvent se désorienter suffisamment pour se transformer en joints.

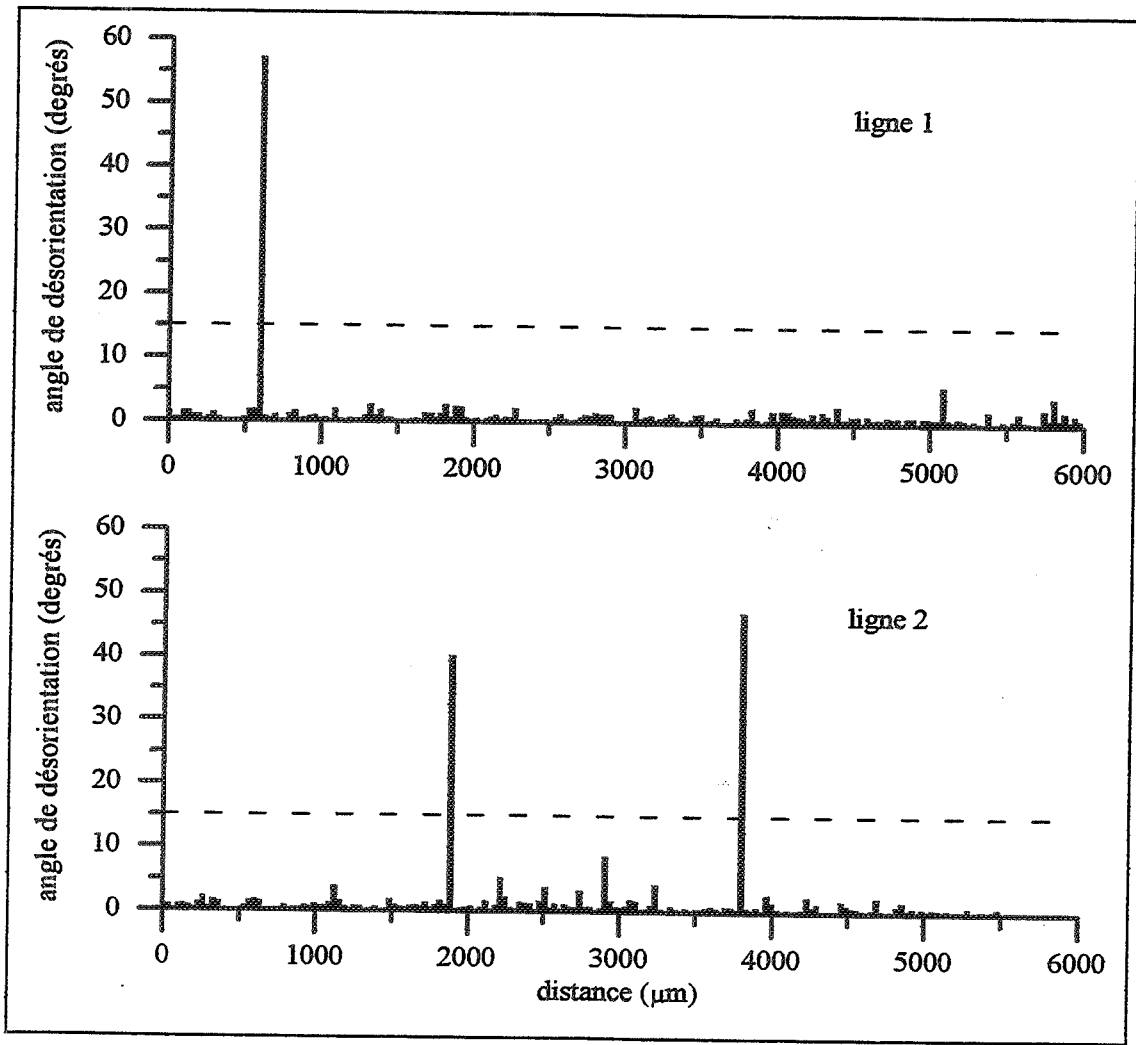
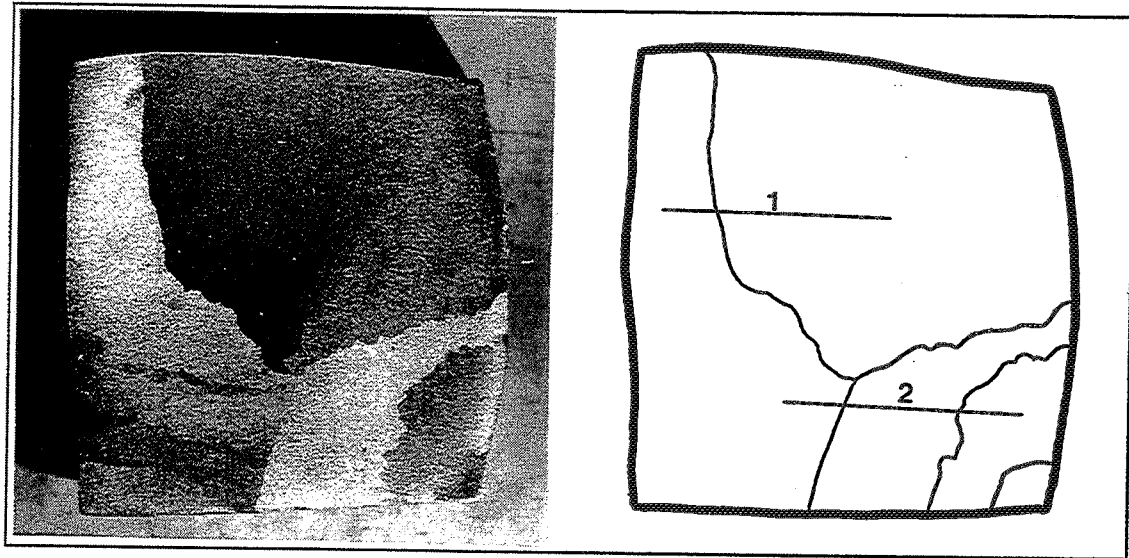


Figure 1 : Evolution de l'angle de désorientation dans l'éprouvette R1.

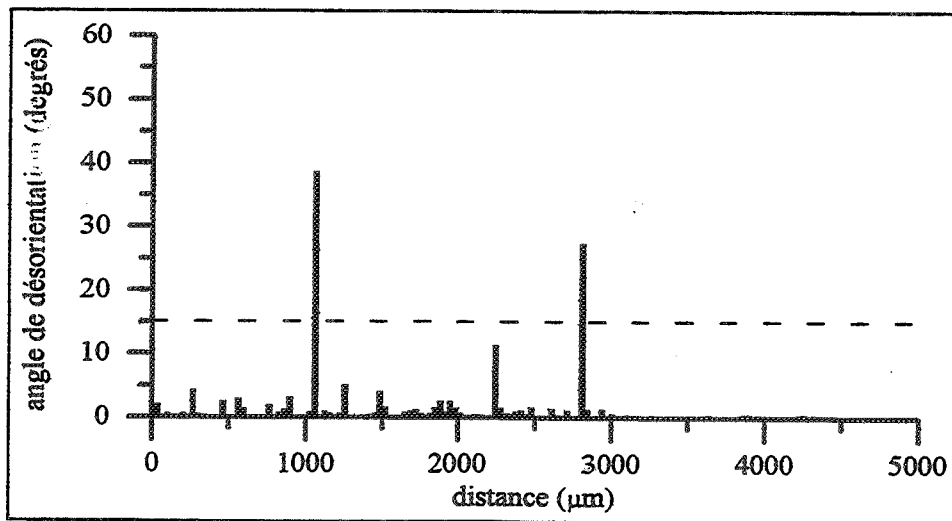
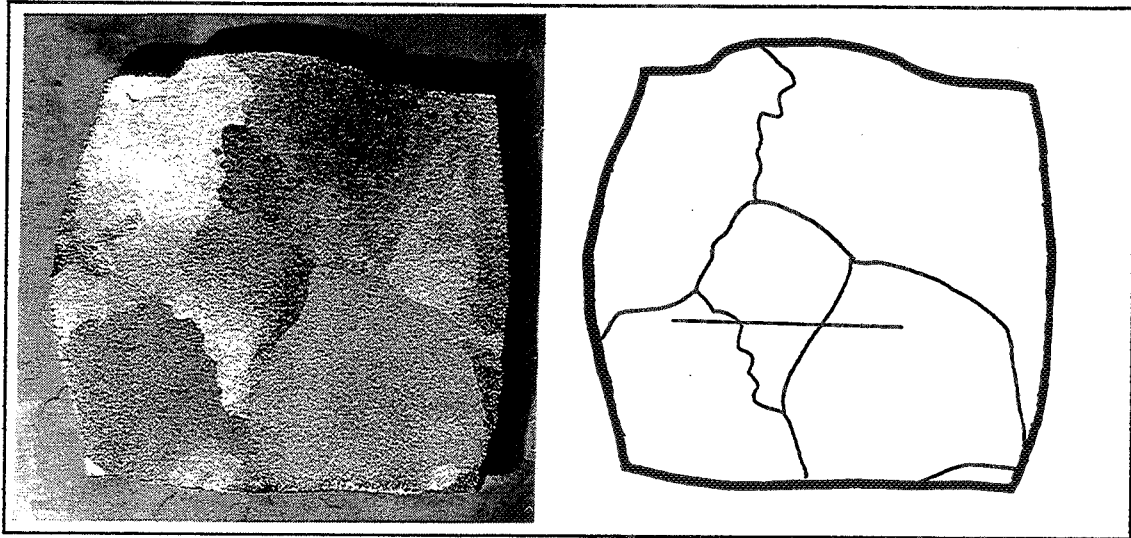


Figure 2 : Evolution de l'angle de désorientation dans l'éprouvette R2.

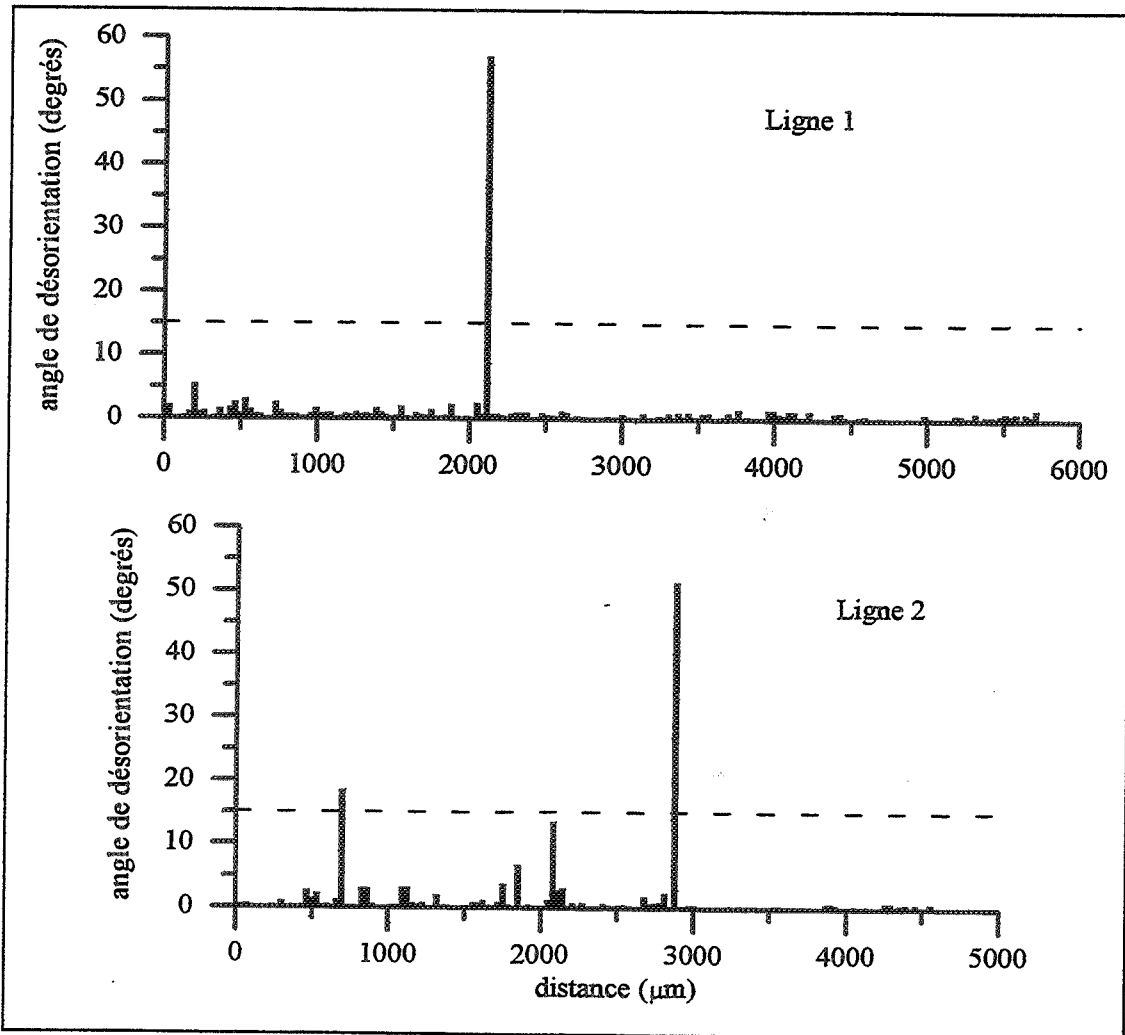
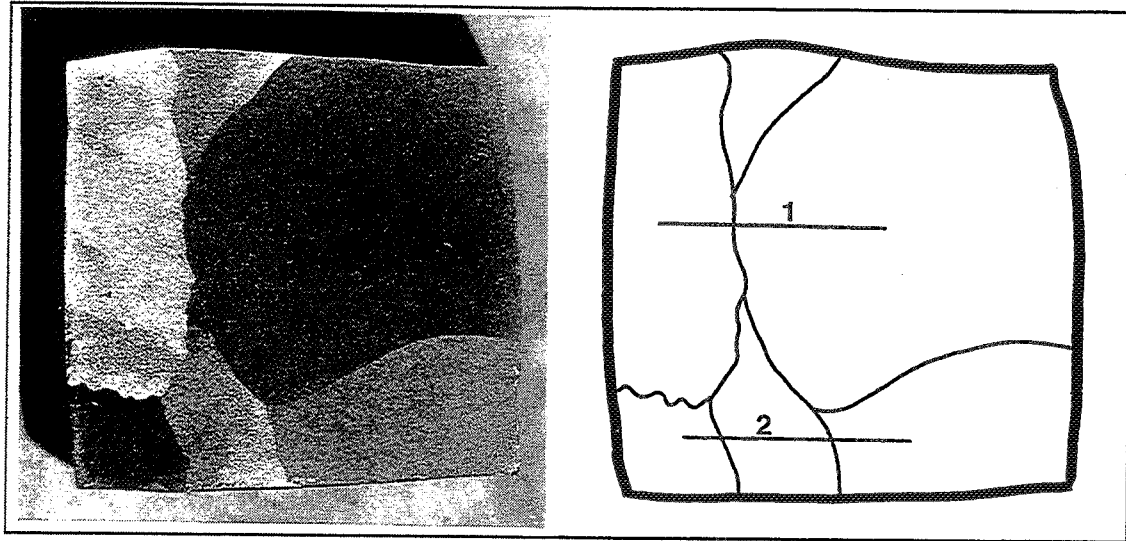


Figure 3 : Evolution de l'angle de désorientation dans l'éprouvette R3.

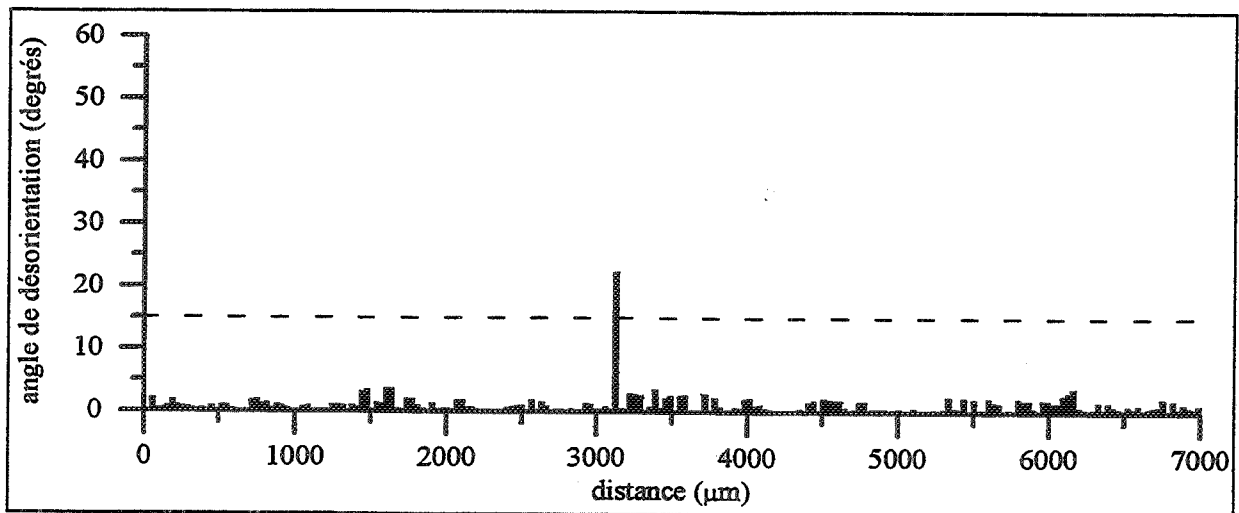
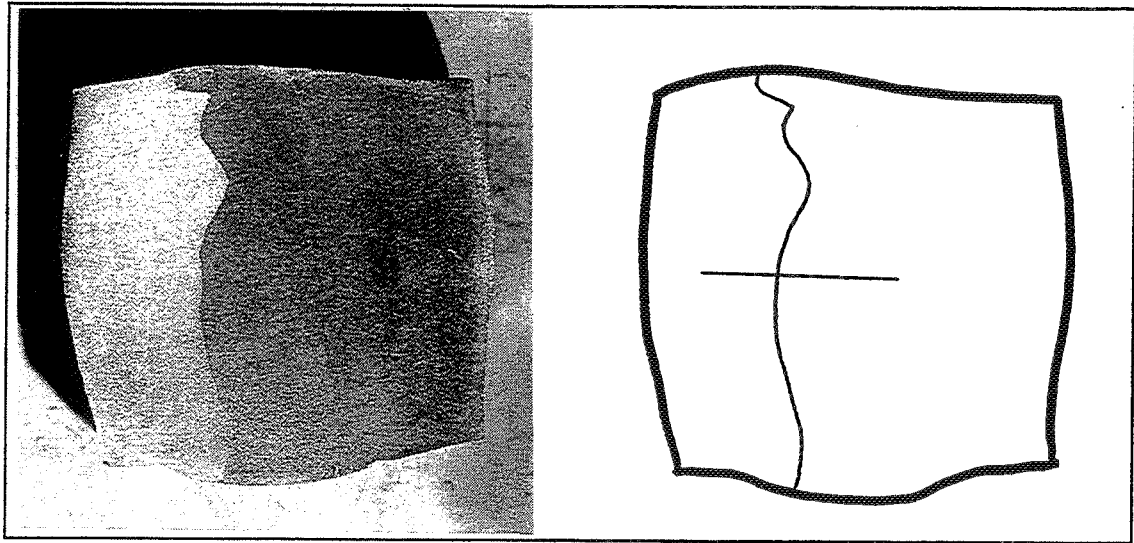


Figure 4 : Evolution de l'angle de désorientation dans l'éprouvette R4.

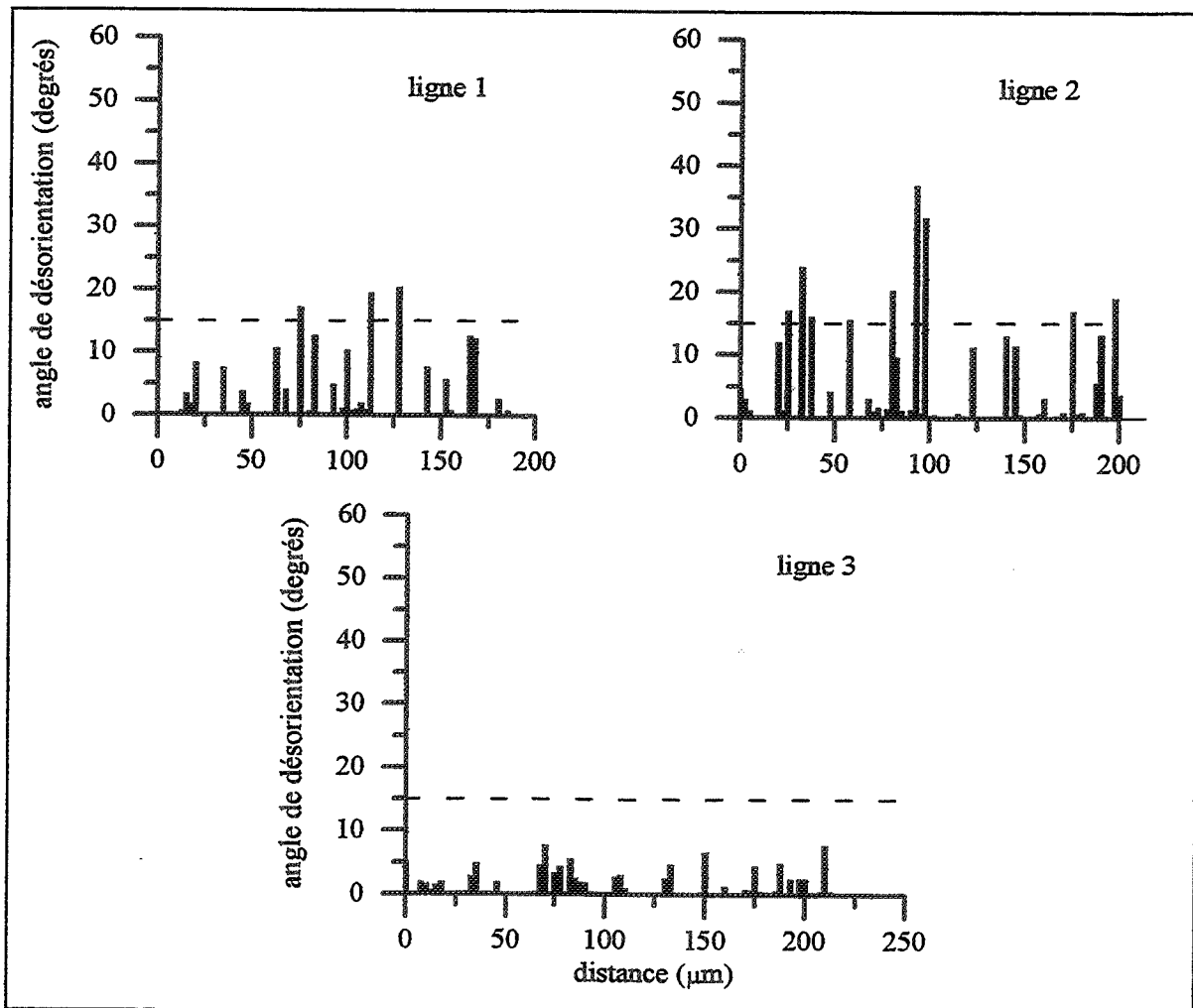
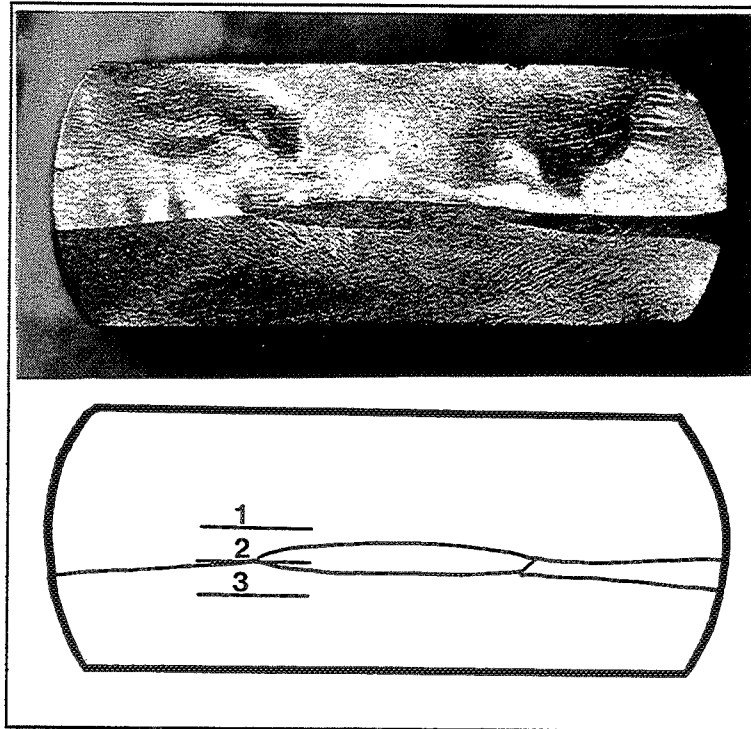


Figure 5 : Evolution de l'angle de désorientation dans l'éprouvette H1.

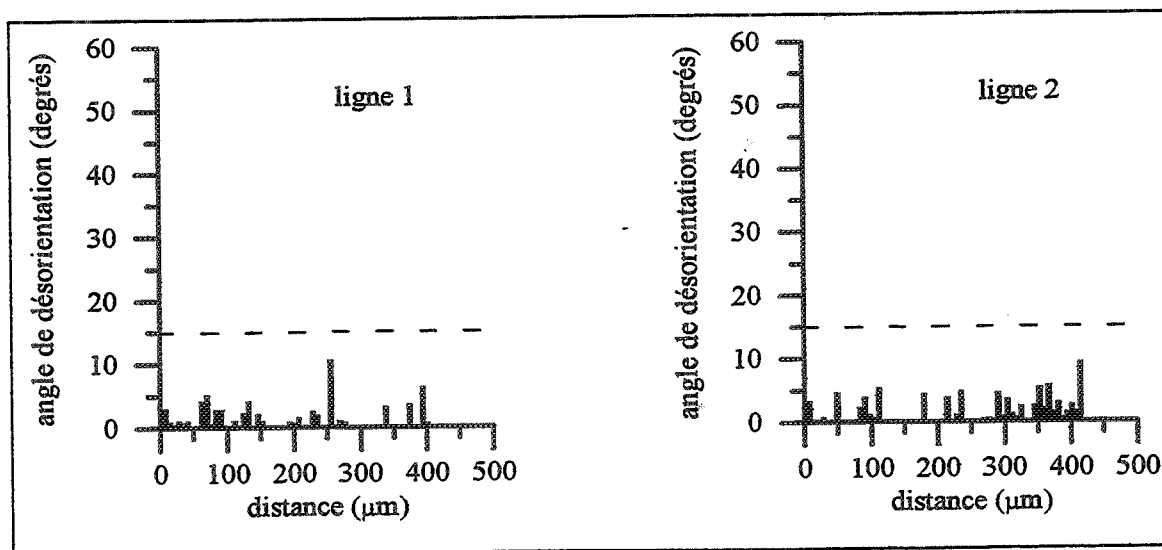
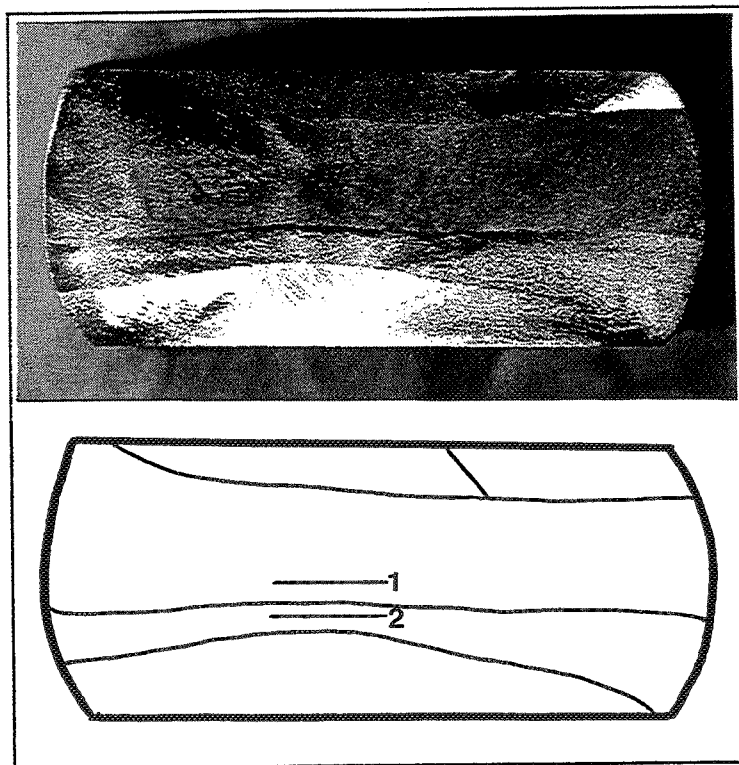


Figure 6 : Evolution de l'angle de désorientation dans l'éprouvette H2.

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

... and the ...

N° D'ordre : 166 TD

Année : 1997

Nom : Sophie GOURDET

Sujet : Etude des mécanismes de recristallisation au cours de la déformation à chaud de l'aluminium.

Spécialité : Sciences et Génie des Matériaux

Mots-clés : Recristallisation dynamique continue, recristallisation dynamique géométrique, monocristaux, polycristaux, compression uniaxiale, rhéologie, texture, microstructure, modélisation.

Résumé : La recristallisation dynamique discontinue (germination et croissance de nouveaux grains), très courante dans les matériaux à faible énergie de défaut d'empilement, est rarement observée dans les matériaux à forte énergie de défaut d'empilement tels que l'aluminium et ses alliages. Pour ces derniers, deux autres modes de recristallisation sont susceptibles d'opérer : la recristallisation dynamique continue (RDC - transformation des sous-grains en grains) et la recristallisation dynamique géométrique (RDG - produite par l'évolution des joints de grains initiaux). Le principal objectif de cette thèse était de mettre clairement en évidence et de mieux caractériser la RDC.

Des essais de compression uniaxiale ont été effectués à différentes températures ($0,6 \leq T/T_f \leq 0,8$) et différentes vitesses de déformation ($10^{-3} \text{ s}^{-1} \leq \dot{\epsilon} \leq 10^{-1} \text{ s}^{-1}$) sur trois nuances d'aluminium polycristallin : un aluminium pur (1199), un aluminium de pureté commerciale (1200) et un alliage Al-2,5%Mg (5052), ainsi que sur des monocristaux d'aluminium pur. Quelques éprouvettes d'aluminium 1200 ont également été déformées par torsion. Ces essais ont permis de caractériser le comportement rhéologique des différents échantillons.

Les microstructures des éprouvettes déformées à $0,7 T_f$ et 10^{-2} s^{-1} ont ensuite été étudiées à différents stades de déformation par diffraction des rayons X, microscopie optique, microscopie électronique à balayage et microdiffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD). L'étude des éprouvettes monocristallines a confirmé que des sous-joints peuvent effectivement se transformer en joints. Les éprouvettes d'orientations $\langle 001 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ présentent en effet une fraction importante de nouveaux joints (angle de désorientation $\theta > 15^\circ$). Deux mécanismes sont à l'origine de la formation de ces derniers : ils sont produits soit par des fluctuations autour d'une orientation moyenne ($15^\circ < \theta < 30^\circ$), soit par la présence de plusieurs orientations symétriques ($30^\circ < \theta < 60^\circ$). L'orientation $\langle 011 \rangle$, qui contrairement aux précédentes est parfaitement stable, ne permet qu'un accroissement limité des désorientations, qui atteignent tout au plus 15° . Dans les éprouvettes polycristallines, on observe également un accroissement des désorientations avec la déformation. Afin de séparer la contribution des joints initiaux (RDG) et des nouveaux joints (RDC), un modèle géométrique, qui permet d'estimer le pourcentage de joints initiaux présents dans les sections étudiées, a été utilisé. Il apparaît alors que la RDC se développe plus rapidement dans l'aluminium 1200 (35% des parois sont de nouveaux joints) que dans les deux autres nuances (24% de nouveaux joints dans l'alliage 5052, 15% dans l'aluminium 1199). De plus, le chemin de déformation (compression ou torsion) ne semble pas modifier sensiblement la cinétique de la RDC.

Un modèle permettant de combiner les mécanismes élémentaires de la RDC tels que l'on peut les imaginer à partir des données expérimentales est finalement proposé. Les principales évolutions microstructurales typiques de ce mode de recristallisation sont alors reproduites de manière satisfaisante.