



**HAL**  
open science

# Etude de la cinétique de recristallisation au cours du laminage à chaud d'aciers inoxydables ferritiques stabilisés

Grégoire Jacquet

► **To cite this version:**

Grégoire Jacquet. Etude de la cinétique de recristallisation au cours du laminage à chaud d'aciers inoxydables ferritiques stabilisés. Autre. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 2013. Français. NNT : 2013EMSE0716 . tel-00975379

**HAL Id: tel-00975379**

**<https://theses.hal.science/tel-00975379>**

Submitted on 8 Apr 2014

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

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



NNT : 2013 EMSE 0716

## THÈSE

présentée par

Grégoire JACQUET

pour obtenir le grade de

Docteur de l'École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne

Spécialité : Sciences et Génie des Matériaux

### ÉTUDE DE LA CINÉTIQUE DE RECRISTALLISATION AU COURS DU LAMINAGE A CHAUD D'ACIERS INOXYDABLES FERRITIQUES STABILISÉS

Soutenue à Saint-Etienne, le 28 octobre 2013

#### Membres du jury

Présidente :	Muriel VÉRON	Professeur, Grenoble INP
Rapporteurs :	Brigitte BACROIX	Dir. de Recherche au CNRS, Univ. Paris XIII
	Chad SINCLAIR	Associate Professor, UBC, Vancouver
Examineurs :	Astrid PERLADE	Ingénieure de Recherche, ArcelorMittal, Maizières-les-Metz
	Jean-Denis MITHIEUX	Ingénieur de Recherche, APERAM, Isbergues
Directeur de thèse :	Frank MONTHEILLET	Dir. de Recherche au CNRS, EMSE, St-Etienne
Co-directeur de thèse :	Christophe DESRAYAUD	Professeur, EMSE, St-Etienne

**Spécialités doctorales :**  
 SCIENCES ET GENIE DES MATERIAUX  
 MECANIQUE ET INGENIERIE  
 GENIE DES PROCEDES  
 SCIENCES DE LA TERRE  
 SCIENCES ET GENIE DE L'ENVIRONNEMENT  
 MATHEMATIQUES APPLIQUEES  
 INFORMATIQUE  
 IMAGE, VISION, SIGNAL  
 GENIE INDUSTRIEL  
 MICROELECTRONIQUE

**Responsables :**  
 K. WOLSKI Directeur de recherche  
 S. DRAPIER, professeur  
 F. GRUY, Maître de recherche  
 B. GUY, Directeur de recherche  
 D. GRAILLOT, Directeur de recherche  
 O. ROUSTANT, Maître-assistant  
 O. BOISSIER, Professeur  
 JC. PINOLI, Professeur  
 A. DOLGUI, Professeur  
 S. DAUZERE PERES, Professeur

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

AVRIL	Stéphane	PR2	Mécanique et ingénierie	CIS
BATTON-HUBERT	Mireille	PR2	Sciences et génie de l'environnement	FAYOL
BENABEN	Patrick	PR1	Sciences et génie des matériaux	CMP
BERNACHE-ASSOLLANT	Didier	PR0	Génie des Procédés	CIS
BIGOT	Jean Pierre	MR(DR2)	Génie des Procédés	SPIN
BILAL	Essaid	DR	Sciences de la Terre	SPIN
BOISSIER	Olivier	PR1	Informatique	FAYOL
BORBELY	Andras	MR(DR2)	Sciences et génie de l'environnement	SMS
BOUCHER	Xavier	PR2	Génie Industriel	FAYOL
BRODHAG	Christian	DR	Sciences et génie de l'environnement	FAYOL
BURLAT	Patrick	PR2	Génie Industriel	FAYOL
COURNIL	Michel	PR0	Génie des Procédés	DIR
DARRIEULAT	Michel	IGM	Sciences et génie des matériaux	SMS
DAUZERE-PERES	Stéphane	PR1	Génie Industriel	CMP
DEBAYLE	Johan	CR	Image Vision Signal	CIS
DELAFOSSÉ	David	PR1	Sciences et génie des matériaux	SMS
DESRAYAUD	Christophe	PR2	Mécanique et ingénierie	SMS
DOLGUI	Alexandre	PR0	Génie Industriel	FAYOL
DRAPIER	Sylvain	PR1	Mécanique et ingénierie	SMS
FEILLET	Dominique	PR2	Génie Industriel	CMP
FOREST	Bernard	PR1	Sciences et génie des matériaux	CIS
FORMISYN	Pascal	PR0	Sciences et génie de l'environnement	DIR
FRACZKIEWICZ	Anna	DR	Sciences et génie des matériaux	SMS
GARCIA	Daniel	MR(DR2)	Génie des Procédés	SPIN
GERINGER	Jean	MA(MDC)	Sciences et génie des matériaux	CIS
GIRARDOT	Jean-jacques	MR(DR2)	Informatique	FAYOL
GOURIOT	Dominique	DR	Sciences et génie des matériaux	SMS
GRAILLOT	Didier	DR	Sciences et génie de l'environnement	SPIN
GROSSEAU	Philippe	DR	Génie des Procédés	SPIN
GRUY	Frédéric	PR1	Génie des Procédés	SPIN
GUY	Bernard	DR	Sciences de la Terre	SPIN
GUYONNET	René	DR	Génie des Procédés	SPIN
HAN	Woo-Suck	CR	Mécanique et ingénierie	SMS
HERRI	Jean Michel	PR1	Génie des Procédés	SPIN
INAL	Karim	PR2	Microélectronique	CMP
KERMOUCHE	Guillaume	PR2	Mécanique et Ingénierie	SMS
KLOCKER	Helmut	DR	Sciences et génie des matériaux	SMS
LAFOREST	Valérie	MR(DR2)	Sciences et génie de l'environnement	FAYOL
LERICHE	Rodolphe	CR	Mécanique et ingénierie	FAYOL
LI	Jean Michel		Microélectronique	CMP
MALLIARAS	Georges	PR1	Microélectronique	CMP
MOLIMARD	Jérôme	PR2	Mécanique et ingénierie	CIS
MONTHEILLET	Franck	DR	Sciences et génie des matériaux	SMS
PERIER-CAMBY	Laurent	PR2	Génie des Procédés	DFG
PIJOLAT	Christophe	PR0	Génie des Procédés	SPIN
PIJOLAT	Michèle	PR1	Génie des Procédés	SPIN
PINOLI	Jean Charles	PR0	Image Vision Signal	CIS
POURCHEZ	Jérémy	CR	Génie des Procédés	CIS
ROUSTANT	Olivier	MA(MDC)		FAYOL
STOLARZ	Jacques	CR	Sciences et génie des matériaux	SMS
SZAFNICKI	Konrad	MR(DR2)	Sciences et génie de l'environnement	CMP
TRIA	Assia		Microélectronique	CMP
VALDIVIESO	François	MA(MDC)	Sciences et génie des matériaux	SMS
VRICELLE	Jean Paul	MR(DR2)	Génie des Procédés	SPIN
WOLSKI	Krzysztof	DR	Sciences et génie des matériaux	SMS
XIE	Xiaolan	PR0	Génie industriel	CIS

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

BERGHEAU	Jean-Michel	PU	Mécanique et Ingénierie	ENISE
BERTRAND	Philippe	MCF	Génie des procédés	ENISE
DUBUJET	Philippe	PU	Mécanique et Ingénierie	ENISE
FEULVARCH	Eric	MCF	Mécanique et Ingénierie	ENISE
FORTUNIER	Roland	PR	Sciences et Génie des matériaux	ENISE
GUSSAROV	Andrey	Enseignant contractuel	Génie des procédés	ENISE
HAMDI	Hédi	MCF	Mécanique et Ingénierie	ENISE
LYONNET	Patrick	PU	Mécanique et Ingénierie	ENISE
RECH	Joël	PU	Mécanique et Ingénierie	ENISE
SMUROV	Igor	PU	Mécanique et Ingénierie	ENISE
TOSCANO	Rosario	PU	Mécanique et Ingénierie	ENISE
ZAHOUANI	Hassan	PU	Mécanique et Ingénierie	ENISE

PR 0	Professeur classe exceptionnelle
PR 1	Professeur 1 <sup>ère</sup> classe
PR 2	Professeur 2 <sup>ème</sup> classe
PU	Professeur des Universités
MA (MDC)	Maître assistant
DR	Directeur de recherche

Ing.	Ingénieur
MCF	Maître de conférences
MR (DR2)	Maître de recherche
CR	Chargé de recherche
EC	Enseignant-chercheur
IGM	Ingénieur général des mines

SMS	Sciences des Matériaux et des Structures
SPIN	Sciences des Processus Industriels et Naturels
FAYOL	Institut Henri Fayol
CMP	Centre de Microélectronique de Provence
CIS	Centre Ingénierie et Santé



NNT : 2013 EMSE 0716

## THÈSE

présentée par

Grégoire JACQUET

pour obtenir le grade de

Docteur de l'École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne

Spécialité : Sciences et Génie des Matériaux

### ÉTUDE DE LA CINÉTIQUE DE RECRISTALLISATION AU COURS DU LAMINAGE A CHAUD D'ACIERS INOXYDABLES FERRITIQUES STABILISÉS

Soutenue à Saint-Etienne, le 28 octobre 2013

#### Membres du jury

Présidente :	Muriel VÉRON	Professeur, Grenoble INP
Rapporteurs :	Brigitte BACROIX	Dir. de Recherche au CNRS, Univ. Paris XIII
	Chad SINCLAIR	Associate Professor, UBC, Vancouver
Examineurs :	Astrid PERLADE	Ingénieure de Recherche, ArcelorMittal, Maizières-les-Metz
	Jean-Denis MITHIEUX	Ingénieur de Recherche, APERAM, Isbergues
Directeur de thèse :	Frank MONTHEILLET	Dir. de Recherche au CNRS, EMSE, St-Etienne
Co-directeur de thèse :	Christophe DESRAYAUD	Professeur, EMSE, St-Etienne

**Spécialités doctorales :**  
 SCIENCES ET GENIE DES MATERIAUX  
 MECANIQUE ET INGENIERIE  
 GENIE DES PROCÉDES  
 SCIENCES DE LA TERRE  
 SCIENCES ET GENIE DE L'ENVIRONNEMENT  
 MATHÉMATIQUES APPLIQUÉES  
 INFORMATIQUE  
 IMAGE, VISION, SIGNAL  
 GENIE INDUSTRIEL  
 MICROELECTRONIQUE

**Responsables :**  
 K. WOLSKI Directeur de recherche  
 S. DRAPIER, professeur  
 F. GRUY, Maître de recherche  
 B. GUY, Directeur de recherche  
 D. GRAILLOT, Directeur de recherche  
 O. ROUSTANT, Maître-assistant  
 O. BOISSIER, Professeur  
 JC. PINOLI, Professeur  
 A. DOLGUI, Professeur  
 S. DAUZERE PERES, Professeur

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

AVRIL	Stéphane	PR2	Mécanique et ingénierie	CIS
BATTON-HUBERT	Mireille	PR2	Sciences et génie de l'environnement	FAYOL
BENABEN	Patrick	PR1	Sciences et génie des matériaux	CMP
BERNACHE-ASSOLLANT	Didier	PR0	Génie des Procédés	CIS
BIGOT	Jean Pierre	MR(DR2)	Génie des Procédés	SPIN
BILAL	Essaid	DR	Sciences de la Terre	SPIN
BOISSIER	Olivier	PR1	Informatique	FAYOL
BORBELY	Andras	MR(DR2)	Sciences et génie de l'environnement	SMS
BOUCHER	Xavier	PR2	Génie Industriel	FAYOL
BRODHAG	Christian	DR	Sciences et génie de l'environnement	FAYOL
BURLAT	Patrick	PR2	Génie Industriel	FAYOL
COURNIL	Michel	PR0	Génie des Procédés	DIR
DARRIEULAT	Michel	IGM	Sciences et génie des matériaux	SMS
DAUZERE-PERES	Stéphane	PR1	Génie Industriel	CMP
DEBAYLE	Johan	CR	Image Vision Signal	CIS
DELAFOSSÉ	David	PR1	Sciences et génie des matériaux	SMS
DESRAYAUD	Christophe	PR2	Mécanique et ingénierie	SMS
DOLGUI	Alexandre	PR0	Génie Industriel	FAYOL
DRAPIER	Sylvain	PR1	Mécanique et ingénierie	SMS
FEILLET	Dominique	PR2	Génie Industriel	CMP
FOREST	Bernard	PR1	Sciences et génie des matériaux	CIS
FORMISYN	Pascal	PR0	Sciences et génie de l'environnement	DIR
FRACZKIEWICZ	Anna	DR	Sciences et génie des matériaux	SMS
GARCIA	Daniel	MR(DR2)	Génie des Procédés	SPIN
GERINGER	Jean	MA(MDC)	Sciences et génie des matériaux	CIS
GIRARDOT	Jean-jacques	MR(DR2)	Informatique	FAYOL
GOURIOT	Dominique	DR	Sciences et génie des matériaux	SMS
GRAILLOT	Didier	DR	Sciences et génie de l'environnement	SPIN
GROSSEAU	Philippe	DR	Génie des Procédés	SPIN
GRUY	Frédéric	PR1	Génie des Procédés	SPIN
GUY	Bernard	DR	Sciences de la Terre	SPIN
GUYONNET	René	DR	Génie des Procédés	SPIN
HAN	Woo-Suck	CR	Mécanique et ingénierie	SMS
HERRI	Jean Michel	PR1	Génie des Procédés	SPIN
INAL	Karim	PR2	Microélectronique	CMP
KERMOUCHE	Guillaume	PR2	Mécanique et Ingénierie	SMS
KLOCKER	Helmut	DR	Sciences et génie des matériaux	SMS
LAFOREST	Valérie	MR(DR2)	Sciences et génie de l'environnement	FAYOL
LERICHE	Rodolphe	CR	Mécanique et ingénierie	FAYOL
LI	Jean Michel		Microélectronique	CMP
MALLIARAS	Georges	PR1	Microélectronique	CMP
MOLIMARD	Jérôme	PR2	Mécanique et ingénierie	CIS
MONTHEILLET	Franck	DR	Sciences et génie des matériaux	SMS
PERIER-CAMBY	Laurent	PR2	Génie des Procédés	DFG
PIJOLAT	Christophe	PR0	Génie des Procédés	SPIN
PIJOLAT	Michèle	PR1	Génie des Procédés	SPIN
PINOLI	Jean Charles	PR0	Image Vision Signal	CIS
POURCHEZ	Jérémy	CR	Génie des Procédés	CIS
ROUSTANT	Olivier	MA(MDC)		FAYOL
STOLARZ	Jacques	CR	Sciences et génie des matériaux	SMS
SZAFNICKI	Konrad	MR(DR2)	Sciences et génie de l'environnement	CMP
TRIA	Assia		Microélectronique	CMP
VALDIVIESO	François	MA(MDC)	Sciences et génie des matériaux	SMS
VIRICELLE	Jean Paul	MR(DR2)	Génie des Procédés	SPIN
WOLSKI	Krzysztof	DR	Sciences et génie des matériaux	SMS
XIE	Xiaolan	PR0	Génie industriel	CIS

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

BERGHEAU	Jean-Michel	PU	Mécanique et Ingénierie	ENISE
BERTRAND	Philippe	MCF	Génie des procédés	ENISE
DUBUJET	Philippe	PU	Mécanique et Ingénierie	ENISE
FEULVARCH	Eric	MCF	Mécanique et Ingénierie	ENISE
FORTUNIER	Roland	PR	Sciences et Génie des matériaux	ENISE
GUSSAROV	Andrey	Enseignant contractuel	Génie des procédés	ENISE
HAMDI	Hédi	MCF	Mécanique et Ingénierie	ENISE
LYONNET	Patrick	PU	Mécanique et Ingénierie	ENISE
RECH	Joël	PU	Mécanique et Ingénierie	ENISE
SMUROV	Igor	PU	Mécanique et Ingénierie	ENISE
TOSCANO	Rosario	PU	Mécanique et Ingénierie	ENISE
ZAHOUANI	Hassan	PU	Mécanique et Ingénierie	ENISE

PR 0	Professeur classe exceptionnelle
PR 1	Professeur 1 <sup>ère</sup> classe
PR 2	Professeur 2 <sup>ème</sup> classe
PU	Professeur des Universités
MA (MDC)	Maître assistant
DR	Directeur de recherche

Ing.	Ingénieur
MCF	Maître de conférences
MR (DR2)	Maître de recherche
CR	Chargé de recherche
EC	Enseignant-chercheur
IGM	Ingénieur général des mines

SMS	Sciences des Matériaux et des Structures
SPIN	Sciences des Processus Industriels et Naturels
FAYOL	Institut Henri Fayol
CMP	Centre de Microélectronique de Provence
CIS	Centre Ingénierie et Santé

## Remerciements

Ces années passées entre Saint-Etienne et Isbergues sont jalonnées de bons souvenirs, tant au point de vue de la vie professionnelle que privée, et cela est dû en grande partie aux nombreuses personnes qu'il m'a été donné de côtoyer !

Je voudrais tout naturellement commencer mes remerciements par mon directeur de thèse Frank Montheillet et mon responsable industriel Jean-Denis Mithieux, qui m'ont encadré et conseillé dès que cela était nécessaire, tout en me témoignant leur confiance au travers de la liberté qu'il m'a été donné durant ces travaux. Outre leur grande compétence scientifique, leurs qualités humaines ont permis de générer un environnement de travail efficace et convivial. Un grand merci à Christophe Desrayaud, co-encadrant de ces travaux, pour ces précieux conseils.

Merci aux membres du jury, Muriel Véron, Brigitte Bacroix, Chad Sinclair et Astrid Perlade d'avoir accepté de participer à l'évaluation de mes travaux. J'ai notamment été touché par la venue de Chad, le Canada n'étant pas la porte à côté, et d'être sous la présidence de Muriel, mon ancien professeur à feu l'ENSEEG, qui m'a transmis, toujours dans la bonne humeur, son goût pour les matériaux.

De nombreuses personnes sont à complimenter pour leurs conseils, investissements, connaissances pour la réalisation de la partie expérimentale. Dans l'ordre chronologique des différentes étapes, un grand merci à Gilles C. pour les très nombreux échantillons que tu m'as préparés, à Stéphane et Patrice pour m'avoir formé à cette chère mais complexe Gleeble, à Gilles B. pour tout ce qu'il a pu m'apporter dans son impeccable service métallographie, aux microscopistes Marilyne, Paul et Sergio, on se sent bien dans votre sous-sol !

Merci à l'ensemble du K4, c'était le pied de bosser dans ce sacré melting pot et de se découvrir des amis proches! Une pensée pour tous, Alban, Karolina, Amèvi, Laurent, Ameth, Olivier, Chrystelle, Natalia, Julien, Aly, Fiona, Adhish, Loïc, My-Thu, JB, Alix, Lisa, Vincent, Flavien, Ramin (euh Kévin !)... Mention spéciale à Mélanie, je suis très fier d'être ton témoin, CrisCast pour ta constante bonne humeur (sauf peut-être un gros bad beat !), Tanguy pour ton maniement de l'ironie, Amélie pour les potins, Robin, enfin un footeux dans le couloir, Fred pour les WE ski à Arêches, Etienne pour le ski...dans mon appart !

Le soutien et les encouragements de ma famille m'ont été précieux, surtout durant cette passionnante période qu'est la rédaction ! Je remercie également mes beaux-parents pour être venus de loin assister à ma soutenance.

Enfin, les dernières lignes sont pour ma femme Bénédicte, pour l'accompagnement au quotidien, avoir supporté les sautes d'humeur, l'impeccable pot de thèse, le fait de connaître par cœur le titre du mémoire et plus globalement pour ce que l'on partage depuis toutes ces années.



# Sommaire

<b>I. Introduction .....</b>	<b>1</b>
I.1. Contexte industriel .....	1
I.2. Objectif .....	3
I.3. Plan de l'étude .....	3
<b>II. Synthèse bibliographique .....</b>	<b>5</b>
II.1. Introduction aux aciers inoxydables ferritiques stabilisés. ....	5
II.1.1. Les aciers inoxydables .....	5
II.1.2. Aciers inoxydables ferritiques stabilisés. ....	6
II.1.2.1. Généralités .....	6
II.1.2.2. Stabilisation.....	7
II.1.2.3. Caractérisation des précipités.....	8
II.2. Evolution de la microstructure et de la texture au cours du laminage à chaud .	10
II.2.1. Laminage des tôles à chaud .....	10
II.2.2. Mécanismes d'évolution microstructurales au laminage à chaud.....	12
II.2.3. Recristallisation dynamique .....	13
II.2.3.1. DDRX .....	13
II.2.3.2. CDRX .....	13
II.2.3.3. GDRX .....	15
II.2.4. Recristallisation post-dynamique.....	15
II.2.5. Migration des joints de grains.....	17
II.2.6. Effet du titane et du niobium sur l'évolution microstructurale .....	19
II.2.6.1. Traînage de solutés.....	19
II.2.6.2. Epinglage de Zener .....	21
II.2.7. Texture .....	22
II.2.7.1. Evolution au cours du procédé de fabrication .....	23
II.2.7.2. Lien entre comportement du matériau et texture.....	25
II.3. Approche mécanique et rhéologique.....	26
II.3.1. Evolution de la contrainte d'écoulement.....	26
II.3.2. Paramètres rhéologiques macroscopiques.....	27

II.3.3.	Paramètres d'écroissage et de restauration dynamique .....	27
II.3.4.	Effet durcissant des précipités et éléments en solution solide.....	28
II.4.	Modélisation de la recristallisation .....	31
II.4.1.	Modélisation de la CDRX.....	31
II.4.2.	Modélisation de la recristallisation post-dynamique.....	35
II.4.2.1.	Modèle JMAK.....	35
II.4.2.2.	Germination, évolution post-dynamique.....	36
II.4.3.	Conclusions.....	40
<b>III.</b>	<b>Procédure expérimentale .....</b>	<b>41</b>
III.1.	Nuances étudiées .....	41
III.1.1.	Composition chimique et élaboration.....	41
III.1.2.	Description succincte des microstructures initiales.....	42
III.1.3.	Traitements thermiques.....	43
III.2.	Essai de compression uniaxiale .....	43
III.2.1.	Dispositif de compression uniaxiale .....	43
III.2.2.	Analyse mécanique, correction de frottement .....	45
III.3.	Essai de bipoinçonnement.....	47
III.3.1.	Intérêt des essais de bipoinçonnement .....	47
III.3.2.	Dimensionnement.....	48
III.3.3.	Déroulement d'un essai de bipoinçonnement.....	49
III.3.4.	Analyse mécanique .....	51
III.4.	Caractérisation des microstructures .....	53
III.4.1.	Préparation métallographique .....	53
III.4.1.1.	Epouvettes de bipoinçonnement.....	53
III.4.1.2.	Morceaux d'ébauches recuits .....	54
III.4.2.	Microscopie électronique à balayage (MEB) et EBSD .....	54
III.4.2.1.	Principe de fonctionnement.....	54
III.4.2.2.	Matériel et paramètres utilisés .....	55
III.4.3.	Quantification des résultats obtenus par EBSD .....	55
III.4.3.1.	Méthode des intercepts moyens .....	55
III.4.3.2.	Diamètre de cercle équivalent.....	56
III.4.3.3.	Distribution des angles de désorientation.....	56

III.4.3.4.	Fraction recristallisée .....	56
III.4.3.5.	Texture .....	57
<b>IV.</b>	<b>Rhéologie .....</b>	<b>61</b>
IV.1.	Essais de compression uniaxiale effectués.....	61
IV.2.	Courbes contrainte-déformation .....	61
IV.2.1.	Existence d'un pseudo-palier .....	63
IV.2.2.	Contrainte d'écoulement .....	63
IV.3.	Paramètres macroscopiques et loi pseudoplastique .....	65
IV.3.1.	Sensibilité à la vitesse de déformation $m$ .....	65
IV.3.2.	Sensibilité à la température $Q$ .....	66
IV.3.3.	Loi pseudoplastique .....	67
IV.4.	Paramètres d'écrouissage et de restauration dynamique .....	68
IV.4.1.	Module de cisaillement élastique $\mu$ .....	68
IV.4.2.	Courbes modélisées .....	69
IV.4.3.	Dépendance en température et en vitesse de $h$ et $r$ .....	70
IV.5.	Conclusions.....	72
<b>V.</b>	<b>Essais de bipoinçonnement, caractérisation microstructurale .....</b>	<b>73</b>
V.1.	Caractérisation des microstructures initiales.....	73
V.2.	Essais effectués.....	75
V.3.	Evolution dynamique de la microstructure.....	76
V.3.1.	Influence du taux de déformation.....	76
V.3.1.1.	Evolution de la taille de la microstructure.....	78
V.3.1.2.	Désorientation des parois .....	79
V.3.1.3.	Evolution de texture .....	82
V.3.2.	Influence de la température et de la vitesse de déformation .....	83
V.3.2.1.	Evolution de la taille de la microstructure.....	86
V.3.2.2.	Désorientation des parois .....	87
V.3.2.3.	Evolution de la texture .....	89
V.3.3.	Synthèse intermédiaire concernant l'évolution dynamique.....	91
V.4.	Evolution post-dynamique de la microstructure durant un essai monopasse ....	92
V.4.1.	Influence de la déformation.....	92

V.4.1.1.	Cinétiques de recristallisation .....	92
V.4.1.2.	Germination .....	95
V.4.1.3.	Grains recristallisés .....	97
V.4.2.	Influence de la température et de la vitesse de déformation .....	100
V.4.2.1.	Cinétiques de recristallisation .....	100
V.4.2.2.	Grains recristallisés .....	102
V.4.2.3.	Texture de recristallisation .....	104
V.4.3.	Influence de la taille de grains initiale .....	105
V.4.4.	Influence de la composition chimique .....	107
V.4.4.1.	Résultats expérimentaux .....	108
V.4.4.2.	Causes possibles de cet écart .....	109
V.5.	Essais multipasses .....	114
V.6.	Migration des joints de grains et précipitation .....	116
V.7.	Synthèse .....	118
<b>VI.</b>	<b>Modélisation de la recristallisation .....</b>	<b>121</b>
VI.1.	Modélisation d'une passe de laminage par un modèle de CDRX .....	121
VI.2.	Modélisation d'une interpasse (recristallisation post-dynamique) .....	122
VI.2.1.	Restauration statique .....	124
VI.2.2.	Germination .....	124
VI.2.3.	Croissance de grains au sein des zones écrouies .....	128
VI.2.4.	Croissance de grains au sein des zones recristallisées .....	128
VI.2.5.	Couplage CDRX / MDRX .....	129
VI.3.	Détermination de paramètres du modèle .....	132
VI.3.1.	Modèle CDRX .....	132
VI.3.2.	Modèle MDRX .....	132
VI.3.2.1.	Energie des joints et sous-joints .....	132
VI.3.2.2.	Mobilité .....	133
VI.3.2.3.	Loi de germination .....	134
VI.3.2.4.	Restauration statique .....	134
VI.4.	Résultats .....	135
VI.4.1.	Résultats préliminaires .....	135
VI.4.1.1.	Structure de déformation .....	135

VI.4.1.2. Structure après maintien.....	137
VI.4.2. Comparaison entre les résultats expérimentaux et modélisés.....	139
VI.4.2.1. Effet de la déformation.....	139
VI.4.2.2. Effet de la température .....	141
VI.4.2.3. Effet de la vitesse de déformation .....	143
VI.4.2.4. Effet de la taille de grains initiale.....	145
VI.4.2.5. Schémas multipasses .....	147
VI.5. Etude de cas.....	151
VI.5.1. Température de début de laminage .....	151
VI.5.2. Schéma de déformation .....	154
VI.6. Conclusions .....	157
<b>VII. Conclusions et perspectives.....</b>	<b>159</b>
<b>Références bibliographiques .....</b>	<b>167</b>



# I. Introduction

## I.1. Contexte industriel

Le développement des aciers inoxydables ferritiques constitue un axe majeur de la stratégie commerciale d'APERAM. Il correspond au souhait du marché d'avoir une offre en aciers inoxydables dont le coût est le plus faible possible et le plus prévisible à moyen terme. Les variations importantes des cours du nickel ont amené les aciers inoxydables austénitiques à des niveaux de prix historiquement hauts au cours de l'année 2007, renforçant l'attrait pour les aciers inoxydables ferritiques sans nickel. Techniquement équivalents dans de nombreux domaines, les aciers inoxydables ferritiques souffrent toutefois d'une formabilité inférieure à celle des aciers inoxydables austénitiques, tant du point de vue des performances (profondeur des emboutis, complexité des pièces...) que de l'aspect de surface après mise en forme (défaut de chiffonnage / cordage, en anglais ridging / roping). Dans les deux cas, c'est la texture cristallographique du produit fini qu'il convient d'optimiser en vue d'améliorer le comportement de l'acier.

Il est en effet bien connu que l'aptitude à l'emboutissage profond d'une tôle mince est contrôlée par son anisotropie plastique, c'est-à-dire sa capacité à résister à l'amincissement lors d'une opération de mise en forme impliquant une composante de traction dans une direction du plan de la tôle. Cette anisotropie plastique est le résultat direct de l'existence d'une texture cristallographique dans les produits plats laminés. Issus d'un processus de fabrication impliquant de très grandes déformations cumulées dans la même direction, ces produits présentent des textures cristallographiques marquées, qui dépendent du type d'acier et de la gamme de fabrication réalisée.

Dans les aciers inoxydables ferritiques (comme dans les aciers doux, type IF ou ULC), la texture cristallographique habituelle de la tôle laminée à froid recuite est de type fibre  $\gamma$  (c'est à dire  $\{111\} // \text{plan de la tôle}$ ). En général, la fibre n'est pas homogène en intensité, mais présente un maximum prononcé vers  $\{111\}\langle 112 \rangle$ . Il est possible de montrer que la texture optimale pour l'emboutissage profond (celle qui permet d'atteindre une anisotropie normale maximale et une anisotropie planaire la plus faible) dans ces aciers ferritiques est justement la fibre  $\gamma$  idéale, c'est-à-dire avec toutes les orientations de type  $\{111\}\langle uvw \rangle$  équiprobables. Cette texture idéale correspond donc à la cible visée pour la production de tôles minces destinées à l'emboutissage.

Le défaut de chiffonnage/ roping est également directement relié à la texture cristallographique des aciers inoxydables ferritiques laminés à froid et recuits. A la différence de l'anisotropie plastique qui découle de la texture cristallographique moyenne de la tôle, le chiffonnage résulte de l'existence de motifs locaux (à l'échelle de la microstructure) présentant des orientations cristallographiques particulières en alternance. Ces motifs prennent la forme de bandes de grains d'orientations quasi identiques, étendues dans la direction de laminage et dont la largeur s'étend sur quelques grains. D'une bande à l'autre, l'orientation cristallographique change, typiquement d'une composante  $\{111\}\langle 112 \rangle$  à sa symétrique par rapport à la direction de laminage. Lorsque la tôle est déformée en traction dans la direction de laminage, ces bandes de grains vont présenter un cisaillement hors plan important et dont le signe dépend de l'orientation cristallographique. La succession de bandes d'orientations symétriques conduit donc à une ondulation de la tôle. Il est important de noter que la longueur d'onde de ces ondulations, voisine du millimètre, est environ dix fois plus grande que la largeur des bandes de grains.

Cette texture finale est le résultat d'une série d'étapes de déformation et recristallisation dont le point de départ est la structure de solidification. De par leur teneur en chrome, les aciers inoxydables ferritiques ont une structure ferritique à toute température. A la différence des aciers doux, laminés à chaud dans le domaine austénitique, les aciers inoxydables ferritiques ne bénéficient pas d'une transformation de phase pour effacer (ou fortement atténuer) les conséquences du laminage à chaud sur la microstructure et la texture. L'évolution de ces dernières au cours de la transformation sera donc fortement influencée par le résultat du laminage à chaud. Les mécanismes de recristallisation continue opérant dans ces aciers sont en grande partie responsables de cette hérédité qui aboutit à la formation des bandes de grains.

De façon générale, la germination de nouveaux grains résulte du grossissement anormal de certains sous-grains particuliers issus de la structure de déformation. Cette filiation entre structure de déformation et structure recristallisée explique la transmission d'une certaine hérédité à chaque étape du laminage multipasse.

L'optimisation de la texture finale du produit passe donc par une meilleure connaissance de l'évolution de la microstructure et de la texture au cours de la fabrication des tôles d'aciers inoxydables ferritiques. C'est particulièrement vrai pour le laminage à chaud qui reste un domaine peu étudié car difficile d'accès au niveau expérimental, tant au niveau de la prise d'échantillons industriels à des stades intermédiaires que de la simulation en laboratoire dans des conditions thermomécaniques représentatives des schémas industriels. Des schémas de laminage à chaud optimisés, permettant des recristallisations interpasses plus complètes et plus nombreuses

permettraient de limiter cette hérédité de texture et par conséquent de limiter la formation de bandes de grains et favoriser une texture plus aléatoire.

La demande croissante d'aciers inoxydables ferritiques, la volonté d'améliorer les connaissances concernant le comportement au cours du laminage à chaud ainsi que l'acquisition par le Centre de Recherche d'Isbergues d'Aperam d'une machine Gleeble 3500 permettant d'effectuer, dans des conditions opératoires industrielles, des essais de bipoinçonnement simulant la compression plane au cœur de la bande à chaud, sont donc les facteurs ayant motivé le lancement de cette étude

## **I.2. Objectif**

L'objectif de la thèse est de fournir un outil de prévision de la microstructure au cours du laminage à chaud d'une nuance d'acier inoxydable ferritique stabilisé à 20%Cr (AISI445), ceci afin de pouvoir in fine optimiser les schémas de laminage à chaud visant à minimiser la sensibilité au roping lors de la mise en forme à froid. La modélisation de l'évolution microstructurale durant le laminage à chaud s'appuiera sur les divers résultats expérimentaux obtenus.

La partie expérimentale aura pour objectif d'acquérir une connaissance détaillée de l'évolution microstructurale (recristallisation dynamique continue et post-dynamique) en fonction des conditions opératoires, de la microstructure initiale ou bien de la nature des stabilisants par l'intermédiaire d'essais de bipoinçonnement simulant la compression plane. Une étude détaillée de la rhéologie à l'aide d'essais de compression uniaxiale sera également nécessaire pour décrire l'évolution mécanique et la formation de la microstructure au cours d'une passe de laminage.

La partie modélisation devra coupler un modèle de recristallisation dynamique continue, permettant de caractériser le comportement du matériau au cours d'une passe de laminage, avec un modèle de recristallisation post-dynamique décrivant l'avancement de la recristallisation durant l'interpasse. Enfin, l'élaboration d'un algorithme d'itération sera nécessaire à la réalisation de schémas multipasses.

## **I.3. Plan de l'étude**

La première partie de ces travaux est une synthèse bibliographique. Celle-ci est tout d'abord consacrée à une description des aciers inoxydables ferritiques stabilisés. Les évolutions

de la microstructure et de la texture au cours de la déformation à chaud sont ensuite décrites. Dans un troisième temps, l'aspect mécanique de la déformation ainsi que les divers paramètres rhéologiques permettant de caractériser la recristallisation dynamique continue à laquelle sont soumis les aciers inoxydables ferritiques stabilisés, sont exposés. Enfin, la modélisation de la recristallisation au cours du laminage à chaud sera abordée.

Le chapitre III est consacré à la description des matériaux utilisés au cours de cette étude, des divers essais mécaniques réalisés ainsi que des méthodes de caractérisation qui ont été utiles.

Le chapitre IV présente les paramètres rhéologiques, obtenus à partir des essais de compression uniaxiale à chaud, nécessaires à la modélisation du comportement à chaud des aciers inoxydables ferritiques étudiés.

Les évolutions de la microstructure et de la texture au cours d'essais de bipoinçonnement simulant le laminage à chaud sont décrites dans le chapitre V. Les effets de la déformation, de la température, de la vitesse de déformation, de la composition chimique, de la taille de grains initiale au cours de schéma à une passe sont présentés et discutés. Une section est également consacrée aux schémas multipasses.

Enfin, en s'appuyant sur les résultats expérimentaux issus des deux chapitres précédents, un modèle de prévision de la microstructure au cours du laminage à chaud a été construit. Celui-ci est présenté dans le chapitre VI, puis les résultats expérimentaux et modélisés sont confrontés et discutés.

## II.Synthèse bibliographique

### II.1. Introduction aux aciers inoxydables ferritiques stabilisés.

#### II.1.1.Les aciers inoxydables

L'expression « aciers inoxydables » désigne de façon générique un ensemble d'alliages de Fe connus pour leur résistance à la corrosion. Ils contiennent une teneur en chrome comprise supérieure à 10,5% massique [LAC 90]. La première élaboration d'un alliage fer-chrome a été menée par Berthier il y a près de deux siècles, en 1821 [CAS 90]. Une meilleure résistance aux acides fut mise en évidence. Bien que ces observations fussent concluantes, le développement des alliages fer-chrome fut relativement lent au cours du 19<sup>ème</sup> siècle, principalement à cause des expériences qui suivirent. En effet les travaux furent menés avec des alliages possédant une teneur élevée en carbone. Les teneurs en chrome étaient soit trop basses, entraînant une résistance à la corrosion insuffisante, soit trop élevées, engendrant un manque de déformabilité. Il fallut attendre 1895 et la production d'alliage fer-chrome bas carbone par Goldschmidt par réduction aluminothermique. Ce fut le point de départ des investigations concernant l'influence de la composition chimique, des traitements thermiques, des mécanismes de corrosion etc. La production industrielle d'aciers inoxydables débuta en 1913 par la fabrication de couteaux de table, sous l'impulsion de Brearley. Depuis, de nombreuses nuances différentes ont été élaborées, qu'il est possible de classer en quatre grandes familles.

La composition chimique, les méthodes d'élaboration confèrent aux diverses nuances des propriétés mécaniques, de résistance à la corrosion très variées permettant de couvrir une gamme de performances étendue et donc l'utilisation d'acier inoxydable dans de très nombreux domaines. On peut néanmoins attribuer quelques propriétés spécifiques à chaque famille d'aciers inoxydables.

- ✓ aciers inoxydables ferritiques :  
structure cubique centrée (CC), ferromagnétiques, formabilité moyenne, peu d'éléments d'addition, bon marché.
- ✓ aciers inoxydables austénitiques :  
structure cubique à faces centrées (CFC), paramagnétiques, résistance mécanique élevée, ductiles, teneur en éléments d'addition importante, très bonne résistance à la corrosion.

- ✓ aciers inoxydables martensitiques :  
structure cubique centrée (CC), ferromagnétiques, faible ductilité, grande dureté.
- ✓ aciers inoxydables duplex :  
aciers biphasés (austéno-ferritiques), ferromagnétiques, résistances mécanique et à la corrosion élevées.

## II.1.2. Aciers inoxydables ferritiques stabilisés.

### II.1.2.1. Généralités

Le diagramme de phases Fe-Cr de la Figure II-1, permet de repérer les différents changements de phases au sein de l'alliage binaire. En particulier, d'après la fourchette de teneur en chrome des aciers inoxydables ferritiques, située entre 10,5% et 30% en poids, on note qu'il est possible d'avoir un changement de phase  $\alpha \rightarrow \gamma$ . La borne supérieure de teneur en Cr précédemment citée n'est pas une imposition normative mais plutôt la conséquence des difficultés engendrées au cours de l'élaboration si la quantité de Cr incorporée dépasse ce seuil.

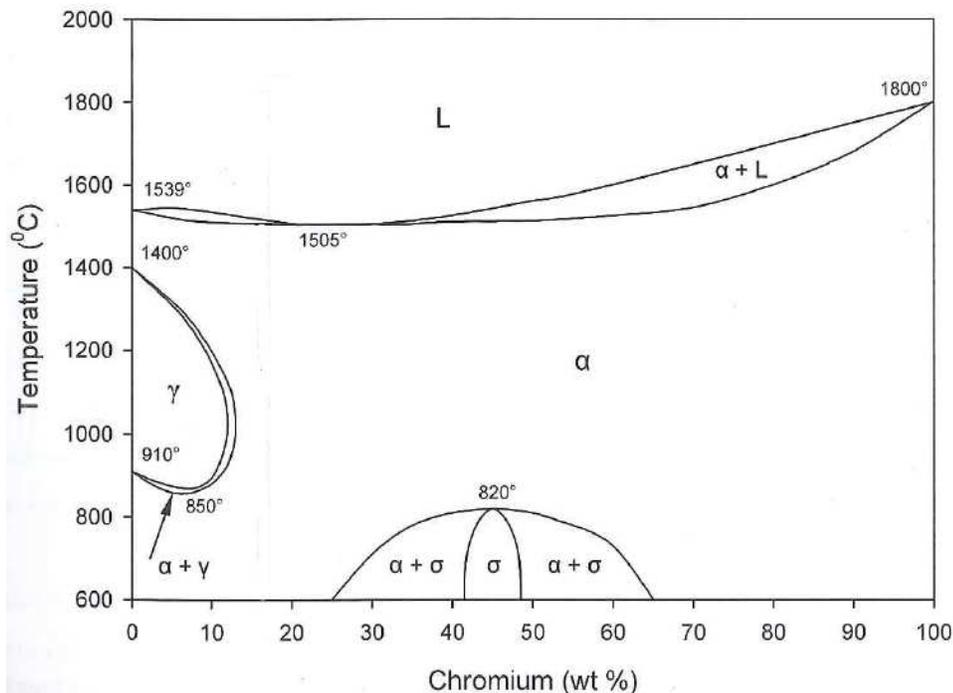


Figure II-1: Diagramme Fe-Cr [BAI48].

La ferrite, dont la densité est de 7,87 à température ambiante, possède une structure cristalline cubique centrée. Les atomes sont situés aux sommets du cube et au centre de la cellule (Figure II-2-a). Les atomes de rayon  $r$  sont en contact le long de la direction compacte  $\langle 111 \rangle$  (Figure II-2-b). Le paramètre de maille  $a$  associé, équivaut à  $\frac{4r}{\sqrt{3}}$ , est de 0,286nm.

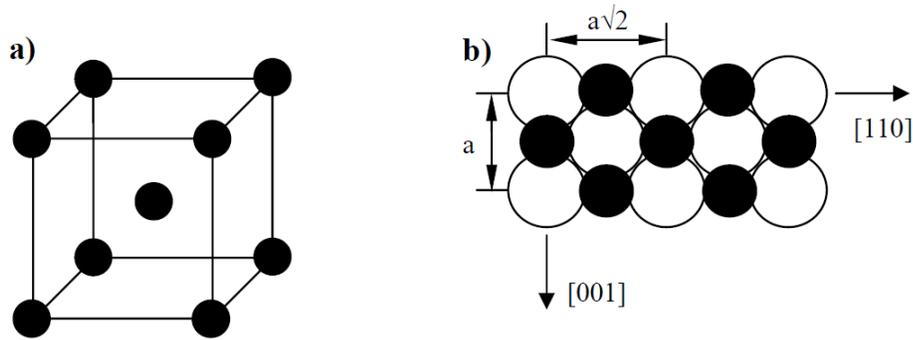


Figure II-2: Structure cubique centrée : a) cellule unité, b) disposition des atomes dans les plans (110).

D'après les travaux de Johnson [JOH 64], les éléments interstitiels, que sont le carbone et l'azote, occupent les sites octaédriques qui sont au nombre de 6 dans une maille élémentaire de ferrite. Il existe également 12 sites tétraédriques par maille élémentaire.

#### II.1.2.2. Stabilisation

Les aciers inoxydables ferritiques stabilisés sont des aciers inoxydables ferritiques auxquels des stabilisants tel que Ti, Nb ou Zr ont été ajoutés. Les éléments stabilisants ont pour principale propriété de fixer le carbone et l'azote ; ils ont également des affinités chimiques spécifiques pour d'autres éléments (oxygène, soufre etc). Enfin, ils sont intrinsèquement alphas. Ces caractéristiques entraînent trois conséquences [LAC90] :

- ✓ L'acier stabilisé a une structure entièrement ferritique à toute température, tant du fait du rôle alphas propre du stabilisant, que de celui, indirect, lié au piégeage des éléments gammagènes C et N dû à la formation de carbures, nitrures, carbonitrures de Ti et/ou Nb.
- ✓ Si la teneur en stabilisant est suffisante, la précipitation des carbures de chrome est inhibée. L'appauvrissement inter granulaire en chrome est alors supprimé ainsi que les risques de corrosion correspondants.
- ✓ La nature des précipités (carbures, carbonitrures, phases intermétalliques) et des inclusions (oxydes, nitrures, sulfures) est différente de celle des aciers non stabilisés.

Parmi les deux nuances étudiées dans ce travail, l'une est mono-stabilisée au niobium et l'autre bi-stabilisée avec niobium et titane. On utilise des relations de stœchiométrie afin de déterminer le minimum de Ti ou de Nb nécessaire à la stabilisation. Elles définissent la quantité minimale de stabilisant permettant à tout le carbone et l'azote présents en solution de précipiter sous forme de carbures TiC et NbC, de nitrures TiN et NbN ou de carbonitrures du type Ti(C,N), Nb(C,N), (Ti,Nb)(CN). Dans le cas d'un acier mono-stabilisé, on ne considère que la formation de carbures et de nitrures pour définir la quantité minimale de stabilisant à ajouter. Celle-ci est calculer à partir d'équations stœchiométriques :

$$\%Nb > 7,74 \times \%C + 6,64 \times \%N$$

$$\%Ti > 4,0 \times \%C + 3,42 \times \%N$$

Industriellement, la quantité de stabilisants ajoutée est supérieure à la valeur définie ci-dessus, afin de s'assurer le piégeage de tout le carbone et l'azote. Une fraction de Ti et/ou de Nb est alors en solution solide et est notée  $\Delta Nb$  et  $\Delta Ti$ .

$$\Delta Nb = \%Nb - (7,74 \times \%C + 6,64 \times \%N) \quad \text{II-1}$$

$$\Delta Ti = \%Ti - (4,0 \times \%C + 3,42 \times \%N) \quad \text{II-2}$$

Dans le cas d'un acier bistabilisé, on considère que l'azote est fixé préférentiellement par le Ti sous forme de TiN. Il y a en revanche débat sur la formulation d'indicateurs simples pour la répartition du carbone entre le Nb et le Ti. Doit-on considérer qu'il y a une répartition équiprobable du carbone entre Ti et Nb, que la répartition est pondérée par la quantité de Ti et Nb en solution solide, qu'il y ait tout d'abord formation de TiC puis formation de NbC ou bien encore, comme Fujirama et al [FUJ 99], que 70% du carbone est fixé par le niobium et le reste par le titane. Avec cette dernière considération,

$$\Delta Nb = \%Nb - 0,7 \times 7,74 \times \%C \quad \text{II-3}$$

$$\Delta Ti = \%Ti - (0,3 \times 4,0 \times \%C + 3,42 \times \%N) \quad \text{II-4}$$

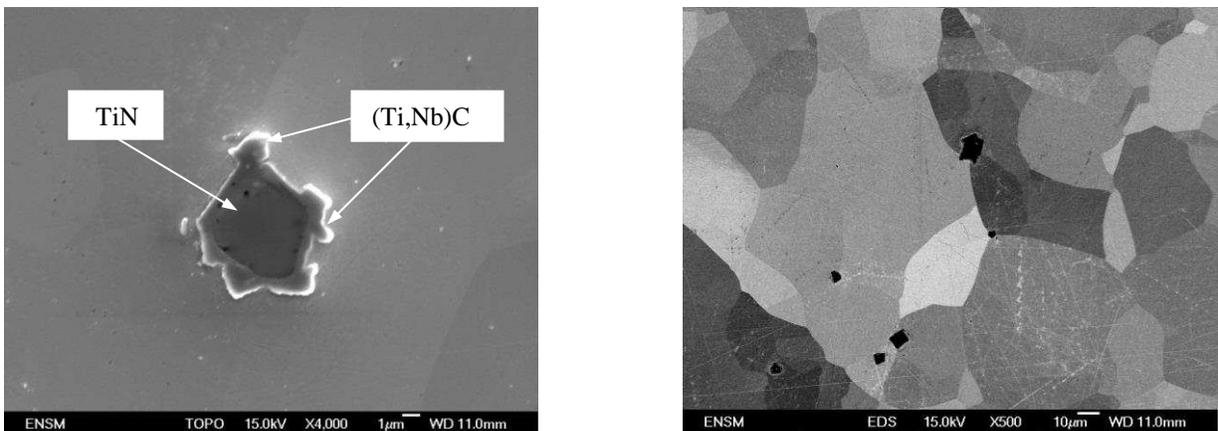
### II.1.2.3. Caractérisation des précipités.

Courtois [COU 05], au cours de ses travaux, a étudié en détail la précipitation des carbonitrures dans la ferrite ; elle se déroule principalement sur les défauts de la microstructure : les dislocations, les joints et sous-joints de grains [KES 97, PER 04]. Il s'agit de précipités de réseau CFC. Il existe de nombreuses stœchiométries possibles pour ces divers précipités. A titre d'exemple, le domaine d'existence des  $NbC_x$  s'étend entre  $x=0,71$  et  $x=0,99$  avec des paramètres

de maille associés compris entre  $a=0,443\text{nm}$  et  $0,447\text{nm}$ . Concernant les  $\text{NbN}_x$ ,  $x$  s'étend entre  $x=0,70$  et  $x=1,06$  et  $a$  entre  $a=0,437\text{nm}$  et  $0,439\text{nm}$ . Il y a une relation de semi-cohérence entre la matrice ferritique et les précipités, ce qui signifie que la présence de dislocations permet d'accommoder la déformation de la matrice.

Dans le domaine de température du laminage à chaud, entre  $900^\circ\text{C}$  et  $1220^\circ\text{C}$  environ, des phénomènes de précipitation et de mise en solution des carbures, nitrures et carbonitrures de Ti et Nb cités précédemment peuvent avoir lieu. Oliveira [OLI 03], s'est intéressé à ces phénomènes dans des aciers inoxydables ferritiques à 11% au Cr stabilisés au Nb (11CrNb) et au Ti+Nb (11CrTiNb).

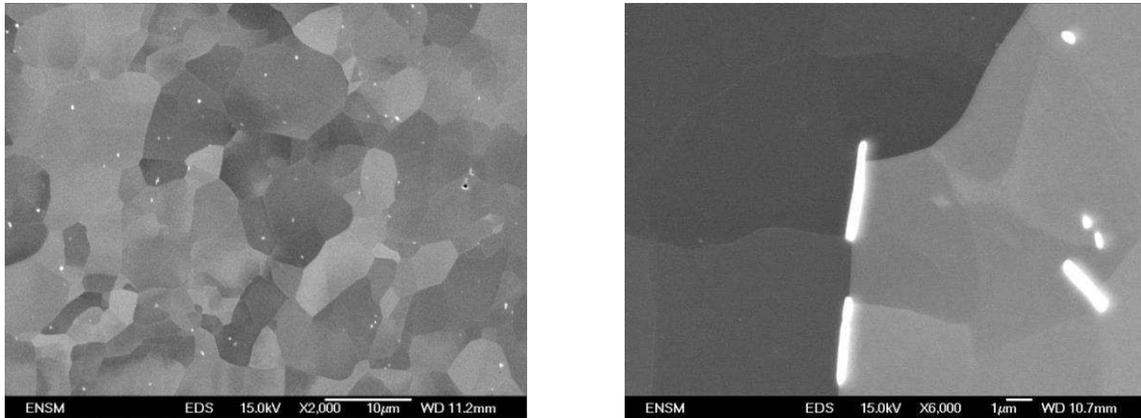
- ✓ Pour la nuance 11CrTiNb (Figure II-3), les nitrures de titane TiN sont toujours présents, d'une taille moyenne comprise entre  $5$  et  $10\mu\text{m}$  et associés aux joints de grains au-dessus de  $1000^\circ\text{C}$ . Des carbures de titane plus niobium sont présents dans la matrice, à la fois autour des TiN mais aussi sous forme isolée. Dans cette dernière configuration, ils ont une taille inférieure à  $1\mu\text{m}$ . La mise en solution de ces précipités débute autour de  $1000^\circ\text{C}$  et semble s'achever autour de  $1150^\circ\text{C}$ .



**Figure II-3 : T=1100°C a) TiN entouré par (Ti,Nb)C dans l'acier 11 Cr TiNb, b) TiN (précipités en noir) à l'intérieur des grains et aux joints de grains de l'acier 11 Cr TiNb [OLI 03].**

- ✓ Pour la nuance 11CrNb (Figure II-4), des carbonitrures de niobium  $\text{Nb(C,N)}$ , sont présents. La remise en solution débute autour de  $950^\circ\text{C}$  et s'achève vers  $1200^\circ\text{C}$ , ce qui est supérieur aux (Ti,Nb)C cités précédemment. On note la présence de précipités à la fois globulaires ( $<1\mu\text{m}$ ) et anguleux ( $<5\mu\text{m}$ ) mais aussi d'aiguilles qui se concentrent aux

jointes de grains à mesure que la température augmente, que l'auteur interprète comme l'effet d'une compétition entre coalescence de précipités et remise en solution.



**Figure II-4 : Carbonitrures de niobium (précipités blancs) dans l'acier 11 Cr Nb a) T=900°C, b) T=1100°C [OLI 03].**

## II.2. Evolution de la microstructure et de la texture au cours du laminage à chaud

Au cours de leur fabrication, les produits sidérurgiques subissent au moins une étape de mise en forme à chaud. Le terme « à chaud » s'applique à des transformations qui se déroulent à des températures supérieures à la moitié de la température absolue de fusion. L'intérêt premier de travailler la matière à chaud est de pouvoir atteindre de plus grandes déformations pour des efforts moindres qu'à température ambiante. Mais les déformations à chaud permettent également de faire évoluer la microstructure des produits et par suite de modifier leurs propriétés.

### II.2.1. Laminage des tôles à chaud

Initialement, le seul intérêt du laminage des tôles à chaud était l'obtention de caractéristiques géométriques données. Depuis, de nombreux travaux ont montré que la microstructure des aciers évoluait en permanence au cours du process. Ils ont permis de cerner les phénomènes métallurgiques mis en jeu et de déterminer les paramètres (composition chimique, conditions thermomécaniques) qui les contrôlent [FAB 00]. En jouant sur ces différents paramètres, il est possible de modifier la microstructure et les propriétés finales du produit. Le

laminage à chaud des tôles des aciers inoxydables étudiés se déroule sur un train à bande ( Figure II-5), composé de six zones distinctes :

- ✓ Un **four de réchauffage** de brames, à gaz, où les brames sont introduites à une extrémité, réchauffées entre 1200°C et 1300°C puis défournées à l'autre extrémité.
- ✓ Un **laminoir dégrossisseur** constitué d'une cage réversible. La brame est laminée d'une épaisseur initiale d'environ 200mm à un produit d'environ 30 à 40mm d'épaisseur nommé ébauche. Les histoires métallurgiques de la tête et de la queue de l'ébauche sont alors différentes puisque les temps interpasses sont différents. A noter que le dégrossisseur peut également être composé d'une série de quelques cages. A la fin de cette étape, la température est comprise entre 1000°C et 1100°C.
- ✓ Une **table de transfert**, équipée d'un tunnel chauffant.
- ✓ Un **laminoir finisseur** constitué de 7 cages en tandem. Le taux de réduction appliqué à toute section de l'ébauche est identique, en revanche la thermique est différente du fait d'un engagement dans le laminoir à des instants et des températures différentes. L'épaisseur finale est de l'ordre de quelques millimètres, la température comprise entre 900°C et 1050°C.
- ✓ Une **table d'arrosage** permettant d'atteindre la température de bobinage souhaitée. (entre 600°C et 900°C).
- ✓ Une **bobineuse** servant à former le coil à chaud.

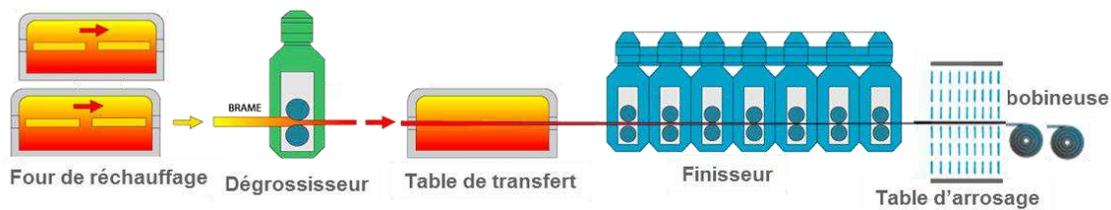


Figure II-5 : vue générale d'un train à bandes.

## II.2.2. Mécanismes d'évolution microstructurales au laminage à chaud

Au cours de l'évolution microstructurale à chaud, de nombreux mécanismes thermiquement activés opèrent. La déformation à chaud génère au sein du matériau un accroissement important de la densité de dislocations au sein du matériau. Ce phénomène, appelé **écrouissage**, est responsable du durcissement du matériau par élévation de sa contrainte d'écoulement. Cet écrouissage peut générer de la **restauration**, de la **recristallisation** et enfin de la **croissance de grains** [DOH97].

La **restauration** peut être décrite comme un ensemble de mécanismes visant à diminuer l'apport énergétique dû à la présence de dislocations dans le métal. L'annihilation de dislocations par paires, l'absorption de dislocations dans les joints et sous-joints existants, la formation de nouvelles parois, la migration des sous-joints sont l'ensemble des phénomènes possibles. Pour résumer, il s'agit de l'ensemble des phénomènes d'adoucissement ne nécessitant pas la migration des joints de grains, définis conventionnellement comme des parois de désorientation supérieure à 15°. La restauration est dite dynamique (DRV pour dynamic recovery) lorsqu'elle a lieu au cours d'une passe de déformation, statique (SRV pour static recovery) lorsque l'on considère ce phénomène pendant un temps interpasse.

Au cours du laminage à chaud, le mécanisme le plus efficace pour éliminer un grand nombre de dislocations est la **recristallisation**. Il s'agit de la formation d'une nouvelle population de grains, vierge de dislocations, au sein d'un matériau déformé. La genèse et la migration de nouvelles parois de forte désorientation est nommée recristallisation. La force motrice de ce phénomène est l'énergie stockée pendant la déformation, qu'il s'agisse de dislocations libres ou réarrangées sous forme de sous-joints. On parlera de recristallisation dynamique lorsqu'elle se produit au cours d'une passe. Par ailleurs, on distingue deux cas : la recristallisation dynamique continue (CDRX pour continuous dynamic recrystallization), et discontinue (DDRX pour discontinuous dynamic recrystallization) qui seront explicitées plus en détails dans la partie II.2.3. Le terme de recristallisation métadynamique (MDRX) sera utilisé pour décrire les phénomènes de recristallisation se déroulant au cours d'une interpasse après le déclenchement de la recristallisation dynamique.

Le dernier phénomène est la **croissance de grains**. Le terme énergétique moteur de ce mécanisme est la tension de surface des joints de grains, provoquant leur migration. Ce mécanisme conduit à la disparition des grains les plus petits, ce qui conduit à une augmentation

de la taille de grains moyenne, une réduction de la surface totale des joints de grains et en définitive une diminution de l'énergie stockée dans les joints.

### II.2.3. Recristallisation dynamique

Le type de recristallisation au sein d'un matériau est grandement lié à l'efficacité de la restauration et donc à son énergie de défaut d'empilement (EDE). En effet, pour des alliages à forte EDE comme les aciers inoxydables ferritiques, la montée et le glissement dévié de dislocations sont aisés, d'importants processus de restauration dynamique sont donc attendus [GLO 73]. En complément de l'EDE, l'allure de courbes contrainte-déformation renseigne également sur le type de recristallisation mise en jeu [MON 09].

#### II.2.3.1. DDRX

Elle ne concerne pas les aciers inoxydables ferritiques et sera décrite succinctement. Elle a lieu dans les matériaux à faible EDE, soit quelques  $10^{-2}$  J/m<sup>2</sup>. On peut citer le cuivre, les laitons, le fer  $\gamma$ , les aciers (inoxydables) austénitiques. Elle est caractérisée par des courbes contrainte-déformation où l'on observe un ou plusieurs maxima [MON 09] avant l'obtention d'une contrainte stationnaire [ROS 59]. Au cours de la déformation, il y a germination, au sein de la matrice écrouie, de nouveaux grains. Ceux-ci sont des entités de faible volume, vierges de dislocations et séparées de la matrice par des parois de forte désorientation. La croissance de ces germes conduit à l'apparition d'une nouvelle population de grains d'orientation cristallographique a priori plus aléatoire au sein du matériau par rapport à la texture du matériau déformé, bien qu'il puisse exister une orientation préférentielle des germes [HUM 04].

#### II.2.3.2. CDRX

Les aciers ferritiques, au même titre que l'aluminium, le fer  $\alpha$ , le titane  $\beta$  sont des matériaux à forte EDE. La courbe contrainte-déformation présente un domaine d'écrouissage, puis un maximum relativement peu accentué, suivi d'un lent adoucissement conduisant à un régime stationnaire pour lequel la contrainte est constante. Celui-ci est parfois atteint pour des déformations équivalentes très élevées, supérieures à 20. La forme de la courbe est donc bien différente de celles observées dans le cas de la DDRX (Figure II-6)[MON 09].

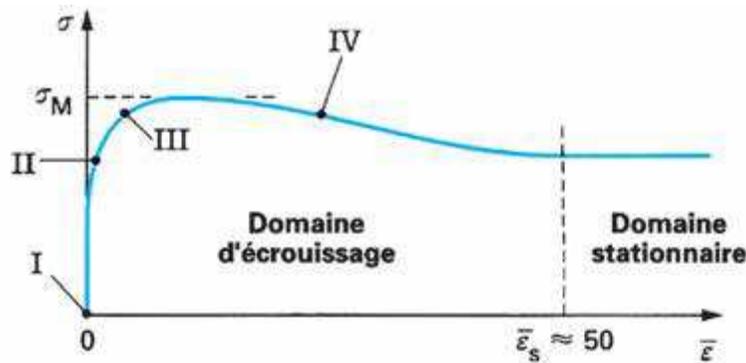


Figure II-6 : Courbe contrainte-déformation schématisant le comportement des métaux ou alliages à forte énergie de défaut d'empilement dans le domaine de la mise en forme à chaud [MON 09].

Dans les matériaux à forte EDE, les dislocations sont peu dissociées et donc très mobiles ce qui rend la restauration très efficace et limite la densité de dislocations. La microstructure caractéristique du régime stationnaire ne peut plus être décrite en termes de grains et de sous-grains. On introduit dès lors le terme de cristallite, qui désigne dans un agrégat polycristallin une entité d'orientation cristalline uniforme et délimitée en partie par des joints de grains, en partie par des sous-joints (Figure II-7).

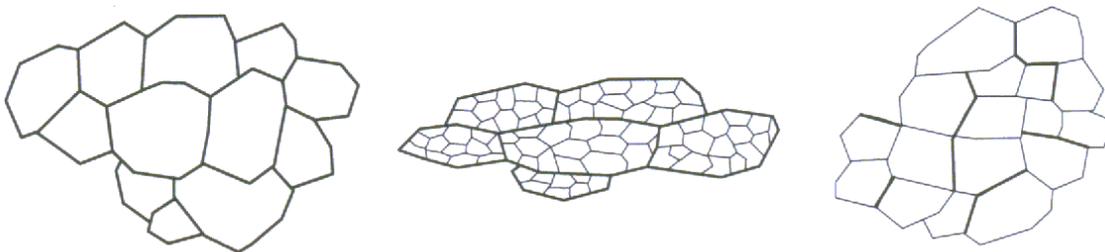


Figure II-7: Evolution microstructurale par CDRX : a) état initial, b) déformation modérée, c) déformation élevée (domaine stationnaire). Les traits forts correspondent aux joints, les traits fins aux sous-joints [CHO 00].

La restauration dynamique réarrange une partie des dislocations dans des parois de faible désorientation, formant des sous-grains qui apparaissent d'abord aux voisinages des joints de grains initiaux avant d'envahir progressivement tout le grain [GOU 97, OLI 03, CAS 12]. Au fur et à mesure que la déformation se poursuit, l'absorption de dislocations dans des parois déjà existantes conduit à l'augmentation progressive de la désorientation de certains sous-joints qui pourront devenir de nouveaux joints de grains. Ces nouveaux joints de grains sont mobiles, ils peuvent donc balayer et « nettoyer » la matrice écrouie. Dans les zones nettoyées, le processus de

création et de désorientation de parois reprend, formant peu à peu une structure de joints et de sous-joints en équilibre dynamique. Contrairement à la DDRX, la CDRX confère en général au matériau recristallisé une texture de forte intensité. Celle-ci est fondamentalement une texture de déformation, plus ou moins modifiée par la croissance des orientations les moins écrouies par rapport aux autres.

### II.2.3.3. GDRX

Aux grandes déformations ( $\epsilon \gg 1$ ), certains auteurs défendent l'idée, compatible avec la CDRX, de l'existence de recristallisation dynamique géométrique [McQ 89]. L'idée est de décrire la formation de nouveaux joints à partir des joints initiaux (Figure II-8: Evolution microstructurale par GDRX [HUM 04]). Il n'y a donc pas d'apparition de nouveaux joints de grains. Après une grande déformation, lorsque la dimension des grains dans une direction des grains devient comparable à la taille des sous-grains, il se produit des pincements locaux conduisant à la fragmentation des grains initiaux.

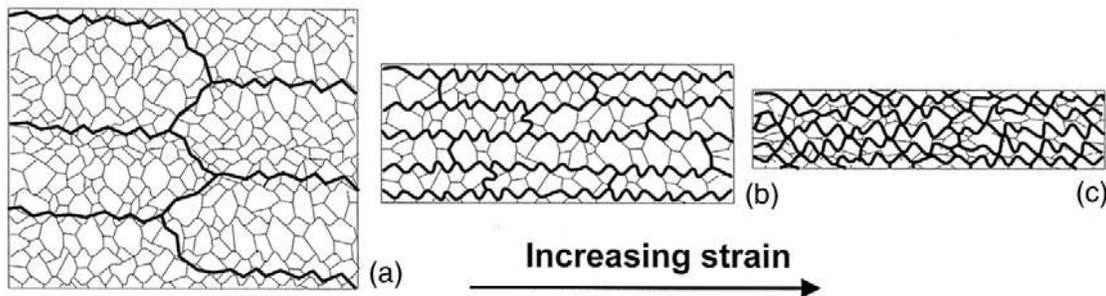
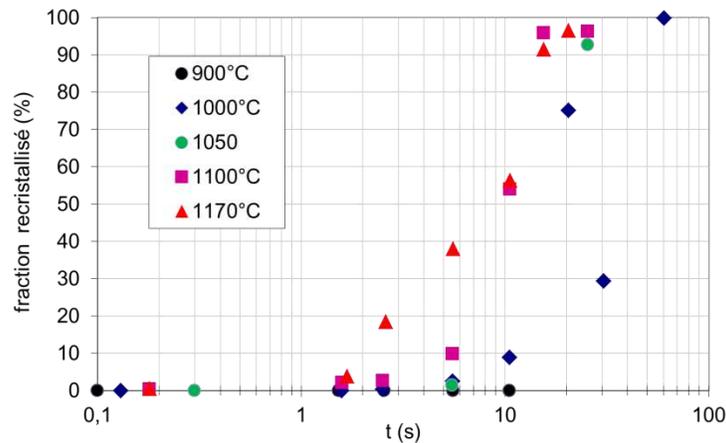


Figure II-8: Evolution microstructurale par GDRX [HUM 04].

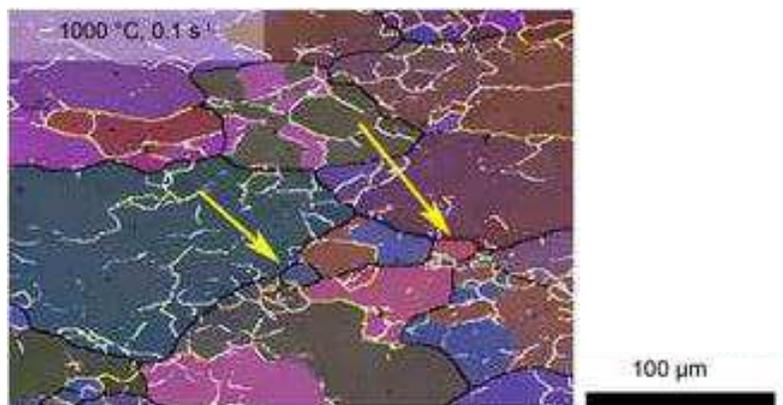
### II.2.4. Recristallisation post-dynamique

L'influence de la température sur les cinétiques de recristallisation d'une ébauche d'acier inoxydable ferritique stabilisé au niobium, de composition chimique proche d'une des nuances étudiées au cours de ces travaux a été investiguée au moyen d'un essai de bipoinçonnement [JAC 09] après une déformation  $\epsilon = 0,6$  à  $5s^{-1}$ . Il s'agit d'essais de compression plane identiques à ceux qui seront menés au cours de ces travaux. D'après la Figure II-9, l'ordre de grandeur du temps interpasse pour avoir une microstructure entièrement recristallisée à  $1170^{\circ}C$  est 15s alors qu'il est de 60s à  $1000^{\circ}C$ . Les tailles de grains recristallisés sont comprises entre 150 et 300  $\mu m$ .



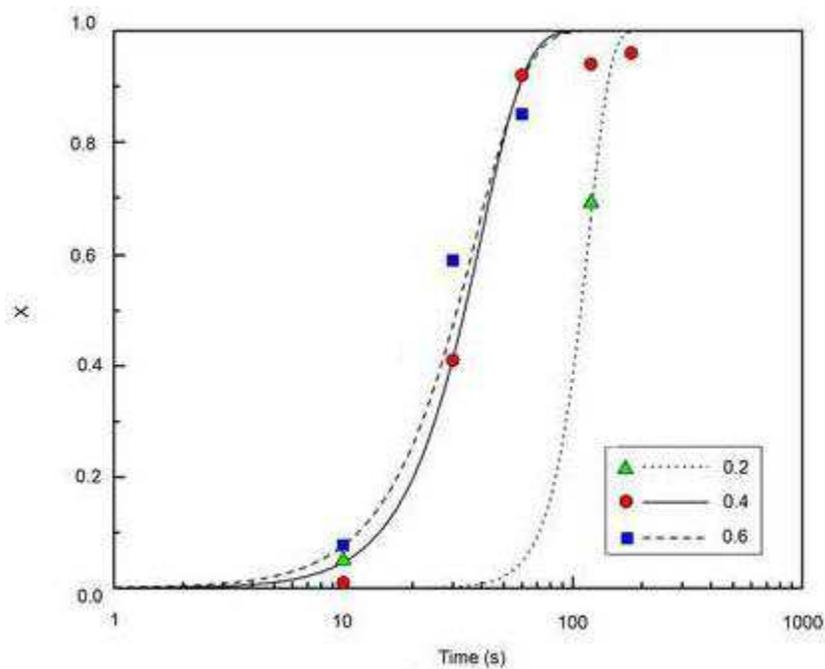
**Figure II-9 : Evolution temporelle de la fraction recristallisée après déformation de 0,6 à  $5s^{-1}$ . Acier inoxydable ferritique stabilisé au Nb [JAC 09].**

Hinton [HIN 06] constate que les sites de germination ne sont pas situés aléatoirement, au sein d'un acier de type AISI 430, mais qu'il y a germination préférentielle aux joints de phase (ferrite / martensite). Mehtonen et al. [MEH 13] ont étudié l'évolution microstructurale d'un acier inoxydable ferritique bi-stabilisé avec Ti+Nb après compression uniaxiale. De la même façon, ils constatent l'apparition de nouveaux grains au voisinage des anciens joints de grains (Figure II-11). La répartition hétérogène de ces nouveaux grains aux anciens joints de grains est en accord avec la théorie de la CDRX explicitée II.2.3.2, pour laquelle les sous-joints apparaissent tout d'abord au voisinage des anciens joints de grains, là où la quantité de dislocations nécessaires à l'accommodation de la déformation est la plus importante. La désorientation progressive de ces parois va entraîner la formation de joints de grains.



**Figure II-10 : Mise en évidence de la germination préférentielle aux joints de grains dans un acier inoxydable ferritique bi-stabilisé Ti+Nb (flèches jaunes). Les parois dont la désorientation est comprise entre  $2^\circ$  et  $5^\circ$  apparaissent en blanc, en jaune entre  $5^\circ$  et  $15^\circ$  et en noir si la désorientation est supérieure à  $15^\circ$  [MEH 13].**

Concernant l'influence du taux de déformation, d'après les courbes de cinétiques de recristallisation de la Figure II-11, on constate que la recristallisation est plus rapide après une déformation de 0,4 qu'après une déformation de 0,2 et qu'en revanche aucune accélération n'était notable entre 0,4 et 0,6 [MEH 13]. Glover et Sellars [GLO 72], mais aussi Akbari et al [AKB 02] pour du fer  $\alpha$  ont constaté que le taux de déformation avait un effet accélérateur seulement jusqu'à une certaine déformation, en l'occurrence celle associée à l'apparition du palier de contrainte.



**Figure II-11 : Effet de la déformation sur l'évolution de la fraction recristallisée à 1000°C et 1s<sup>-1</sup> pour un acier inoxydable ferritique bi-stabilisé Ti+Nb [MEH 13].**

Enfin, la vitesse de déformation a un effet limité sur la recristallisation : une cinétique légèrement plus élevée est attendue, due à un écrouissage plus important à taux de déformation donné. La taille des grains recristallisés sera également plus fine [FAB 00].

### II.2.5. Migration des joints de grains

La vitesse de migration des parois, qu'il s'agisse d'une étape de CDRX, de MDRX, de croissance de grains ou bien encore dans certains cas de croissance de sous-grains suit toujours une cinétique du même type. Cette vitesse de migration  $v$  est le produit de la mobilité de la paroi

$M$  par la force motrice  $F$  [HIL65]. La force motrice représente le changement énergétique par unité de volume du matériau balayé durant la migration.

$$v = MF \quad \text{II-5}$$

$v$  s'exprime en  $\text{m.s}^{-1}$ ,  $M$  en  $(\text{m}^4.\text{J}^{-1}.\text{s}^{-1})$  et  $F$  en  $\text{J.m}^{-3}$ .

Suivant les conditions expérimentales, l'origine de cette force motrice peut être différente.

➤ Matériau restauré, énergies de joints de grains

Le modèle de Hillert [HIL 65], qui est un développement du modèle de Burke-Turnbull [BUR 52], s'applique dans le cas d'un matériau restauré, pour lequel la densité de dislocations est faible et homogène. La force motrice est alors la différence d'énergie de joints de grains entre le grain considéré et ses voisins. Le cas le plus simple, c'est-à-dire lorsque l'on considère que les grains sont des sphères et que tous les joints de grains ont la même énergie, conduit à l'expression suivante de la force motrice :

$$F = \gamma \left( \frac{1}{R_c} - \frac{1}{R} \right) \quad \text{II-6}$$

$\gamma$  est l'énergie surfacique du joint de grains, et s'exprime en  $\text{J.m}^{-2}$ .  $R_c$  désigne ici le rayon critique de grain qui définit la limite au-dessus de laquelle les grains vont croître. A contrario, les grains de taille inférieure vont décroître. Il est commun d'associer  $R_c$  à la taille de grains moyenne.

➤ Matériau écroui, densité de dislocations

Dans le cas de la recristallisation dynamique ou bien de la croissance statique de grains au sein d'un matériau écroui, on s'intéresse à la migration de parois mobiles qui balayent le matériau et qui laissent derrière elles des zones quasi vierges de dislocations. La force motrice considérée, dans le cas le plus simple, est alors la différence de densité de dislocations entre les deux côtés de la paroi. En effet, lorsque la densité de dislocations introduites durant la déformation est élevée, il est commun de négliger la contribution de l'énergie de surface des grains [HUM04]. Les premiers modèles de croissance de grains dans le cas de la recristallisation furent développés dans les années 70 par Sandström et Lagneborg [SAN 75] puis Roberts et Ahlblom [ROB 78]. Ces modèles supposent que la densité de dislocation dans le grain recristallisé est nulle.

Dès lors, la force motrice est égale à l'énergie stockée sous forme de dislocations au sein de la zone écrouie et s'écrit :

$$F = \frac{1}{2} \mu b^2 \rho \quad \text{II-7}$$

$b$  représente le module du vecteur de Burger (m),  $\mu$  le module de cisaillement élastique (Pa) et  $\rho$  la densité de dislocation dans les zones écrouies ( $\text{m}^{-2}$ ).

➤ Cas général

Généralement, et notamment dans le cas de matériau avec une faible densité de dislocations, les deux contributions décrites précédemment doivent être prises en compte comme terme moteur dans l'expression de la vitesse de migration.

## II.2.6. Effet du titane et du niobium sur l'évolution microstructurale

L'évolution mécanique et microstructurale dynamique et métadynamique des aciers inoxydables ferritiques est influencée par les phénomènes de précipitation et/ ou de remise en solution des divers éléments d'addition, en particulier ceux reliés à la stabilisation. En effet, la migration des parois peut être affectée par deux phénomènes distincts : le traînage de solutés (solute drag) qui concerne donc les éléments en solution solide et l'épinglage de Zener (Zener pinning) associé aux précipités. Ces précipités et éléments en solution solide génèrent également des effets durcissant sur le matériau. L'ensemble de ces phénomènes est décrit ci-dessous.

### II.2.6.1. Traînage de solutés

Le traînage de soluté, décrit par Lücke et Detert [LÜC 57] et quantifié plus en détail depuis [CAH 62, HIL 76] consiste en un ralentissement de la vitesse de migration des joints de grains par une diminution de leur mobilité. Certains atomes en solution solide ségrègent dans les joints de grains et par diffusion accompagnent la migration de ces parois (Figure II-12).

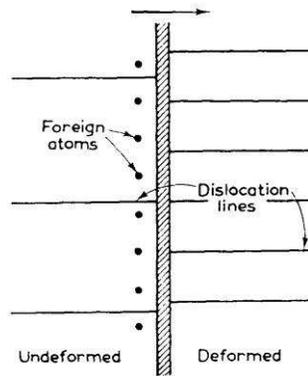


Figure II-12: Traînage de solutés (solute drag) [LÜC57].

Dans le cas général, la vitesse de migration et donc la mobilité apparente obtenue dépend de nombreux paramètres tels que la température, la composition chimique, la force motrice. La Figure II-13 [CAH 62] présente les vitesses de migration théorique en fonction de la force motrice sous diverses conditions. En particulier, la courbe c présente trois solutions, deux stables associées respectivement aux vitesses de migration faibles et élevées, et une instable qui par conséquent n'est pas prise en compte. En fonction des forces motrices mises en jeu, on se situe dans un cas ou dans l'autre.

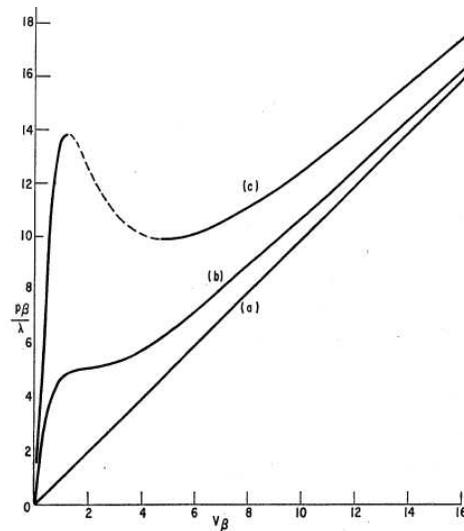


Figure II-13 : Force motrice en fonction de la vitesse de migration pour a) un métal pur, b) une concentration en solution solide inférieure à une concentration critique  $c^*$ , c) une concentration de l'ordre de  $3c^*$ .

L'influence des éléments de microalliage en solution solide comme le Ti et le Nb sur la migration des joints de grains et indirectement sur des cinétiques de recristallisation dans les aciers a été rapportée de nombreuses fois [YAM 81, SIN 07, FAB 00, OLI 03]. Sinclair et al ont

étudié l'effet du trainage de solutés sur la taille finale de grain après recristallisation statique. La Figure II-14 illustre le gradient de microstructure généré par un gradient de niobium en solution solide. La partie gauche de l'image correspond à une zone sans niobium, la partie droite correspondant à une concentration proche de 0,1% massique. Le grossissement de grains diminue très significativement par la présence de Nb qui affecte fortement la mobilité des joints.

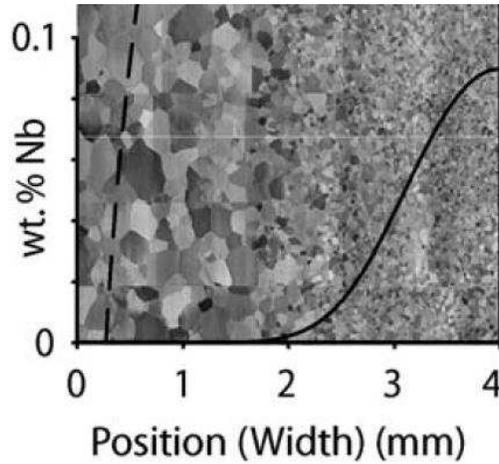


Figure II-14: Effet du niobium sur la microstructure dans du fer- $\alpha$  pur [SIN07]. Le trait plein représente la teneur en Nb en fonction de la position dans l'éprouvette.

### II.2.6.2. Epinglage de Zener

Le phénomène d'épinglage de Zener, analysé par Smith et Zener [SMI 48], est associé à la diminution de la vitesse de migration des joints de grains due à la présence de précipités au sein du matériau. Contrairement au traînage de solutés qui affecte la mobilité, l'épinglage de Zener diminue voire annihile la migration des grains en affectant la force motrice. Lorsqu'un joint de grains rencontre un précipité, la partie du joint en contact avec ce précipité est éliminée avec une réduction d'énergie. Pour permettre au joint de poursuivre sa migration, il est nécessaire de recréer la partie du joint manquant, ce qui coûte de l'énergie au système. Les particules exercent donc une force de Zener  $F_z$  qui s'oppose à la force motrice. Selon la relation II-8, cette force est proportionnelle à la fraction volumique de précipités  $V_f$  et inversement proportionnelle à la taille  $R$  de ceux-ci. Dans le cas de particules sphériques,  $K = 3\gamma / 2$  [SMI 48, HUT 08].

$$F_z = K \frac{V_f}{R} \quad \text{II-8}$$

### II.2.7. Texture

Les propriétés des diverses nuances d'aciers dépendent bien sûr de leur composition chimique, de la microstructure mais également de la texture cristallographique du matériau. Cette dernière, tout comme la microstructure, découle de l'ensemble des procédés thermomécaniques nécessaires à la transformation du produit. L'existence d'une texture marquée au sein des aciers inoxydables ferritiques provient du caractère anisotrope des processus de genèse et d'évolution de la microstructure au cours de l'élaboration et de la mise en forme du produit, couplé à une absence de transformation de phases ou bien de DDRX.

Il existe de nombreuses façons de définir et de représenter la texture. Une orientation cristallographique peut être définie en terme d'indices de Miller  $\{hkl\}\langle uvw \rangle$  ou bien d'angles d'Euler  $(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$ . Dans le cas du LAC, les indices  $\{hkl\}$  définissent les familles de plans coïncidant avec le plan de la tôle, tandis que les indices  $\langle uvw \rangle$  décrivent les directions parallèles avec la direction de laminage. L'ensemble des orientations dans l'espace d'Euler à trois dimensions, qui définit la texture globale du matériau, est appelé ODF (pour Orientation Distribution Function). Il est commode de réaliser sur cette fonction de distribution des orientations des coupes 2D pour lesquelles un des trois angles d'Euler est fixé. Au laminage à chaud pour les aciers ferritiques, les principales composantes de textures se trouvent sur deux fibres,  $\alpha$  et  $\gamma$  toutes les deux orientées à  $\varphi_2=45^\circ$ . Il est donc pratique et commun pour décrire les textures de laminage d'utiliser des sections des ODF à  $\varphi_2=45^\circ$  (Figure II-15). Ces fibres possèdent des propriétés d'orientations particulières avec le repère de la tôle (Figure II-16).

✓ La fibre  $\alpha$  est définie par  $\{hkl\}\langle 110 \rangle (0^\circ, \phi, 45^\circ)$ . La direction  $\langle 110 \rangle$  est parallèle à la direction de laminage DL.

✓ La fibre  $\gamma$  est définie par  $\{111\}\langle uvw \rangle (\varphi_1, 55^\circ, 45^\circ)$ . La direction  $\langle 111 \rangle$  est parallèle à la direction normale DN.

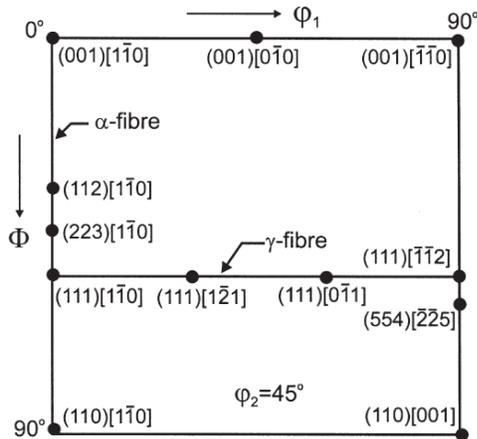


Figure II-15 : Orientations remarquables obtenues au LAC dans une section de l'ODF à  $\phi_2=45^\circ$  [HUC 97].

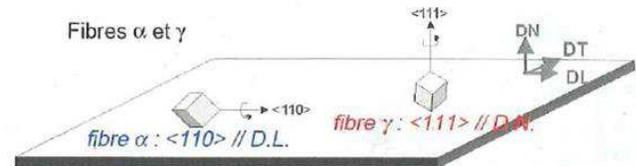


Figure II-16 : Orientations remarquables obtenues au LAC dans une section de l'ODF à  $\phi_2=45^\circ$  [HUC 97].

### II.2.7.1. Evolution au cours du procédé de fabrication

Les procédés d'élaboration peuvent être divisés en trois étapes principales :

#### ✓ *la coulée continue*

En fonction de la composition et du procédé de solidification, le matériau présente une structure comportant une fraction variable de grains colonnaires dont la direction cristallographique  $\langle 100 \rangle$  est parallèle à la direction normale et donc au gradient thermique. Salvatori [SAL 03] a mis en évidence, pour un acier AISI 430, qu'une structure de solidification équiaxe favorisait la recristallisation des échantillons laminés à chaud et recuits par rapport aux échantillons ayant une structure initiale colonnaire. Une structure de solidification équiaxe diminuait notamment fortement l'intensité des fibres  $\alpha$  après LAC et un roping moins prononcé sur les produits finaux était constaté.

#### ✓ *les étapes de LAC et LAF*

Les déformations plastiques engendrées lors des étapes de laminage entraînent de fortes modifications de la texture initiale. Des rotations cristallines, qui dépendent du mode de déformation, changent l'orientation des grains qui tendent vers des configurations stables. Les sollicitations ne sont pas les mêmes dans toute l'épaisseur du matériau pendant les différentes étapes de laminage [SAK 91, HÖL 91, RAA 92, HUH 01]. A mi-épaisseur, le laminage est

assimilable à de la compression plane. En revanche, la friction entre la tôle et les cylindres de laminage induit un cisaillement dans les zones proches de la surface. Ces sollicitations différentes, ainsi que le gradient de température durant le laminage à chaud, provoquent le plus souvent un champ de déformation inhomogène dans l'épaisseur de la bande à chaud et par conséquent à des textures de LAC différentes en fonction de la distance au centre de la tôle.

Après le LAC, la région de la tôle située entre la mi-épaisseur et le quart de l'épaisseur présente une texture constituée pour l'essentiel d'orientations appartenant à la fibre  $\alpha$ ,  $\{001\}\langle 110 \rangle$  et  $\{112\}\langle 1\bar{1}0 \rangle$  principalement, ainsi qu'une faible fraction d'orientations appartenant à la fibre  $\gamma$ ,  $\{111\}\langle 1\bar{1}0 \rangle$  et  $\{111\}\langle \bar{1}\bar{1}2 \rangle$ . La microstructure est peu recristallisée et présente une morphologie de grains allongés et aplatis. Dans la zone située entre la surface et le quart de l'épaisseur, le cisaillement produit des orientations que l'orientation Goss  $\{110\}\langle 001 \rangle$ , Cuivre (Co)  $\{112\}\langle \bar{1}\bar{1}1 \rangle$  ou Laiton (Bs)  $\{110\}\langle 1\bar{1}2 \rangle$  [RAA92, RAA03].

Au cours du laminage à froid, la texture de fibres est renforcée. Les composantes de la fibre  $\alpha$  et notamment  $\{001\}\langle 110 \rangle$  demeurent très stable. Lorsque la déformation à froid augmente, la composante d'intensité maximale a tendance à évoluer de l'orientation  $\{001\}\langle 110 \rangle$  à  $\{112\}\langle 1\bar{1}0 \rangle$ .

A noter que les conditions de déformation telles que la lubrification [KAN 08] ou la vitesse de laminage [SAK 91] influent sur les profils de texture du matériau en modifiant notamment l'intensité du cisaillement.

### ✓ *les recuits*

Ceux-ci provoquent une restauration et/ou une recristallisation du matériau écroui, engendrant un adoucissement de celui-ci. Une croissance préférentielle de cristaux ayant une orientation particulière au cours du recuit implique donc une évolution de la microstructure (taille des grains / sous-grains) et de la texture. Ainsi, une forte composante de texture  $\{112\}\langle 1\bar{1}0 \rangle$  provenant du laminage conduit à une composante de texture de recristallisation  $\{111\}\langle \bar{1}\bar{1}2 \rangle$  élevée [HÖL 91]. Le recuit engendre une évolution de la texture de déformation dominée par la fibre  $\alpha$  à une texture dominée par la fibre  $\gamma$ , même si suivant les conditions de déformation il reste encore des orientations cristallographiques de la fibre  $\alpha$ .

Les éléments d'addition, et notamment les éléments stabilisants comme le Ti et le Nb peuvent engendrer une désorientation d'environ  $7^\circ$  par rapport à la composante de

recristallisation idéale de la fibre  $\gamma$  citée précédemment. Elle est rapportée par divers auteurs sous la forme  $\{223\}\langle 5\bar{8}2\rangle$  [REG 01] ou  $\{557\}\langle 5\bar{8}3\rangle$  (les directions  $\langle 5\bar{8}3\rangle$  et  $\langle 557\rangle$  ne sont pas rigoureusement orthogonales) [RAA 92]. Raabe explique ce phénomène par la nature particulière des joints entre les orientations  $\{111\}\langle \bar{1}\bar{1}2\rangle$  et  $\{557\}\langle 5\bar{8}3\rangle$ . Ces joints de coïncidence, donc de faible énergie, sont moins affectés par l'épinglage de Zener pouvant être provoqué la présence importante de carbonitrures. Les germes d'orientation  $\{557\}\langle 5\bar{8}3\rangle$  seraient donc moins freinés par la présence de précipités et se développeraient plus rapidement (croissance sélective).

### II.2.7.2. Lien entre comportement du matériau et texture

La texture du matériau, comme cela a été développé dans le chapitre I, a une influence prépondérante sur le comportement local (roping) et moyen (formabilité) du matériau. La recristallisation, en modifiant la texture, influe donc sur le comportement du matériau.

#### ✓ **Formabilité**

Afin d'améliorer les propriétés d'emboutissage du matériau, une texture de recristallisation de fibre  $\gamma$  idéale, c'est-à-dire avec la présence équiprobable de toutes les orientations de type  $\{111\}\langle uvw\rangle$ , est à rechercher [RAY 94]. C'est en effet la configuration permettant d'avoir une isotropie dans le plan de la tôle et une anisotropie normale maximale. De nombreuses pistes sont explorées afin de contrôler les textures de recristallisation, comme une meilleure purification (notamment le carbone en solution solide) ou encore l'optimisation des schémas de laminage [YAZ 03]. Les grains d'orientation cube tourné, à l'opposé de la fibre  $\gamma$ , sont à éliminer puisqu'ils présentent une anisotropie normale minimum.

#### ✓ **Roping / Ridging**

Le roping est un phénomène d'ondulation de surface qui apparaît lors de l'élongation de tôle d'acier ferritique inoxydable, et qui est maximum lorsque la direction de sollicitation est la direction de laminage [TAK 67, CHA 67, WRI 72]. Contrairement à l'aptitude à la formabilité qui relève de la texture cristallographique moyenne de la tôle, il est admis que l'existence de motifs locaux présentant des orientations particulières et alternées est la cause principale de l'apparition de ce défaut. Ces bandes de grains de même orientation peuvent présenter un cisaillement hors plan important et surtout de signe opposé d'une bande à l'autre. Cette alternance conduit donc à une ondulation de la tôle, engendrant des coûts de production

supplémentaire (polissage) afin d'obtenir une surface lisse. Une des caractéristiques du roping est que l'épaisseur de la tôle reste constante, ce qui signifie qu'à un creux de la face supérieure est associé une bosse sur la face inférieure.

Shin et al. [SHI 03] ont montré que les zones de grains initialement colonnaires développent un roping plus sévère que les zones de grains équiaxes pour l'acier ferritique inoxydable stabilisé STS409L. Le roping est provoqué par un plus faible taux de déformation plastique des colonies  $\{001\}\langle 110\rangle$  ainsi que les différences de déformation par cisaillement entre les colonies  $\{111\}\langle 110\rangle$  et  $\{112\}\langle 110\rangle$ .

## II.3. Approche mécanique et rhéologique

### II.3.1. Evolution de la contrainte d'écoulement

En déformation à chaud, il existe une équivalence classique entre augmentation de la température et diminution de la vitesse de déformation, que l'on traduit par le paramètre de Zener-Hollomon [ZEN 44], noté Z :

$$Z = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad \text{II-9}$$

$\dot{\epsilon}$  représente la vitesse de déformation équivalente, Q est l'énergie d'activation de la déformation ( $\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}$ ), T la température (K) et R la constante des gaz parfaits ( $\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ ).

Il est possible, à partir de ce paramètre, d'établir des lois de comportement empiriques reliant la contrainte maximale  $\sigma_M$  au paramètre Z [ROS 59]. Une loi fréquemment utilisée est la loi de Sellars et Tegart ( $\sigma_M = \sigma_1 \sinh^{-1}[Z^m]$ ) [SEL 66]. Le formalisme le plus simple, dont découleront les paramètres rhéologiques macroscopiques, est celui décrit par l'équation II-10 ci-dessous :

$$\sigma_M = kZ^m \quad \text{II-10}$$

m est le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation et k une constante ( $\text{Pa}\cdot\text{s}^m$ ).

### II.3.2. Paramètres rhéologiques macroscopiques

Le paramètre  $m$  correspond à la sensibilité de la contrainte vis-à-vis de la vitesse de déformation à une température fixée. Cette caractérisation s'effectue généralement à partir des valeurs de la contrainte maximale ou bien stationnaire. Il est sans unité.

$$m = \left. \frac{\partial \ln \sigma}{\partial \ln \dot{\varepsilon}} \right|_T \quad \text{II-11}$$

L'énergie d'activation apparente  $Q$  caractérise la sensibilité de la contrainte vis-à-vis de la température pour une vitesse de déformation donnée. De même que pour  $m$ , l'étude de la sensibilité s'effectue aux contraintes maximales ou stationnaires. Elle s'exprime en  $\text{kJ.mol}^{-1}$ .

$$Q = \left. \frac{R}{m} \frac{\partial \ln \sigma}{\partial 1/T} \right|_{\dot{\varepsilon}} \quad \text{II-12}$$

### II.3.3. Paramètres d'écrouissage et de restauration dynamique

A partir des courbes contrainte-déformation, et à l'aide d'une loi de comportement physique, il est possible de déduire des coefficients d'écrouissage  $h$  et de restauration dynamique  $r$  permettant de quantifier ces deux phénomènes au cours de la déformation à chaud. La loi de comportement utilisée dans ce cas décrit l'évolution de la densité de dislocations au cours de la transformation. L'écrouissage  $(d\rho/d\varepsilon)^+$  provoque une augmentation de la densité de dislocations alors qu'au contraire la restauration  $(d\rho/d\varepsilon)^-$  engendre une diminution de celle-ci.

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = \left( \frac{d\rho}{d\varepsilon} \right)^+ - \left( \frac{d\rho}{d\varepsilon} \right)^- \quad \text{II-13}$$

Diverses relations ont été élaborées, notamment par Laasraoui et Jonas [LAA91] et Kocks et Mecking [KOC 76, MEC 81]. La première étude citée suppose que le coefficient d'écrouissage  $(d\rho/d\varepsilon)^+$  ne dépend que de la température et de la vitesse de déformation et vaut  $h$ . Kocks suppose que ce même terme d'écrouissage est proportionnel à  $\sqrt{\rho}$  et donc à l'inverse du libre parcours moyen des dislocations qui interagissent avec les dislocations de la forêt et vaut donc

$h\sqrt{\rho}$ . Pour ces deux modèles, la restauration dynamique  $(d\rho/d\varepsilon)^-$  est proportionnelle à  $\rho$  et vaut  $r\rho$ . Avec le modèle de Laasraoui-Jonas, la relation II-13 s'écrit :

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = h - r\rho \quad \text{II-14}$$

De plus, la contrainte d'écoulement peut-être reliée à la densité de dislocations lors de la déformation par la relation suivante [BAS 59] :

$$\sigma = M\alpha\mu b\sqrt{\rho} \quad \text{II-15}$$

où  $M$  est le facteur de Taylor,  $\alpha$  est une constante (sans dimension),  $\mu$  le module de cisaillement élastique (Pa) et  $b$  le module du vecteur de Burgers (m). Le produit  $M\alpha$  est de l'ordre de l'unité.

Des relations II-14 et II-15 précédentes on peut déduire une loi de comportement décrivant l'évolution de la contrainte d'écoulement :

$$\sigma = [\sigma_M^2 - (\sigma_M^2 - \sigma_e^2)\exp(-r(\varepsilon - \varepsilon_e))]^{1/2} \quad \text{II-16}$$

$\sigma_e = M\alpha\mu b\sqrt{\rho_0}$  désigne la limite d'élasticité, atteinte à  $\varepsilon_e$ .

$\sigma_M = M\alpha\mu b\sqrt{h/r}$  est la contrainte d'écoulement maximale.

Il est alors possible à partir des relations précédentes d'ajuster les paramètres  $h$  et  $r$  afin de décrire au mieux les courbes contrainte-déformation initiales. Ceux-ci doivent être déterminés dans le domaine des déformations modérées, c'est-à-dire avant que les effets de la recristallisation dynamique interviennent.

### II.3.4. Effet durcissant des précipités et éléments en solution solide

#### ✓ Eléments en solution solide

La présence d'atomes étrangers en solution solide introduit, de façon générale, des distorsions dans le réseau cristallin qui freinent le déplacement des dislocations par glissement. Il existe deux types de solution solide dans les alliages métalliques :

- les solutions solides de substitution. Les atomes de soluté remplacent les atomes de la matrice sur les sites du réseau cristallin. On peut citer Cr, Ti, Nb.
- les solutions solides d'insertion. Les atomes de solutés sont insérés entre les sites du réseau cristallin de la matrice. Il s'agit de C et N.

Un atome étranger crée une dilatation ou une contraction locale dans le réseau cristallin du fait de sa taille différente de celle des atomes la matrice. Ces distorsions induisent une force d'interaction entre les atomes d'alliage et les dislocations [THO 02]. En gênant le déplacement des dislocations mobiles, les solutés modifient les mécanismes d'annihilation et de recombinaison de dislocations mis en jeu lors de la formation de cellules. Il en résulte une densité totale des dislocations en moyenne plus élevée dans les solutions solides que dans les métaux purs et, par conséquent, une contrainte d'écoulement plastique, à une valeur donnée de la déformation, plus élevée.

✓ Précipités

En général, le réseau cristallin et la nature des liaisons atomiques des particules sont différents de la matrice, c'est le cas des aciers inoxydables ferritiques stabilisés puisque les carbonitrides de titane et de niobium (réseau CFC) pouvant être rencontrés sont semi-cohérents avec la matrice (réseau CC). Cela génère donc des discontinuités dans les plans de glissements des dislocations. Deux modes d'interaction entre les dislocations et les précipités peuvent se produire; le contournement et le cisaillement, comme indiqué sur les Figure II-17et Figure II-18 [THO 02].

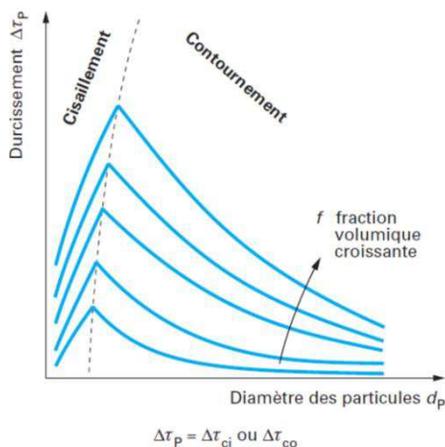


Figure II-17 : Effets de la taille des particules sur le mécanisme de durcissement et de la fraction volumique de particules sur l'intensité du durcissement [THO 02].

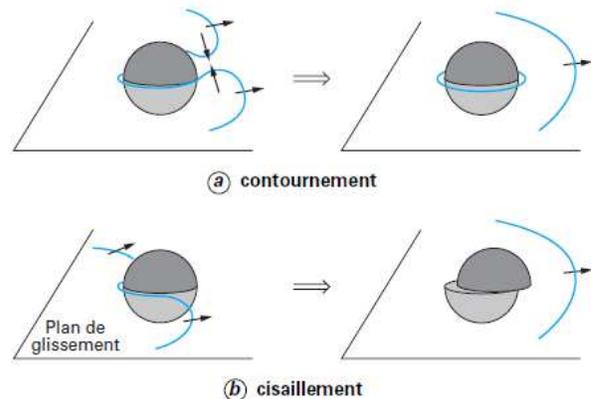
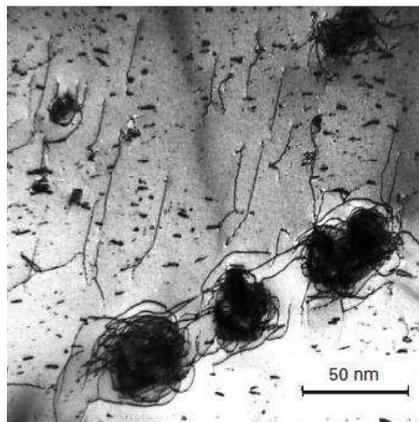


Figure II-18 : Mécanismes de contournement (a) et de cisaillement (b) des précipités par les dislocations [THO 02].

Le franchissement de ces obstacles suivant l'un ou l'autre de ces mécanismes dépend de la cohérence entre les réseaux cristallins, de la taille des particules (Figure II-17) et de la distance entre celles-ci. Dans le cas d'une fraction volumique importante de particules fines (espacement réduit entre particules), le mécanisme d'interaction entre particules et dislocations conduit à des effets similaires à ceux qui sont décrits pour les solutions solides : ralentissement de la mobilité des dislocations, diminution de leurs possibilités d'interaction, accroissement de la densité moyenne de dislocations, diminution du taux de restauration dynamique. Ces mécanismes conduisent, en général, à une augmentation de la consolidation.

Au niveau d'une particule isolée, il convient de séparer le comportement selon le mode d'interaction : cisaillement ou contournement. Dans le cas du cisaillement, le diamètre apparent de la particule dans le plan de glissement décroît ; il en résulte une diminution du durcissement sur ce plan. Ce phénomène, étant localisé, favorise le glissement planaire dans certaines directions. Le cisaillement reste faible, voire inopérant, dans les aciers. Dans le mécanisme de contournement, le passage des dislocations successives laisse des boucles de dislocations autour des particules (Figure II-18 et Figure II-19). Cela accroît la densité moyenne de dislocations autour des obstacles. Le rayon apparent du précipité devient alors plus important lorsque la déformation augmente, contribuant ainsi à l'accroissement de la consolidation. Au-delà d'une certaine concentration de contrainte autour du précipité, des systèmes de glissement secondaire sont activés, induisant une relaxation plastique locale. Lorsque les précipités ont une taille micrométrique, ils agissent alors comme des secondes phases peu ou pas déformables. Le comportement local et global est alors similaire à celui des alliages polyphasés.



**Figure II-19 : Formation de boucles de dislocations autour de TiN dans un acier inoxydable ferritique [THO 02].**

## II.4. Modélisation de la recristallisation

### II.4.1. Modélisation de la CDRX

Le modèle décrit dans ce paragraphe est issu des travaux de Gourdet et Montheillet [GOU 03]. Il a pour objectif de simuler l'évolution de la microstructure d'un matériau afin de connaître la taille des cellules, la fonction de distribution des angles de désorientation et la densité de dislocations en fonction des paramètres de la déformation (température, déformation, vitesse de déformation) et des caractéristiques intrinsèques du matériau (paramètres d'écroutissage et de restauration dynamique, vitesse de migration, taille de grain initiale) évaluées expérimentalement.

Durant la CDRX, il y a formation de nouveaux grains par augmentation progressive de la désorientation des sous-joints. Le modèle considère la microstructure comme un ensemble de cellules appelées cristallites, délimitées à la fois par des sous-joints et par des joints de grains de désorientation supérieure à une désorientation critique, de l'ordre de  $15^\circ$  (Figure II-20). On distingue également deux types de dislocations : les dislocations libres à l'intérieur des cristallites et les dislocations formant les sous-joints. Les paramètres suivants permettent de caractériser la microstructure :

- la densité de dislocations à l'intérieur des cristallites  $\rho_i$ ,
- la surface de parois (joints et sous-joints) par unité de volume  $S$ , est reliée à la taille moyenne des cristallites  $D$  par la relation stéréologique  $D=2/S$ ,
- la désorientation des sous-joints définie par la fonction de désorientation  $\varphi(\theta)$ .  
 $\varphi(\theta)d\theta$  représente la fraction surfacique de sous-joints ayant une désorientation comprise entre  $\theta$  et  $\theta+d\theta$ .

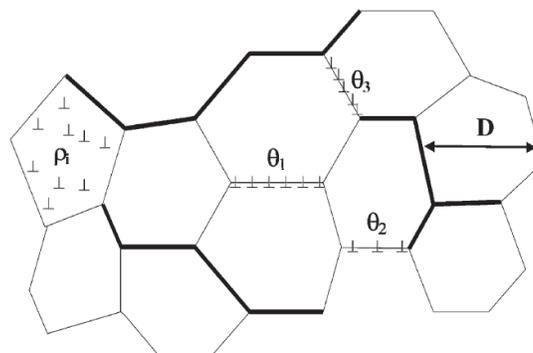


Figure II-20: Représentation schématique de la microstructure pour le modèle de CDRX. (trait fin : sous-joints, trait fort : joints de grains) [GOU 03].

La fraction surfacique de sous-joints est donc donnée par :

$$f_{sj} = \int_{\theta_0}^{\theta_c} \varphi(\theta) d\theta \quad \text{II-17}$$

De plus, la longueur de dislocation  $L$  par unité de surface dans un sous-joint de désorientation  $\theta$  est :

$$L = n\theta/b \quad \text{II-18}$$

où  $n$  est le nombre moyen de familles de dislocations parallèles composant les sous-joints et  $b$  le module du vecteur de Burgers. Par suite, la densité de dislocations à l'intérieur des sous-joints est donnée par :

$$\rho_{sj} = \int_{\theta_0}^{\theta_c} L S \varphi(\theta) d\theta \quad \text{II-19}$$

L'évolution de la densité de dislocations à l'intérieur des cristallites, due à l'écroutissage, la restauration dynamique et la migration des joints de grains, est régie par la relation de Laasraoui-Jonas [LAA 91], modifiée afin de tenir compte de la migration des joints.

$$d\rho_i = (h - r\rho_i)d\varepsilon - \rho_i dV \quad \text{II-20}$$

où  $h$  et  $r$  sont les paramètres d'écroutissage et de restauration dynamique et  $dV$  le volume balayé par les JDG mobiles.

Au cours d'un incrément de déformation  $d\varepsilon$ , l'écroutissage augmente la quantité de dislocations de  $hd\varepsilon$ . Simultanément, ce modèle considère que l'élimination de dislocations par restauration dynamique  $r\rho_i d\varepsilon$  se produit de deux manières : une fraction  $\alpha$  est consommée par la création de nouveaux sous-joints de désorientation minimale ( $\theta_c \sim 1^\circ$ ) tandis que la fraction restante ( $1 - \alpha$ ) est absorbée dans les parois déjà existantes, contribuant à l'augmentation de la désorientation et la transformation de sous-joints en joints. Enfin, les dislocations localisées dans le volume  $dV$  balayé par les JDG mobiles sont éliminées. En effet, une des hypothèses de ce modèle est que seuls les JDG sont mobiles, la vitesse de migration des sous-joints étant suffisamment faible pour être négligée. L'ensemble de ces phénomènes est synthétisé sur la Figure II-21.

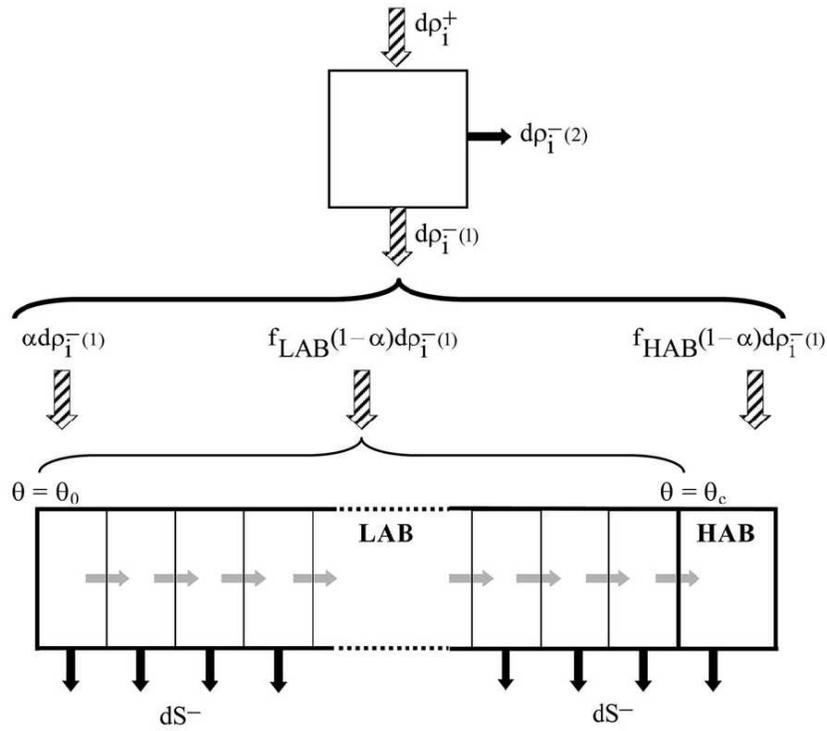


Figure II-21 : Schéma décrivant la répartition des dislocations produites par écoulement ( $d\rho_i^+$ ) suivant les différents processus associés à la restauration dynamique ( $d\rho_i^-$ ). Les flèches grises traduisent la désorientation progressive des sous-joints en joints, les flèches noires représentent l'absorption de certains parois par des joints de grains mobiles [GOU 03].

Le volume balayé par les joints de grains mobiles est le suivant :

$$dV = \frac{2f_j v_m}{D \dot{\varepsilon}} d\varepsilon \quad \text{II-21}$$

$v_m$  est la vitesse de migration des JDG, qui est fonction des conditions expérimentales. De plus, la désorientation est reliée aux différentes grandeurs par la relation suivante :

$$d\theta = \frac{b}{2n} (1 - \alpha) r \rho_i D d\varepsilon \quad \text{II-22}$$

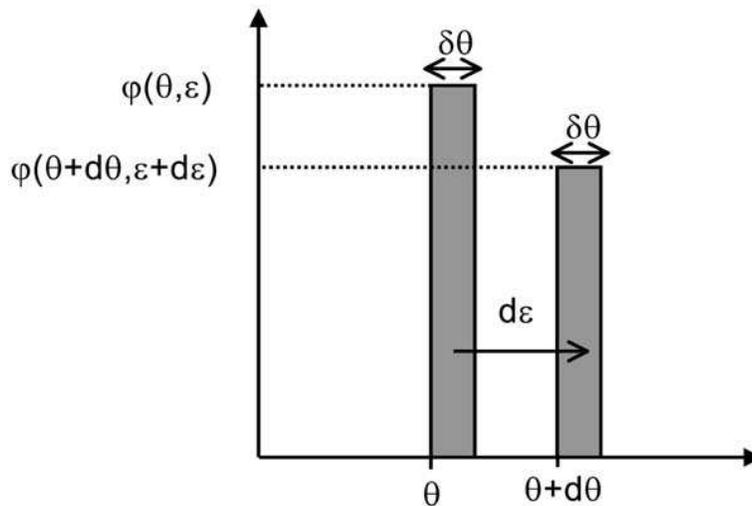
La surface totale de joints par unité de volume évolue au cours de la déformation. Une augmentation de surface  $dS^+$  est engendrée par la création de sous-joints de désorientation  $\theta_0$  pendant l'incrément de déformation de tandis que le mouvement des JDG provoque une diminution  $dS^- = SdV$  de la surface. Ainsi,  $dS = dS^+ - dS^-$  avec :

$$dS^+ = \frac{b}{n\theta_0} \alpha r \rho_i d\varepsilon \quad \text{II-23}$$

$$dS^- = \frac{f_j S^2 v_m}{\varepsilon} d\varepsilon \quad \text{II-24}$$

Finalement, l'évolution de la fonction de distribution  $\varphi(\theta, \varepsilon)$  est déterminée après un développement du premier ordre en  $d\varepsilon$  sous la forme (Figure II-22):

$$\varphi(\theta + d\theta, \varepsilon + d\varepsilon) = \left[ 1 + \frac{1}{D} \frac{dD}{d\varepsilon} d\varepsilon - dV \right] \varphi(\theta, \varepsilon) \quad \text{II-25}$$



**Figure II-22: Evolution de la fonction de distribution de sous-joints de désorientation compris entre  $\Theta$  et  $\Theta + \delta\Theta$  pendant un incrément de déformation  $d\varepsilon$  [GOU 03].**

La contrainte d'écoulement est déduite des paramètres microstructuraux. Celle-ci dépend principalement de la densité de dislocations à l'intérieur des cristallites  $\rho_i$ . Un terme additionnel est toutefois régulièrement ajouté afin de prendre en compte la densité de dislocations à l'intérieur des sous-joints  $\rho_{sj}$ . L'équation suivante est donc utilisée :

$$\sigma = \mu b (A_1 \sqrt{\rho_i} + A_2 \sqrt{\rho_{sj}}) \quad \text{II-26}$$

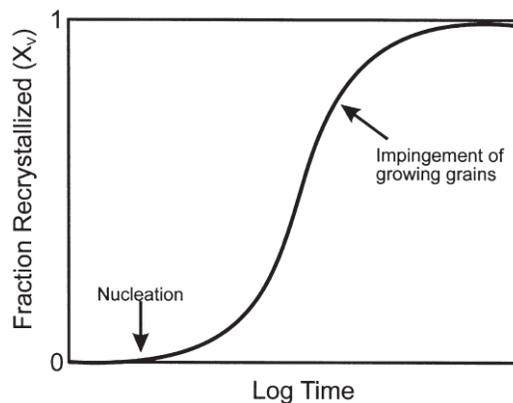
où  $\mu$  est le module de cisaillement élastique,  $A_1$  une constante de l'ordre de l'unité et  $A_2$  une constante qui est au moins un ordre de grandeur plus faible que  $A_1$ .

## II.4.2. Modélisation de la recristallisation post-dynamique

### II.4.2.1. Modèle JMAK.

Cette approche constitue probablement le modèle le plus couramment employé pour décrire l'évolution statique ou post-dynamique de la recristallisation au sein d'un matériau. Cette méthode de modélisation est une formulation initialement développée pour traiter des cinétiques de changement de phase. Le modèle JMAK, pour Johnson-Mehl-Avrami-Komolgorov, doit son nom aux travaux de ces quatre auteurs [KOL 37], [JOH 1939], [AVR 39]. Appliqué à la recristallisation, ce modèle reproduit l'évolution sigmoïdale de la fraction recristallisée  $X$  en fonction du temps suivant la relation II-27 bien connue dans laquelle  $k$  et  $n$  sont des constantes (Figure II-23).

$$X = 1 - \exp(-kt^n) \quad \text{II-27}$$



**Figure II-23: Evolution sigmoïdale de la fraction recristallisée en fonction du temps, basée sur le modèle JMAK [HUM 04].**

Selon les hypothèses, l'exposant  $n$ , appelé exposant d'Avrami, peut prendre diverses valeurs. Il dépend de nombreux facteurs qui peuvent être des hypothèses fortes :

- ✓ germination homogène ou hétérogène. L'hypothèse d'une germination aux joints de grains conduit à une diminution au cours de la transformation de l'exposant [CAH 56].
- ✓ la croissance isotrope ou non des germes. Le cas le plus simple consiste à supposer que les germes croissent de façon isotrope en trois dimensions. Cependant si les grains sont contraints de croître dans seulement une ou deux dimensions, à cause de la géométrie de l'échantillon ou de contraintes microstructurales internes, l'exposant diminue.
- ✓ la cinétique de germination. On peut noter deux cas d'importance qui sont une vitesse de germination constante et la nucléation en sites saturés pour lequel on considère tous les germes présents dès le début de la recristallisation.

- ✓ la vitesse de croissance de grains.

Ainsi, cet exposant peut prendre des valeurs très diverses selon les cas étudiés. Le Tableau II-1 regroupe les valeurs de l'exposant d'Avrami pour une germination homogène et une vitesse de croissance de grains constante pour les deux cas limites de germination décrits ci-dessus. Dans le cas de l'hypothèse de saturation de sites, on considère que tous les germes de la recristallisation sont présents initialement au sein du matériau. En ce qui concerne un taux de germination constant, cela constitue également une hypothèse forte, puisque aucune influence de l'évolution antérieure de la microstructure n'est prise en compte.

Type de croissance	Sites saturés	Taux de germination constant
3D	3	4
2D	2	3
1D	1	2

**Tableau II-1: Valeur de l'exposant d'Avrami  $n$  suivant les hypothèses sur le type de germination et de croissance.**

Ce modèle, qui dans bien des cas reproduit convenablement les résultats expérimentaux, ne découple absolument pas les effets des différents phénomènes physiques mis en jeu durant l'évolution post-dynamique. En particulier, il ne décrit pas les mécanismes de germination associés à la recristallisation.

#### II.4.2.2. Germination, évolution post-dynamique

##### ➤ SIBM

Pour les matériaux ayant une EFE élevée, la sous-structure est bien définie et contient la majorité des dislocations engendrées par la déformation (Figure II-24 gauche). La formation de cette structure de cristallites est bien décrite par le modèle de CDRX. Un site de germination est alors une cristallite possédant une énergie stockée plus faible que ses voisins, qui va initialement croître à l'intérieur de son grain parent (Figure II-244 gauche) et qui lorsque sa taille dépasse une valeur critique croît dans le grain voisin (bulging), donnant naissance à un germe (Figure II-244 droite). Pour des alliages monophasés, ce phénomène de germination appelé SIBM, pour strain-induced boundary migration [BAI 62], est le mécanisme dominant pour les déformations faibles à modérées [GER 03]. Ce type de nucléation se déroule donc préférentiellement aux joints de grains [ROB 78].

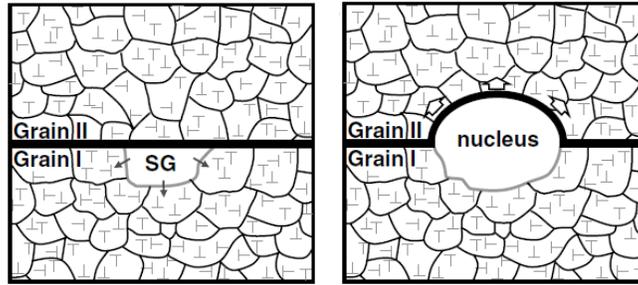


Figure II-24: Représentation schématique de la croissance d'un sous-grain (gauche) qui une fois atteint la taille critique va croître dans la matrice déformée (bulging), donnant naissance à un germe de recristallisation (droite). D'après [ZUR 06].

➤ Rayon critique

La notion de taille critique, définie par le critère de Bailey-Hirsch [BAI 62], est basée sur une approche thermodynamique. Dans le cas de la germination homogène, la variation de l'enthalpie libre  $G$  comporte deux termes. Le premier, volumique, est dû à l'élimination de dislocations induite par la formation de germes libres de dislocations. Le second terme est l'augmentation de l'énergie du système par formation de nouveaux joints de grains. Le bilan global est donc :

$$\Delta G = -\frac{2\pi}{3}r^3\rho\mu b^2 + 4\pi r^2\gamma \quad \text{II-28}$$

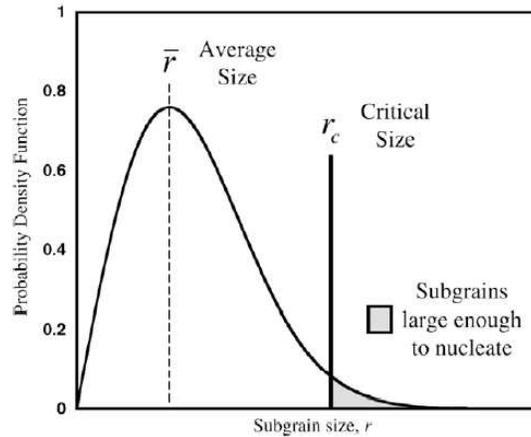
où  $r$  est la taille du germe,  $\rho$  la densité de dislocation dans les zones écrouies,  $\mu$  le module de cisaillement,  $b$  le module du vecteur de Burgers et  $\gamma$  l'énergie surfacique du joint. Le rayon critique, noté  $r_c$ , est atteint lorsque la variation d'enthalpie libre du système est maximale. Son expression est la suivante :

$$r_c = \frac{4\gamma}{\rho\mu b^2} \quad \text{II-29}$$

En supposant que la taille des sous-grains suit une distribution de Rayleigh de moyenne  $\bar{r}$ , la fraction  $F$  de sous-grains dont le rayon est supérieur à  $r_c$  est la suivante [CRA 09] :

$$F = \exp\left(\frac{-\pi}{4}\left(\frac{r_c}{\bar{r}}\right)^2\right) \quad \text{II-30}$$

Cette fraction, illustrée sur la Figure II-25, correspond donc à la quantité de sous-grains possédant une taille suffisante pour devenir un germe.



**Figure II-25 : Distribution de taille des sous-grains, mise en évidence de la fraction de cristallites dont la taille est supérieure à  $r_c$  [CRA 09].**

De plus, cette germination se déroulant aux joints de grains, le nombre de sites de germination potentiels  $N_{nuc}$  pour chaque grain de taille  $R$  est donné par le produit de la fraction de sous-grains ayant une taille suffisante  $F$  par le nombre  $N$  de sous-grains se situant le long du joint de grains. Les expressions de  $N$  et  $N_{nuc}$  sont donc [CRA 09] :

$$N = \frac{64R^2}{\pi\bar{r}^2} \quad \text{II-31}$$

$$N_{nuc} = N \cdot F = \frac{64R^2}{\pi\bar{r}^2} \exp\left(\frac{-\pi}{4} \left(\frac{r_c}{\bar{r}}\right)^2\right) \quad \text{II-32}$$

Par suite, le nombre de sites de germination par unité de volume, sera donc proportionnel à  $1/R\bar{r}^2$  [VAT 96, ZUR 06].

➤ Temps d'incubation

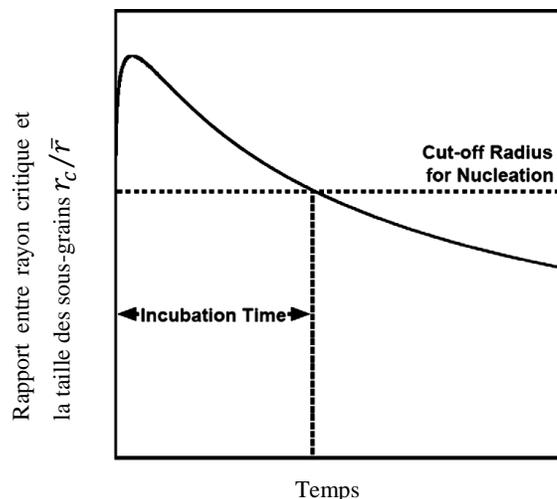
Il est possible, à partir du modèle de Zurob et al [ZUR 06], de justifier les constatations expérimentales qui témoignent, dans certaines conditions, d'un temps d'incubation nécessaire à la recristallisation. En effet, si on note  $G(t)$  la quantité globale de force motrice, et  $M_{LAB}$  la mobilité moyenne des sous-joints, alors le rayon moyen des sous-joints évolue suivant la relation :

$$\bar{r}(t) = r_0 + \int_0^t M_{LAB} G(t) dt \quad \text{II-33}$$

En supposant que la forme de la distribution reste identique au cours de la croissance de sous-grains, on peut réévaluer à chaque instant  $t$  la fraction  $F$  de sous-grains ayant une taille supérieure à la taille critique  $r_c$ . Celle-ci évolue également si l'on prend en compte la restauration au sein du matériau. Gaudout [GAU 09] a utilisé, pour prendre en compte la diminution de la densité de dislocations dans le matériau écroui, l'expression suivante, dans laquelle  $\tau_{RV}$  est une constante caractéristique de la restauration dans le matériau:

$$d\rho(t) = \frac{\rho(t)}{\tau_{RV}} dt \quad \text{II-34}$$

En tenant compte de la restauration statique et de la croissance des sous-grains, l'évolution du rapport  $r_c/\bar{r}$  au cours du temps peut être du type de celui présenté sur la Figure II-26.



**Figure II-26 : Représentation schématique d'un temps d'incubation nécessaire à la recristallisation. D'après [ZUR 06].**

### ➤ Recristallisation post-dynamique

Une fois présents au sein du matériau, les germes vont croître et remplacer progressivement l'ancienne population de grains. Les forces motrices mises en jeu sont celles présentés au § II-2-5. Le terme moteur pour la croissance de grain peut alors être la densité de dislocations, une différence d'énergie de joints de grains ou une combinaison de ces phénomènes, comme décrit au § II.5.2.

### II.4.3. Conclusions

Les alliages étudiés sont des aciers inoxydables ferritiques stabilisées respectivement par le Nb et par le Ti+Nb. Ferritiques à toute température et donc de réseau cubique centrés, ces alliages à forte énergie de défaut d'empilement sont sujets à un processus de recristallisation dynamique continue (CDRX) au cours de la déformation à chaud, et donc du laminage à chaud.

Il est alors possible de décrire la fragmentation de la microstructure au cours de la déformation à chaud à partir d'un modèle de CDRX. Pour ce dernier, la détermination, à partir d'une étude rhéologique, de paramètres d'écroutissage et de restauration dynamique est nécessaire.

La recristallisation post-dynamique, au cours des temps interpasses, est basée sur des équations de migration de joints de grains. Le mouvement de ceux-ci peut éventuellement être freiné par des effets de précipitation et de remises en solution dynamiques.

Enfin, au cours du laminage à chaud, qui est donc une succession de déformations suivies de recristallisations partielles ou complètes, la texture cristallographique du matériau évolue. L'aspect de surface et la formabilité du produit fini sont corrélables à la texture de ce dernier, qui est elle-même dépendante de celle obtenue en fin de laminage à chaud. L'optimisation de schémas de laminages permettant de multiples recristallisations est donc un enjeu important.

## III. Procédure expérimentale

### III.1. Nuances étudiées

#### III.1.1. Composition chimique et élaboration

La présente étude porte sur deux nuances d'aciers inoxydables ferritiques que nous nommerons E1 et E2 par souci de simplicité. Dans la norme américaine ASTM, E1 correspond à S44500. E2 est une nuance voisine à laquelle a été ajoutée du Ti. Ces aciers, conçus pour avoir la même résistance à la piqûre que la nuance d'acier inoxydable austénitique 304, sont utilisés dans les pièces de décoration automobile et dans l'électroménager. L'acier E1 est mono-stabilisé au Nb tandis que la nuance E2 est bi-stabilisée par Nb + Ti. Les compositions chimiques sont présentées dans le Tableau III-1.

	<b>Cr</b>	<b>C</b>	<b>N</b>	<b>Nb</b>	<b>Ti</b>	<b>Cu</b>	<b>Ni</b>	<b>Mn</b>
<b>E1</b>	20,25	0,017	0,021	0,41	0,003	0,40	0,20	0,23
<b>E2</b>	20,12	0,013	0,028	0,46	0,11	0,51	0,21	0,23
	<b>Co</b>	<b>Sn</b>	<b>Si</b>	<b>S</b>	<b>V</b>	<b>P</b>	<b>Mo</b>	
<b>E1</b>	0,027	0,017	0,24	0,002	0,01	0,026	0,016	
<b>E2</b>	0,025	0,014	0,25	0,001	0,13	0,028	0,013	

Tableau III-1 : composition chimique des nuances d'aciers inoxydables étudiées

De par sa composition, la totalité du Ti de la nuance E2 précipite, dans une large majorité sous forme de nitrures de titane. L'excès de Nb est évalué suivant la méthode décrite dans le § II-1-2-2. Les résultats obtenus témoignent d'un excès de niobium supérieur pour la nuance E2 (Tableau III-2).

<b>Nuance</b>	<b><math>\Delta\text{Nb}</math></b>
E1	0,13
E2	0,39

Tableau III-2 :  $\Delta\text{Nb}$ , en pourcentage massique, des aciers étudiés.

Les échantillons nécessaires aux campagnes d'essais ont été prélevés à cœur d'ébauches, c'est-à-dire à mi-épaisseur du demi-produit ayant uniquement subi la première étape de LAC, le

dégrossisseur. Ces ébauches sont issues de brames ayant été réchauffées environ 3h à 1200°C pour permettre leur homogénéisation, puis laminées en 5 passes pour atteindre une épaisseur d'environ 30mm.

### III.1.2. Description succincte des microstructures initiales

Les deux nuances ont été reçues avec des microstructures initiales très différentes. La nuance E2 est complètement recristallisée, composée de grains équiaxes ayant une taille moyenne à cœur d'ébauche de 130 $\mu\text{m}$ . A mi-épaisseur, la nuance E1 est quant à elle partiellement recristallisée, la microstructure est donc très hétérogène puisque elle est composée de zones écrouies avec certains grains allongés dans la direction de laminage pouvant mesurer plusieurs millimètres, mais également de grains recristallisés de taille moyenne 70 $\mu\text{m}$ . Une description plus approfondie de la microstructure initiale des ébauches sera effectuée dans le § V-1, les Figure III-1 et Figure III-2 illustrent néanmoins leurs différences. La convention de représentation de la désorientation des parois  $\theta$  sur les cartographies EBSD est la suivante :

- $2^\circ \leq \theta < 5^\circ$  parois de couleur rouge
- $5^\circ \leq \theta < 10^\circ$  parois de couleur verte
- $10^\circ \leq \theta < 15^\circ$  parois de couleur bleue
- $\theta \geq 15^\circ$  parois de couleur noire

Dans l'ensemble des micrographies qui seront exposées dans ce manuscrit, la direction de laminage DL et la direction normale DN sont les suivantes :

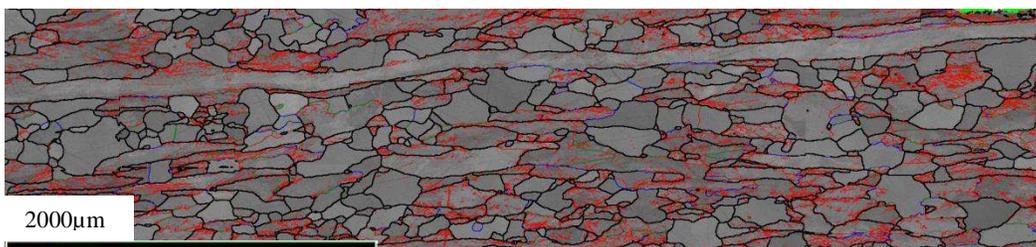
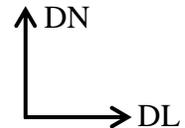


Figure III-1 : micrographie EBSD en « Band Contrast + interfaces », à mi-épaisseur de l'ébauche E1.

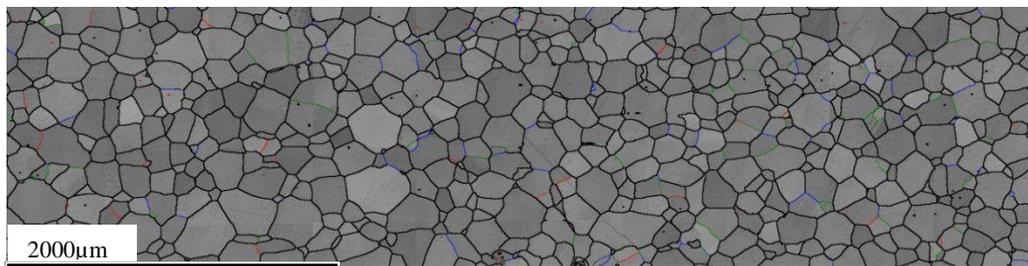


Figure III-2 : micrographie EBSD en « Band Contrast + interfaces », à mi-épaisseur de l'ébauche E2.

### III.1.3. Traitements thermiques

Divers traitements thermiques ont été réalisés sur les deux nuances, avec des objectifs différents.

➤ Nuance E2

Dans le but d'évaluer l'influence de la taille de grains initiale sur les cinétiques de recristallisation, divers recuits sous argon suivis de trempes à l'eau ont été testés afin de faire grossir la taille de grain initiale de l'ébauche. Le traitement retenu est de 1h à 1100°C, qui a généré une microstructure homogène de taille de grains moyenne 440µm.

➤ Nuance E1

L'ébauche E1 n'étant que très partiellement recristallisée, l'objectif de ce recuit était d'obtenir une microstructure recristallisée tout en conservant une taille de grains raisonnable. Le traitement thermique retenu est le suivant : 1h à 1150°C. La microstructure obtenue à cœur est composée de grains recristallisés de taille moyenne 250µm. Il n'a malheureusement pas été possible d'obtenir à la fois une microstructure totalement recristallisée et une taille de grains comparable à la nuance E2 (130µm).

## III.2. Essai de compression uniaxiale

Des essais de compression uniaxiale à chaud, effectués à différentes températures et vitesses de déformation, ont été entrepris afin de déterminer à partir des données expérimentales obtenues les coefficients rhéologiques pour nos deux nuances. Les microstructures ne seront pas examinées, le chemin de déformation au cours de cet essai étant bien différent de la compression plane ayant lieu au cœur du matériau au cours du LAC.

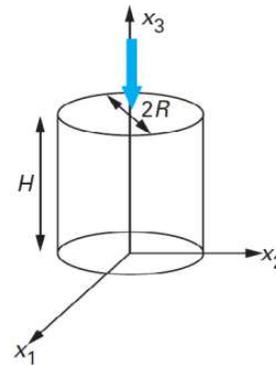
### III.2.1. Dispositif de compression uniaxiale

Les essais de compression uniaxiale ont été effectués à l'Ecole des Mines de St-Etienne. Le système, représenté sur la Figure III-3, comprend une cellule de force, deux tas intermédiaires fixés à deux mors, un four ainsi qu'un tube en quartz. Un bras mécanique horizontal supporte le four de chauffage. Celui-ci est constitué d'une enceinte en ciment réfractaire à la surface de

laquelle on projette des particules d'alumine dont les facettes permettent de renvoyer 50% du rayonnement. Les lampes fournissent une puissance totale de 25kW permettant d'atteindre une température maximale de 1200°C. Les vitesses de variation de température possibles sont relativement faibles, de l'ordre de 2°C/s. L'enceinte est balayée par de l'argon. Deux thermocouples fixés sur les tas à 2 mm de la surface assurent le maintien en température pendant l'essai. La géométrie des éprouvettes cylindriques utilisées, de diamètre  $2R=10\text{mm}$  et de hauteur  $H=15\text{mm}$ , permet d'assurer une bonne homogénéité de température, de l'ordre du degré. La direction normale (DN) de l'ébauche coïncide avec l'axe de compression  $x_3$  de la Figure III-4.



**Figure III-3 : Dispositif de compression uniaxiale à chaud.**



**Figure III-4: Echantillon de compression uniaxiale.**

Les échantillons ont été lubrifiés avec un film de nitrure de bore (BN) déposé par spray. Celui-ci est très stable thermiquement, mais il est néanmoins nécessaire d'apporter une correction de frottement lors du dépouillement des essais (coefficient de frottement de l'ordre de 0,05 au sens de Tresca). En fin d'essai, un doigt de tremp permet d'éjecter l'échantillon dans un bac rempli d'eau. Il s'écoule environ 1s entre la fin de la déformation et le début de la tremp. Le cycle thermique, piloté par ordinateur, est présenté sur la Figure III-5.

Il est à noter que ces essais de compression uniaxiale, visant à déterminer la rhéologie des deux nuances, ont été réalisés pour des microstructures initiales différentes. Cependant, les contraintes d'écoulement similaires obtenues pour des essais de compression plane effectués avec la nuance E1 brute de réception et la nuance E1 ayant subi un traitement thermique suggèrent une influence minimale de la microstructure initiale sur la rhéologie de ces matériaux au cours d'essais de déformation à chaud.

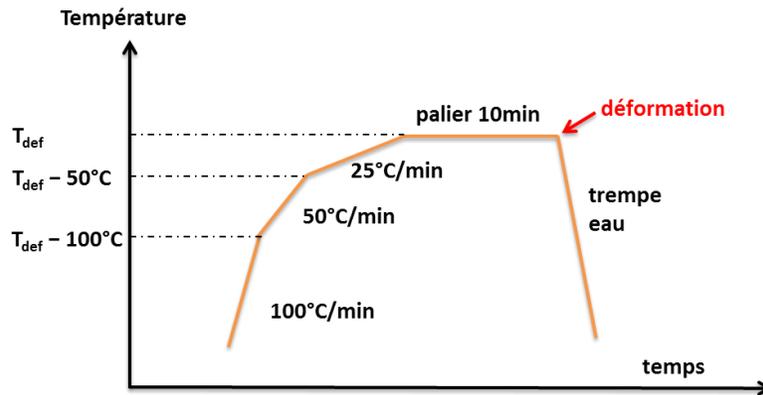


Figure III-5: cycle thermique classique d'un essai de compression uniaxiale à chaud

### III.2.2. Analyse mécanique, correction de frottement

Le matériau est supposé demeuré homogène et isotrope au cours de la déformation. De plus, l'effet de « bombé », dû au frottement sur les outils, est négligé. L'échantillon conservera donc sa forme cylindrique au cours de l'essai qui est considéré comme axisymétrique. La vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}$  est identique au sein du matériau et vaut :

$$\dot{\epsilon} = \frac{\dot{H}}{H} \quad \text{III-1}$$

$\dot{H}$  est négatif et représente la vitesse de variation de  $H$ . Un capteur de force enregistre au cours de l'essai la force de compression  $F$ . Dès lors, il est possible de calculer la contrainte d'écoulement expérimentale :

$$\sigma = \frac{F}{S} \quad \text{III-2}$$

A cause des frottements, celle-ci est différente de la contrainte d'écoulement du matériau  $\sigma_0$  et une correction de frottement doit être appliquée. Celle-ci peut être identifiée à l'aide d'un bilan énergétique. En effet, la puissance totale  $\dot{W}$  est la somme de la puissance de déformation plastique  $\dot{W}_p$  et de la puissance de frottement  $\dot{W}_f$  [MON 09b]. Elles ont pour expression :

$$\dot{W} = \dot{W}_p + \dot{W}_f = -S \dot{H} \sigma_{\text{exp}} \quad \text{III-3}$$

$$\dot{W}_p = -SH \dot{\varepsilon} \sigma_0 \quad \text{III-4}$$

D'après le modèle de frottement de Tresca,

$$\dot{W}_f = \frac{2}{3\sqrt{3}} \bar{m} \pi \sigma_0 \left( -\frac{\dot{H}}{H} \right) R^3 \quad \text{III-5}$$

où le coefficient de  $\bar{m}$  frottement varie entre 0 (contact parfaitement lubrifié) et 1 (contact collant). De plus, R et H évoluent au cours de la compression en fonction de la déformation équivalente  $\bar{\varepsilon}$  suivant les relations :

$$H = H_0 \exp(-\bar{\varepsilon}) \quad \text{III-6}$$

$$R = R_0 \exp(\bar{\varepsilon}/2) \quad \text{III-7}$$

Par suite, l'expression de la contrainte d'écoulement devient :

$$\sigma_0 = \sigma_{\text{exp}} \left[ 1 + \frac{2}{3\sqrt{3}} \bar{m} \frac{R_0}{H_0} \exp\left(\frac{3\bar{\varepsilon}}{2}\right) \right]^{-1} \quad \text{III-8}$$

Une correction de frottement a donc été systématiquement appliquée avant toute exploitation des données brutes. Dans la pratique, la valeur  $\bar{m} = 0,05$  est la plus utilisée, même si pour certaines conditions des valeurs plus élevées, jusqu'à  $\bar{m} = 0,2$ , ont été employées. Celle-ci est choisie de telle sorte que la contrainte n'augmente pas pour des déformations  $\bar{\varepsilon}$  comprises classiquement entre 0,3 et 0,6, ce qui est un résultat attendu en l'absence de frottements. La diminution de contrainte engendrée est de l'ordre du MPa dans l'intervalle de déformation étudié. L'effet de la valeur de  $\bar{m}$  est illustré sur la Figure III-6 ;  $\bar{m} = 0,05$  apparaît comme le choix le plus pertinent au regard de l'allure des courbes corrigées.

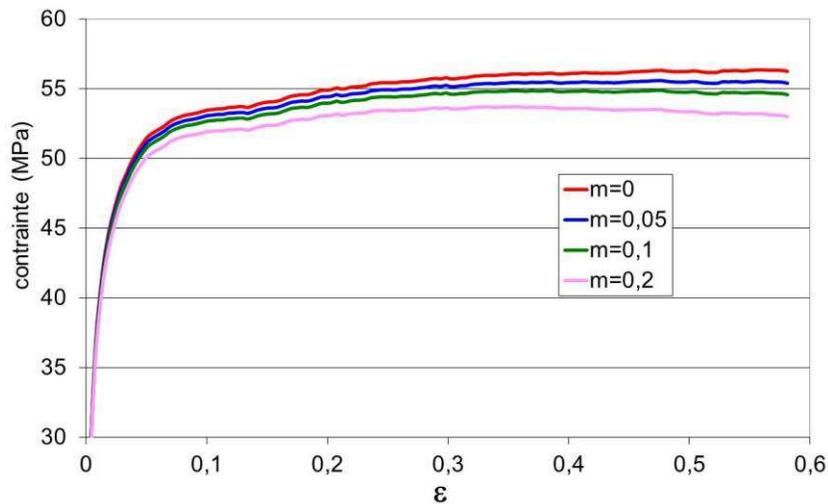


Figure III-6: Effet de la valeur du coefficient de frottement sur la courbe contrainte-déformation. Nuance E1, 1100°C, 5s<sup>-1</sup>.

### III.3. Essai de bipoinçonnement

Les essais de bipoinçonnement ont été menés au Centre de Recherche APERAM d'Isbergues, sur un simulateur thermomécanique Gleeble 3500.

#### III.3.1. Intérêt des essais de bipoinçonnement

Au cours d'un essai de bipoinçonnement, la sollicitation principale est la compression plane. Si on néglige les frottements parasites pouvant exister entre les outils et la matière, il s'agit dès lors du seul mode de déformation sollicité au cours de cet essai. Ce type d'essai permet de se rapprocher au plus près du chemin de déformation subi à cœur de la matière par la matière au cours du LAC, où le cisaillement dû aux cylindres de laminage est inexistant et seule la compression plane est présente.

Il est bien sûr possible avec ce type d'essai de reproduire une passe de laminage à chaud, suivie ou non d'un maintien en température reproduisant une interpasse. Des essais multipasses, permettant d'enchaîner plusieurs déformations séparées par des interpasses, ont également été entrepris dans le but de se rapprocher des conditions industrielles de LAC. Outre le fait de pouvoir réaliser plusieurs passes successives suivant un mode de sollicitation très proche des conditions industrielles, ces essais permettent de reproduire les vitesses de déformations les plus élevés, de l'ordre de 100s<sup>-1</sup>, mises en jeu dans le finisseur. Grâce au dispositif expérimental,

décrit ci-après, les phases d'accélération et de décélération sont négligeables, assurant une vitesse de déformation constante au cours de la passe. Ces essais présentent donc de nombreux avantages. De par leur nature complexe, ils ont cependant l'inconvénient de soulever de nombreux problèmes de réalisation générant un taux d'échec relativement élevé, de l'ordre de 30%.

### III.3.2. Dimensionnement

Afin d'éviter des phénomènes indésirables tel que l'apparition de bandes de cisaillement, rendant l'exploitation des essais impossibles, le dimensionnement des éprouvettes doit respecter certaines conditions. Loveday et al [LOV06] ont élaboré une méthodologie applicable aux essais de compression plane à chaud. Ils préconisent ainsi une géométrie initiale de l'échantillon adaptée à l'outil de compression plane (Figure III-7). La largeur ( $b_0$ ), l'épaisseur ( $h_0$ ) et la longueur ( $l_0$ ) initiales doivent respecter les relations suivantes vis-à-vis de l'épaisseur ( $w$ ) des poinçons :

$$\frac{b_0}{w} \geq 2 \quad \frac{h_0}{w} \leq 0,67 \quad \frac{l_0}{w} \geq 3 \quad \text{III-9}$$

Ces échantillons, prélevés à mi-épaisseur d'ébauche, sont orientés de telle sorte que les directions caractéristiques de l'ébauche (DL, DT, DN) correspondent respectivement à la longueur, la largeur et la hauteur de l'échantillon comme indiqué sur la Figure III-7.

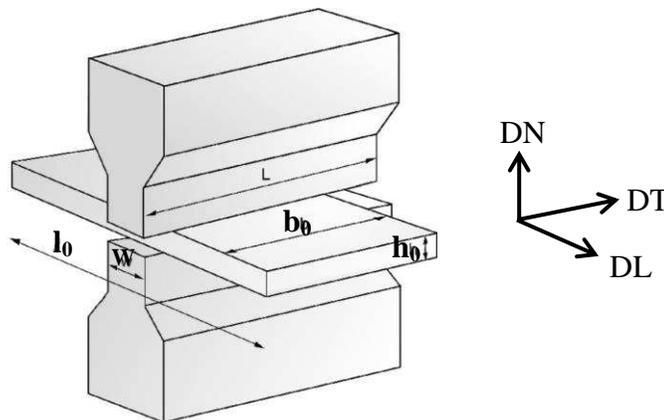


Figure III-7: Orientation des échantillons dans le repère de la tôle.

Les éprouvettes utilisées au cours de l'essai de bipoinçonnement présentent les dimensions initiales suivantes :  $h_0 = 3\text{mm}$  ;  $b_0 = 20\text{mm}$  et  $l_0 = 15\text{mm}$  (bien que la largeur soit

plus grande que la longueur, on utilise le mot longueur à la dimension associée à la direction de laminage). Elles sont déformées sur une surface de longueur

$w = 5\text{mm}$  et de largeur  $b_0 = 20\text{mm}$ . On respecte bien les préconisations de Loveday et al car :

$$\frac{b_0}{w} = 4 \quad \frac{h_0}{w} = 0,6 \quad \frac{l_0}{w} = 3 \quad \text{III-10}$$

### III.3.3. Déroulement d'un essai de bipoinçonnement

Les essais de bipoinçonnement ont été effectués à l'aide d'une machine Gleeble 3500 (Figure III-8). Celle-ci est conçue par Dynamic Systems Incorporated. Cet outil est un simulateur thermomécanique permettant de réaliser des essais dynamiques reproduisant les conditions opératoires de différents procédés utilisés en métallurgie. Typiquement, un échantillon est chauffé par effet Joule et subit une sollicitation mécanique. La vitesse de chauffage, dépendant de la puissance électrique fournie, peut varier de quelques degrés par minute à 10000 degrés par seconde pendant un temps très court afin de reproduire les conditions de soudage. La mise en mouvement des poinçons est hydraulique et permet d'atteindre de grandes vitesses de déplacement, jusqu'à  $2\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ . Les données utiles à l'étude sont enregistrées puis traitées avec le logiciel Origin.

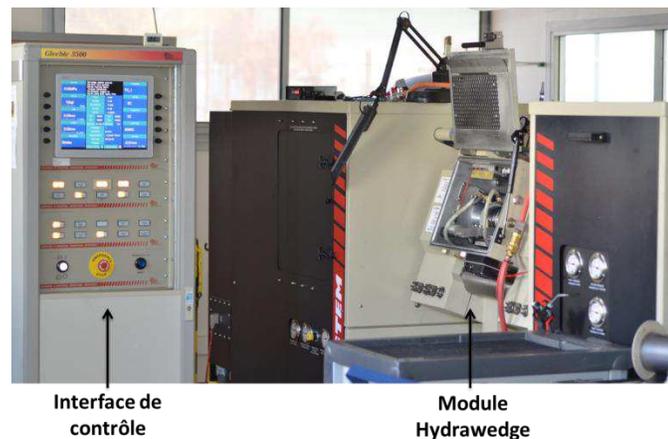


Figure III-8 : vue d'ensemble de la machine Gleeble 3500.

Pour reproduire une passe de laminage à chaud et donc de la compression plane, le module Hydrawedge est utilisé (Figure III-9). L'échantillon est placé entre 2 poinçons en tungstène, chauffé jusqu'à la température souhaitée à une vitesse de  $5^\circ\text{C}/\text{s}$ , maintenu 10s à cette température puis déformé. Un thermocouple de type K soudé en surface permet de contrôler la température. Un marteau (stroke) frappe un des deux poinçons, engendrant la déformation. Le

déplacement, et donc la déformation, est suivi par un extensomètre. L'arrêt de la déformation est assuré par une butée mécanique, ce qui permet d'éviter toute phase de décélération. La contrainte appliquée est ensuite relâchée au minimum afin d'assurer uniquement le contact électrique. Puis l'éprouvette est maintenue à température pendant un temps prédéfini avant de subir une trempe à l'hélium sous pression (environ 7 bars) permettant d'obtenir une vitesse de refroidissement supérieure à  $200^{\circ}\text{C/s}$  pour les premières secondes. Le cycle de chauffage et de déformation se déroule sous vide primaire. Au cours d'un essai multipasse, le marteau recule pendant l'interpasse afin de pouvoir assurer la déformation suivante. Le cycle thermique d'un essai monopasse de bipoinçonnement est visible sur la Figure III-10.

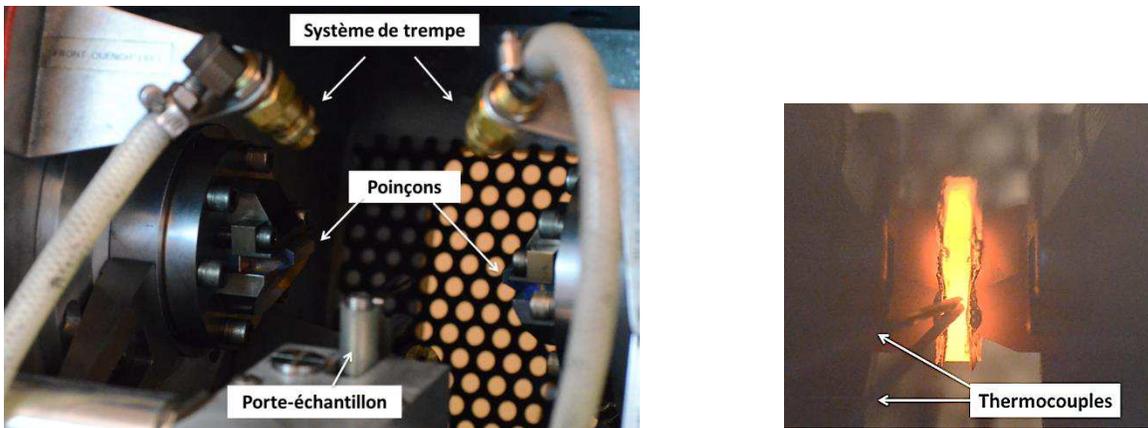


Figure III-9: Dispositif expérimental pour un essai de bipoinçonnement sur Gleeble 3500.

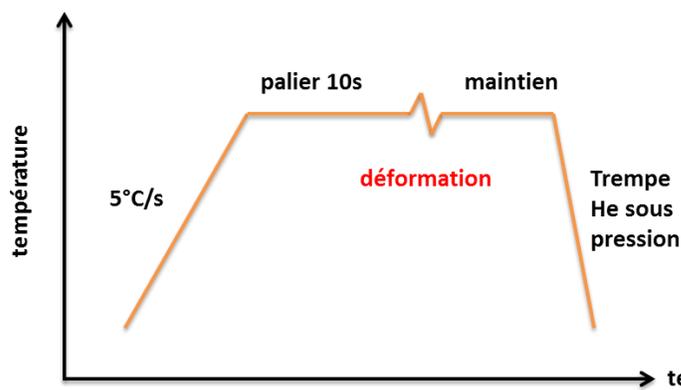


Figure III-10 : cycle thermique d'un essai de bipoinçonnement monopasse.

➤ Lubrification

Comme le montre la Figure III-11, on place une couche de graphite et une couche de tantale d'épaisseurs respectives 127 $\mu\text{m}$  et 30 $\mu\text{m}$  entre les poinçons et l'échantillon. Une pâte de nickel assure à la fois la lubrification et la cohésion des différents éléments. Le graphite a un rôle de lubrifiant, il augmente aussi la résistivité électrique de contact et facilite ainsi l'homogénéisation de la température. La couche de tantale évite la diffusion du graphite dans l'acier.

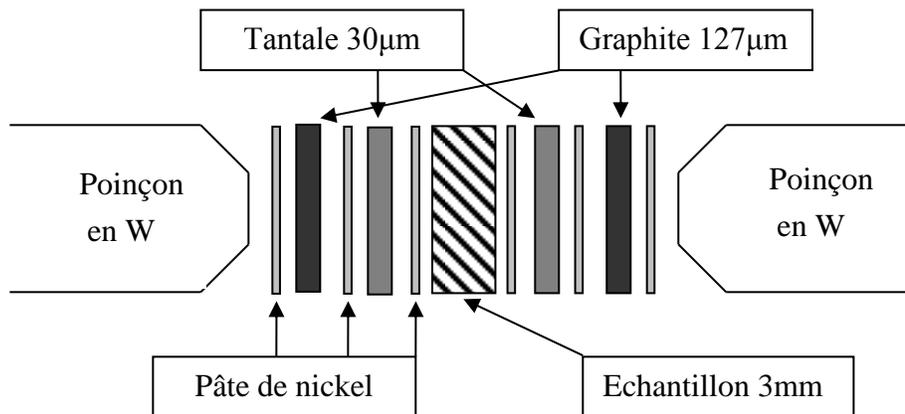


Figure III-11: vue éclatée des différentes couches nécessaires au déroulement d'un essai de bipoinçonnement.

### III.3.4. Analyse mécanique

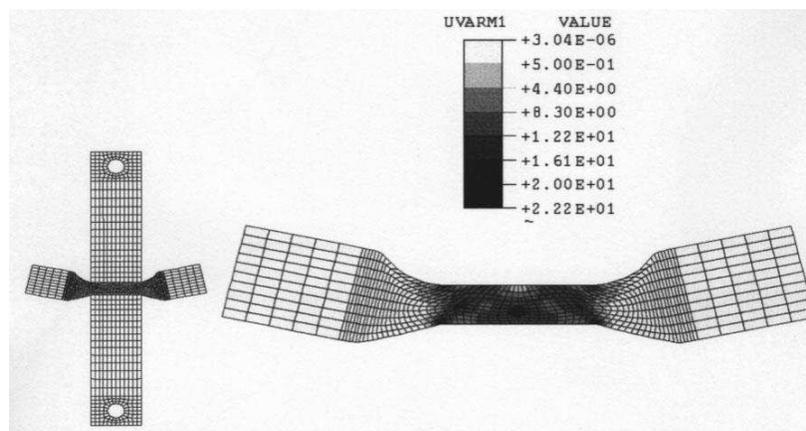
Evans et Scharning [EVA 04], Loveday et al [LOV 06] ont listé et proposé des termes correctifs permettant de compenser les erreurs de mesures dues à la dilatation thermique, aux frottements, aux défauts de surface des échantillons et outils, à la calibration machine, à la mise en place des échantillons, etc. En ce qui concerne les études réalisées au cours de cette thèse, aucune correction n'a été apportée concernant les valeurs expérimentales obtenues en termes de contraintes et l'hypothèse simplificatrice d'une déformation plane idéale, c'est-à-dire en négligeant l'élargissement de l'échantillon, est utilisée pour exprimer facilement la déformation équivalente  $\varepsilon$  à partir de l'épaisseur de l'échantillon:

$$\varepsilon = \frac{2}{\sqrt{3}} \ln \left( \frac{h_0}{h} \right) \quad \text{III-11}$$

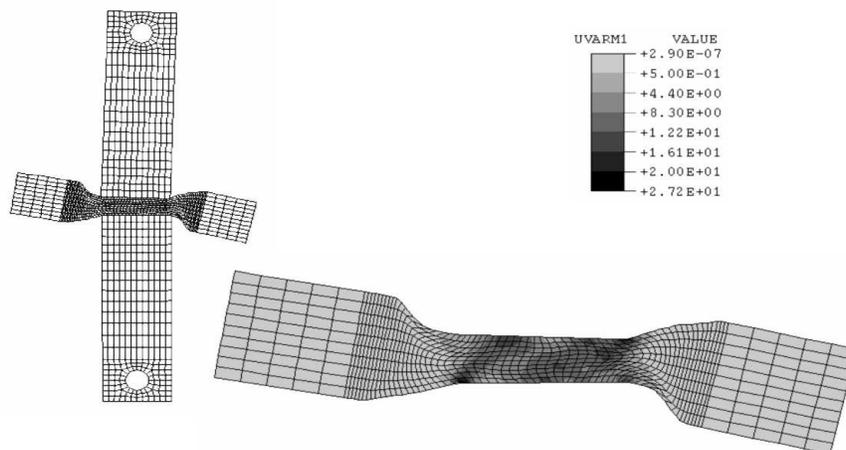
Même si les termes correctifs cités précédemment n'ont pas été quantifiés, la géométrie de l'échantillon nécessitait d'être contrôlée pour s'assurer de l'homogénéité de la déformation au sein du matériau. En effet, parfois les éprouvettes présentaient des formes en U ou en Z,

traduisant des conditions de frottement différentes de part et d'autre de l'échantillon ou bien un mauvais alignement des poinçons. Les champs de vitesse de déformation ont été simulés par éléments finis pour le cas d'un acier inoxydable de type 316 [LOV 06] pour diverses configurations initiales défectueuses et les résultats obtenus après une déformation de 1 sont visibles sur les

Figure III-12, Figure III-13, Figure III-14. On note ainsi des gradients conséquents au sein de l'échantillon en cas de défauts de lubrification ou d'alignement et c'est pourquoi les échantillons présentant des géométries finales défectueuses furent écartés car jugés non conformes.



**Figure III-12:** Conditions : déformation de 1 à  $10s^{-1}$ . Epruvette en forme de U, causé par un coefficient de frottement de 0,15 pour l'interface supérieure et 0,05 pour l'inférieure. Champs de vitesse de déformation associé [LOV 06].



**Figure III-13 :** Conditions : déformation de 1 à  $10s^{-1}$ . Epruvette en forme de Z, causé par un mauvais alignement des poinçons. Champs de vitesse de déformation associé [LOV 06].

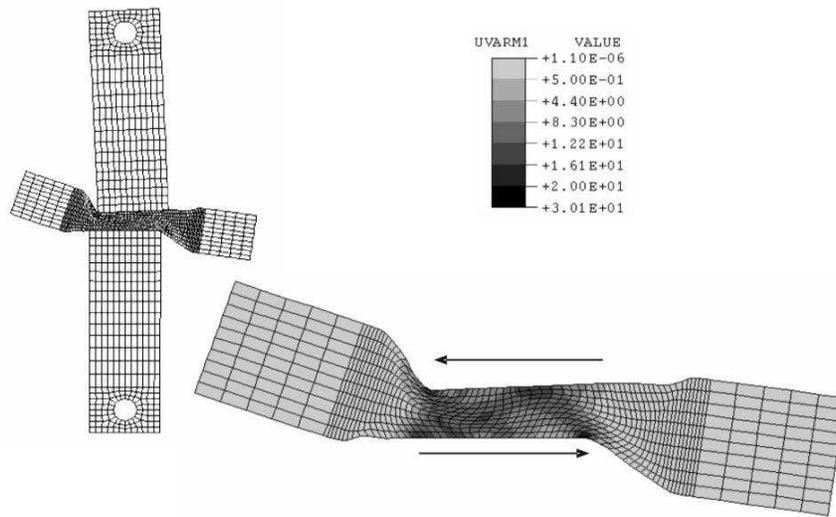


Figure III-14 : Conditions : déformation de  $1 \text{ à } 10\text{s}^{-1}$ . Eprouvette en forme de Z, causé par un coefficient de frottement variant de 0,05 à 0,15 dans la direction de la flèche. Champs de vitesse de déformation associé [LOV 06].

## III.4. Caractérisation des microstructures

### III.4.1. Préparation métallographique

#### III.4.1.1. *Eprouvettes de bipoinçonnement*

Chaque échantillon ayant subi un essai de bipoinçonnement a été découpé à la micro-tronçonneuse dans le plan direction de laminage-direction normale (DL-DN) (Figure III-15), au milieu de l'éprouvette de largeur 20mm dans la direction transverse.

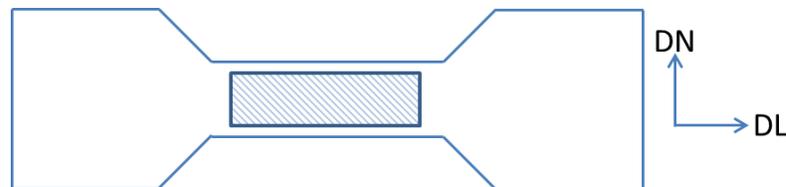


Figure III-15 : Coupe d'un échantillon dans le plan (DL,DN).La zone hachurée correspond à la surface observée.

Les échantillons ont ensuite été polis mécaniquement à l'aide d'une polisseuse Mécapol P320. Des papiers abrasifs composés de grains de plus en plus fins ont été utilisés, suivis de suspensions diamantées de  $6\mu\text{m}$ ,  $3\mu\text{m}$  et  $1\mu\text{m}$ . Enfin, la surface a été polie avec de la silice colloïdale OP-S de taille de particules  $0,04\mu\text{m}$  pendant une dizaine de minutes. Dans une très

large majorité, les échantillons ont ensuite été caractérisés par la microscopie électronique à balayage et notamment par la technique EBSD. La microscopie optique a été utilisée comme une méthode d'analyse d'appoint, puisqu' elle ne fournit aucune information concernant la désorientation des parois ou bien encore la texture cristallographique.

#### *III.4.1.2. Morceaux d'ébauches recuits*

Afin de contrôler la taille de grains et la fraction recristallisée, mais aussi l'homogénéité de la microstructure à l'issue d'un traitement thermique, des surfaces plus grandes doivent être contrôlées. Dans le plan (DL-DN), des surfaces de 30mm x 30mm ont été polies manuellement avant de subir une attaque électrochimique à l'acide nitrique dilué à 50% afin de révéler les joints de grains. Les microstructures ont ensuite été observées en microscopie optique, afin de valider ou non le choix du traitement thermique.

### **III.4.2. Microscopie électronique à balayage (MEB) et EBSD**

#### *III.4.2.1. Principe de fonctionnement*

La technique de diffraction d'électrons rétrodiffusés peut être mise en œuvre en équipant un microscope électronique à balayage d'un détecteur spécifique EBSD (Electron Back Scattered Diffraction). Cette méthode permet de déterminer les orientations cristallographiques sur des matériaux mono ou polycristallins et donc de coupler des informations microstructurales et cristallographiques [POU 04].

Lorsque le faisceau d'électrons balaye la surface de l'échantillon, une partie des électrons incidents sont rétrodiffusés, cette fraction étant d'autant plus importante que le numéro atomique de l'élément est élevé et que l'angle d'inclinaison est grand. La diffraction de Bragg d'une partie des électrons rétrodiffusés par certaines familles de plan cristallins permet d'obtenir sur un écran de phosphore un diagramme de diffraction. Comme chaque plan atomique produit un cône de diffraction très aplati, leur intersection avec l'écran peut être assimilée à des droites, appelées bandes de Kikuchi et caractéristiques de l'orientation du grain analysé. Une cartographie d'orientation des grains peut être obtenue en balayant avec le faisceau d'électrons la surface de l'échantillon. Par rapport à la diffraction des rayons X, la méthode EBSD propose une analyse beaucoup plus locale mais a aussi l'intérêt de pouvoir fournir à l'aide de ces nombreuses informations locales, une information globale et statistique sur des surfaces pouvant aisément atteindre plusieurs millimètres carrés. Afin d'obtenir une résolution optimale, l'échantillon est

incliné de 70°, ce qui correspond à un bon compromis entre l'obtention d'une émission maximale d'électrons rétrodiffusés et la nécessité de limiter les effets néfastes de la rugosité résiduelle de l'échantillon.

#### *III.4.2.2. Matériel et paramètres utilisés*

L'appareillage est constitué d'un MEB-FEG 6500F couplé à un détecteur EBSD de marque HKL Technology. La résolution spatiale est de 50nm et la précision angulaire est inférieure à 1°. La tension usuelle d'utilisation est de 20kV, la distance de travail est de 18,1mm et le grandissement le plus couramment utilisé est de 300. L'indexation et le contrôle de la platine motorisée sont pilotés avec le logiciel Flamenco. La surface analysée varie en fonction du taux de déformation de l'éprouvette. Les dimensions sont de l'ordre de 4mm suivant la DL et de 0,5mm à 2mm suivant la DN. Chaque cartographie EBSD est donc composée de quelques dizaines de sous-cartes assemblées à l'aide du logiciel Map Stitcher. La très grande majorité des cartographies réalisées l'ont été avec un pas d'acquisition de 1 à 3µm, permettant un compromis acceptable entre la précision de l'analyse et le temps disponible pour l'acquisition.

Le taux d'indexation des surfaces analysées est très satisfaisant, toujours supérieur à 95% et très souvent proche de 99%. Les cartes obtenues sont exploitées à l'aide du logiciel Channel 5. La première étape systématique est le nettoyage de ces cartes à l'aide du module *noise reduction* en autorisant l'extrapolation de l'orientation d'un pixel non indexé à partir de l'orientation connue et identique de 5 (sur les 8) pixels voisins, permettant ainsi d'améliorer encore le taux d'indexation.

### **III.4.3. Quantification des résultats obtenus par EBSD**

De nombreuses informations sont accessibles à partir des acquisitions effectuées par EBSD, permettant de caractériser la microstructure et la texture du matériau. Ce paragraphe a pour but de présenter la façon dont ont été caractérisées la taille des cristallites, des grains recristallisés, la fraction recristallisée, la texture, etc.

#### *III.4.3.1. Méthode des intercepts moyens*

Les intercepts moyens permettent de connaître la distance moyenne entre deux parois de désorientation minimale prédéfinie par l'utilisateur. Dans la pratique, 50 lignes dans le sens horizontal (parallèle à DL) puis 50 lignes dans le sens vertical (parallèle à DN) permettent d'obtenir diverses listes d'intercepts caractérisant la microstructure. Au cours de ces travaux,

nous nous sommes intéressés aux intercepts entre parois de désorientation supérieure à  $2^\circ$ , angle qui correspond au minimum de détection choisi, et entre parois de désorientation supérieure à  $15^\circ$ , qui est la valeur classiquement utilisée pour la définition de la désorientation minimale d'un joint de grain. La méthode des intercepts moyens est en particulier très utile pour la caractérisation de matériaux déformés et peu recristallisés, où la notion de cristallite est pertinente. A travers la méthode des intercepts, on peut ainsi définir la distance moyenne entre deux anciens joints de grains ou bien encore la taille moyenne de la sous-structure.

#### *III.4.3.2. Diamètre de cercle équivalent*

La notion de diamètre de cercle équivalent (DCE) a été utilisée pour définir la taille des grains recristallisés. Un grain est entièrement délimité par des joints de grains de désorientation supérieure à une désorientation critique  $\theta_c$ . Pour un grain recristallisé de surface  $S$ , le diamètre de cercle équivalent  $D$ , calculé par Channel 5, est défini comme le diamètre du cercle ayant pour surface  $S$ . Afin de ne pas inclure d'artefact de mesure, les grains ayant un diamètre inférieur à trois fois le pas d'acquisition n'ont pas été pris en compte.

#### *III.4.3.3. Distribution des angles de désorientation*

Puisque la technique EBSD permet de connaître l'orientation cristallographique en tout point de la cartographie, une des données qui en découle est l'histogramme de la distribution des angles de désorientation. Dans la pratique, l'angle de désorientation minimal détecté est fixé à  $2^\circ$ . On peut alors connaître la proportion de joints et de sous-joints au sein du matériau. Un matériau écroui contiendra une proportion importante de parois de faible désorientation, une microstructure recristallisée verra sa distribution se rapprocher de la distribution idéale de Mackenzie pour les polycristaux aléatoirement texturés [MAC58]. Les caractéristiques de cette dernière, dues à la symétrie cubique de l'échantillon, sont une désorientation maximale de  $62,8^\circ$  et un pic de fréquence à  $45^\circ$ .

#### *III.4.3.4. Fraction recristallisée*

La fraction recristallisée est définie comme la fraction surfacique de grains identifiés comme recristallisés. Cette fraction est basée sur deux critères. Il faut tout d'abord définir l'angle critique  $\theta_c$  minimal délimitant un grain. Ensuite parmi tous ces grains, ceux considérés comme recristallisés possèdent une désorientation interne moyenne inférieure à une valeur maximale  $\theta_{max}$ . La désorientation interne moyenne est calculée comme suit : Channel 5 évalue la

désorientation de chaque pixel avec tous les autres pixels composant le grain, la moyenne fournissant la désorientation interne moyenne du grain. Après avoir testé plusieurs valeurs de  $\theta_c$  et de  $\theta_{\max}$ , les valeurs permettant d'être le plus en accord avec la perception visuelle des zones recristallisées fournies par les microstructures observées en Band Contrast sont les suivantes :

- $\theta_c = 5^\circ$
- $\theta_{\max} = 2^\circ$

Le choix relativement faible de  $5^\circ$  pour  $\theta_c$  s'explique principalement par deux facteurs. Premièrement, le type de recristallisation mis en jeu (CDRX) peut générer des grains recristallisés bien distincts et cependant d'orientation cristalline proche les uns des autres, en particulier lorsque les germes sont issus du même grain déformé. La seconde raison est qu'un grain est parfois délimité dans une très large majorité par des parois de désorientations supérieures à  $15^\circ$  mais aussi par un faible pourcentage de parois avec une désorientation inférieure à la valeur classique de  $15^\circ$ . Prendre  $\theta_c = 5^\circ$  permet de bien définir un contour fermé dans ces cas-là.

La valeur  $\theta_{\max} = 2^\circ$  est celle qui permettait de définir au mieux une valeur frontière entre un grain écroui et un grain recristallisé. Elle est également cohérente avec le choix de la désorientation minimale des sous-joints à  $2^\circ$ .

#### III.4.3.5. Texture

Comme mentionné dans la partie II.2.6, les principales composantes de textures obtenues au cours du LAC sont visibles sur la coupe de l'espace d'Euler à  $\phi_2=45^\circ$ . Néanmoins, il peut être intéressant de pouvoir visualiser sur une microstructure les différentes composantes principales afin d'essayer par exemple de corrélérer fragmentation et texture ou bien d'identifier des sites préférentiels de germination. Une cartographie « texture » a donc été créée, permettant de visualiser les joints et sous-joints ainsi que les orientations principales. Les déviations maximales par rapport aux orientations idéales sont de  $20^\circ$ . Les orientations représentées sont les suivantes :

- L'orientation cube  $\{001\}\langle 0\bar{1}0 \rangle$  avec la couleur verte,
- L'orientation cube tourné (CT), qui fait partie de la fibre  $\alpha$  et est définie par  $\{001\}\langle 1\bar{1}0 \rangle$  avec la couleur grise,
- Les orientations symétriques  $\{111\}\langle 1\bar{1}0 \rangle$  et  $\{111\}\langle 0\bar{1}1 \rangle$ , composantes des fibres  $\alpha$  et  $\gamma$  et de couleur violette,

- Le reste de la fibre  $\alpha$  centré sur  $\{113\}\langle 1\bar{1}0 \rangle$ . Cela correspond à l'ensemble des composantes de la fibre  $\alpha$ , exceptés CT et  $\{111\}\langle 1\bar{1}0 \rangle$  avec la couleur rouge,
- Le reste de la fibre  $\gamma$ , principalement composé des orientations symétriques  $\{111\}\langle 1\bar{2}1 \rangle$  et  $\{111\}\langle \bar{1}\bar{1}2 \rangle$  avec la couleur bleu.

L'ensemble est synthétisé dans le Tableau III-3 et la localisation des différentes orientations et leur couleur associée est visible sur l'ODF à  $\varphi_2=45^\circ$  de la Figure III-16. Une chose importante à noter est le choix arbitraire qui a été fait sur les deux domaines communs aux couleurs rouge et bleue, notés a et b, qui apparaissent en rouge sur les cartographies. Ils contribuent cependant deux fois dans les pourcentages, à la fois dans  $\{113\}\langle 1\bar{1}0 \rangle$  et dans  $\{111\}\langle 1\bar{2}1 \rangle$ . Les joints de grains sont en traits forts noirs, les sous-joints de grains sont en traits fins gris.

Notation	Composantes principales visibles	Couleur en fonction de la déviation ( $^\circ$ ) autour de l'orientation idéale
Cube	$\{001\}\langle 0\bar{1}0 \rangle$	
CT	$\{001\}\langle 1\bar{1}0 \rangle$	
$\{113\}\langle 1\bar{1}0 \rangle$	Comprises entre $\{114\}\langle 1\bar{1}0 \rangle$ et $\{112\}\langle 1\bar{1}0 \rangle$	
$\{111\}\langle 1-10 \rangle$	$\{111\}\langle 1\bar{1}0 \rangle$ et $\{111\}\langle 0\bar{1}1 \rangle$	
$\{111\}\langle 1-21 \rangle$	$\{111\}\langle 1\bar{2}1 \rangle$ et $\{111\}\langle \bar{1}\bar{1}2 \rangle$	

Tableau III-3 : Principales composantes de texture et leur couleur associée

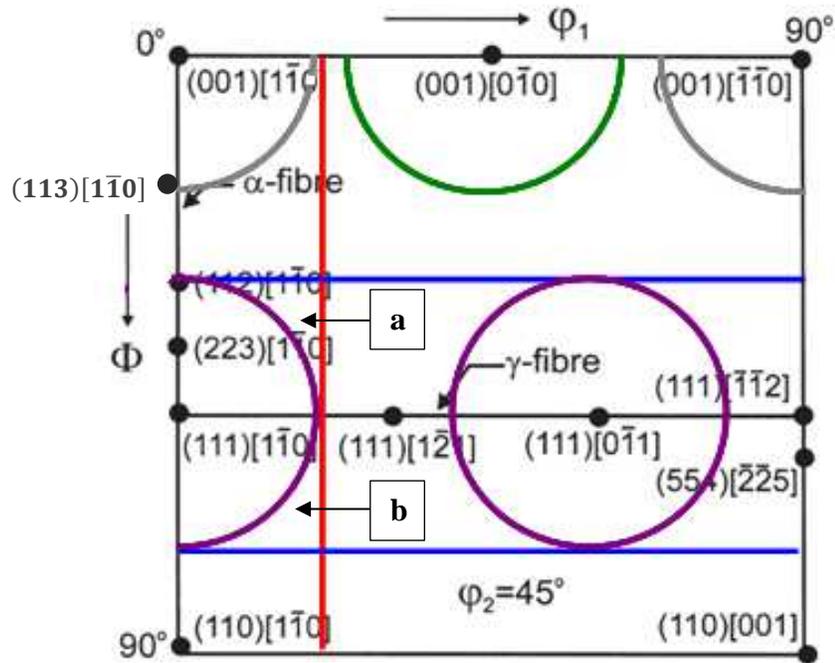


Figure III-16 : Principales composantes de texture et leur couleur associée sur une coupe ODF à  $\varphi_2=45^\circ$ .

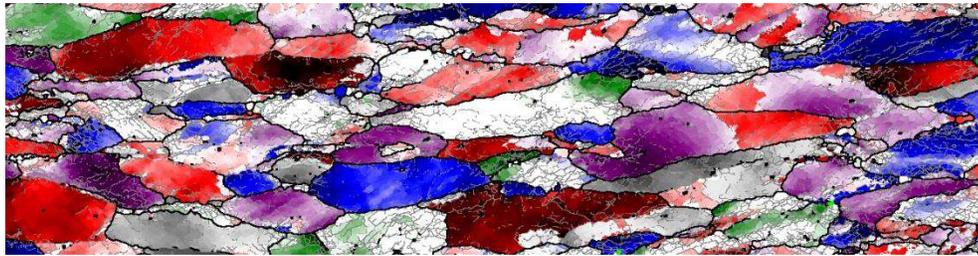


Figure III-17 : Exemple de la cartographie "texture" utilisé au cours de ces travaux.



## IV. Rhéologie

### IV.1. Essais de compression uniaxiale effectués

Les essais effectués pour la détermination des paramètres rhéologiques ont été menés jusqu'à une déformation  $\varepsilon=0,6$ . Celle-ci est suffisante pour atteindre le palier de contrainte maximale propre aux matériaux de forte EDE et donc aux aciers inoxydables ferritiques en particulier. La liste des essais, identiques pour les deux nuances, est présentée dans le

Tableau IV-1. Les échantillons ont été prélevés au cœur des ébauches brutes de réception. Cette campagne d'essais a permis la détermination des paramètres rhéologiques présentés dans la partie II-3.

$\dot{\varepsilon}$ (s <sup>-1</sup> )	0,2	0,2	0,2	1	1	1	5	5	5
T (°C)	900	1000	1100	900	1000	1100	900	1000	1100

**Tableau IV-1 : Essais de compression uniaxiale effectués pour la détermination des paramètres rhéologiques**

### IV.2. Courbes contrainte-déformation

Les courbes contrainte-déformation avec correction des effets de frottement sont présentées sur la Figure IV-1. Dans cette partie, nous présenterons les constatations immédiates que l'on peut tirer de l'observation de ces courbes, à savoir l'existence d'un « pseudo-palier » et un niveau de contrainte différent entre les deux nuances.

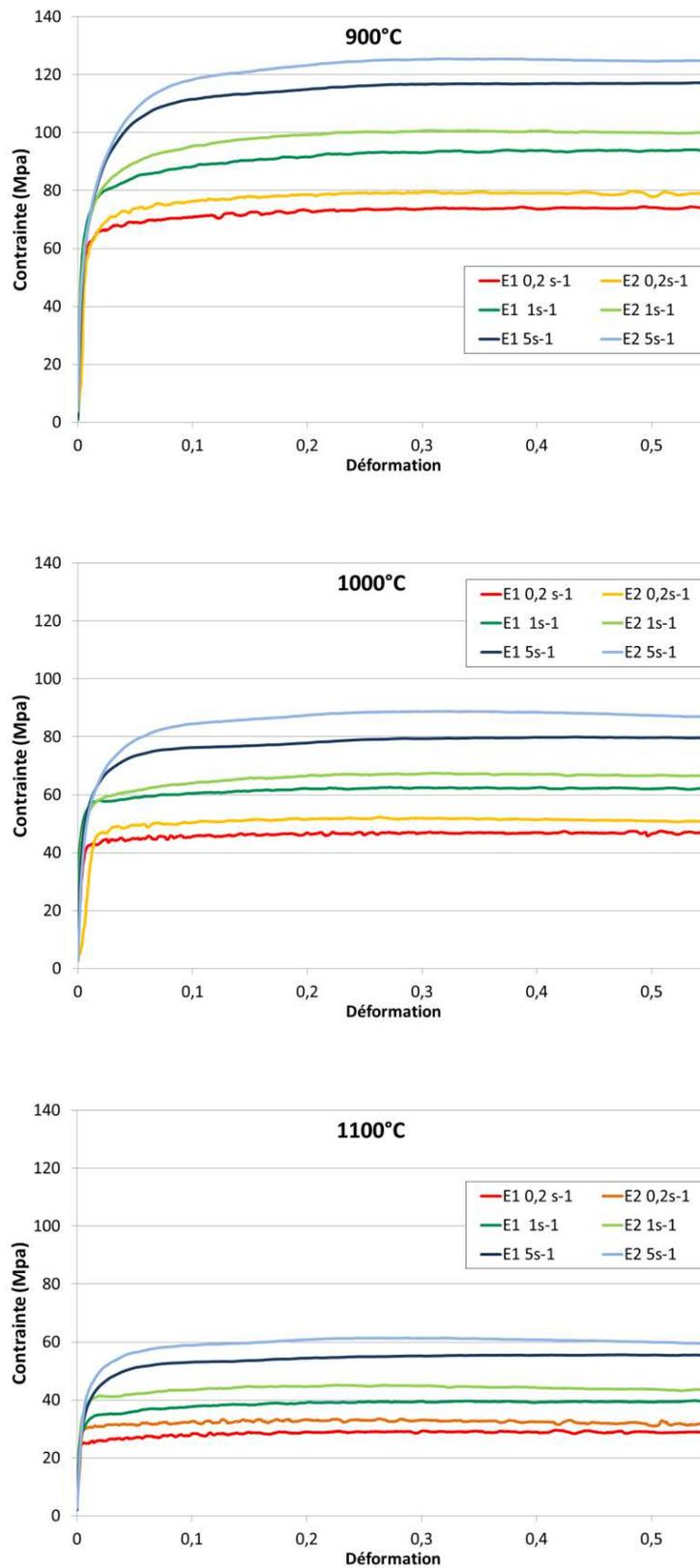


Figure IV-1: Courbes contrainte-déformation corrigées pour diverses conditions de déformation.

### IV.2.1. Existence d'un pseudo-palier

Dans la majorité des cas, les courbes d'érouissage montrent l'apparition d'un « pseudo-palier » précédant une reprise d'érouissage jusqu'à atteindre la contrainte maximale. Celui-ci, bien visible sur la Figure IV-2, est associé à des déformations inférieures à  $\varepsilon=0,15$ . Ce pseudo-palier est d'autant plus marqué que le paramètre de Zener-Hollomon est faible. Il est en particulier très peu visible sur les courbes associées à une vitesse de  $5s^{-1}$ .

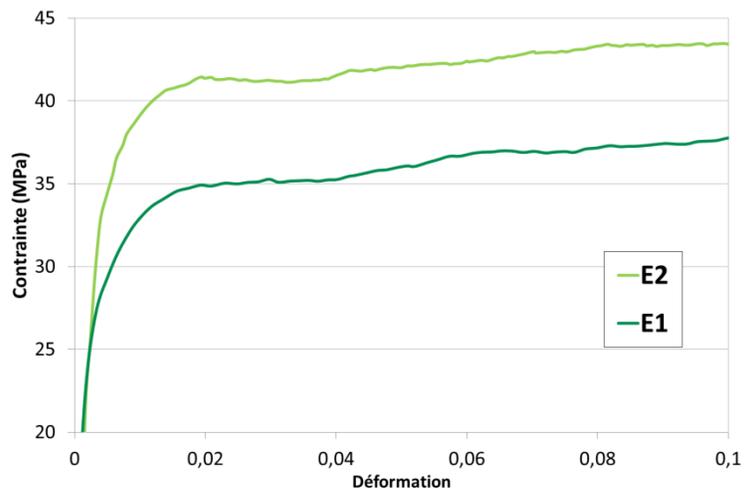


Figure IV-2 : Mise en évidence des pseudo-paliers apparaissant aux faibles déformations lors d'essais de compression uniaxiale à chaud. Essais effectués à  $1100^{\circ}C$  et  $1s^{-1}$ .

Les mêmes observations ont été faites à propos de ces pseudo-paliers par Mehtonen et al [MEH 13] sur des essais de compression uniaxiale à chaud sur une nuance très proche puisqu'il s'agit d'un acier inoxydable ferritique à 21% de Cr et bi-stabilisé Ti+Nb. Par ailleurs, ce type de courbe n'est pas observé sur les diverses campagnes d'essais réalisées sur d'autres alliages et avec la même machine que celle qui a été utilisée ici. L'origine de ce phénomène reste inconnue et les causes ne seront pas recherchées durant cette étude.

### IV.2.2. Contrainte d'écoulement

La nuance E2 a une contrainte maximale supérieure à E1 quelles que soient les conditions thermomécaniques. L'écart est compris entre 4 et 10 MPa pour des contraintes variant entre 30 et 125 MPa. Cet écart de contrainte peut s'expliquer par une concentration de Nb en solution solide différente entre ces deux aciers. Fujita [FUJ 96], pour un acier ferritique à 19% de Cr et  $(C+N) = 0,02\%$ , a montré que l'augmentation de la limite d'élasticité était principalement causée par le Nb en solution solide, plutôt que par la formation de carbures et de nitrures. En effet, d'après la

Figure IV-3, pour le matériau recuit à 1250°C, et donc sans précipités, le niveau de contrainte est plus élevé qu'à 1000°C où une partie du Nb précipite avec C et N.

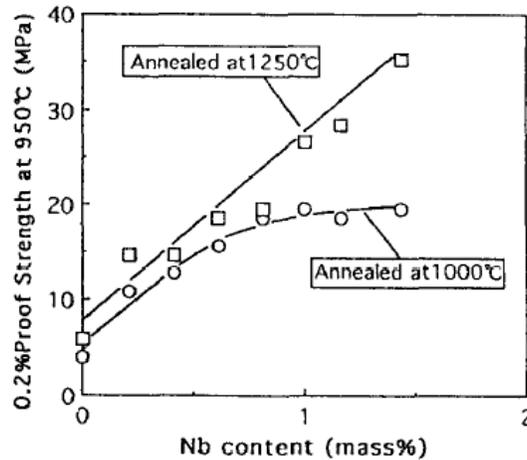


Figure IV-3 : Variation de la limite d'élasticité à 950°C pour un acier ferritique à 19%Cr et (C+N) = 0,02%.

Au cours des essais de compression uniaxiale, un temps de maintien de 10min était imposé avant déformation. En faisant l'hypothèse que l'équilibre thermodynamique soit atteint, des simulations Thermo-calc (base de données TCFE 5) ont été réalisées afin d'estimer l'évolution de la quantité de précipités remis en solution en fonction de la température. Les résultats de ces simulations sont visibles sur la Figure IV-4. La nuance E1 contient 2 types de carbonitrides de niobium dont la composition évolue légèrement avec la température. Le premier, noté  $\alpha$ , est plus riche en azote qu'en carbone. Celui-ci est plus stable que le carbonitride  $\beta$ , plus riche en carbone qu'en azote. E2 possède un composé complexe (Nb,Ti)(C,N) riche en Nb et C et des précipités composés quasiment de Ti et de N, notés TiN qui se forment en phase liquide.

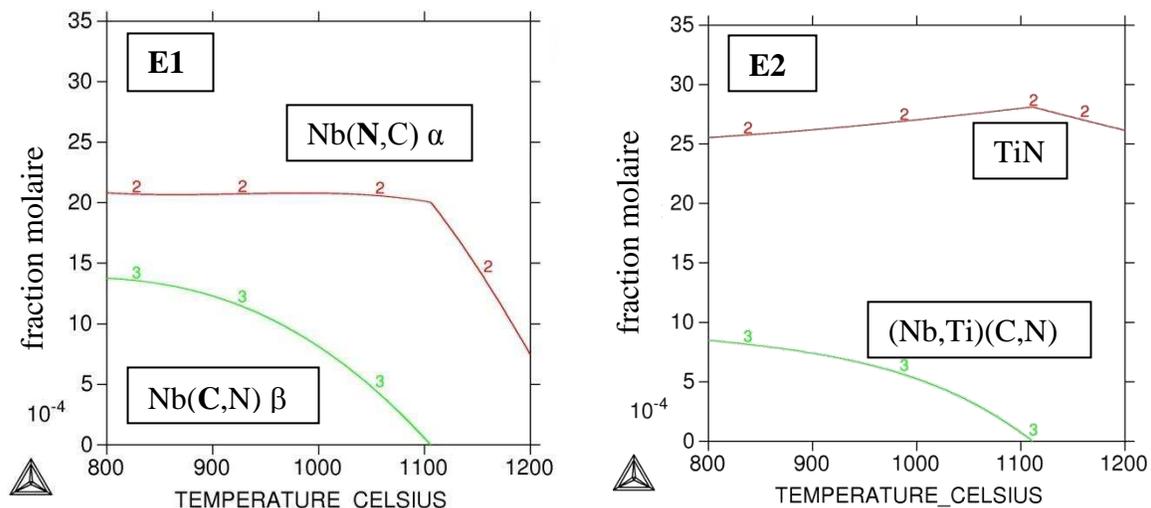


Figure IV-4 : Evolution de l'état de précipitation à l'équilibre thermodynamique en fonction de la température. Modélisation à partir du logiciel Thermo-Calc®.

Il est raisonnable de penser qu'à 900°C, la totalité de C+N est sous forme de précipités, et dans ce cas-là, la quantité de Nb en solution solide pour les deux nuances correspond au  $\Delta Nb$  calculé dans la partie III.1., soit respectivement 0,13% et 0,39% pour E1 et E2. Avec l'élévation de la température, une partie des précipités a pu être remise en solution, et même si la différence de niveau de Nb en solution solide diminue, celui-ci reste supérieur pour la nuance E2 et donc provoque un durcissement du matériau plus important.

Ainsi donc les ordres de grandeurs des variations de contraintes maximales observées couplés à des niveaux de Nb en solution solide différents semblent en accord avec les conclusions de Fujita.

### IV.3. Paramètres macroscopiques et loi pseudoplastique

Les déterminations des paramètres de sensibilité à la vitesse de déformation  $m$  et de sensibilité à la température sont effectuées à partir des valeurs expérimentales de la contrainte maximale  $\sigma_m$  et des relations II-11 et II-12.

#### IV.3.1. Sensibilité à la vitesse de déformation $m$

Le paramètre  $m$  a été déterminé pour chacune des trois températures de travail et pour les deux nuances, par l'intermédiaire des courbes de la Figure IV-5. Bien que cette sensibilité soit accentuée aux températures plus élevées, les valeurs obtenues présentant une dispersion suffisant faible dans la gamme étudiée, une sensibilité moyenne et donc indépendante de la température été identifiée. Il est intéressant de noter que ces deux nuances possèdent une sensibilité à la vitesse de déformation identique, à savoir  $m=0,17$ .

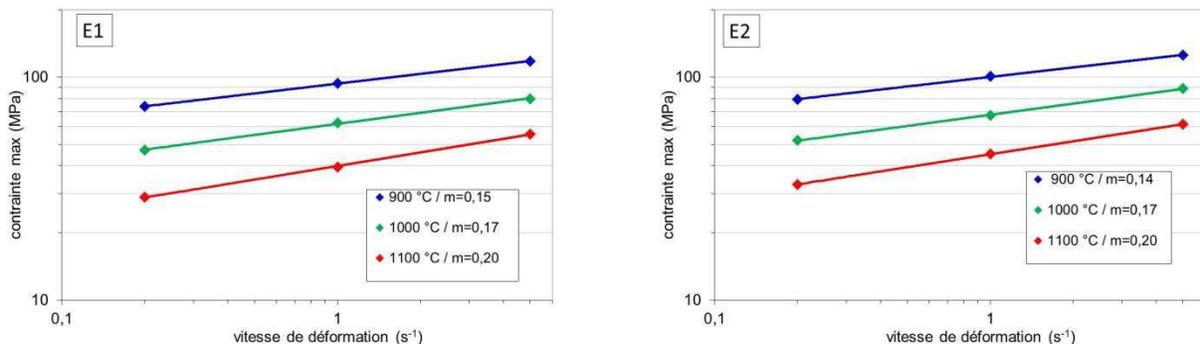


Figure IV-5 : Détermination de  $m$ . Evolution de la contrainte maximale en fonction de la vitesse de déformation pour E1 et E2. L'exposant  $m$  des courbes de tendance est reporté dans la légende.

Au regard d'autres études, cette valeur semble relativement faible. Oliveira [OLI 02] a déterminé des valeurs de  $m$  plus élevées à 1100°C pour des aciers inoxydables ferritiques à 11%Cr stabilisés par le Nb ( $m=0,23$ ) et Nb+Ti ( $m=0,24$ ). Belyakov et al [BEL95], à 1000°C, ont obtenu  $m=0,24$  pour un acier à 25% de chrome stabilisé au Ti. Castan [CAS 12], sur divers alliages Fe-Al a trouvé des valeurs supérieures à 0,2.

### IV.3.2. Sensibilité à la température Q

La Figure IV-6 représente les courbes utilisées pour la détermination de l'énergie d'activation apparente  $Q$  pour chacune des deux nuances. D'après la relation II-12, l'argument de l'exponentielle correspond au produit  $mQ/R$ . La valeur de  $m$  retenue est la valeur moyenne  $m=0,17$  déterminée précédemment. Il est important d'avoir en tête que le choix de  $m$  (qui dépend de la gamme de température choisie) influe donc directement sur la valeur de  $Q$ . De même que pour la détermination de  $m$ , on moyenne les trois valeurs obtenues afin d'avoir une énergie d'activation indépendante de la vitesse de déformation. Finalement, on obtient les valeurs suivantes :

- E1 :  $Q=330\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$
- E2 :  $Q=316\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$

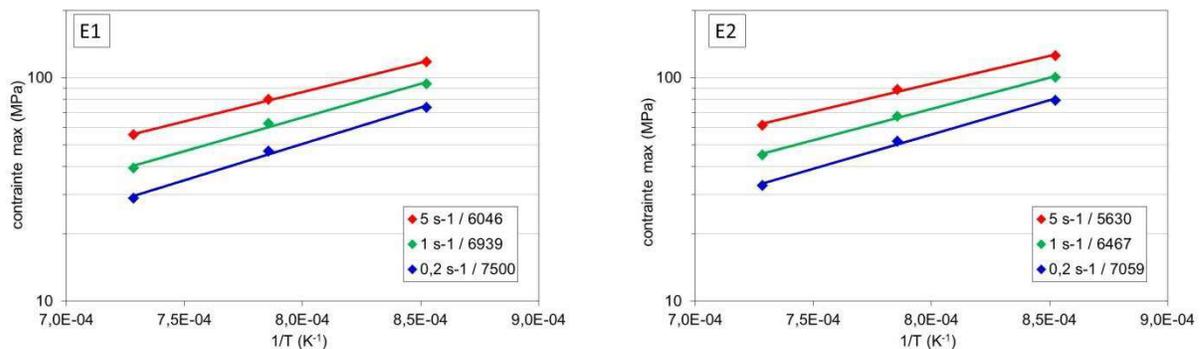


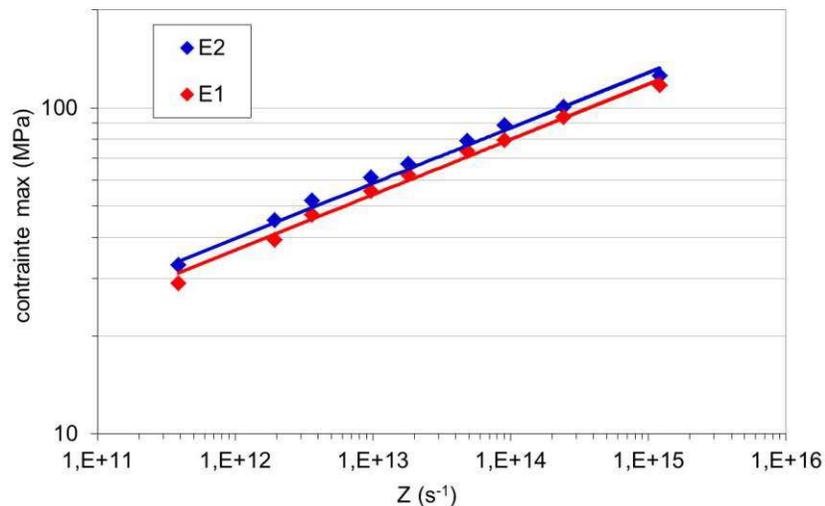
Figure IV-6 : Détermination de Q. Evolution de la contrainte maximale en fonction de 1/T pour E1 et E2. La pente  $mQ/R$  de la courbe de tendance (exponentielle) est reportée dans la légende.

Les valeurs de  $Q$  obtenues sont relativement similaires. Elles sont nettement plus élevées que celle fournie par Oliveira ( $Q=260\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ ) par exemple, mais celui-ci avait travaillé seulement à 1100°C pour l'identification de  $m$ . Dès lors, il est assez difficile de donner du sens séparément aux deux paramètres. Le plus important est d'être capable de construire une loi pseudoplastique, comme exposé dans le paragraphe suivant.

### IV.3.3. Loi pseudoplastique

Les paragraphes précédents ont montré que la sensibilité à la vitesse de déformation était identique pour les deux alliages et que l'écart entre les énergies d'activation respectives était faible. De plus, des approximations ont été faites, en considérant les moyennes des valeurs de  $m$  et de  $Q$  par exemple. Dans l'optique d'avoir une plus grande facilité de comparaison de valeurs des contraintes associées à diverses conditions expérimentales, le choix a été fait de fixer une valeur de  $Q$  commune aux deux nuances afin de disposer de valeur comparables. La moyenne a été retenue. La Figure IV-7, qui témoigne de la bonne corrélation entre les contraintes maximales expérimentales et les deux lois de comportement déterminées, montre que cette approximation est pertinente et justifiée. Ainsi, dans la loi  $\sigma_m = kZ^m$ , seule la constante  $k$  est différente. Les équations, avec  $Q = 323 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ , sont les suivantes ( $\sigma_m$  en MPa) :

- E1  $\sigma_m = 0,334Z^{0,17}$
- E2  $\sigma_m = 0,362Z^{0,17}$



**Figure IV-7 : Evolution des contraintes maximales expérimentales et issues des relations  $\sigma_m = kZ^m$  en fonction de  $Z$ .**

Le comportement à chaud de ces deux nuances est relativement proche, à tel point qu'il a été possible de construire une loi de comportement avec des paramètres de sensibilité à la température et à la vitesse de déformation identiques. L'écart de contrainte observé expérimentalement réside uniquement dans la valeur différente de la constante  $k$ . Néanmoins, les

paragraphes suivants montreront qu'en termes d'érouissage et de restauration dynamique, les deux alliages présentent des divergences.

#### IV.4. Paramètres d'érouissage et de restauration dynamique

Les paramètres d'érouissage ( $h$ ) et de restauration dynamique ( $r$ ) sont calculés suivant le modèle de Laasraoui et Jonas [LAA91] décrit plus en détail dans le § II-3-3.

$$\sigma = \left[ \sigma_m^2 - (\sigma_m^2 - \sigma_e^2) \exp(-r(\varepsilon - \varepsilon_e)) \right]^{1/2} \quad \text{IV-1}$$

$$\sigma_m = \alpha \mu b \sqrt{h/r} \quad \text{IV-2}$$

##### IV.4.1. Module de cisaillement élastique $\mu$

Dans l'expression de la contrainte maximale  $\sigma_m$  intervient le module de cisaillement élastique de l'alliage considéré. Il est difficile de décrire l'évolution d'une telle grandeur en fonction de la température puisque le module de cisaillement dépend bien sûr de la composition mais également de l'histoire thermomécanique. Frost et Ashby [FRO 82] ont proposé un modèle valable pour la ferrite pure. Les alliages étudiés contenant 20% de chrome, il semble intéressant de tenir compte de l'influence des éléments d'addition sur le module de cisaillement élastique. Ghosh et Olson [GHO 02] ont quantifié l'influence de ces éléments sur le fer alpha à travers divers alliages. Il a été montré que l'écart entre les valeurs expérimentales et théoriques était très faible pour des températures inférieures à 800K. Pour des températures supérieures, une plus grande dispersion des mesures est observée, pouvant être attribuée à des réactions de précipitation se produisant pendant la mesure de  $\mu$ . Ce dernier modèle sera néanmoins celui retenu. Pour des températures supérieures à  $T_c = 945K$ , l'expression de  $\mu$  est la suivante :

$$\mu = \left( 10,296 + \sum x_j \frac{d\mu}{dx_j} \right) \left[ 1 - 0,482 \frac{T}{T_c} \right] \cdot 10^{10} Pa \quad \text{IV-3}$$

Seul le chrome ayant une fraction massique significative (0,20), on ne prendra en compte que cet élément. Avec  $\frac{d\mu}{dx_{Cr}} = 3,41$  on obtient :

$$\mu = 10,98 \left( 1 - 5,1 \cdot 10^{-4} T \right) \cdot 10^{10} Pa \quad \text{IV-4}$$

#### IV.4.2. Courbes modélisées

Le couple déformation contrainte / déformation élastique est obtenu par lecture graphique. Après optimisation des paramètres  $r$  et  $\sigma_m$  par minimisation des résidus entre les courbes expérimentales et les courbes modélisées par les relations IV-1 et IV-2, la modélisation ne reproduisait correctement ni le début du domaine d'écouissage (pentes trop faibles), ni le régime stationnaire (contraintes stationnaires sous-estimées de quelques MPa) à cause de la présence des paliers intermédiaires, mentionnés précédemment. Les paramètres  $r$  et  $\sigma_m$  ont donc été ajustés à la main, en ne tenant pas compte des ruptures de pentes. La contrainte d'écoulement a été déterminée par lecture graphique.  $r$  a été ajusté afin de reproduire le début du domaine d'écouissage. Par ce biais, on note bien sûr une convergence trop rapide vers  $\sigma_m$  et un résidu plus élevé, mais du point de vue industriel, les déformations minimales pendant le LAC étant de l'ordre de 0,2, la description fidèle du comportement du matériau aux faibles déformations correspondant à ces pseudo-paliers n'est pas un enjeu prioritaire. Il est avant tout important de reproduire correctement le niveau de contrainte d'écoulement (proportionnel à  $h/r$ ), associé aux déformations imposées durant une passe de laminage. Des exemples de modélisation sont donnés sur la Figure IV-8.

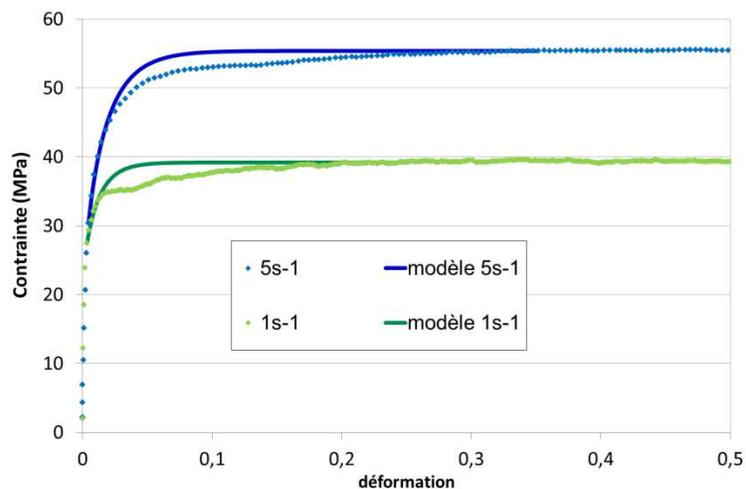


Figure IV-8 : Exemples de courbes contrainte-déformation expérimentales et modélisées. Nuance E1, déformé à 1100°C.

### IV.4.3. Dépendance en température et en vitesse de h et r

A chaque condition expérimentale testée et donc à chaque courbe contrainte-déformation est associé un couple de valeur de h et r. Des travaux antérieurs [CHO 00, GAV 01, OLI 03, CAS 12] ont montré que leur dépendance en vitesse de déformation et en température était de la forme :

$$h = h_0 \dot{\varepsilon}^{m_h} \exp\left(\frac{m_h Q_h}{RT}\right) \quad \text{IV-5}$$

$$r = r_0 \dot{\varepsilon}^{-r_h} \exp\left(\frac{-m_r Q_r}{RT}\right) \quad \text{IV-6}$$

Ces relations impliquent que la restauration dynamique est plus efficace aux températures élevées et aux vitesses de déformation faibles, tandis que le coefficient d'écroutissage diminue lorsque la température augmente et/ou que la vitesse diminue. Les paramètres  $m_h$ ,  $Q_h$ ,  $m_r$ ,  $Q_r$  indiquent la sensibilité à la vitesse de déformation et à la température des mécanismes d'écroutissage et de restauration dynamique pour les deux nuances étudiées. Ils ont été déterminés à partir des valeurs de h et de r issues des courbes expérimentales puis optimisés numériquement, en accordant une tolérance de 10% par rapport aux valeurs citées précédemment, afin de minimiser l'écart global entre les courbes contrainte-déformation expérimentale et théorique. Les lois d'évolution de h et de r modélisées sont représentées sur les Figure IV-9 et Figure IV-10 pour diverses conditions. Les divers paramètres sont regroupés dans le Tableau IV-2.

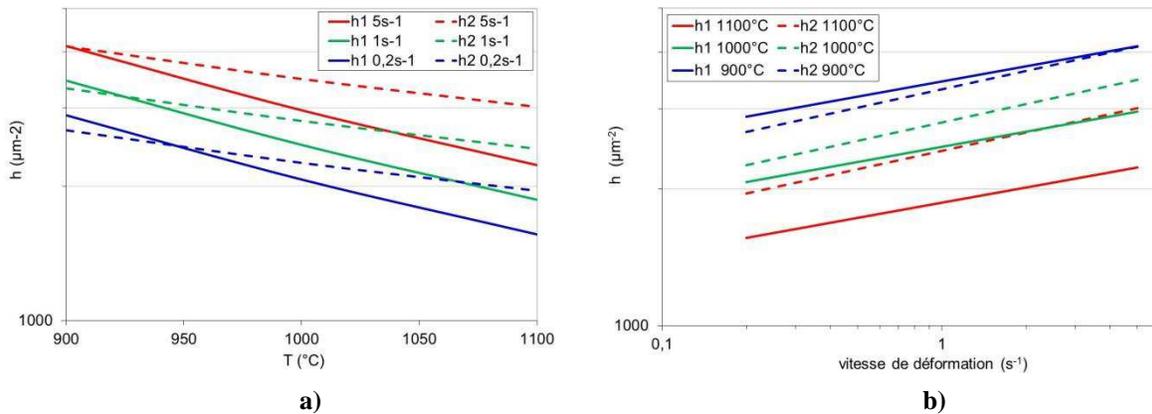


Figure IV-9 : Evolution du coefficient d'écroutissage h avec T (a) et  $\dot{\varepsilon}$  (b).

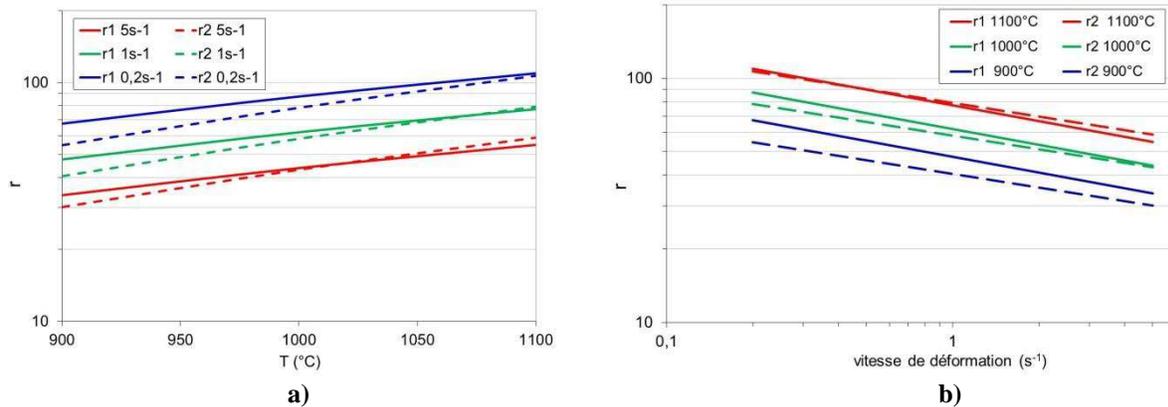


Figure IV-10 : Evolution du coefficient de restauration dynamique  $r$  avec  $T$  (a) et  $\dot{\epsilon}$  (b).

	$Q_h$ (kJ.mol <sup>-1</sup> )	$m_h$	$h_0$ ( $\mu\text{m}^{-2}$ )	$Q_r$ (kJ.mol <sup>-1</sup> )	$m_r$	$r_0$
E1	371	0,111	50,8	152	0,214	1334
E2	155	0,134	389	242	0,186	4016

Tableau IV-2 : coefficients relatifs aux lois d'évolution de  $h$  et de  $r$ .

Comme attendu, le coefficient  $h$  croît lorsque la vitesse de déformation augmente et/ou lorsque la température diminue. Sa sensibilité à la vitesse de déformation pour les deux nuances E1 et E2 est proche ( $m_{h1}=0,111$  et  $m_{h2}=0,134$ ). En revanche, la nuance E1 est bien plus sensible aux variations de température que la nuance E2, ce qui se traduit par un fort écart des valeurs  $Q_h$  ( $Q_{h1}=371\text{kJ/mol}$ ,  $Q_{h2}=155\text{kJ/mol}$ ). En termes de valeurs expérimentales, dans la gamme de vitesses et de température étudiées,  $h_1$  et  $h_2$  sont similaires à  $900^\circ\text{C}$  ( $4000 \mu\text{m}^{-2}$ ) mais  $h_2$  est environ 30% plus élevé à  $1100^\circ\text{C}$  ( $1650 \mu\text{m}^{-2}$  contre  $1350 \mu\text{m}^{-2}$ ).

Le coefficient  $r$  subit des variations inverses de celles de  $h$ , à savoir une croissance de  $r$  lorsque la vitesse de déformation diminue et/ou la température augmente. De même que pour  $h$ , la sensibilité à la vitesse de déformation est proche pour les 2 nuances ( $m_{r1}=0,214$  et  $m_{r2}=0,186$ ). La sensibilité de  $r$  à la température est plus grande pour la nuance E2, puisque  $Q_{r1}=152\text{kJ/mol}$ ,  $Q_{r2}=242\text{kJ/mol}$ . Pour ces 2 nuances, les valeurs de  $r$  sont proches et comprises entre 30 et 110, les valeurs de  $r_1$  étant comprises entre  $r_2$  et  $1,2r_2$ .

Dans les travaux de Thèse de Oliveira [OLI 03] (ou Chovet [CHO 00] pour un alliage aluminium), le sens de variation de  $h$  et de  $r$  est similaire aux résultats obtenus ci-dessus. Concernant les écarts de sensibilité de  $h$  et  $r$  vis-à-vis de la température pour ces deux nuances, il est probable que les phénomènes de précipitation et de remise en solution différents (Figure IV-4)

influent sur les variations de  $h$  et  $r$  avec la température. Cependant, les approximations engendrées par la présence de pseudo-palier et l'ignorance de l'état de précipitation exacte ne permettent pas de commenter plus en détails ces écarts.

## IV.5. Conclusions

Des essais de compression uniaxiale à chaud ont été entrepris afin d'évaluer des coefficients rhéologiques propres aux deux nuances d'aciers inoxydables ferritiques étudiées, E1 stabilisée par du Nb pour E1, et E2 stabilisée par du Nb+Ti. Plusieurs points ont été mis en évidence :

- Quelles que soient les conditions expérimentales, une contrainte maximale plus élevée est associée à la nuance E2 par rapport à E1. La quantité de Nb en solution solide semble être le facteur prépondérant expliquant cet écart.
- Des pseudo paliers intermédiaires dont l'origine reste à déterminer sont visibles sur les courbes expérimentales et affectent la qualité de la modélisation.
- On peut associer la même sensibilité à la température  $Q$  et à la vitesse de déformation  $m$  pour les paramètres rhéologiques globaux relatifs à une loi pseudo-plastique  $\sigma_m = kZ^m$ . Les valeurs déterminées sont les suivantes :  $Q = 323 \text{ kJ.mol}^{-1}$  et  $m = 0,17$ .
- Des lois d'écroissage et de restauration dynamique, fonction de  $T$  et  $\dot{\epsilon}$ , ont été établies. Bien que les sensibilités globales à la température et à la vitesse soient similaires, il existe des différences entre ces deux nuances pour les coefficients d'écroissage et de restauration dynamique, particulièrement en termes de sensibilité à la température. L'écroissage de E1 est plus sensible à la température que E2. A contrario, la restauration dynamique est plus sensible à la température pour E2. Il est possible que ces différences trouvent leur origine dans un état de précipitation différent entre E1 et E2.
- Malgré les différentes sources d'erreurs possibles (lecture graphique, pseudo paliers, plusieurs optimisations numériques), les contraintes maximales déterminées par l'intermédiaire des lois d'évolution de  $h$  et  $r$  associée à des conditions thermomécaniques données ont un écart relatif inférieur à 5% par rapport aux valeurs expérimentales. Nous disposons donc d'un modèle suffisant pour décrire l'écroissage lors d'une passe de laminage dans un contexte de modélisation de la recristallisation.

## V. Essais de bipoinçonnement, caractérisation microstructurale

### V.1. Caractérisation des microstructures initiales

Il a été montré de façon succincte, dans la partie III.1.2, que les microstructures d'ébauches reçues étaient significativement différentes. L'objectif de cette section est de caractériser de façon plus complète les ébauches de ces deux nuances. Les microstructures sont rappelées sur les

Figure V-1 et Figure V-2.

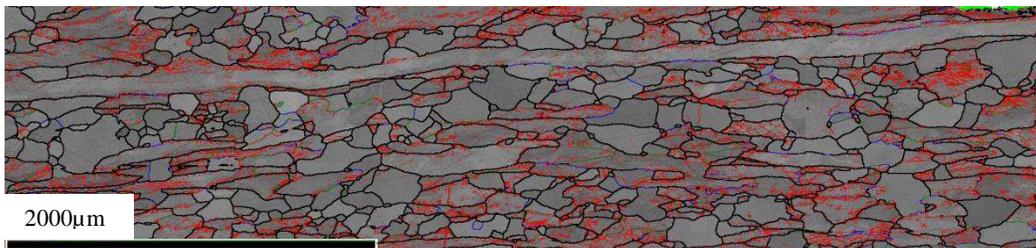


Figure V-1 : micrographie EBSD en « Band Contrast + interfaces », à mi-épaisseur de l'ébauche E1.

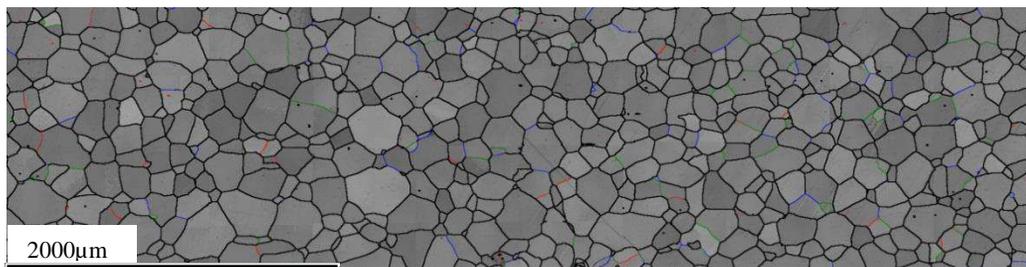


Figure V-2 : micrographie EBSD en « Band Contrast + interfaces », à mi-épaisseur de l'ébauche E2.

D'après la définition conventionnelle de la fraction recristallisée que nous avons adoptée, la nuance E2 est complètement recristallisée, composée de grains équiaxes dont la taille moyenne, calculée par la méthode du diamètre de cercle équivalent, est  $130\ \mu\text{m}$ . La distribution de taille de grains recristallisés, de type log-normale, est basé sur 680 grains (Figure V-3). A contrario, la fraction recristallisée de la nuance E1 est réduite à 26%. La taille moyenne de ces grains recristallisés, plus faible, est de  $70\ \mu\text{m}$  (257 grains). La microstructure est globalement plus

écrouie. On visualise en particulier des grains non recristallisés très allongés dans la direction de laminage.

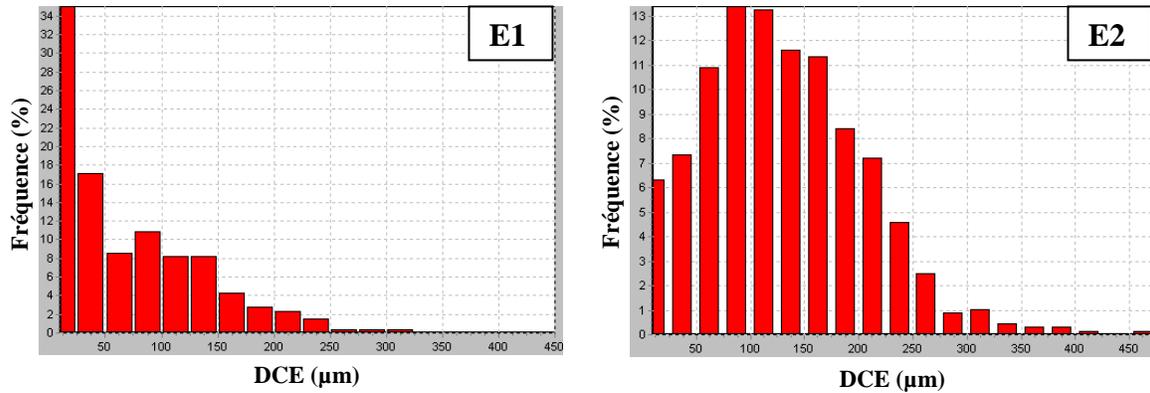


Figure V-3 : distribution de taille de grains recristallisés dans les ébauches E1 et E2.

La fonction de distribution des angles de désorientation minimale de E2 est très proche de la distribution théorique de McKenzie. A contrario, la nuance E1 contient un pourcentage élevé de joints de faible désorientation. En particulier, les sous-joints de désorientation comprise entre  $2^\circ$  et  $3^\circ$  représentent un tiers des parois (Figure V-4).

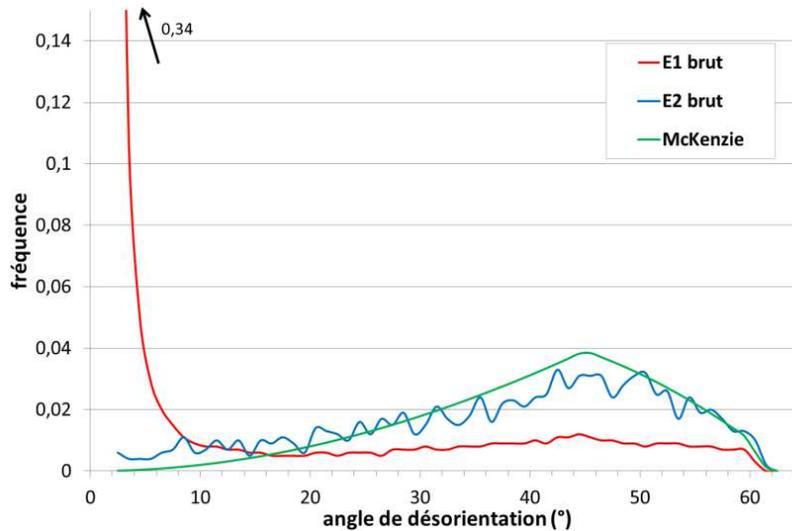


Figure V-4: distribution des angles de désorientation minimale des ébauches.

En ce qui concerne la texture, la nuance E2 présente une texture de fibres  $\alpha$  et  $\gamma$  beaucoup moins prononcée que la nuance E1. Les maxima, situés sur la fibre  $\alpha$ , sont respectivement de 4 et de 9 (Figure V-7 b et d). Il correspond pour la nuance E1 à l'orientation  $\{112\}\{1\bar{1}0\}$ , qui est un maximum classique pour la texture de laminage à chaud à mi-épaisseur [RAA 03]. L'intensité de la fibre  $\alpha$  dans la nuance E1 est en grande partie due à la présence au sein du matériau de grains

millimétriques possédant cette orientation et ayant peu ou pas été fragmentés au cours du passage dans le dégrossisseur, ce qui est visible sur la Figure V-5. La texture des grains recristallisés de la nuance E1 (Figure V-7 c) est atténuée par rapport à la texture globale de E1 (Figure V-7 b), elle reste tout de même plus forte que celle de E2 (Figure V-7d).

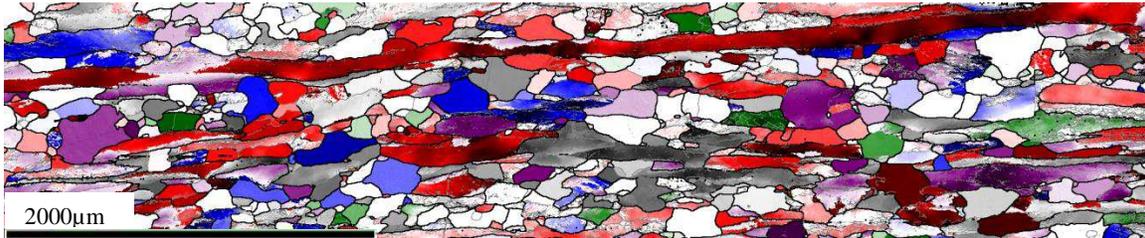


Figure V-5 : Cartographie texture de l'ébauche E1 à l'état de réception.

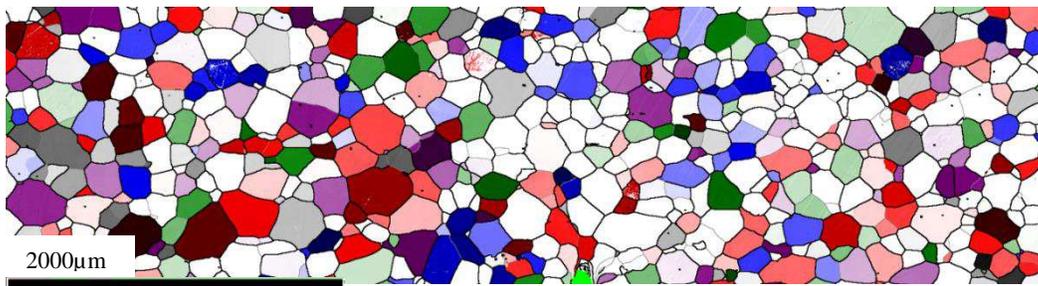


Figure V-6 : Cartographie texture de l'ébauche E2 à l'état de réception.

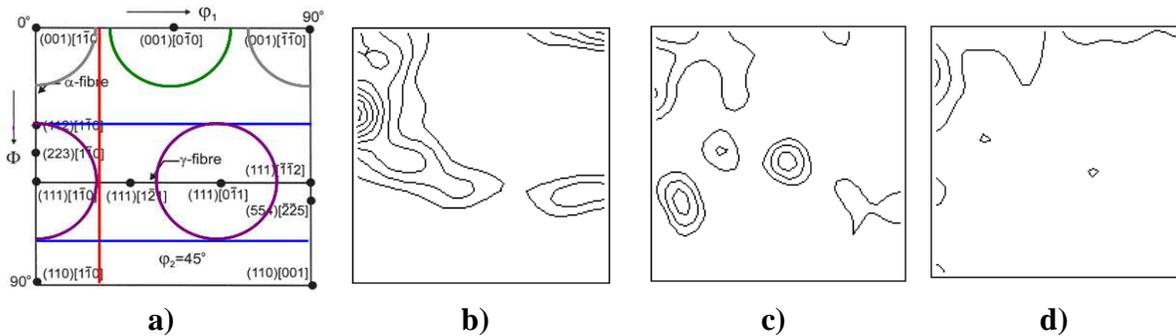


Figure V-7 : Coupe ODF à  $\phi_2=45^\circ$ . Couleur associée à la cartographie texture (a), nuance E1 (b), grains recristallisés de E1 (c) et nuance E2 (d). Le pas entre chaque niveau d'intensité est de 1, le premier représenté étant d'intensité 2.

## V.2. Essais effectués

Au cours de ces travaux, les nombreux essais de bipoinçonnement effectués, en simulant la compression plane, ont permis d'investiguer l'influence des divers paramètres sur les cinétiques de recristallisation au cours du laminage au cœur de l'ébauche. Le rôle de la température, de la vitesse de déformation, de la quantité de déformation, de la durée de

l'interpasse a été étudié, principalement par l'intermédiaire d'essais comportant une seule déformation. Des schémas multipasses ont également été réalisés. Ces études ont principalement été menées sur la nuance E2, celle-ci étant homogène et recristallisée. L'influence de la taille de grain initiale a été succinctement investiguée. Enfin, le rôle de la composition chimique des aciers est mis en évidence par l'étude comparative du comportement des deux nuances. Les domaines d'investigation sont récapitulés dans le Tableau V-1 . Il est à noter que l'étude de la nuance E1 brute de réception a été abandonnée puisque le caractère très hétérogène de la microstructure initiale impliquait beaucoup d'incertitude pour l'exploitation ultérieure des résultats.

<b>Facteur étudié</b>	<b>Domaine d'étude</b>	<b>Alliage utilisé</b>
$\varepsilon$ $\dot{\varepsilon}$ T durée de l'interpasse	$0,15 \leq \varepsilon \leq 2$ $\dot{\varepsilon} = 5 \text{ ou } 25 \text{ ou } 100 \text{ s}^{-1}$ $1000^{\circ}\text{C} \leq T \leq 1220^{\circ}\text{C}$ $0,5 \text{ s} \leq t \leq 60 \text{ s}$	E2 brut principalement E1 recuit
Taille de grains initiale	130 $\mu\text{m}$ 440 $\mu\text{m}$	Comparaison E2 brut et E2 recuit
Composition chimique	E1 : monostabilisé Nb E2 : bistabilisé Nb, Ti	Comparaison E2 brut et E1 recuit
Schéma multipasse	jusqu'à 3 passes T et $\varepsilon$ variables	E2 brut

**Tableau V-1 : Récapitulatif des paramètres de LAC investigués.**

### V.3. Evolution dynamique de la microstructure

Dans cette partie sont présentés les résultats obtenus sur la nuance E2 brute, donc sans aucune sous-structure initiale, pour des essais effectués « sans maintien » post-déformation. Dans la pratique, il s'écoulait cependant 0,5 seconde entre la fin de la déformation et le début de la trempe à l'hélium sous pression. Cette section a pour ambition de quantifier l'influence de la déformation, de la température et de la vitesse de déformation, sur l'évolution dynamique de la texture et de la microstructure au sein du matériau.

#### V.3.1. Influence du taux de déformation

La série de déformations la plus complète a été réalisée à 1100°C et 25s<sup>-1</sup>, ce qui représente une vitesse et une température moyenne dans la gamme de laminage à chaud étudiée.

Les déformations effectuées sont les suivantes :  $\epsilon = 0,19$  ;  $0,33$  ;  $0,45$  ;  $0,63$  ;  $1$  ;  $1,6$ . Les microstructures obtenues pour trois de ces déformations sont présentées sur la Figure V-1.

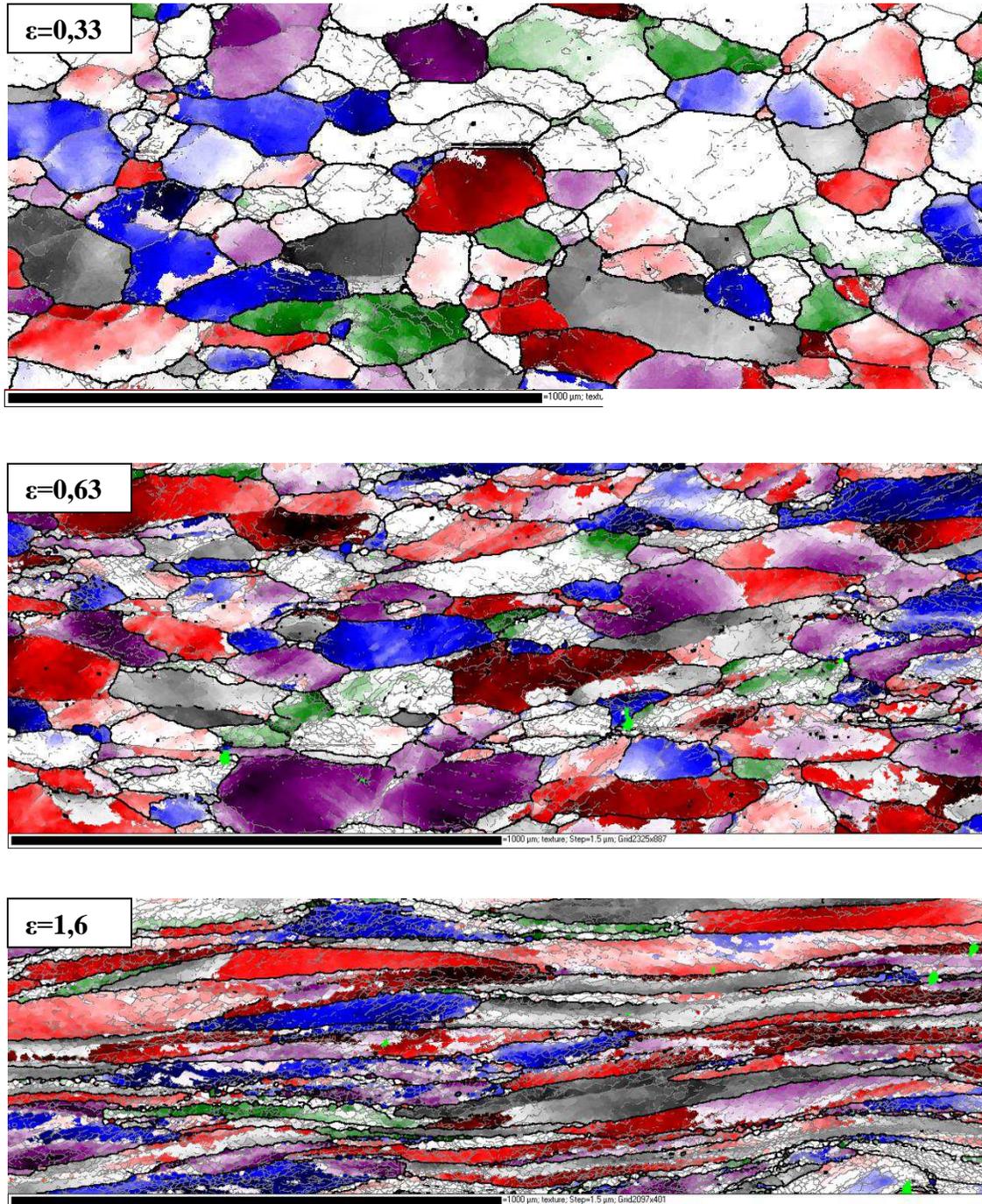
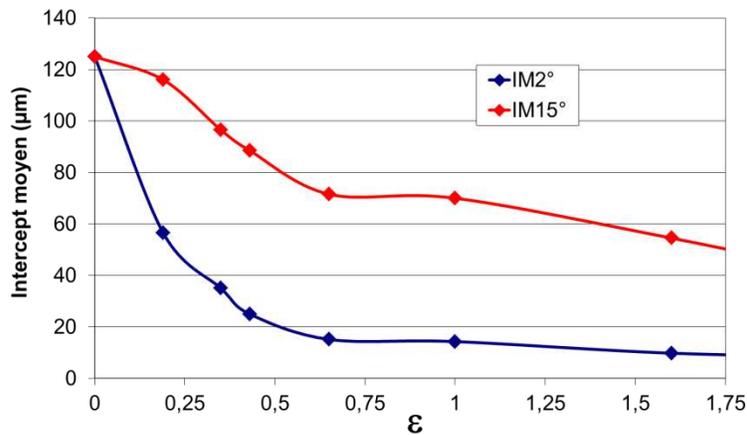


Figure V-8 : Evolution de la microstructure et de la texture avec la déformation pour des essais effectués à  $1100^{\circ}\text{C}$  et  $25\text{s}^{-1}$ . Cartographie EBSD « texture ».

### V.3.1.1. Evolution de la taille de la microstructure

Au fur et à mesure que la déformation augmente, la sous-structure s'affine, ce qui se traduit par une diminution des intercepts moyens (IM) à 2° et 15° (Figure V-9). Cette diminution ne semble cependant pas monotone. Les IM2° suggèrent une fragmentation rapide des grains initiaux lorsque la déformation augmente jusqu'à une valeur proche de  $\varepsilon=0,6$ . A partir de cette déformation, le raffinement de la sous-structure évolue moins rapidement vers sa valeur stationnaire. La diminution des IM 15° est d'abord dû à l'allongement des grains initiaux, auquel vient s'ajouter aux grandes déformations la création de nouveaux joints de grains.



**Figure V-9: Evolution des intercepts moyens à 2° et 15° en fonction de la déformation à 1100°C et 25s<sup>-1</sup>.**

Aux faibles déformations, les sous-joints de grains formés à partir des dislocations nécessaires à l'accommodation de ces déformations ont tendance à être plus concentrés aux abords des joints de grains initiaux (Figure V-8  $\varepsilon=0,33$ ) avant d'envahir progressivement l'ensemble des grains (Figure V-8  $\varepsilon=1,6$ ). On peut également voir le caractère localement hétérogène de la déformation puisque certains grains sont plus fragmentés que d'autres possédant pourtant une orientation cristallographique assez similaire. La fragmentation d'un grain dépend de son orientation mais également du comportement des grains environnants. Le caractère hétérogène et localisé de la déformation tend à disparaître aux grandes déformations, pour lesquelles la taille de la microstructure est beaucoup plus homogène. Enfin, un agrandissement de cette dernière microstructure, présentée sur la Figure V-10, met en évidence les notions de serrations et de recristallisation dynamique géométrique [McQ 89, HUM 04], qui apparaissent lorsque la taille de la sous-structure devient comparable à la distance entre deux anciens joints de grains et donne naissance à de nouveaux grains, A et A' (couleur verte), par fragmentation des grains initiaux.

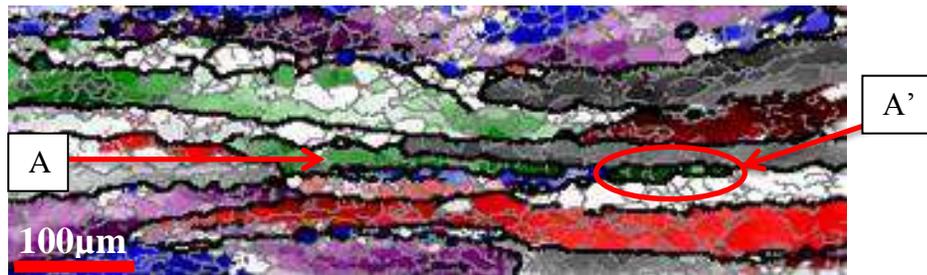


Figure V-10 : phénomènes de recristallisation dynamique géométrique.  $T=1100^{\circ}\text{C}$ ,  $25\text{s}^{-1}$ ,  $\epsilon=1,6$ .

### V.3.1.2. Désorientation des parois

Les distributions des angles de désorientation des parois, après déformation à chaud, présentent une majorité de sous-joints. Le pourcentage varie d'environ 50% pour des déformations modérées réalisées à des températures élevées et des vitesses de déformation faibles à plus de 90% pour des passes importantes effectuées à  $1000^{\circ}\text{C}$  avec une vitesse de déformation élevée.

Les intégrales des fonctions de la Figure V-11 sont les fractions de sous-joints au sein du matériau. On peut constater que la répartition des sous-joints est inhomogène. En effet, une grande majorité d'entre eux possède un angle de désorientation très faible et la fréquence décroît rapidement pour les sous-joints de désorientation plus élevée. Les parois de désorientation minimale à  $2^{\circ}$  représentent plus de 25% de la totalité des parois alors que chaque classe d'angle supérieur à  $10^{\circ}$  représente moins de 1% des sous-joints. Lorsque la déformation augmente, bien qu'il apparaisse un remplissage progressif des classes d'angles des sous-joints de désorientations plus élevées, le niveau de remplissage de ces classes reste faible.

La valeur moyenne de désorientation des sous-joints augmente relativement peu. Ainsi, pour des essais à  $1100^{\circ}\text{C}$  et  $25\text{s}^{-1}$  elle est de  $3,6^{\circ}$  lorsque  $\epsilon=0,19$  et de  $4,7^{\circ}$  à  $\epsilon=1,6$  (Figure V-12). Concernant la désorientation moyenne de l'ensemble des parois, celle-ci diminue jusqu'à un palier à environ  $11^{\circ}$  atteint à partir d'une déformation de 0,6. Celle-ci correspond également à la déformation pour laquelle le pourcentage de sous-joints atteint sa valeur palier de 80%. On peut donc considérer qu'à partir de cette quantité de déformation, la création de nouveaux sous-joints est totalement compensée par la transformation des sous-joints les plus désorientés en joints de grains de désorientation supérieure à  $15^{\circ}$ . La variation de la quantité de sous-joints provoquée par un incrément de déformation est donc nulle.

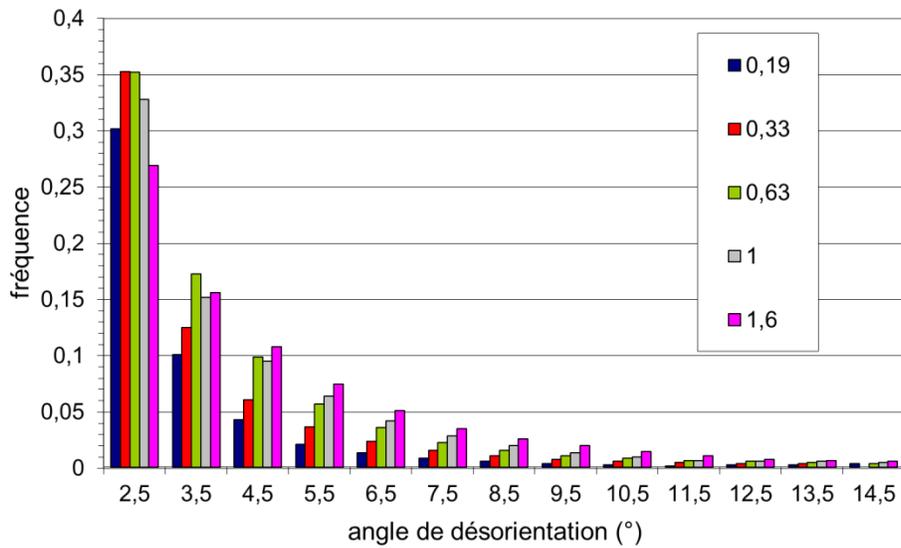


Figure V-11: Histogramme de répartition des angles de désorientation en fonction de la déformation. Essais réalisés à 1100°C et 25s<sup>-1</sup>.

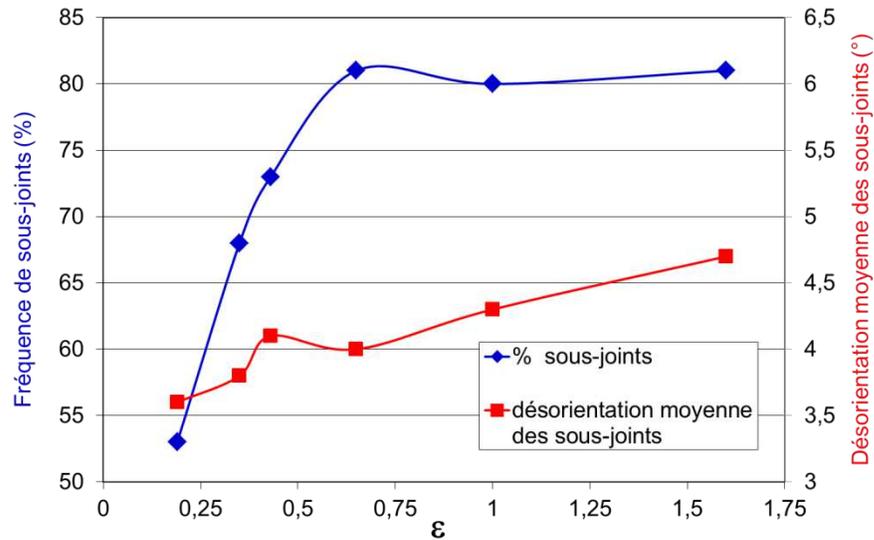


Figure V-12: Evolutions de la fréquence de sous-joints et de leur désorientation moyenne en fonction de la déformation. Essais réalisés à 1100°C et 25s<sup>-1</sup>.

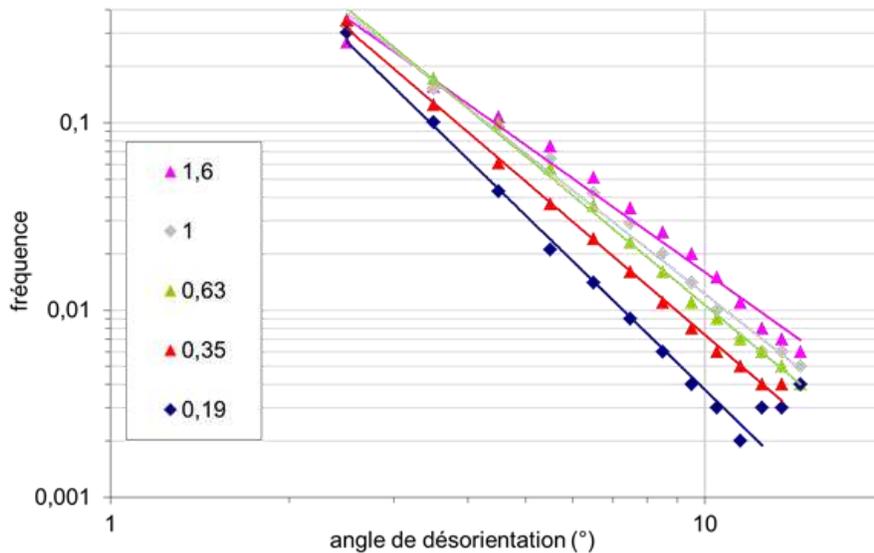
Une des propriétés remarquables de ces histogrammes de désorientation apparaît lorsqu'ils sont tracés en échelle logarithmique. En effet, on peut identifier ces distributions à des lois puissances avec une très bonne corrélation. Ce type de distribution a déjà été observé par [THO 05] et est mis en évidence sur la Figure V-13. Il faut noter que pour l'essai réalisé à  $\epsilon=0,19$ , les désorientations supérieures à 12° n'ont pas été prise en compte. En effet, pour des déformations très faibles, la distribution des angles de désorientation les plus élevés est encore

influencée par la distribution voisine de celle de Mackenzie caractéristique du produit de départ, ce qui entraîne ces accroissements de valeurs.

Chaque fonction de distribution des sous-joints peut donc s'écrire de la forme :

$$\varphi(\theta) = K\theta^{-p} \quad \text{V-1}$$

La valeur absolue de la pente obtenue en échelle logarithmique, notée  $p$ , renseigne à elle seule sur la forme de la distribution des sous-joints. La Figure V-14 montre une diminution marquée de ce coefficient entre les déformations 0,19 et 0,35 puis une évolution quasi linéaire en fonction de la déformation. Ainsi, un coefficient  $p$  faible traduit un remplissage plus important des classes de sous-joints de forte désorientation au détriment des angles les plus faibles. Au fur et à mesure que la déformation augmente, la quantité de sous-joints fortement désorientés devient plus importante et donc l'exposant  $p$  tend à diminuer.



**Figure V-13: Représentation en échelle logarithmique de la répartition des angles de désorientation en fonction de la déformation. Essais réalisés à 1100°C et 25s<sup>-1</sup>.**

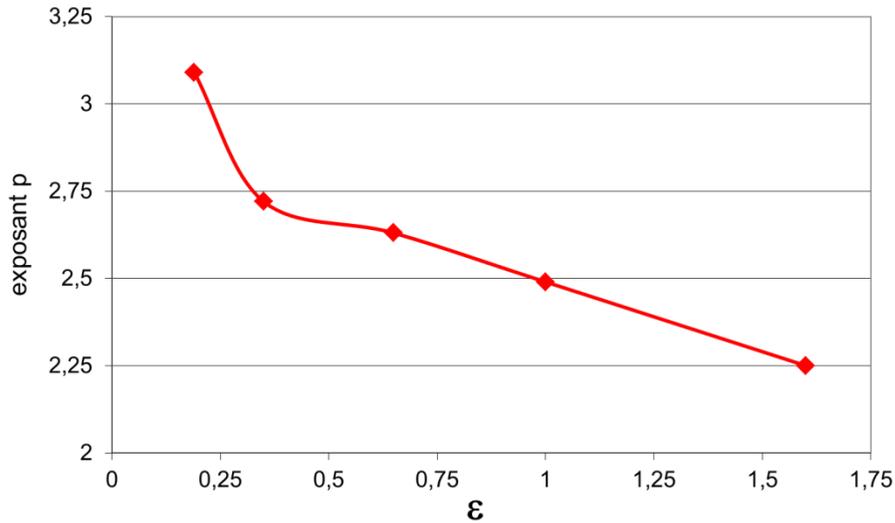


Figure V-14 : Evolution de la valeur de l'exposant  $p$  de la loi  $\varphi(\theta)$  en fonction de la déformation.

### V.3.1.3. Evolution de texture

La texture cristallographique évolue avec la déformation. D'après la Figure V-15, une déformation supérieure à 0,5 intensifie la fibre  $\alpha$  par rapport à la texture d'ébauche. On note également une augmentation progressive de l'intensité de la fibre  $\gamma$ , avec un maximum se situant probablement entre  $\epsilon=0,5$  et  $\epsilon=1$ . La mesure obtenue à  $\epsilon=1,6$  suggère que la proportion de fibre  $\gamma$  se réduit pour des valeurs de  $\epsilon$  très élevées. Cependant, pour d'autres conditions de déformation (Figure V-23), le phénomène inverse est observé. Quant à l'orientation cube, elle semble représenter une dizaine de pourcent de la texture globale aux faibles déformations, tout comme l'ébauche reçue, avant que sa fraction diminue de moitié environ aux déformations les plus importantes. La section d'ODF à  $\varphi_2=45^\circ$  associée à  $\epsilon=1,6$ , présentée sur la Figure V-16, met en évidence le renforcement de certaines composantes de texture, en l'occurrence les orientations stables cube tourné  $\{001\}\langle 1\bar{1}0\rangle$  et  $\{112\}\langle 1\bar{1}0\rangle$ .

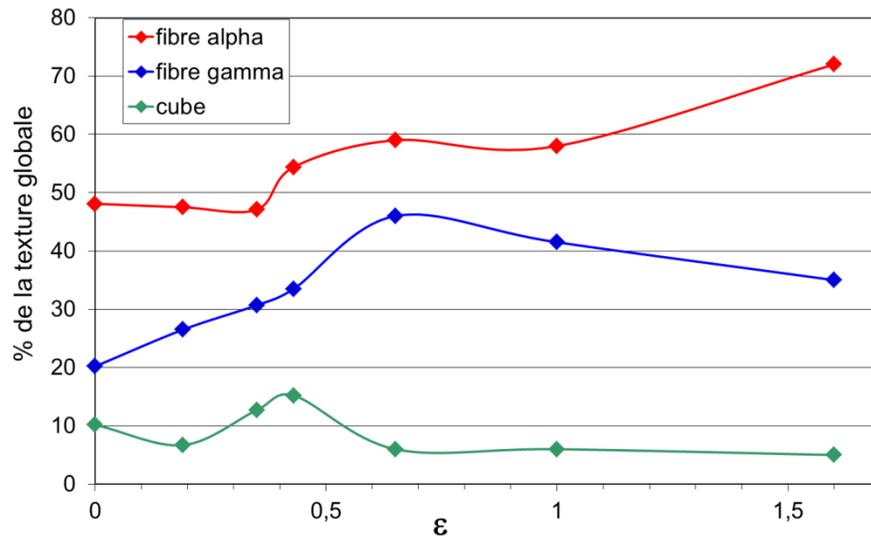


Figure V-15 Evolution de la répartition des composantes de texture remarquables avec la déformation. Essais effectués à 1100°C et 25s<sup>-1</sup>.

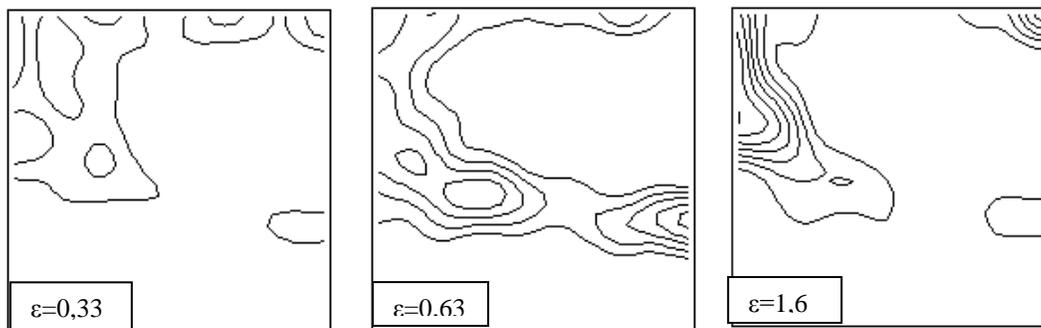


Figure V-16 : ODF à  $\phi_2=45^\circ$  pour diverses déformations. Essais effectués à 1100°C et 25s<sup>-1</sup>. Le pas entre chaque niveau d'intensité est de 1, le premier représenté étant d'intensité 2.

### V.3.2. Influence de la température et de la vitesse de déformation

Les effets de la température et de la vitesse de déformation seront abordés simultanément dans ce paragraphe. En effet, il est pratique de représenter sur un même graphique la dépendance d'une grandeur en fonction de la température, ces courbes étant paramétrées par la vitesse de déformation. Les essais de compression plane ont été menés entre 1000°C et 1220°C et trois vitesses de déformation ont été investiguées, 5s<sup>-1</sup>, 25s<sup>-1</sup> et 100s<sup>-1</sup>. Des exemples d'évolution de la microstructure avec la température et la vitesse sont montrés sur les Figure V-17 et Figure V-18.

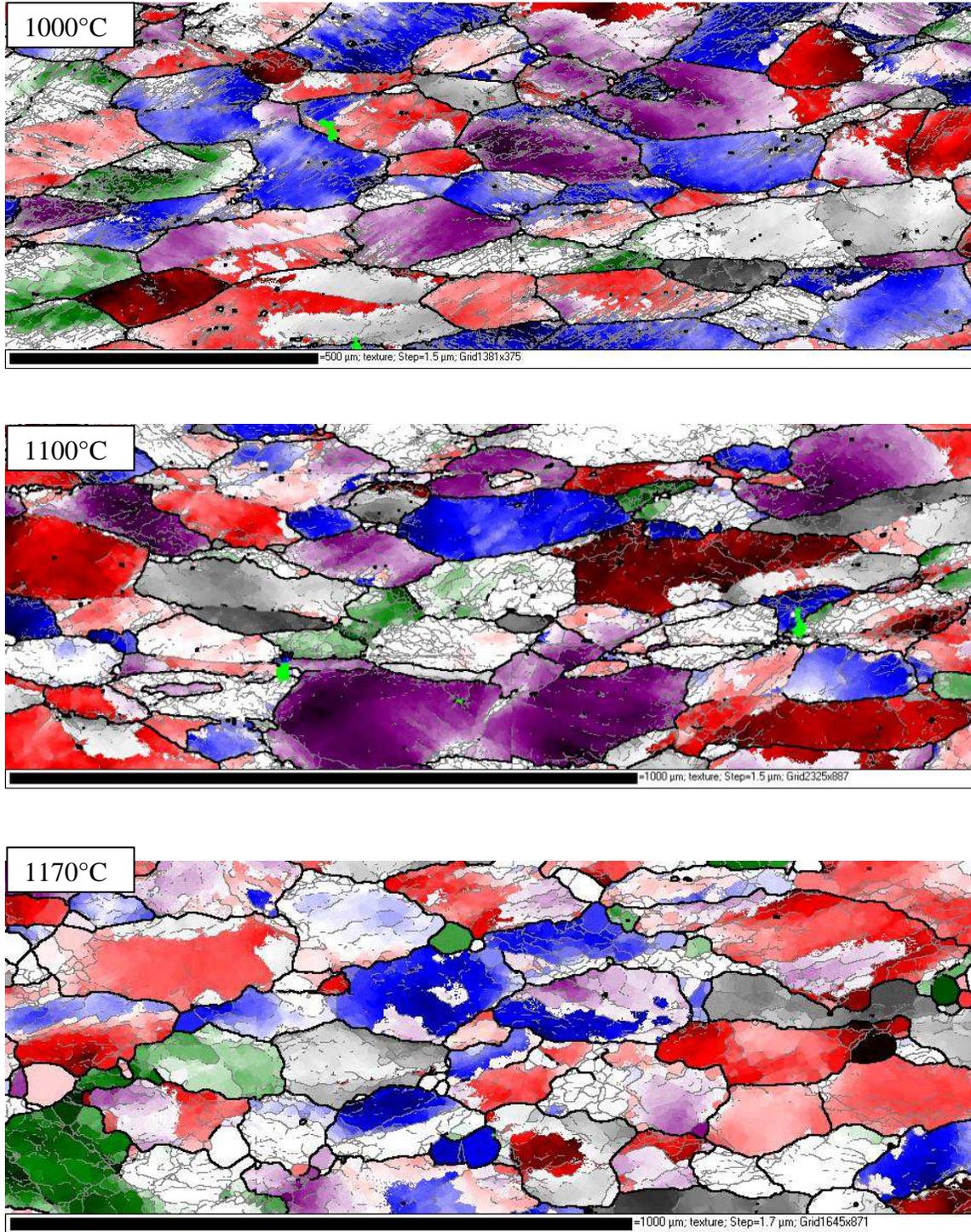


Figure V-17 : Evolution de la microstructure et de la texture avec la température. Essais réalisés à  $\epsilon=0,6$  et à 25s-1. Cartographie « texture ».

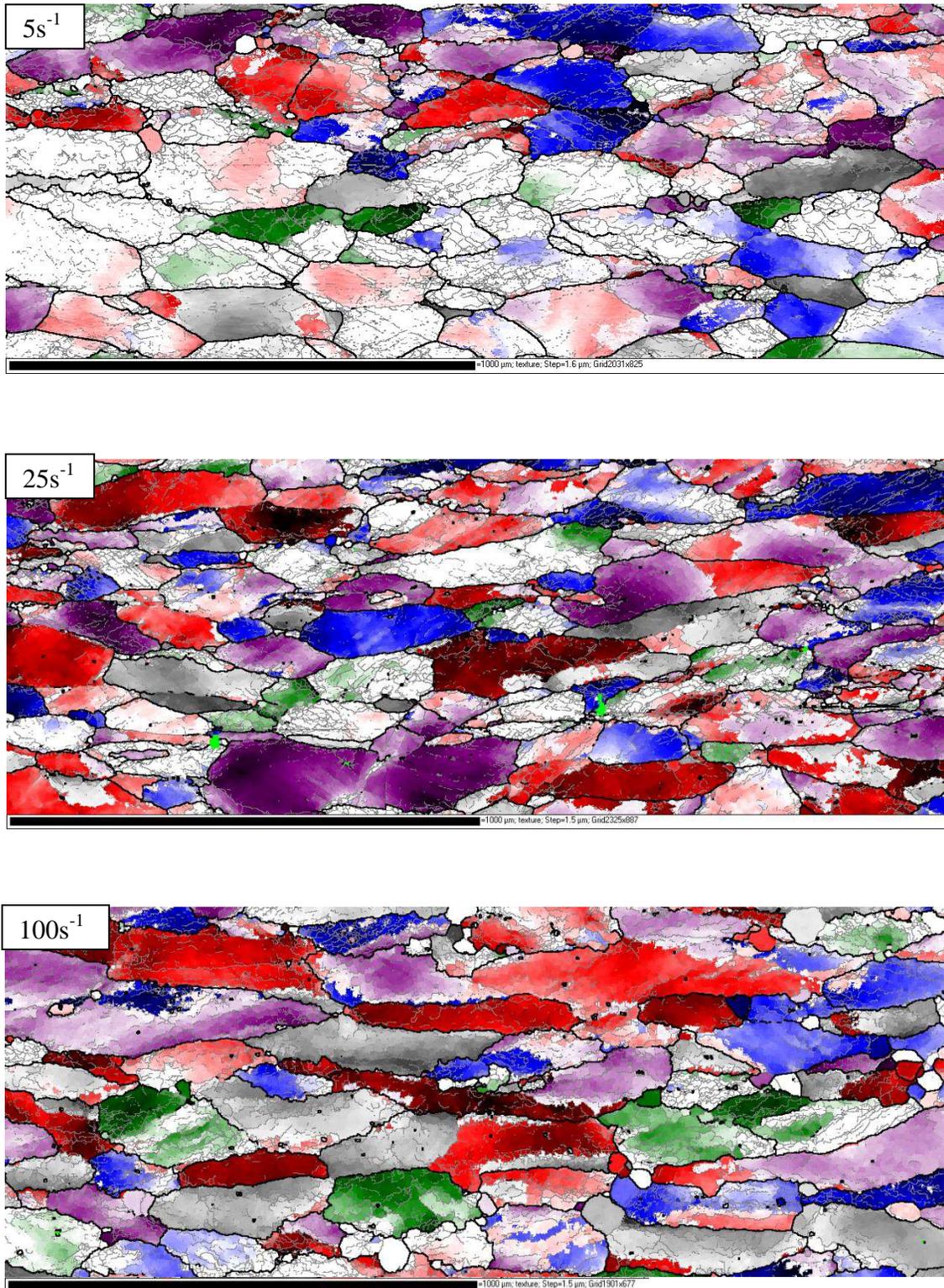


Figure V-18: Evolution de la microstructure et de la texture avec la vitesse de déformation. Essais réalisés à  $\epsilon=0,6$  et à  $1100^{\circ}\text{C}$ . Cartographie « texture ».

### V.3.2.1. Evolution de la taille de la microstructure

L'écroissage et la restauration dynamique dépendant de la température et de la vitesse de déformation, le choix de ces paramètres a une influence sur la densité de parois et leur désorientation au sein du matériau.

La taille de sous-structure obtenue croît avec la température, comme le montre la Figure V-19. La donnée des intercepts moyens renseigne sur une densité de parois au sein du matériau, mais pas sur l'organisation spatiale de ces sous-grains. Les micrographies de la Figure V-17 mettent en évidence l'importance de la température sur la polygonisation du matériau et donc sur la formation de cristallites bien définies, germes potentiels de la recristallisation post-dynamique. Ainsi, à 1170°C, la restauration dynamique est très active, on identifie au sein du matériau de nombreuses cristallites vierges de sous-structure, dont la désorientation interne est (quasi) nulle et que l'on définit comme étant recristallisées. A contrario, on ne retrouve pas ce type de microstructure à 1000°C, le matériau étant bien plus écroui, avec une sous-structure non pas organisée en cellules mais plutôt composée d'enchevêtrements de sous-joints ne formant que très peu d'entités fermées (cristallites). Dès lors, le nombre de sites potentiels de germination en sera affecté.

De plus, les sous-grains et dislocations se situent préférentiellement au voisinage des anciens joints de grains. Cela s'explique par le fait que la montée et le glissement de dislocations sont plus intenses dans ces zones-là afin d'accommoder les différences de comportement de grains adjacents au cours de la déformation.

Concernant l'effet de la vitesse de déformation sur la fragmentation de la microstructure, la taille caractéristique de la sous-structure diminue lorsque la vitesse augmente (Figure V-18). D'après la Figure V-19, les intercepts moyens à 2° décroissent d'environ 5µm entre des essais réalisés à 5s<sup>-1</sup> et 100s<sup>-1</sup>, la diminution relative est donc plus importante aux basses températures.

La faculté à former des cristallites sans dislocations libres, qui pourront alors croître durant l'interpasse et donc générer une nouvelle population de grains recristallisés, est moins sensible à la vitesse de déformation qu'à la température. L'ordre de grandeur de la taille et de la densité d'entités définies comme recristallisées reste relativement constant lorsque la vitesse de déformation évolue pour cette gamme de vitesse de déformation.

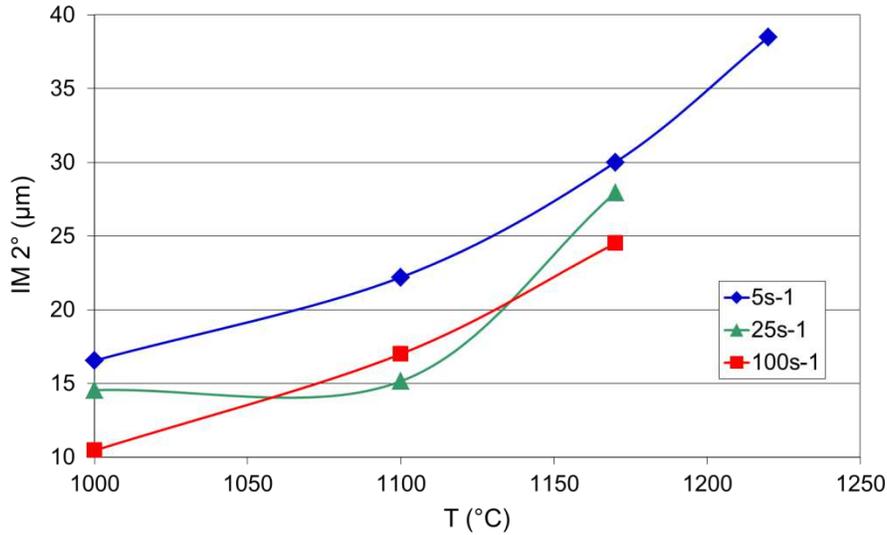


Figure V-19 : Evolution des intercepts moyens à 2° avec la température et la vitesse de déformation. Essais réalisés à  $\epsilon = 0,6$ .

### V.3.2.2. Désorientation des parois

Les Figure V-20 et Figure V-21 représentent les fonctions de répartition des angles de désorientation des sous-joints pour diverses conditions. Tout d’abord, la forme de ces fonctions évolue peu avec la température (Figure V-20). Bien sûr, une température plus faible génère une quantité de sous-joints plus importante, mais l’exposant  $p$  de la loi  $\varphi(\theta) = K\theta^{-p}$  précédemment mentionnée est faiblement dépendant de la température. L’augmentation de la température diminue légèrement la valeur de  $p$ , traduisant principalement le fait qu’il y a à haute température un peu moins de parois faiblement désorienté. A titre d’exemple, pour les conditions  $\epsilon = 0,6$  et  $25s^{-1}$  (Figure V-20-a),  $p$  vaut respectivement 2,67 puis 2,63 puis 2,48 à  $1000^{\circ}C$ ,  $1100^{\circ}C$  et  $1170^{\circ}C$ .

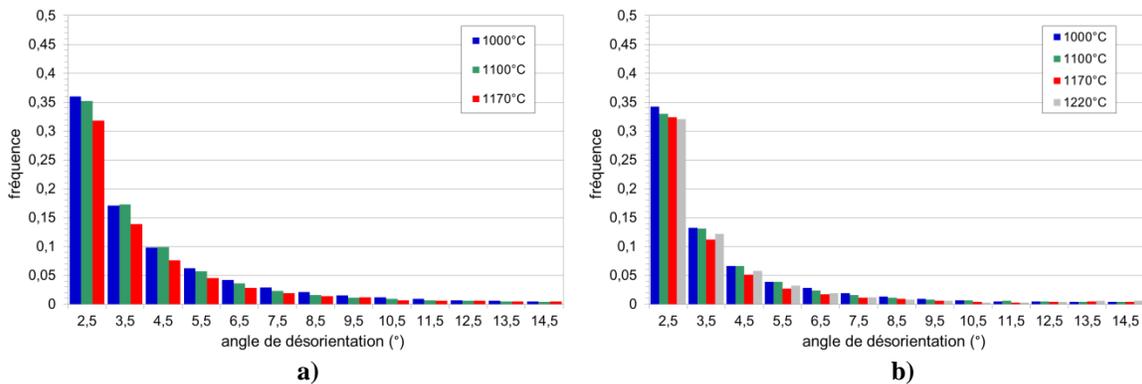


Figure V-20 : Evolution de la distribution des angles de désorientation avec la température : a)  $\epsilon = 0,6$  à  $25s^{-1}$ , b)  $\epsilon = 0,3$  à  $5s^{-1}$ .

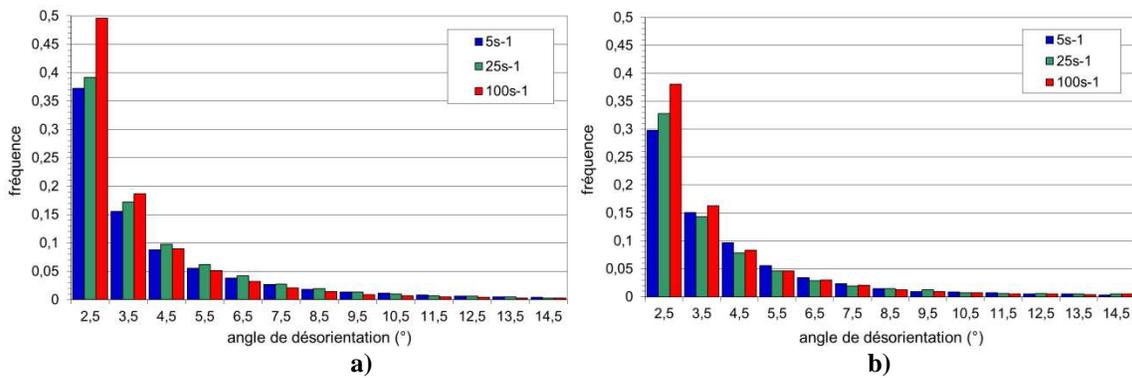


Figure V-21: Evolution de la distribution des angles de désorientation avec la vitesse de déformation : a)  $\epsilon=0,6$   $T=1000^{\circ}\text{C}$ , b)  $\epsilon=0,6$   $T=1170^{\circ}\text{C}$ .

Une vitesse de déformation plus élevée génère une quantité de sous-joints de faible désorientation plus importante, comme illustré sur la Figure V-21. Tout comme pour la dépendance en température, l’amplitude de variations du coefficient  $p$  avec la vitesse reste faible.

L’ensemble des données relatives à l’influence de la température et de la vitesse de déformation sur la distribution des parois pour une déformation de  $\epsilon=0,6$  est compilé dans le Tableau V-2. Deux idées simples permettent de résumer ces distributions :

- la quantité de sous-joints est plus élevée lorsque  $T$  diminue et  $\dot{\epsilon}$  augmente, ce qui modifie la désorientation moyenne totale,
- la forme de la fonction de distribution des sous-joints est peu modifiée par des variations de  $T$  et  $\dot{\epsilon}$ , puisque l’exposant  $p$  varie peu. Une des conséquences est une désorientation moyenne quasi-constante de  $4^{\circ}$ .

$\dot{\epsilon}$ ( $\text{s}^{-1}$ )	$T$ ( $^{\circ}\text{C}$ )	Quantité de sous-joints (%)	Désorientation moyenne des sous-joints ( $^{\circ}$ )	Désorientation moyenne totale ( $^{\circ}$ )	Exposant $p$ de la loi puissance
5	1000	84	4	8,5	2,82
	1100	80	3,9	10,3	2,74
	1170	71	4	14,6	2,63
	1220	71	4,1	14,5	2,52
25	1000	86	4,1	8,8	2,67
	1100	81	4	10,3	2,63
	1170	71	4	15	2,48
100	1 000	92	3,6	6,3	2,97
	1100	81	3,9	11,4	2,87
	1 170	77	3,9	12	2,77

Tableau V-2 : Synthèse de l’influence de la température et de la vitesse de déformation sur l’évolution de la distribution des parois. Essais réalisés à  $\epsilon=0,6$ .

### V.3.2.3. Evolution de la texture

Les effets d'une variation de la température ou de la vitesse sur la texture, sont illustrés sur la Figure V-22 à travers l'intensité des fibres  $\alpha$  et  $\gamma$  en fonction du paramètre de Zener-Hollomon pour une déformation appliquée de  $\varepsilon=0,6$  et sur la

Figure V-23 par le biais de coupes ODF à  $\varphi=45^\circ$  pour  $\varepsilon=0,6$  et  $\varepsilon=1,6$ . Avant déformation, la texture de l'ébauche E2 était composée de 50% de fibre  $\alpha$  et de 20% de fibre  $\gamma$ . D'après la Figure V-22, l'idée à retenir est que la texture de fibres s'accroît d'autant plus que les conditions de déformation sont sévères (vitesses élevées et basses températures) à  $\varepsilon=0,6$ . Cette tendance est indéniable, bien que l'on constate une disparité des points expérimentaux autour des courbes de tendances.

Globalement, les coupes ODF illustrent un renforcement de la texture de fibre lorsque la déformation augmente. On note des évolutions différentes de la fibre  $\gamma$  en fonction de la quantité de déformation. Alors qu'une augmentation de vitesse renforce la fibre  $\gamma$  à  $\varepsilon=0,6$ , la variation est inverse à  $\varepsilon=1,6$ . Une augmentation de la vitesse semble également renforcer la texture de fibre  $\alpha$ . A  $\varepsilon=1,6$  la texture cube n'apparaît plus sur les coupes ODF.

Ces résultats sont cependant à manier avec précaution puisque les surfaces d'analyse, de taille modeste (de 3 à 5mm<sup>2</sup>), ne permettent pas d'avoir un nombre de grains déformés (50-100 grains) suffisamment grand pour obtenir des statistiques plus fiables.

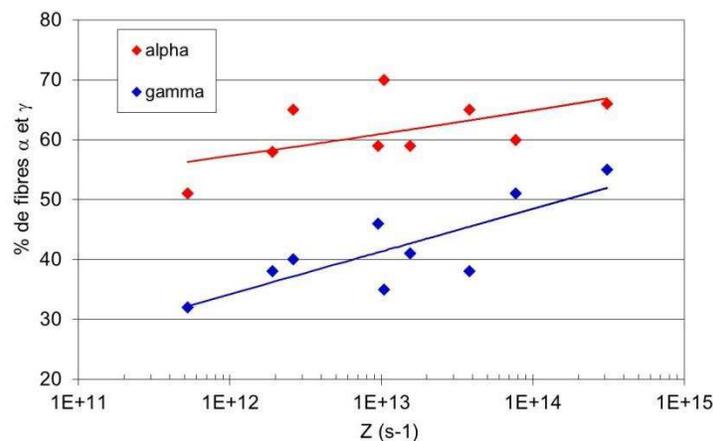
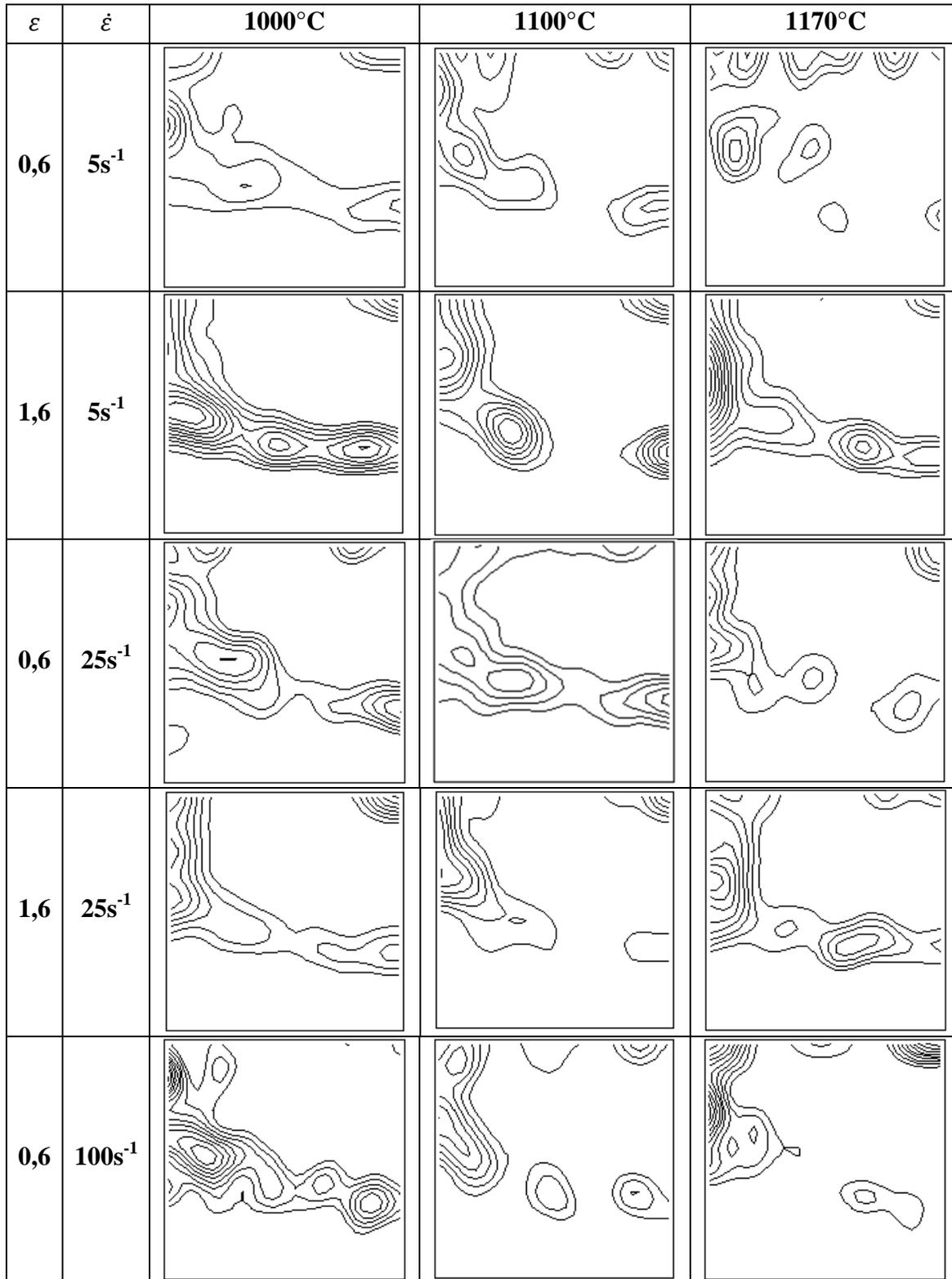


Figure V-22 : Evolution de l'intensité des fibres  $\alpha$  et  $\gamma$  en fonction de Z pour une déformation  $\varepsilon = 0,6$ .



**Figure V-23 : Coupe ODF à  $\varphi_2 = 45^\circ$  pour divers essais réalisés sur E2 à  $\varepsilon = 0,6$  et  $\varepsilon = 1,6$ . Le pas entre chaque niveau d'intensité est de 1, le premier représenté étant d'intensité 2.**

### **V.3.3. Synthèse intermédiaire concernant l'évolution dynamique**

L'augmentation de la quantité de déformation jusqu'à environ  $\varepsilon=0,6$  diminue significativement la taille des cristallites avant une convergence lente vers une valeur stationnaire. La quantité de sous-joints augmente également rapidement pour des déformations inférieures à  $\varepsilon=0,6$  pour ensuite converger vers une valeur palier (80% pour ces conditions de température et de vitesse). En revanche, la formation progressive de sous-joints les plus désorientés, mis en évidence à travers la diminution de la valeur de l'exposant  $p$ , contribue à faire augmenter la désorientation moyenne des sous-joints bien que le pourcentage de ceux-ci soit constant. Concernant la texture, toute augmentation de  $Z$  ou de la déformation renforce une texture de fibres  $\alpha$  et  $\gamma$ .

A déformation constante, et dans les domaines de température et de vitesse de déformation considérés, la taille de la sous-structure varie de façon plus importante avec la température qu'avec la vitesse de déformation. Les germes de recristallisation, clairement identifiables à  $1100^\circ\text{C}$  et plus, sont absents à  $1000^\circ\text{C}$ . La texture de fibres, tout comme la fraction de sous-joints sont renforcées lorsque la température diminue ou que la vitesse de déformation augmente. En revanche la forme de la distribution des angles de désorientation est relativement similaire.

## V.4. Evolution post-dynamique de la microstructure durant un essai monopasse

Dans cette section, les évolutions de la microstructure au cours de maintiens en température appliqués après déformation par bipoinçonnement seront décrites. L'intérêt de ces expériences est de pouvoir reproduire une passe de laminage ainsi que le temps interpasse au cours duquel des phénomènes d'adoucissement (restauration, recristallisation, croissance de grains) sont attendus.

De nombreux résultats expérimentaux concernant l'évolution de la fraction recristallisée pendant le maintien sont présentés. Afin de faciliter la lecture graphique, ces données seront approchées par des lois de type Avrami.

### V.4.1. Influence de la déformation

#### V.4.1.1. *Cinétiques de recristallisation*

Trois taux de déformation ont été étudiés de façon exhaustive :  $\epsilon=0,3$ ,  $\epsilon=0,6$  et  $\epsilon=1,6$ . Le choix de ces déformations a mis en évidence un premier résultat important, à savoir que les cinétiques de recristallisation ne sont pas régies par une loi d'évolution monotone avec la déformation. En effet, comme illustré sur la Figure V-24, la recristallisation après déformation à  $\epsilon=0,6$  est plus rapide qu'à  $\epsilon=0,3$ . La cinétique de recristallisation après déformation à  $\epsilon = 1,6$  est en revanche bien plus lente, voire inexistante. En effet, à  $1000^{\circ}\text{C}$ , il n'y a pas de recristallisation observée après 30s pour une déformation de 1,6, alors que celle-ci est déjà amorcée pour les deux autres déformations (Figure V-24-a). A  $1170^{\circ}\text{C}$  (Figure V-24-c), la microstructure évolue très peu durant 30s pour le cas  $\epsilon=1,6$ , un faible pourcentage de la surface est recristallisé, alors que la recristallisation est achevée en moins de 20s pour  $\epsilon=0,3$  et  $\epsilon=0,6$ .

Le comportement à  $1100^{\circ}\text{C}$  et  $\epsilon = 1,6$  est singulier (Figure V-24-b). Durant approximativement les dix premières secondes, on note la présence de grains recristallisés dont la taille moyenne n'évolue que très peu, passant de 12 à  $17\mu\text{m}$ . On ne constate pas le même type de

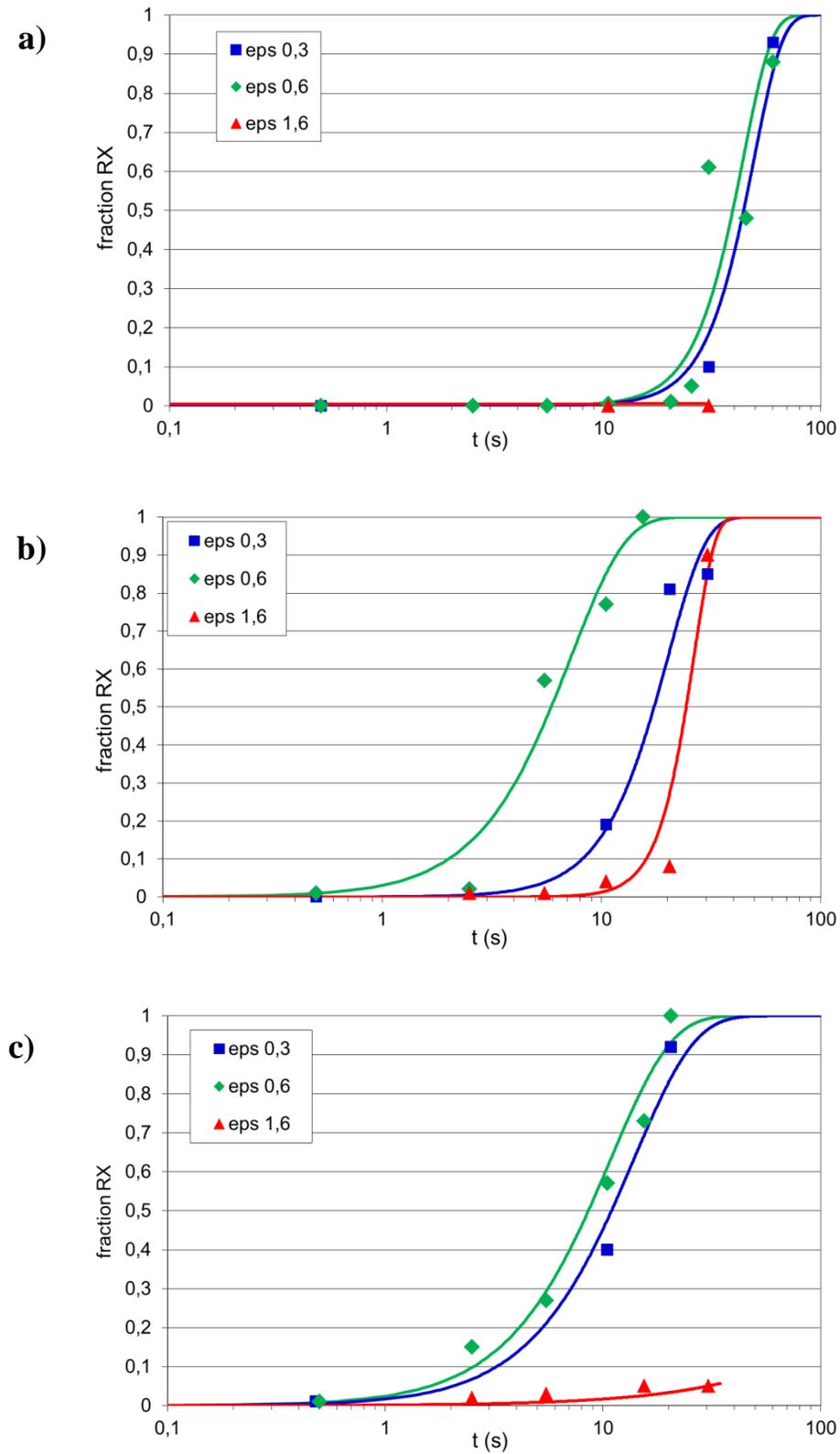


Figure V-24 : Evolution temporelle de la fraction recristallisée pour diverses déformations. Essais réalisés à  $5s^{-1}$  et à 1000°C (a), 1100°C (b) et 1170°C (c). Les courbes sont associées à des lois d'Avrami.

grossissement de grains recristallisés qu'aux déformations les plus faibles réalisées dans les mêmes conditions de température et de vitesse de déformation (Figure V-25). La fraction recristallisée et la taille de grains n'augmentent rapidement qu'entre la 10<sup>ème</sup> et la 20<sup>ème</sup> seconde environ, pour atteindre une recristallisation quasi complète et une taille moyenne de grains de 111µm après 30secondes. Dans ces conditions de déformation, les dix/vingt premières secondes peuvent être interprétées comme le temps nécessaire aux grains de petite taille, initialement présents et définis comme recristallisés, pour être dans des conditions de croissance similaires à celles associées aux déformations les plus faibles. D'autres températures et vitesses testées pour de grandes déformations, comme 1170°C 25s<sup>-1</sup> ou bien 1100°C 100s<sup>-1</sup> (environ 5% recristallisés à 20s et 85% à 30s) confirment le besoin d'un temps d'incubation avant de voir la fraction recristallisée évoluer rapidement.

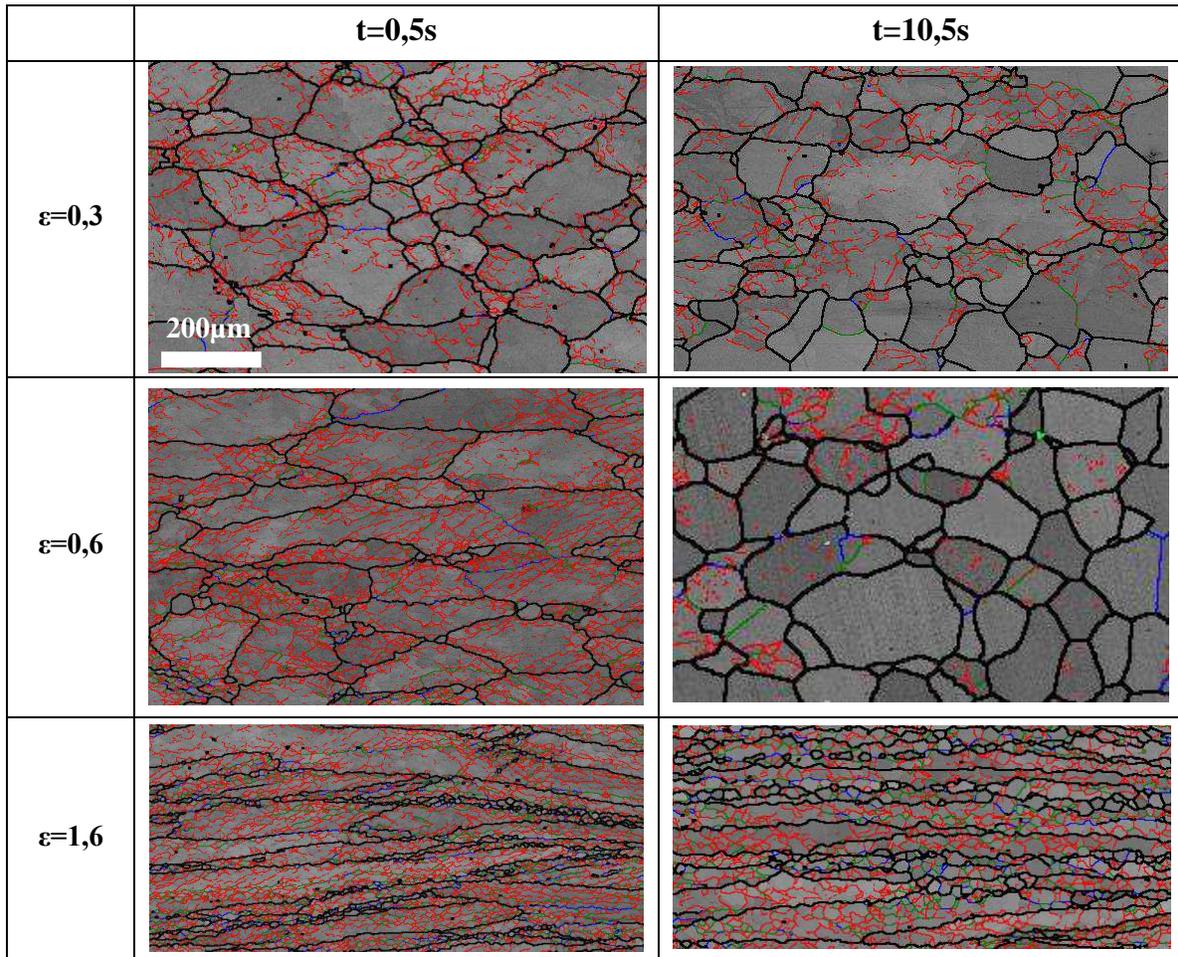


Figure V-25 : microstructures initiales après des essais effectués à 1100°C et 5s<sup>-1</sup> sans maintien (t=0,5s) et après un maintien de 10,5s. Cartographie « band contrast + désorientation ».

Les résultats expérimentaux montrent donc une légère augmentation des cinétiques de recristallisation lorsque la déformation évolue de  $\varepsilon = 0,3$  à  $\varepsilon = 0,6$ . En revanche, les séries de déformations effectuées à  $\varepsilon = 1,6$  témoignent d'un temps de maintien supplémentaire nécessaire à la recristallisation, voire d'une inhibition complète de cette dernière.

#### V.4.1.2. *Germination*

Pour comprendre ces différences de comportement, il faut s'intéresser plus en détails à la formation des **germes potentiels** de recristallisation, tant au niveau de leur localisation, de leur densité, que leur distribution de taille. Par l'expression germes potentiels, on définit toute cristallite de taille supérieure à  $10\mu\text{m}$ , désorienté à plus de  $10^\circ$  par rapport à son voisinage et dont la désorientation interne est inférieure à  $2^\circ$ . On accole l'adjectif potentiel pour insister sur le fait que toutes ces entités ne vont pas nécessairement croître du fait de leur environnement, comme en témoignent les résultats expérimentaux.

##### ➤ *Germination hétérogène*

La micrographie de la Figure V-26 (ou celles de la Figure V-25) met en évidence le caractère hétérogène de la germination, puisqu'on constate une germination préférentielle aux anciens joints de grains, quelles que soient les conditions de déformation. C'est en effet au voisinage de ces joints que sont stockées la majorité des dislocations, et donc que la création de parois de forte désorientation permettant potentiellement la création de germes de recristallisation est la plus probable.

De plus, les observations effectuées montre la présence de TiN ne joue aucun rôle significatif pour la germination, la PSN (pour Particle Stimulated Nucleation) est négligeable pour ce matériau.

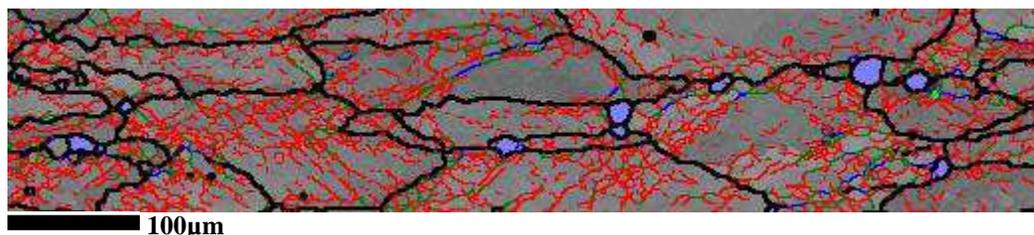


Figure V-26 : Mise en évidence de la germination aux joints de grains. Les germes potentiels apparaissent en bleu. Cartographie « band contrast + désorientation ».

➤ Distribution de taille et densité de germes

La Figure V-27 qui caractérise les microstructures visibles dans la Figure V-25, représente la distribution de taille et la densité de germes potentiels pour les trois quantités de déformation réalisées à 1100°C et 5s<sup>-1</sup> avec trempe immédiate mais aussi après 10,5s de maintien pour  $\epsilon=1,6$ .

- *Ecart de comportement entre  $\epsilon = 0,3$  et  $\epsilon = 0,6$  :*

Pour ces déformations, les histogrammes sont assez similaires, et par conséquent la taille moyenne également. Environ 30% de ces germes potentiels ont une taille supérieure à 20 $\mu\text{m}$ . En revanche, la densité surfacique est plus de deux fois supérieure dans le cas de la déformation  $\epsilon=0,6$ . Cela constitue donc naturellement un avantage permettant une recristallisation plus rapide du matériau. Dans ces deux cas, la taille de la sous-structure, caractérisée par les intercepts moyens à 2°, permet la croissance d'une partie des germes potentiels.

- *Période d'incubation nécessaire aux grandes déformations ( $\epsilon = 1,6$ ) :*

A 0,5s, l'ensemble des germes potentiels ont une taille inférieure à 20 $\mu\text{m}$ , leur taille moyenne est de 12 $\mu\text{m}$ , tout comme l'intercept moyen à 2°. Aucune croissance de grains recristallisés n'est observée durant le début du maintien. A ce stade, il est possible que la texture de déformation différente, notamment une texture de fibre  $\alpha$  plus prononcée et qui est connue pour être moins écrouie, couplée à une distribution de taille de cristallites homogène, inhibe la croissance de grains recristallisés.

Après 10,5s, début de la période à laquelle la recristallisation débute, la densité de germes potentiels est près de trois fois plus importante, mais on note surtout que l'IM2° est toujours de 12 $\mu\text{m}$  tandis que la taille moyenne des germes potentiels est passée à 17 $\mu\text{m}$ , 30% de ces germes ayant une taille supérieure à 20 $\mu\text{m}$ . La croissance normale de la sous-structure, générant cet étalement de la distribution vers des tailles plus élevées, permet aux germes les plus gros de dépasser une taille critique. Ceci entraîne la croissance rapide de grains recristallisés et une recristallisation achevée moins de 20s après la fin du temps d'incubation.

Ainsi, contrairement aux deux autres quantités de déformation plus modérées, la croissance « normale » des germes potentiels est nécessaire, en termes de bilan énergétique, à la création des conditions d'instabilité générant la croissance « anormale », au sens recristallisation, d'une partie de ces germes potentiels.

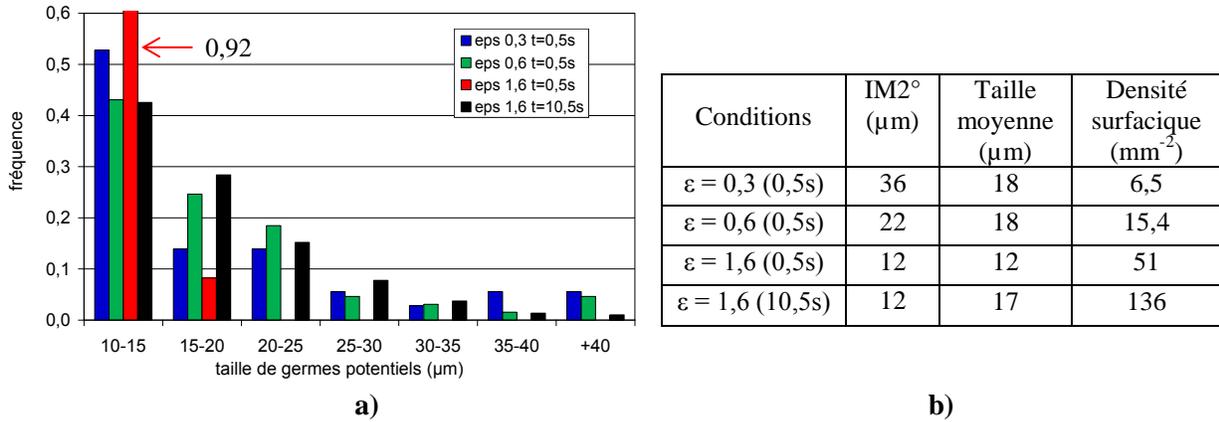


Figure V-27 : (a) distribution des tailles de germes potentiels, (b) intercept moyen à 2°, taille moyenne et densité surfacique de ces germes potentiels. Essais réalisés à 1100°C et 5s<sup>-1</sup>.

#### V.4.1.3. Grains recristallisés

➤ Taille de grains recristallisés

Lorsque les cinétiques de recristallisation sont comparables, comme dans le cas des séries  $\varepsilon = 0,3$  et  $\varepsilon = 0,6$  à 1170°C et 5s<sup>-1</sup> (Figure V-24-c), l'évolution de la taille de grains recristallisés, visible sur la Figure V-28, est similaire et conduit à une taille de grains d'environ 200μm en fin de recristallisation. Les profils d'évolution de la densité surfacique suivent également un profil analogue.

Lorsqu' il y a un écart marqué concernant les cinétiques de recristallisation, comme dans le cas des séries  $\varepsilon = 0,3$ ,  $\varepsilon = 0,6$  et  $\varepsilon = 1,6$  à 1100°C et 5s<sup>-1</sup> (Figure V-24-b), on constate que la recristallisation la plus rapide est associée avec la taille de grains la plus grande pour le même temps de maintien.

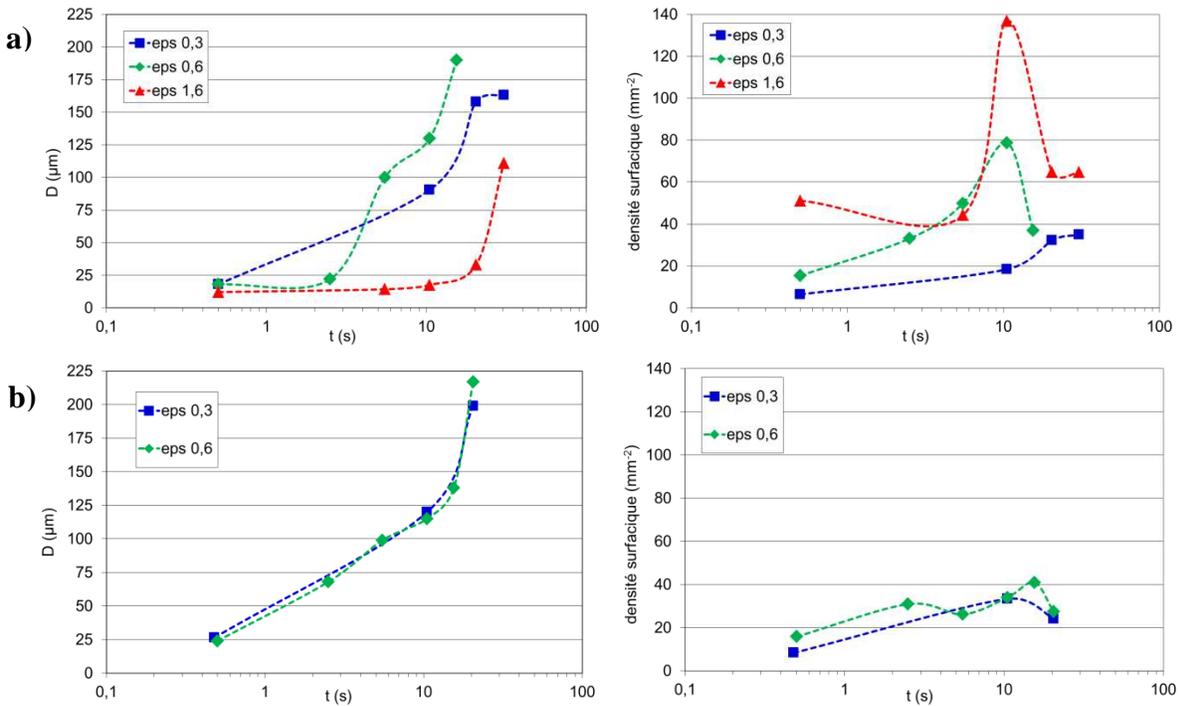


Figure V-28 : Evolution temporelle de la taille et de la densité surfacique des grains recristallisés pour diverses déformations. Essais réalisés à  $5s^{-1}$ ,  $1100^{\circ}C$  (a) et  $1170^{\circ}C$  (b).

➤ Densité de grains recristallisés

La Figure V-28 montre par ailleurs une diminution de la densité surfacique qui se produit avant l'obtention d'une microstructure complètement recristallisée. Cette remarque importante témoigne de la présence, durant le maintien, de deux phénomènes simultanés :

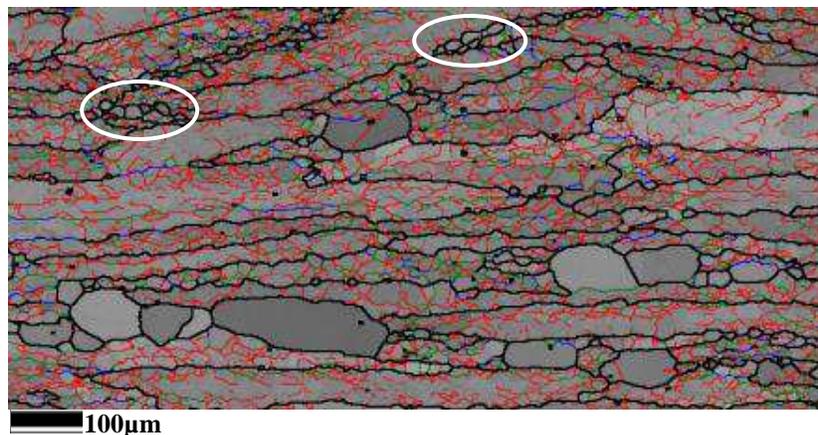
- la consommation des zones écrouies, générant une augmentation de la fraction recristallisée,
- la disparition des grains recristallisés les plus petits au bénéfice de la croissance des plus gros, entraînant une diminution de la densité surfacique globale de grains recristallisés.

Lors de la croissance pure de grains, si l'on considère que deux grains adjacents 1 et 2 ont la même énergie surfacique  $\gamma$ , la variation de taille s'exprime sous la forme [HUM 04]:

$$\frac{dR_1}{dt} = M\gamma \left( \frac{1}{R_1} - \frac{1}{R_2} \right) \quad V-2$$

Un fort gradient de taille au sein du matériau génère donc des conditions favorables à la croissance des grains recristallisés les plus gros au détriment de leurs voisins de taille plus faible.

Des grains en train d'être totalement consommés sont visibles dans la Figure V-25, pour  $\epsilon = 0,6$  et  $t = 10,5s$ , lorsque la recristallisation est déjà avancée ( $\%RX = 77\%$ ). Ce phénomène est encore plus prononcé aux grandes déformations puisqu'il a lieu également pour des temps de maintien où la fraction recristallisée est pourtant faible ( $\%RX = 8\%$ ), comme en témoigne la microstructure de la Figure V-29. Il est plus que probable que les grains de taille importante présents sur cette micrographie aient crû au détriment d'autres petits grains recristallisés adjacents. Avant que les conditions de croissance soient réunies pour ces grains particuliers, la microstructure de déformation devait ressembler aux zones cerclées de blanc. On note par ailleurs la chute marquée de la densité surfacique de grains recristallisés, passant de  $140$  à  $60\text{mm}^{-2}$  entre  $10s$  et  $20s$  (Figure V-28-a).



**Figure V-29:** cartographie EBSD en "band contrast + désorientation". Essai réalisé à  $\epsilon=1,6$ ,  $1100^{\circ}\text{C}$ ,  $5s^{-1}$  et  $20s$  de maintien.

➤ Recristallisation en clusters

La localisation des grains recristallisés, tout comme la germination, n'est pas homogène en volume dans le matériau. Expérimentalement, on constate que ces grains ont tendance à être regroupés sous forme de clusters. Dans ces régions, la fraction recristallisée est par conséquent plus élevée que la valeur moyenne déterminée sur la surface globale. A contrario, il existe des zones pour lesquelles la germination est peu favorable et qui sont donc peu recristallisées. La Figure V-29 illustre par exemple cette recristallisation en clusters.

Avec cette recristallisation en clusters, les conditions de disparitions des petits grains recristallisés consommés par les plus gros se trouvent renforcées puisque les surfaces de contact entre grains recristallisés sont plus importantes que dans le cas de la germination homogène.

## V.4.2. Influence de la température et de la vitesse de déformation

Dans cette partie, on s'intéressera uniquement à la série d'essais menés sur la nuance E2 et à la déformation  $\varepsilon = 0,6$ .

### V.4.2.1. *Cinétiques de recristallisation*

Les cinétiques de recristallisation, pour une gamme de température allant de 1000°C à 1220°C et des vitesses de 5s<sup>-1</sup>, 25s<sup>-1</sup> et 100s<sup>-1</sup> sont montrées sur la Figure V-30. L'observation la plus frappante est l'écart de comportement marqué entre les séries menées à 1000°C et 1100°C et ceci quelle que soit la vitesse. En effet, à 1000°C, une période d'incubation d'une dizaine de secondes est nécessaire avant que la fraction recristallisée n'augmente rapidement.

Pour les séries réalisées à 25s<sup>-1</sup> et surtout pour celles menées à 100s<sup>-1</sup>, la recristallisation progresse plus rapidement lorsque la température augmente entre 1100°C et 1170°C. En revanche, les courbes issues d'essais à 5s<sup>-1</sup>, montrent que la cinétique de recristallisation décroît lorsque la température augmente de 1100°C à 1220°C. Un accroissement de la température engendre, une mobilité plus grande, puisque celle-ci est thermiquement activée [HUM 04], favorable à une recristallisation plus rapide. Cela provoque également une diminution de la contrainte et donc de la densité de dislocations présentes au sein du matériau. Il y a donc diminution de la force motrice due à la différence de densité de dislocations entre un grain recristallisé et la matrice écrouie. Le bilan de ces deux effets, en terme de cinétiques, n'est pas le même à 5s<sup>-1</sup>, 25s<sup>-1</sup> et 100s<sup>-1</sup>. Lorsque la vitesse de déformation est élevée, il est favorable à une augmentation de la température. Lorsque l'on déforme aux plus basses vitesses, un accroissement de la température est en revanche défavorable à une recristallisation rapide.

En fonction de la vitesse, il faut entre 20s et 60s pour obtenir un état complètement recristallisé à 1000°C, entre 10s et 15s à 1100°C et entre 5s et 20s à 1170°C. La seule série de déformations menée à 1220°C (à 5s<sup>-1</sup>) montre une recristallisation incomplète après 20s. Les essais menés à 1100°C sont donc relativement indépendants de la vitesse de déformation, en termes de vitesse de recristallisation.

L'augmentation de la vitesse de déformation génère une cinétique de recristallisation plus rapide. En effet, la fraction de sous-joints générée au cours de la déformation est plus élevée et par conséquent la densité de sous-joints fortement désorientée est également plus importante. L'augmentation de la vitesse est alors favorable à un nombre de sites de germination plus élevé. De plus, la force motrice due aux dislocations libres au sein des zones écrouies sera elle aussi plus élevée. Ces deux causes engendrent donc une cinétique plus rapide.

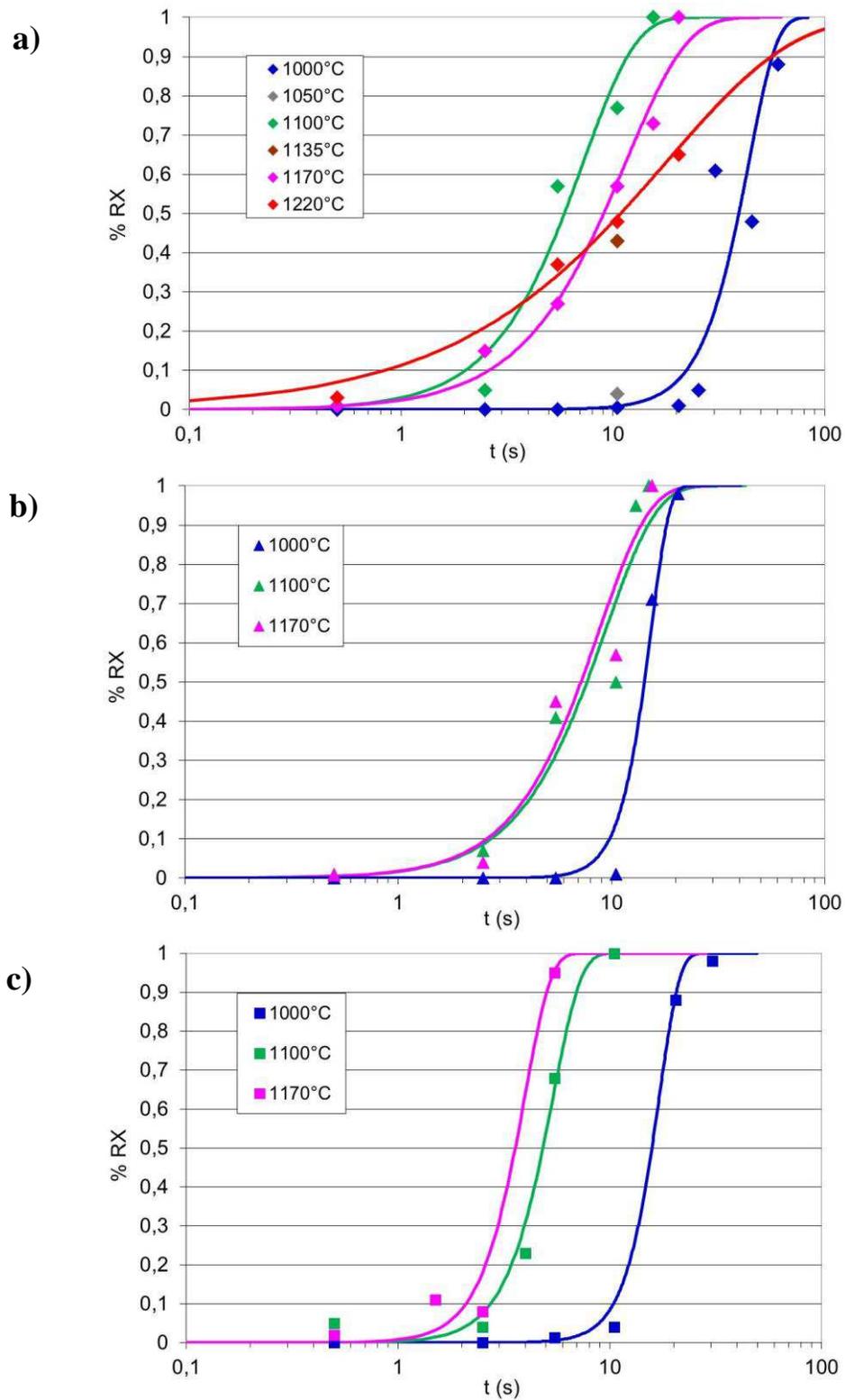


Figure V-30 : Evolution temporelle de la fraction recristallisée, pour une déformation de 0,6. La vitesse de déformation est respectivement  $5\text{s}^{-1}$  (a),  $25\text{s}^{-1}$  (b) et  $100\text{s}^{-1}$  (c).

V.4.2.2. Grains recristallisés

Les évolutions temporelles de taille de grains sont visibles sur la Figure V-32. Les tailles de grains suivent les mêmes variations avec la température que les cinétiques de recristallisation. A  $25s^{-1}$  et  $100s^{-1}$ , et pour toute durée de maintien, une augmentation de la température engendre une taille de grains plus élevée. A  $5s^{-1}$ , à l’instant  $t$ , les tailles de grains à  $1100^{\circ}C$  sont supérieures à celles observées à  $1170^{\circ}C$ , tout comme la fraction recristallisée. En revanche l’état complètement recristallisé est caractérisé par une taille de grains plus grande à  $1170^{\circ}C$ .

La comparaison des trois graphiques montre également qu’une augmentation de la vitesse de déformation engendre une taille de grains plus faible. Cela est à mettre en parallèle avec le fait que la densité de germes augmente avec la vitesse.

D’après la Figure V-31, la taille de grain caractéristique de l’instant où la microstructure atteint l’état complètement recristallisée varie linéairement avec le logarithme du paramètre de Zener-Hollomon ( $D(\mu m) = -21,3 \ln(Z) + 794$ ). Celle-ci est comprise approximativement entre  $80\mu m$  pour la condition la plus sévère ( $1000^{\circ}C$ ,  $100s^{-1}$ ) et  $220\mu m$  lorsque  $Z$  est le plus faible ( $1170^{\circ}C$ ,  $5s^{-1}$ ). La série effectuée à  $1220^{\circ}C$  et  $5s^{-1}$  pour laquelle la recristallisation n’est pas achevée, n’a pas été prise en compte.

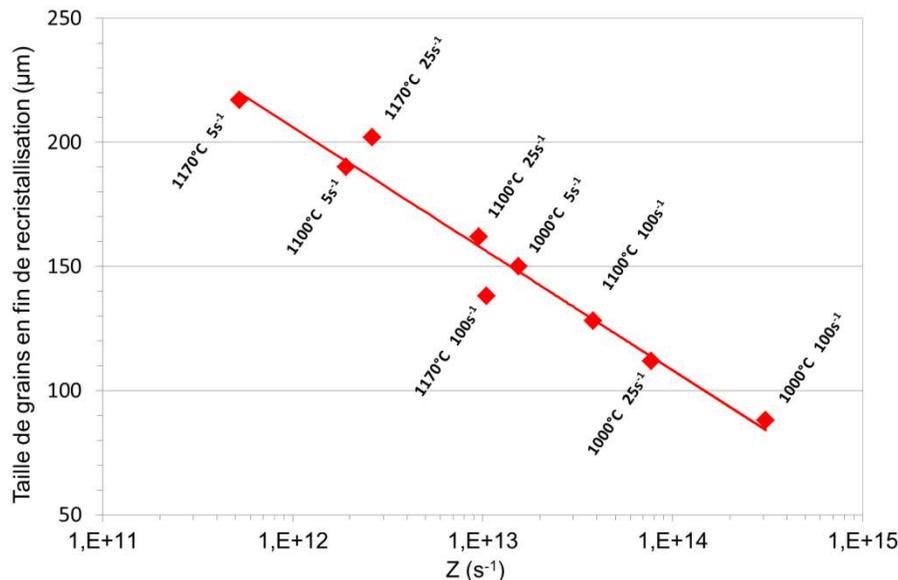


Figure V-31 : Evolution de la taille de grains obtenue en fin de recristallisation en fonction du paramètre de Zener-Hollomon, pour une déformation préalable de  $\epsilon=0,6$ .

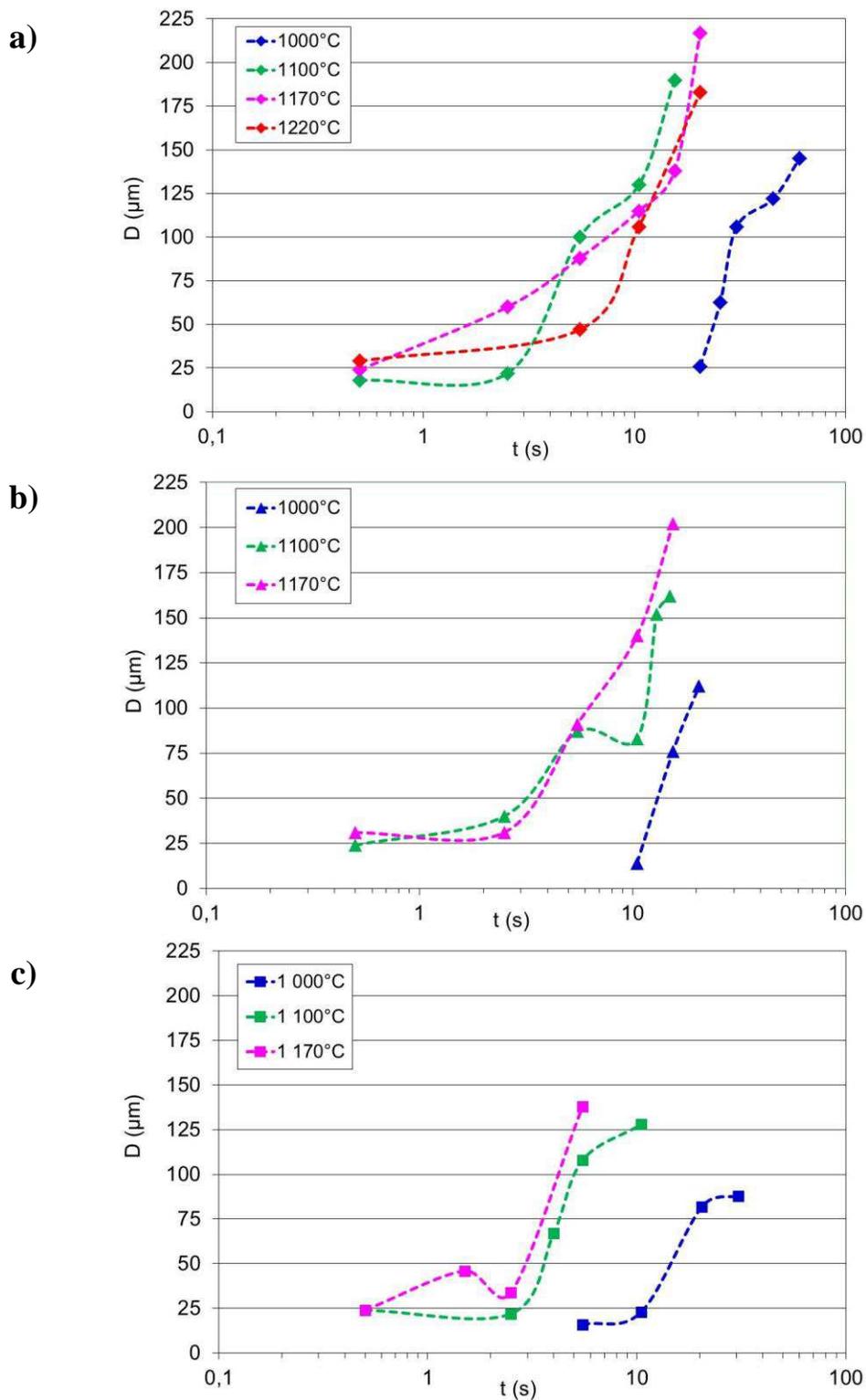


Figure V-32 : Evolution temporelle de taille de grains recristallisés, pour une déformation de 0,6. La vitesse de déformation est respectivement de  $5\text{s}^{-1}$  (a),  $25\text{s}^{-1}$  (b) et  $100\text{s}^{-1}$  (c). Le dernier point de chaque série correspond au moment où la recristallisation est (quasi) achevée, exception faite de la série  $1220^\circ 5\text{s}^{-1}$ .

A l'image des observations faites dans la section relative à l'influence la déformation, on constate la disparition de certains grains recristallisés avant d'atteindre une microstructure complètement recristallisée. Ceci est valable pour toutes les températures et vitesses de déformation. L'évolution de la densité surfacique de grains recristallisés, pour les séries effectuées à  $25\text{s}^{-1}$  est montrée sur la Figure V-33. Cette figure met également en évidence un aspect important concernant les germes potentiels identifiables à  $1000^\circ\text{C}$ . Dans ce cas, tout comme pour les séries effectuées aux grandes déformations, on constate un temps d'incubation à cette température, avant une recristallisation relativement rapide. L'origine de ce retard est cependant différente. En effet, la densité de grains recristallisée est proche de zéro pendant dix secondes avant d'augmenter fortement. Le temps d'incubation à basse température est en fait plutôt le temps nécessaire à la formation de germes potentiels par des phénomènes de restauration.

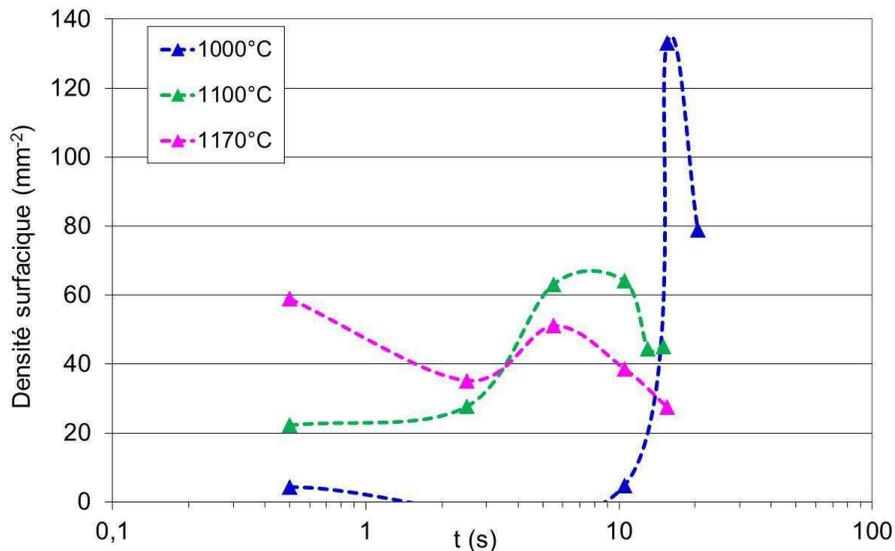


Figure V-33 : Evolution temporelle de la densité de grains recristallisés. Essais effectués à  $25\text{s}^{-1}$ .

#### V.4.2.3. Texture de recristallisation

Les textures associées à une microstructure recristallisée, sont présentées dans le Tableau V-3. Celles-ci sont fortement différentes des textures de déformation exposées dans le § V.3.2.2. En effet, on observe un affaiblissement important, voire une disparition des textures de fibres  $\alpha$  et  $\gamma$ . Par ailleurs, on observe une proportion d'orientations proches de l'orientation cube élevée pour plusieurs cas. Par cet aspect, on se rapproche de la texture de l'ébauche initiale, où cette orientation était associée à environ 10% de la microstructure. Dans l'aluminium, matériau CFC à

haute énergie de défaut d'empilement, l'orientation cube stocke moins d'énergie générée par la déformation que les autres familles d'orientation, et la croissance de germes d'orientation cube par SIBM (strain-induced boundary migration, cf §II.4.2.2) est également observée [WAN 12].

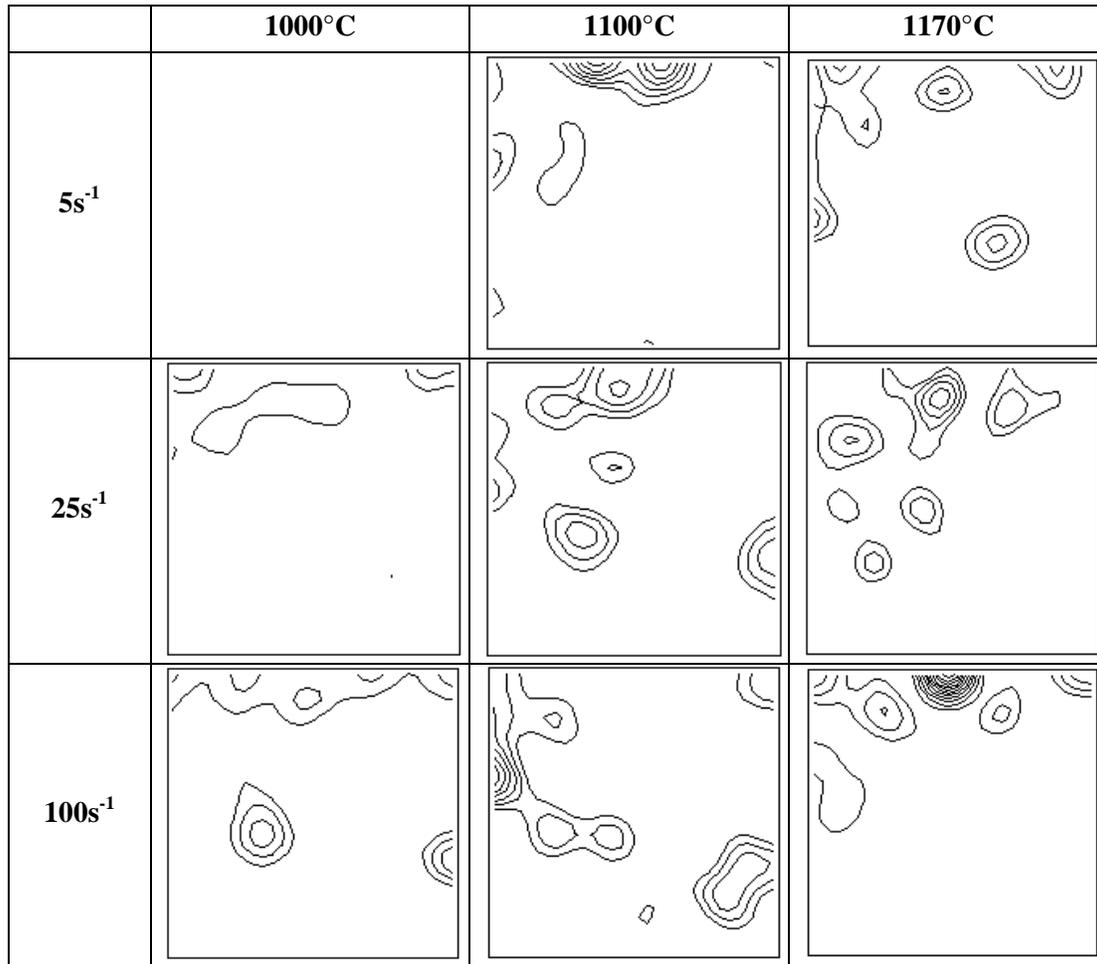


Tableau V-3 : Coupe ODF à  $\phi_2 = 45^\circ$  de microstructures ayant complètement recristallisées après une déformation appliquée de  $\epsilon = 0,6$ . Le pas entre chaque niveau d'intensité est de 1, le premier représenté étant d'intensité 2.

### V.4.3. Influence de la taille de grains initiale

Cet aspect a été investigué uniquement pour une condition expérimentale, à savoir une déformation de 0,6 à 1100°C et 25s<sup>-1</sup>. Les résultats en terme de fraction et de taille de grains recristallisés sont présentés sur la Figure V-34.

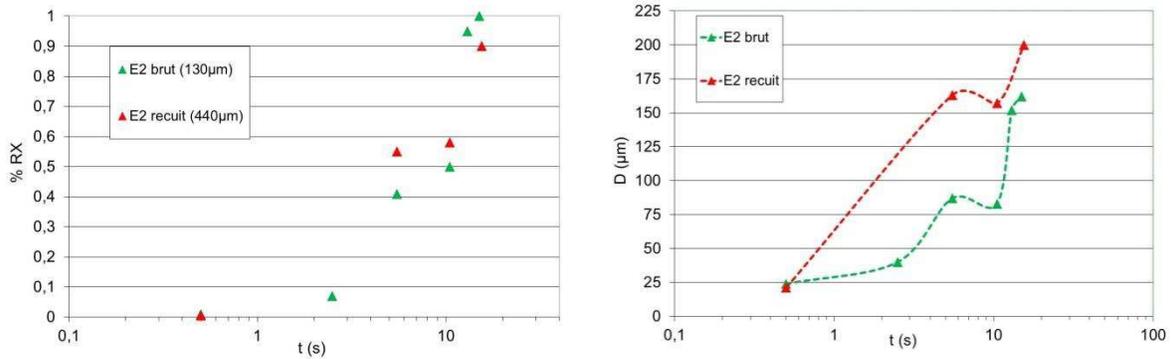


Figure V-34 : Evolution temporelle de la fraction recristallisée et de la taille de grains après déformation de 0,6 à 1100°C et 25s<sup>-1</sup>.

Comme cela a déjà été écrit précédemment, il y a germination préférentielle aux joints de grains. La surface de joints par unité de volume est proportionnelle à 1/D. Comme la taille de grains initiale est trois à quatre fois plus grande après recuit, le nombre de sites de germination identifiés pour E2 recuit devrait donc être beaucoup moins grand que E2 brut. C'est ce que l'on constate expérimentalement puisque pour les essais effectués sans maintien, les densités de germes potentiels sont respectivement de 5mm<sup>-2</sup> et 22mm<sup>-2</sup>. Les microstructures de déformation sont montrées sur la Figure V-35. De plus, les différences d'écrouissage d'un grain à l'autre sont clairement identifiables sur la micrographie associée à E2 recuit.

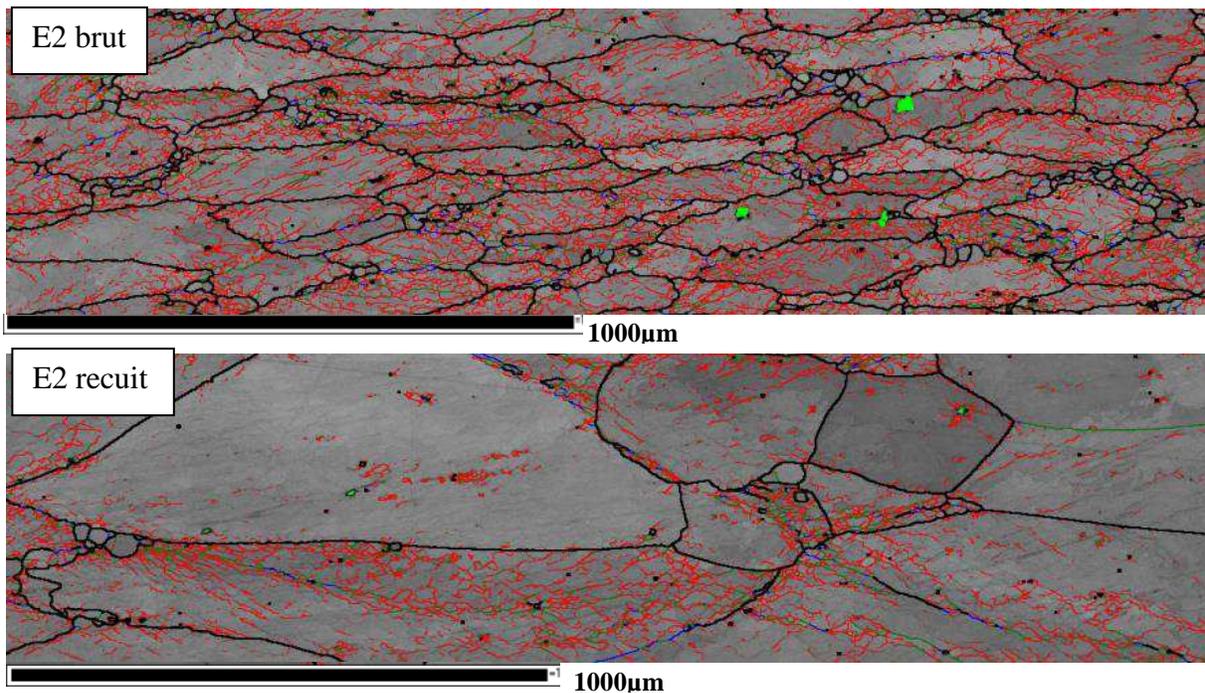


Figure V-35 : micrographies EBSD "Band Contrast + désorientation" concernant les microstructures après déformation de 0,6 à 1100°C et 25s<sup>-1</sup> pour E2 brut et E2 recuit.

Bien que la densité de germes présents soit bien plus faible, les cinétiques de recristallisation de E2 recuit et E2 brut sont très similaires. Les phénomènes mis en jeu sont en revanche un peu différents. Dans les premières secondes de maintien, on peut considérer pour E2 recuit qu'il n'y a pas d'interactions entre les grains recristallisés, puisque ceux-ci sont très espacés les uns des autres, d'où une croissance environ deux fois plus rapide des grains par rapport à E2 brut. Après quelques secondes, la fraction recristallisée devient trop grande pour que cette observation reste vraie et les interactions entre grains recristallisés ne peuvent plus être négligées. Les grains recristallisés sont néanmoins plus gros et moins nombreux pour une fraction recristallisée équivalente, comme en témoignent les microstructures après 10s de maintien, présentées sur la Figure V-36.

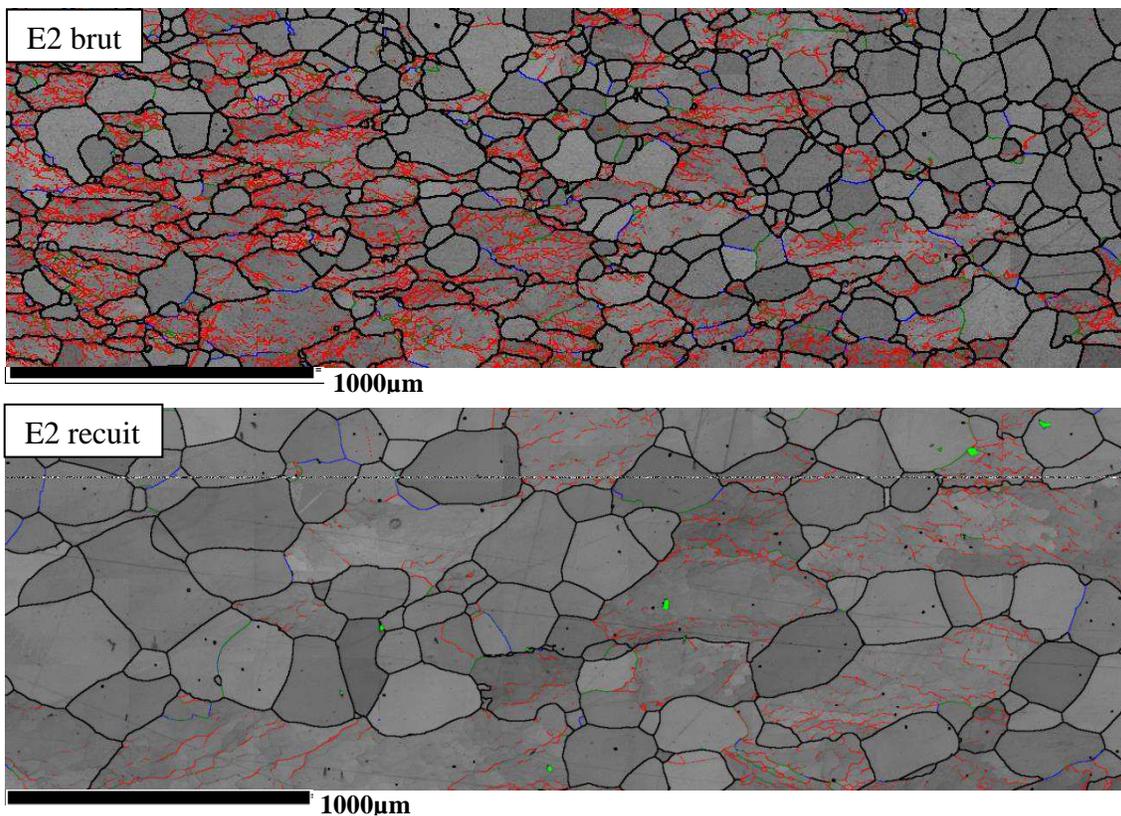


Figure V-36 : micrographies EBSD "Band Contrast + désorientation" concernant les microstructures après déformation de 0,6 à 1100°C et 25s<sup>-1</sup> suivie de 10s de maintien pour E2 brut et E2 recuit.

#### V.4.4. Influence de la composition chimique

Les études précédentes portaient toutes sur la nuance E2. Dans cette section seront décrits succinctement les écarts de comportement entre la nuance E2 et la nuance E1 recuite 1h à 1150°C.

Les microstructures sont complètement recristallisées, la taille de grains initiale est de 130 $\mu\text{m}$  pour E2 et 220 $\mu\text{m}$  pour E1 recuit.

V.4.4.1. Résultats expérimentaux

A l’image des résultats exposés sur la Figure V-37, l’évolution post-dynamique de la microstructure de la nuance E1 est très éloignée de celle observée pour E2. Les résultats présentés pour les séries réalisés à 25s<sup>-1</sup> sont généralisables aux autres vitesses. La recristallisation est donc très peu avancée pour des durées de maintien pour lesquelles elle est achevée avec la nuance E2.

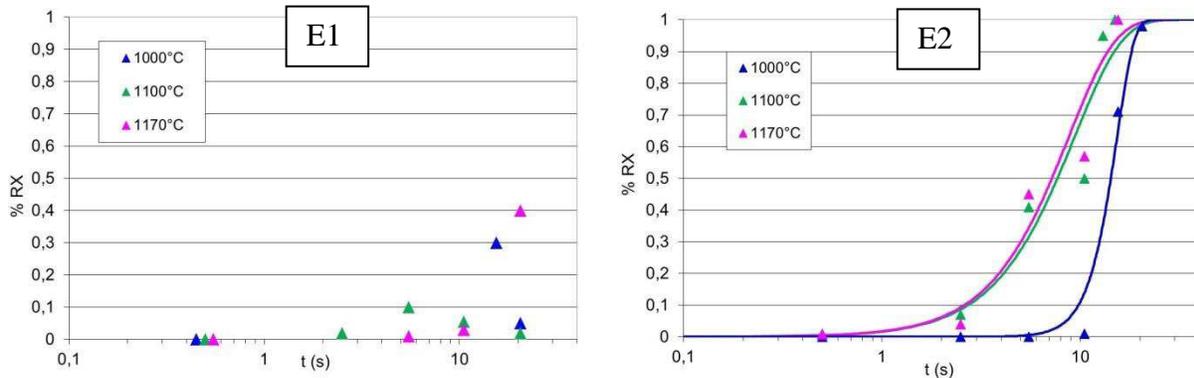


Figure V-37 : Evolution temporelle de la fraction recristallisée pour diverses déformations. Essais réalisés à  $\epsilon = 0,6$  et 25s<sup>-1</sup> pour la nuance E1 et E2.

Le cas à 1100°C est frappant ; les différences de microstructures après un maintien de 10s sont montrées sur la Figure V-38 et les données caractéristiques concernant la recristallisation sont regroupées dans le Tableau V-4. La taille de grains est semblable dans les deux cas. En revanche le nombre de sites de germination activés est très inférieur pour l’essai associé à E1 recuit, générant cette différence de fractions recristallisées.

	E1	E2
Fraction RX (%)	6	50
Taille moyenne de grains RX ( $\mu\text{m}$ )	83	83
Densité surfacique ( $\text{mm}^{-2}$ )	6	64

Tableau V-4 : Caractérisation de la recristallisation après déformation de 0,6 à 1100°C et 25s<sup>-1</sup> suivie de 10s de maintien.

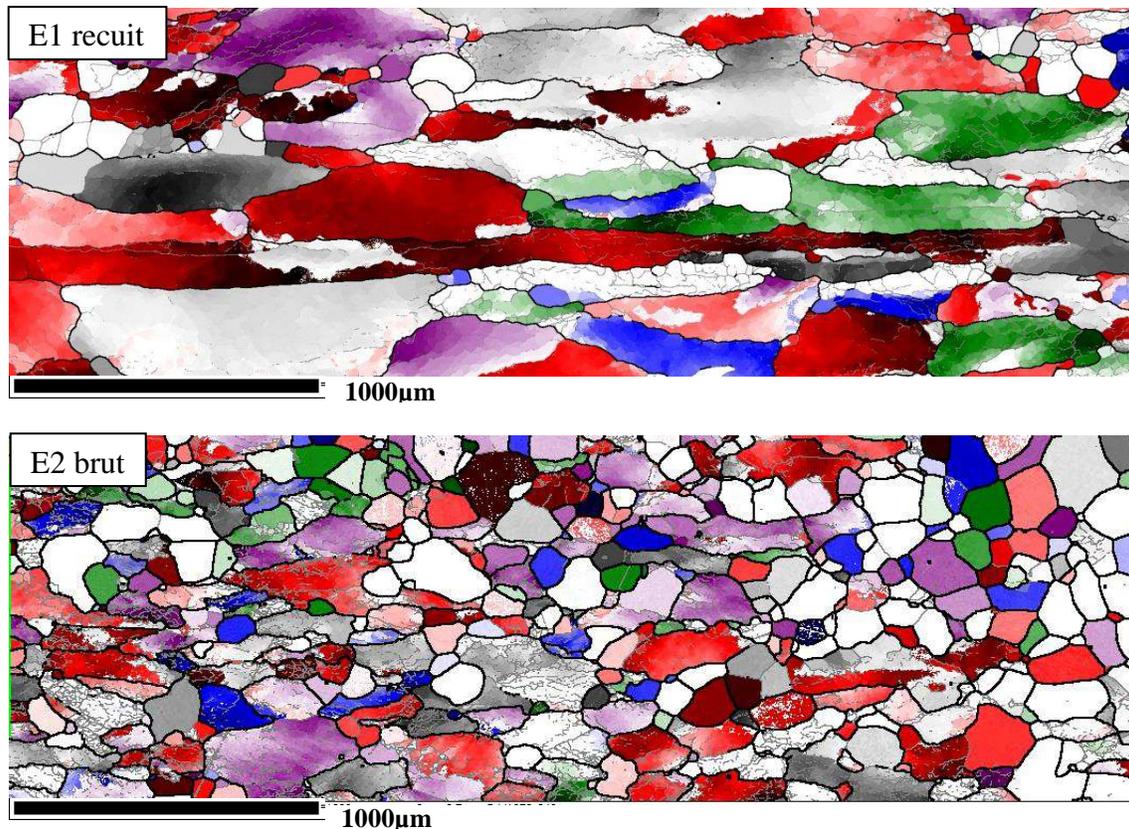


Figure V-38 : Cartographie EBSD "texture + désorientations" des nuances E1 et E2 après 10s de maintien. Essais réalisés à  $\varepsilon = 0,6$  et  $1100^{\circ}\text{C}$  et  $25\text{s}^{-1}$ .

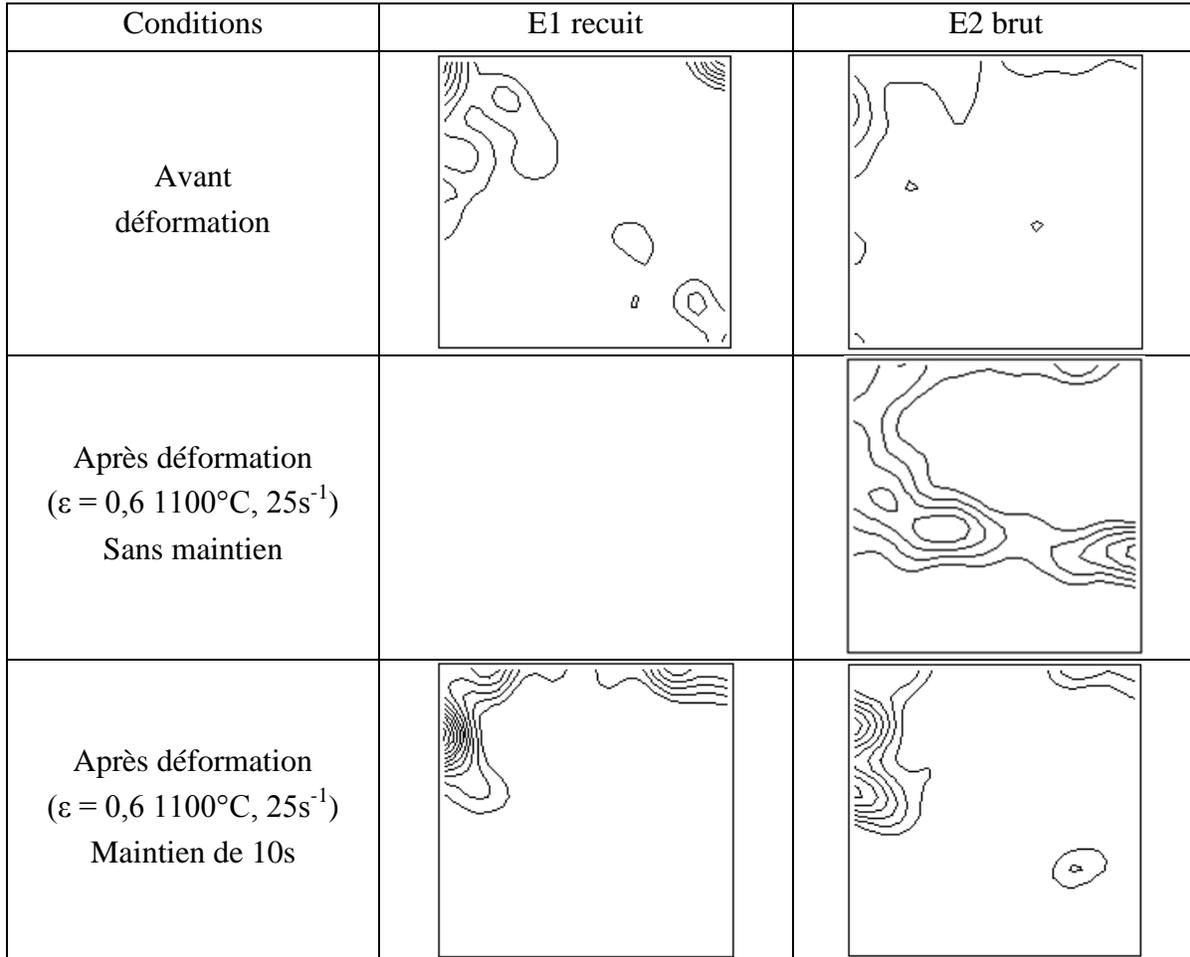
En plus d'une microstructure très peu recristallisée, la microstructure associée à E1 recuit (Figure V-38) témoigne d'une texture de fibre  $\alpha$  marquée. Le rôle de la texture est une des idées développées dans la section suivante pour expliquer les différences importantes constatées entre les deux nuances.

#### V.4.4.2. Causes possibles de cet écart

##### ➤ *La texture*

Les coupes ODF à  $\varphi_2 = 45^{\circ}$  de la Figure V-39 témoignent tout d'abord de textures différentes avant déformation. On note que la composante cube tourné est très présente dans E1 recuit, ainsi que la présence inattendue de grains d'orientation Goss. La texture de E2 brut est plus homogène, légèrement dominée par la fibre  $\alpha$ . La nuance E2 après déformation se caractérise par une texture de fibres  $\alpha$  et  $\gamma$  marquées ainsi que la présence persistante de grains d'orientation variant de cube à cube tourné. La texture juste après déformation de E1 n'a pas été étudiée. Cependant, puisque après 10s de maintien seuls 6% de la surface sont recristallisés, on

peut considérer que la texture est quasiment identique à la texture de déformation. On constate alors que celle-ci est très éloignée de celle associée à E2 après déformation ( $t=0,5s$ ) puisque la fibre  $\gamma$  est inexistante ou presque et les textures cube tourné et surtout  $\{113\} < 1\bar{1}0 >$  sont très marquées.



**Figure V-39: Coupes ODF à  $\phi_2 = 45^{\circ}$  pour diverses conditions. Le pas entre chaque niveau d'intensité est de 1, le premier représenté étant d'intensité 2.**

Les textures de déformation sont donc différentes. S'il est clair que la texture de E2 après déformation n'est pas un frein à une recristallisation rapide, la texture de E1 après déformation, caractérisée par une fibre  $\alpha$  très intense, peut être un élément défavorable à la formation de germes, largement inférieure pour cette nuance (Tableau V-4). Ces différences observées pour la texture entre les deux nuances peuvent être une des raisons expliquant les cinétiques de recristallisation très éloignées. En effet, tous les grains ne se déformant pas de la même façon suite à une sollicitation mécanique, il est probable que les orientations associées à la nuance E2 soient plus favorables à l'apparition et à la croissance de nouveaux grains recristallisés.

### ***La taille de grains initiale***

Celle-ci est en effet différente, 220 $\mu\text{m}$  et 130 $\mu\text{m}$  respectivement pour E1 recuit et E2 brut. D'après le Tableau V-4, la nuance E1 recuit présente une densité de germination très inférieure à E2 brut. Par ailleurs, la germination se déroulant aux joints de grains, la densité volumique de germes est alors proportionnelle à la surface de grains par unité de volume et donc à  $1/D_0$ . L'écart de taille de grains initiale étant inférieure à un facteur 2, elle ne permet donc pas d'expliquer le rapport 10 existant entre les deux densités de grains recristallisés.

### ***Précipités / Eléments en solution solide***

Les deux nuances n'ayant pas la même composition chimique, la nature et la quantité des précipités et éléments en solution solide sont donc différentes. La partie III.1.1 présente la composition chimique globale du matériau. Nous ne discuterons ici que de l'influence de la nature des stabilisants et de leurs interactions avec le carbone et l'azote. La quantité de chacun de ces éléments est indiquée dans le Tableau V-5.

Par ailleurs, l'étude précédente comparant E2 et E2 recuit a montré que lorsque la densité de grains recristallisés était moins forte, les grains étaient plus gros car ils étaient moins sujets à des interactions freinant leur croissance. E1 recuit a une densité de grains recristallisés dix fois plus faible que E2, et pourtant les grains ont la même taille, ce qui souligne le fait que la vitesse de croissance de grains au sein des zones écrouies, et donc la mobilité et/ou la force motrice, est plus faible.

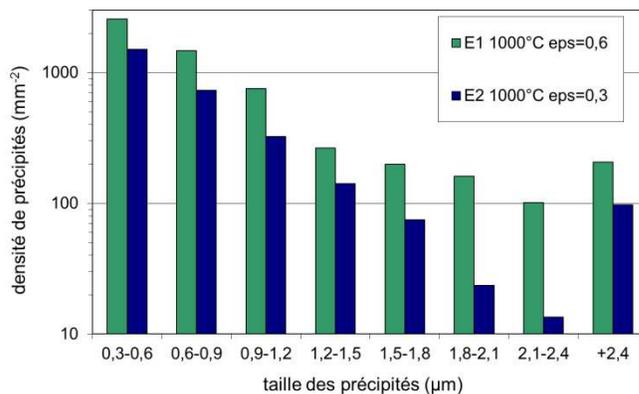
	Nb	Ti	C	N	$\Delta\text{Nb}$
E1	0,414	0,003	0,017	0,022	0,13
E2	0,459	0,109	0,013	0,028	0,39

**Tableau V-5 : Composition chimique (% massique) des éléments stabilisants (Ti, Nb) et des éléments d'insertion (C, N) pour E1 et E2.**

Une première remarque fait référence à l'étude rhéologique de ces deux nuances effectuées dans la partie IV. Les contraintes maximales atteintes au cours des essais sont supérieures pour la nuance E2, de l'ordre de 10%. De plus, si l'on admet que la contrainte ne dépend que de la densité de dislocations présentes au sein du matériau, alors cette dernière est proportionnelle au carré de la contrainte [BAS 59]. Par conséquent, la force motrice due aux dislocations pour la migration des joints de grains est supérieure pour E2.

La seconde remarque concerne la valeur de  $\Delta Nb$ . Celle-ci est trois fois plus élevée pour la nuance E2. La mobilité des joints est affectée par les éléments en solution solide, et en particulier par le Nb. A priori, l'excès de Nb doit être plus défavorable à la mobilité des parois, et par conséquent à la recristallisation, dans la nuance E2 que dans la nuance E1. Même si aux températures les plus élevées la remise en solution d'éléments d'addition est plus importante pour la nuance E1, il semble peu probable que la mobilité des joints de grains à ces températures en soit bien plus affectée pour la nuance E1 que pour E2.

La troisième remarque concerne les précipités. Comme cela a été signalé dans la section IV-5, la nature et la stabilité des précipités diffèrent suivant la nature des stabilisants. Des surfaces de 1 à 2 mm<sup>2</sup> ont été caractérisées à l'aide de la microscopie électronique à balayage et en utilisant les électrons rétrodiffusés. Un balayage d'un pas de 0,1µm a été effectué sur ces surfaces. Les précipités sont délimités grâce aux contrastes en niveau de gris générés par les différences de compositions chimiques, ces dernières étant estimées à l'aide d'analyse EDX. Seuls les précipités dont la taille est supérieure à 0,3µm ont été conservés, afin d'avoir une taille d'au moins trois fois le pas. Les précipités les plus petits ne sont donc pas comptabilisés. Un histogramme de distribution de taille de précipités, après des déformations de 0,6 pour E1 et 0,3 pour E2, à 1000°C et 5s<sup>-1</sup>, ainsi que quelques données caractéristiques sont présentés sur la Figure V-40 et dans le Tableau V-6.



**Figure V-40 : Histogramme de distribution de taille des précipités, après une déformation de 0,6 pour E1 et 0,3 pour E2 à 1000°C et 5s<sup>-1</sup>.**

	E1	E2
D moyen (µm)	0,85	0,79
Densité (mm <sup>-2</sup> )	5700	2900
Fraction surfacique	0,0052	0,0027

**Tableau V-6 : Caractérisation de la précipitation, après une déformation de 0,6 à 1000°C et 5s<sup>-1</sup>.**

Même si les déformations ne sont pas les mêmes pour ces deux nuances, voici quelques enseignements que l'on peut en déduire :

- La taille moyenne des précipités est comparable pour les deux nuances.

- Les TiN ( $\sim 2,5\mu\text{m}$ ) sont plus gros que les Nb(C,N) ( $\sim 0,6\mu\text{m}$ ) pour E2.
- L'allure des histogrammes de taille est similaire.
- La nuance E1 a une densité surfacique et une fraction surfacique de précipités détectés environ deux fois plus grande que E2.

Il est surprenant de constater que la fraction surfacique est deux fois plus faible pour E2 alors que suivant les compositions chimiques, la quantité de C+N à précipiter est la même et donc ces fractions devraient être comparables dans les deux nuances. On peut donc supposer que la densité de petits précipités non détectés est alors plus faible pour la nuance E1 que pour la nuance E2. Cela est d'ailleurs en accord avec la taille moyenne des précipités sans Ti plus importante pour E1 ( $0,85\mu\text{m}$ ) que pour E2 ( $0,6\mu\text{m}$ ).

Ainsi, avec des fractions volumiques de précipités identiques pour les deux nuances, une taille de précipités comparable (et même plutôt inférieure pour E2) et sachant que la force de freinage due aux précipités (Zener pinning) est proportionnelle au rapport entre la fraction volumique de précipités et leur taille moyenne, les conséquences sur la recristallisation engendrées par la présence de précipités sont, si ce n'est identiques, du moins comparables pour ces deux nuances.

On ne peut donc expliquer les différences de recristallisation par un écart de distributions de précipités entre ces deux nuances.

➤ **Bilan**

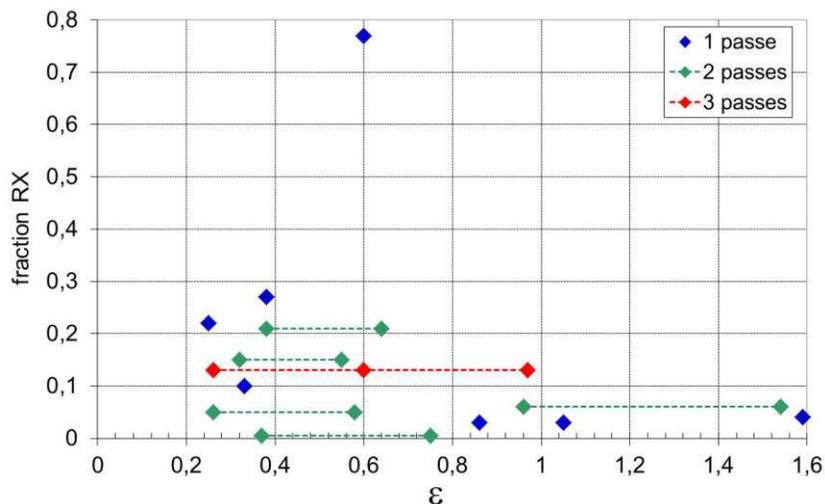
Il est possible que la taille de grains initiale ainsi que les précipités / éléments en solution solide aient une influence mineure sur les écarts de cinétiques de recristallisation par Zener pinning ou diminution de la mobilité à cause des éléments en solution solide. Cependant, la texture ainsi que la différence de densité de dislocations introduites (qui est une conséquence de compositions chimiques différentes) semblent être les phénomènes prépondérants permettant d'expliquer l'absence de recristallisation significative pour la nuance E1 puisque peu de sites de germination sont activés et que la force motrice est moindre.

## V.5. Essais multipasses

Tous les essais multipasses ont été réalisés suivant le même schéma :

- les déformations et les divers maintiens sont effectués à température constante,
- chaque temps interpasse dure dix secondes,
- la dernière déformation est suivie d'un maintien en température de dix secondes.

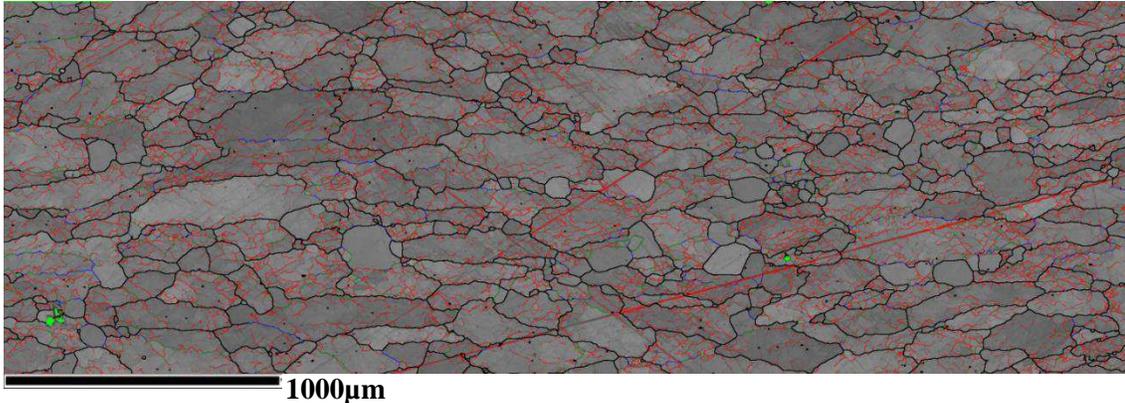
Des schémas multipasses ont été testés à trois températures différentes, à savoir 1100°C, 1170°C et 1220°C et mènent à des conclusions identiques. La Figure V-41 présente les fractions recristallisées obtenues après des essais comportant 1, 2 et 3 passes à 1100°C. Ces fractions correspondent bien sûr aux surfaces recristallisées à la fin du maintien succédant la dernière passe. Les points intermédiaires des essais à 2 et 3 passes permettent de repérer les déformations associées aux passes précédentes.



**Figure V-41 : Evaluation de la fraction recristallisée pour divers schémas mono et multipasses. Essais effectués à 1100°C et 5s<sup>-1</sup>.**

Tout d'abord, on note que la fraction recristallisée après une déformation monopasse d'environ 0,3 est de l'ordre de 20%. Elle est d'environ 75% après une déformation de 0,6. De plus, trois essais à deux passes d'environ 0,3 chacune, pour une déformation totale proche de 0,6 ont été réalisés. Pour chacun de ces essais, la fraction recristallisée finale est inférieure à 20%, elle est donc très inférieure à la fraction obtenue après un essai monopasse. Ceci constitue un résultat important ; pour des déformations totales modérées (ici 0,6) la fraction recristallisée est plus élevée après une seule déformation (de 0,6) qu'après deux déformations plus petites (0,3 + 0,3) séparées par un temps interpasse de 10s. Dans cette dernière condition, la densité de grains

recristallisés et la taille moyenne associée sont au moins deux fois plus faible qu'après une seule déformation. Ainsi, la micrographie de la Figure V-42 témoigne d'une fraction recristallisée de 5%, d'une densité de grains recristallisés de  $16\text{mm}^{-2}$  et de taille moyenne  $53\mu\text{m}$ , alors qu'après une seule déformation équivalente la fraction était de 77%, la densité de  $78\text{mm}^{-2}$  et la taille moyenne  $130\mu\text{m}$ .



**Figure V-42 : cartographie « band contrast + désorientation » pour un essai double passe à  $1100^{\circ}\text{C}$  et  $5\text{s}^{-1}$  avec  $\varepsilon_1 = 0,26$  et  $\varepsilon_2 = 0,32$ .**

Une interprétation possible pour expliquer la faible recristallisation est la suivante. La première déformation de 0,3 génère des sites de germination et conduit à la recristallisation d'une partie (environ 20%) du matériau au cours du maintien. Cependant tous les sites favorables de germination (points triples, sous-structure fortement désorientée au sein de certains grains ...) présents au sein de la matrice ont été consommés et même en appliquant une deuxième déformation aux zones écrouies (80%) les sites de germination ne sont pas ou très peu renouvelés. L'écrouissage, au cours de la deuxième passe, des grains ayant recristallisé fournit certainement quelques sites de germination, mais le bilan en termes de densité volumique de sites de germination reste très défavorable dans le cas d'un schéma deux passes (0,3 + 0,3) par rapport à une seule déformation plus importante (0,6).

Concernant les essais aux grandes déformations, que ceux-ci soient réalisés avec un schéma monopasse ou bien double passe, la fraction recristallisée est très faible après 10s de maintien, les conditions de déformation étant défavorable à la germination.

## V.6. Migration des joints de grains et précipitation

Comme cela a été exposé au § II.2.6.2, les précipités peuvent exercer une force s’opposant aux mouvements des joints de grains. Pour évaluer l’épinglage de Zener généré par la précipitation, la taille moyenne des précipités ainsi que leur fraction volumique ont été estimées dans diverses conditions et suivant la méthode déjà décrite au § V.4.4.2. Les histogrammes de distribution de taille de précipités sont montrés sur la Figure V-43, le Tableau V-7 regroupant la taille moyenne ainsi que la fraction surfacique.

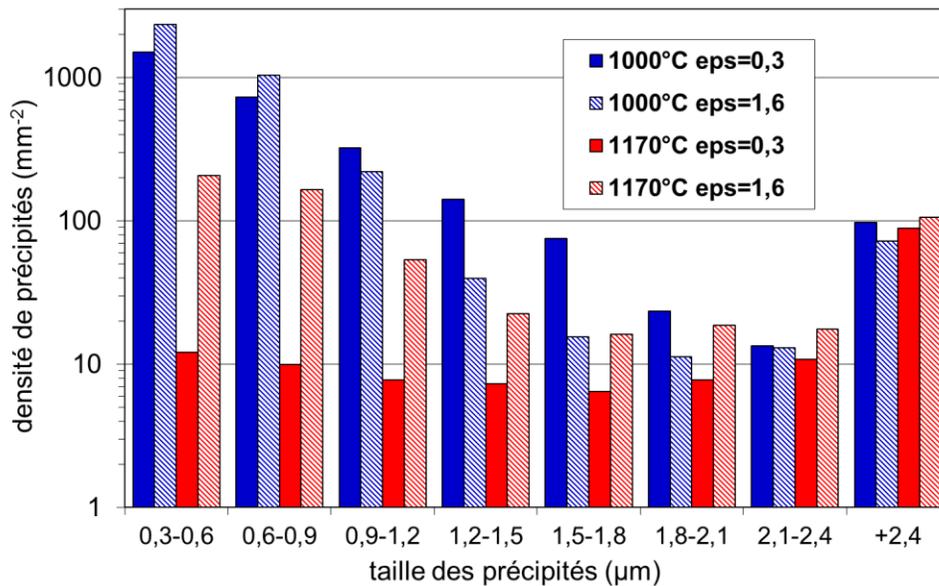


Figure V-43: Histogramme de distribution de taille de précipités. Nuance E2, vitesse de déformation 5s<sup>-1</sup>.

T (°C)	$\epsilon$	Taille moyenne ( $\mu\text{m}$ )	Densité surfacique ( $\text{mm}^{-2}$ )	Fraction surfacique
1000	0,3	0,79	2907	0,0028
	1,6	0,64	3749	0,0021
1170	0,3	2,77	151	0,0012
	1,6	1,34	606	0,00089

Tableau V-7 : Caractérisation de la précipitation. Nuance E2, vitesse de déformation 5s<sup>-1</sup>.

On constate tout d’abord que l’augmentation de la déformation fragmente les précipités puisque la taille moyenne diminue et que la fréquence des précipités de petite taille augmente. La densité de précipités, bien plus faible à 1170°C qu’à 1000°C, témoigne d’une remise en solution

importante des carbonitrides de niobium. Dans la condition  $\varepsilon = 0,3$  à  $1170^{\circ}\text{C}$ , l'ensemble des précipités détectés, de taille moyenne  $2,77 \mu\text{m}$ , contiennent du titane, ce qui signifie que tous les précipités au niobium ont été remis en solution. En revanche à la même température et pour une déformation  $\varepsilon=1,6$ , environ la moitié des précipités détectés ne contiennent pas de niobium et ont une taille moyenne  $1,9 \mu\text{m}$ , l'autre moitié des précipités, contenant du niobium, étant de taille moyenne  $0,6 \mu\text{m}$ . Cela suppose donc que la grande déformation appliquée a entraîné de la précipitation dynamique au sein du matériau.

En assimilant la fraction surfacique de précipités à la fraction volumique, la force de freinage  $F_Z$  due aux précipités a été calculée et confrontée à la force motrice  $F$  générée par la densité de dislocations dans le cas de déformation à  $5\text{s}^{-1}$  (Tableau V-8). Avec la méthode de détection appliquée, c'est-à-dire en comptabilisant l'ensemble des précipités dont la taille est supérieure à  $0,30 \mu\text{m}$ , la force motrice engendrée par la densité initiale de dislocations est d'au moins un ordre de grandeur supérieure au freinage que peuvent engendrer les précipités. Le seuil de détection ne permettant pas de comptabiliser les précipités les plus petits, l'épinglage de Zener est probablement plus élevé que celui estimé. Même si la taille moyenne des précipités est en réalité deux fois plus faible, la force motrice est suffisamment forte pour qu'il soit permis de négliger la force de freinage engendrée par les précipités, d'autant plus que pour cette comparaison le terme moteur additionnel engendré par une différence d'énergie des joints de grains n'a pas été pris en compte.

T ( $^{\circ}\text{C}$ )	$\varepsilon$	$F_Z = \frac{3\gamma}{d} f_v$ ( $\text{kJ.m}^{-3}$ )	$F = \frac{1}{2} \rho \mu b^2$ ( $\text{kJ.m}^{-3}$ )	$F/F_Z$
1000	0,3	8,4	96,1	11
	1,6	7,8	96,1	12
1170	0,3	1,1	34,8	32
	1,6	1,6	34,8	22

**Tableau V-8 : Comparaison de la force motrice et de l'épinglage de Zener. Nuance E2, vitesse de déformation  $5\text{s}^{-1}$ .**

Dans la modélisation de la recristallisation, l'épinglage de Zener sera donc négligé. La micrographie de la Figure V-44, sur laquelle on peut voir les carbonitrides de niobium de couleur blanche et les nitrures de titane de couleur noire, montre bien que les joints de grains recristallisés ne sont pas ancrés par les précipités présents dans le matériau.

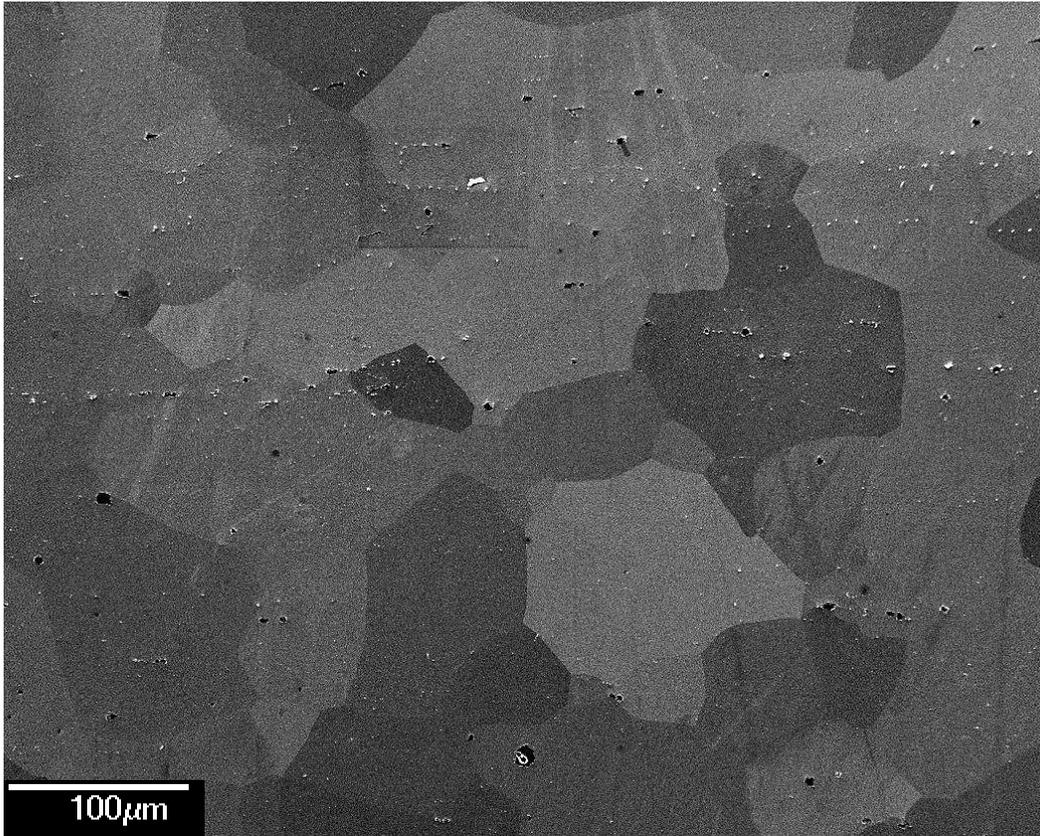


Figure V-44 : Etat de la précipitation dans la nuance E2 ayant recristallisé après déformation de 0,6 à 1000°C et 25s<sup>-1</sup>.

## V.7. Synthèse

Par l'intermédiaire des études présentées dans la partie V.3, l'influence de la quantité de déformation, de la température et de la vitesse de déformation sur l'évolution dynamique du matériau a été présentée. L'évolution post-dynamique du matériau au cours de divers maintiens en température après des essais monopasses (section V.4), et en particulier la faculté de recristalliser ou non, est bien évidemment intimement liée à la microstructure de déformation.

Il a été mis en évidence que les cinétiques de recristallisation ne suivaient pas une évolution monotone avec la déformation. Une accélération des cinétiques de recristallisation a été constatée entre les séries  $\epsilon=0,3$  et  $\epsilon=0,6$  qui peut être expliquée par une augmentation de la densité de grains recristallisés dans le matériau. En revanche, lorsque la déformation est trop

importante, un maintien d'au moins 10s est nécessaire à la croissance de certaines cristallites pour que celles-ci deviennent des germes et que la recristallisation progresse.

Concernant l'influence de la température, une transition marquée a été constatée entre les séries de déformation à 1000°C et 1100°C. A 1000°C, un temps d'incubation est nécessaire à la réorganisation des parois et donc à la formation progressive de germes alors qu'aux séries déformées aux plus hautes températures, la recristallisation débute instantanément.

La vitesse de déformation est le paramètre étudié influant le moins sur la vitesse de recristallisation. On note une cinétique un peu plus élevée et une taille de grains en fin de recristallisation plus faible lorsque la vitesse augmente, conséquence d'une densité de germes plus importante.

Enfin, une taille de grains initiale plus grande, entraîne une cinétique de recristallisation relativement comparable dans le cas étudié. Les grains recristallisés sont moins nombreux mais ceux-ci grossissent plus vite en raison du fait qu'ils sont plus espacés les uns des autres et que donc les interactions entre grains recristallisés, freinant leur croissance, sont plus limitées.

Les résultats expérimentaux sur la nuance E1 stabilisée uniquement au Nb montre que la recristallisation de cette nuance est très peu avancée pour des durées de maintien pour lesquelles elle est achevée pour la nuance E2. Très peu de sites de germination sont activés pour E1. La texture de déformation plus marquée, ainsi qu'un niveau d'écrouissage plus faible, peuvent justifier ces écarts.

Pour finir, les schémas multipasses ont engendré des taux de recristallisation très faibles au regard des fractions recristallisées obtenues après une déformation monopasse équivalente. Il est probable que les sites favorables à la germination générés par la première passe ne soient que très peu renouvelés au cours de la deuxième passe, ce qui a pour conséquence une fraction recristallisée très faible après le deuxième maintien.



## VI. Modélisation de la recristallisation

L'objectif de ce chapitre est de bâtir un modèle capable de reproduire l'évolution de la microstructure au sein du matériau durant le laminage à chaud. Un modèle de CDRX sera utilisé pour décrire la formation de la microstructure de déformation lors de la passe de laminage, tandis qu'un modèle de recristallisation post-dynamique décrira l'évolution de la recristallisation pouvant avoir lieu entre deux passes (temps interpasse). Le modèle sera ensuite calé sur les résultats de bipoinçonnement présentés au chapitre V.

### VI.1. Modélisation d'une passe de laminage par un modèle de CDRX

La modélisation de la recristallisation dynamique continue est basée sur le modèle de Gourdet-Montheillet [GOU 03] décrit largement au § II.4.1, auquel une modification majeure a été apportée. Par rapport au modèle original, un terme d'annihilation de dislocations par paires a été ajouté, comme indiqué sur la Figure VI-1. En effet, la taille de cristallites générée par la version initiale du modèle était très inférieure aux résultats expérimentaux des essais de compression plane. Afin de limiter la quantité de dislocations participant à la création de nouvelles parois ou à l'augmentation de la désorientation des parois existantes, ce terme d'annihilation par paires des dislocations, au sein des cristallites ou bien à l'intérieur des sous-joints, a été introduit.

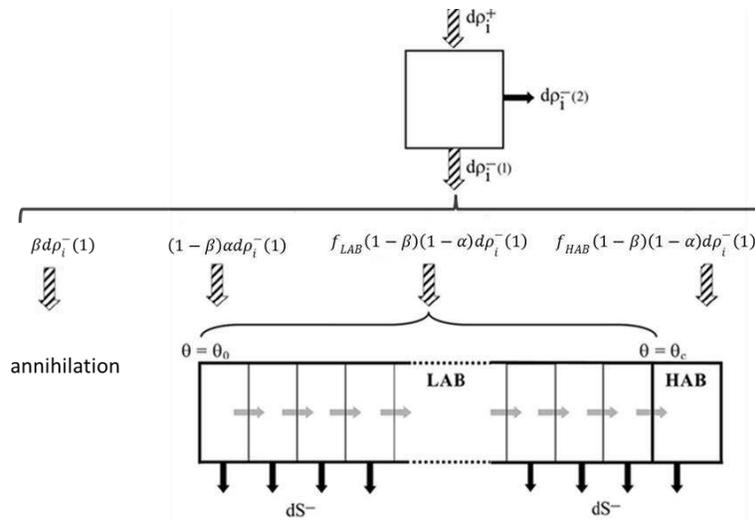


Figure VI-1: Schéma décrivant la répartition des dislocations produites par écrouissage ( $d\rho_i^+$ ) suivant les différents processus associés à la restauration dynamique ( $d\rho_i^-$ ). Les flèches grises traduisent la désorientation progressive des sous-joints en joints, les flèches noires représentent l'absorption de certaines parois par des joints de grains mobiles.

La répartition des dislocations générées par la déformation est alors différente :

- une fraction  $\beta$  est annihilée par paires,
- une fraction  $(1 - \beta) \alpha$  forme des sous-joints de désorientation  $\theta_0$ ,
- une fraction  $(1 - \beta) (1 - \alpha) f_{LAB}$  est absorbée par les sous-joints déjà existants,
- une fraction  $(1 - \beta) (1 - \alpha) f_{HAB}$  est absorbée par les joints de grains déjà existants.

L'incrément de désorientation des parois  $d\theta$  et l'augmentation de la surface de parois  $dS^+$  de désorientation  $\theta_0$  (équations II-22 et II-23) se trouvent également modifiées par l'ajout de l'annihilation de dislocations :

$$d\theta = (1 - \beta)(1 - \alpha) \frac{b}{2n} r \rho_i D d\varepsilon \quad \text{VI-1}$$

$$dS^+ = (1 - \beta) \alpha \frac{b}{2n} r \rho_i d\varepsilon \quad \text{VI-2}$$

Les données d'entrée de ce modèle sont les suivantes :

- la taille de cristallite initiale  $D_0$ ,
- la fonction de distribution initiale des angles de désorientation  $\varphi(\theta)$ ,
- la densité de dislocations libres initiale  $\rho_{i0}$  au sein du matériau.

La fraction  $\beta$  de dislocations annihilées, la fraction  $\alpha$  des dislocations restantes formant de nouveaux sous-joints, le nombre de réseaux de dislocation au sein d'un sous-joint  $n$  ainsi que la vitesse de migration des parois mobiles  $v_m$  constituent les paramètres ajustables de ce modèle. Cette dernière est choisie constante car sa contribution est très faible sur la durée des passes, comme cela est expliqué dans la partie VI.3.1.

## VI.2. Modélisation d'une interphase (recristallisation post-dynamique)

La construction de la partie du modèle correspondant à la recristallisation post-dynamique repose sur les observations expérimentales décrites au §V.4 et sur une série d'hypothèses pouvant être synthétisées comme suit :

- 1) Il convient de traiter simultanément les différents phénomènes observés, à savoir :
  - l'apparition de germes de nouveaux grains dans les zones écrouies,
  - la croissance de grains recristallisés consommant les zones écrouies (recristallisation),

- la croissance de grains recristallisés au sein des zones entièrement recristallisées, conduisant à la disparition d'une partie de ceux-ci.
- 2) La restauration statique diminue la densité de dislocations libres  $\rho_i$  dans les zones écrouies.
- 3) A chaque instant  $t$ , la densité volumique de grains recristallisés  $N_v(t)$  est la somme de la densité volumique de grains recristallisés apparus depuis le début du maintien  $N_v^+(t)$  et de la densité volumique de grains recristallisés disparus au détriment d'autres grains au cours de la croissance,  $N_v^-(t)$  (terme négatif). En supposant les grains sphériques,  $N_v(t)$  est relié à la fraction recristallisée  $X$  et à la taille moyenne des grains recristallisés  $D$  par la relation VI-3 :

$$N_v(t) = N_v^+(t) + N_v^-(t) = \frac{6X(t)}{\pi D(t)^3} \quad \text{VI-3}$$

d'où

$$\frac{dN_v(t)}{N_v(t)} = \frac{dX(t)}{X(t)} - 3 \frac{dD(t)}{D(t)} \quad \text{VI-4}$$

- 4) La germination ne débute qu'à la fin de la passe, donc  $X = 0\%$  à  $t = 0s$ , et se déroule principalement aux joints de grains.
- 5) Les grains recristallisés ne sont pas répartis de façon homogène, ils se trouvent regroupés sous forme de clusters. L'hypothèse développée par Huang [HUA 11] et reprise pour ces travaux est la suivante. Si la fraction recristallisée à l'instant  $t$  est  $X$ , on considère que la fraction des grains recristallisés qui est en contact avec d'autres grains recristallisés ne vaut pas  $X$  mais une fraction  $X^p$  supérieure à  $X$ . La valeur de  $p$  est donc comprise entre 0 et 1. Par suite, la fraction  $(1 - X^p)$  des grains recristallisés est en contact avec des zones écrouies.
- 6) Les passes de laminage sont considérées comme isothermes, il est en revanche possible de traiter les temps interpasses de façon anisotherme. Les grandeurs dépendantes de la température sont alors recalculées à chaque pas de temps  $dt$ . Il s'agit du temps caractéristique de la restauration statique  $\tau_{RV}$  (Eq VI-7), du paramètre  $k$  (Eq VI-15) associé à la loi de germination, du module de cisaillement  $\mu$  (Eq IV-4) et de la mobilité  $M$  (Eq VI-27).

### VI.2.1. Restauration statique

La restauration statique étant significative pour nos nuances d'aciers inoxydables ferritiques, celle-ci a été prise en compte dans le modèle en considérant qu'elle affectait uniquement la densité de dislocations libres présentes dans les zones écrouies. Les démarches expérimentales n'ayant pas été entreprises pour identifier les divers paramètres d'un modèle complet tel que le modèle de Verdier [VER 97], le choix a été fait de prendre une loi très simple :

$$d\rho_i(t) = \frac{\rho_{RV} - \rho_i(t)}{\tau_{RV}} dt \quad \text{VI-5}$$

où  $\rho_{RV}$  représente la densité de dislocation obtenue par restauration après un temps infini. Il est raisonnable de la négliger au regard de l'écart de plusieurs ordres de grandeur avec la densité de dislocations  $\rho_0$  induite par la déformation et des temps de maintien relativement courts que nous allons considérer. Par suite,

$$\rho_i(t) = \rho_0 \exp\left(-\frac{t}{\tau_{RV}}\right) \quad \text{VI-6}$$

$\tau_{RV}$  est un temps caractéristique de la restauration statique dont l'expression est la suivante :

$$\tau_{RV} = \tau_{RV0} \exp\left(\frac{Q_{RV}}{RT}\right) \quad \text{VI-7}$$

$Q_{RV}$  est l'énergie d'activation apparente associée à la restauration statique,  $\tau_{RV0}$  une constante.

### VI.2.2. Germination

#### Sites potentiels de germination

Comme la germination a lieu préférentiellement aux joints de grains, il est raisonnable de supposer que le nombre de sites potentiels de germination par unité de volume, noté  $N_\infty$ , dépend de la taille de grain initiale  $D_0$  avant déformation et de la taille des cristallites obtenues après déformation  $d_{sg}$  [VAT 96, ZUR 06]. Le nombre de cristallites accolés aux anciens joints de grains est proportionnel à  $D_0^2/d_{sg}^2$ , la densité volumique d'anciens joints de grains est proportionnelle à  $1/D_0^3$ , l'expression de  $N_\infty$  retenue est donc la suivante :

$$N_\infty = \frac{1}{D_0 d_{sg}^2} \quad \text{VI-8}$$

### Taille des germes

Dans le § II.4.2.2, l'approche de Bailey-Hirsch a été décrite pour définir une taille critique de germes. Expérimentalement, on constate cependant que ce critère n'est pas adapté dans de nombreux cas, et particulièrement pour les conditions où la densité de dislocations est faible. Le rayon critique de Bailey-Hirsch dans ces cas-là est plusieurs fois supérieur à la taille de grains recristallisés expérimentale. Cette approche néglige cependant l'effet de l'élimination de parois préexistantes au sein du matériau dans le bilan énergétique, ce qui contribue à surestimer cette taille critique. En s'inspirant des travaux de Favre [FAV 12], une nouvelle approche a été utilisée pour tenir compte de la disparition de parois existantes. Considérons une microstructure composée de cristallites de diamètre  $d_{sg}$  et où la fraction de joints de grains est  $f_{HAB}$ . L'énergie surfacique moyenne des parois est alors  $\bar{\gamma} = f_{HAB}\gamma_{HAB} + f_{LAB}\gamma_{LAB}$ . La pression de Laplace associée à cette microstructure est alors  $4\bar{\gamma}/d_{sg}$ . En prenant en compte la disparition d'une partie des parois, la variation d'enthalpie libre devient alors :

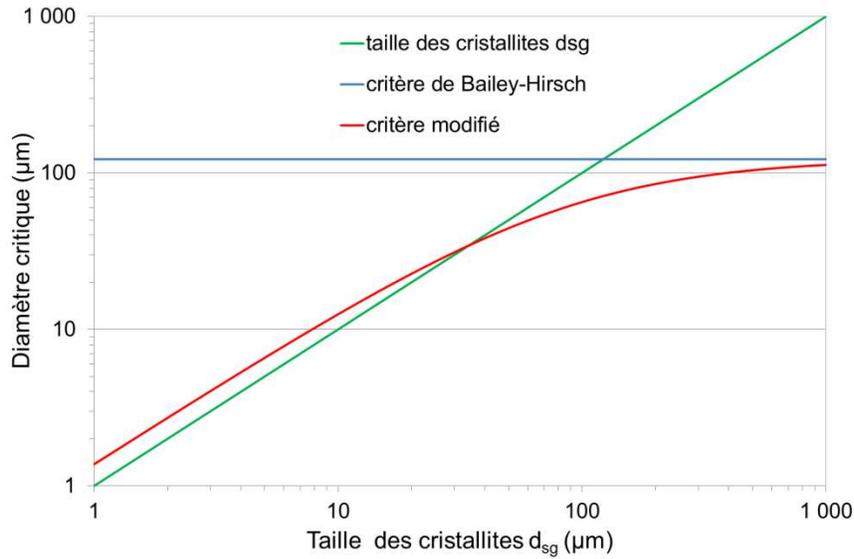
$$\Delta G = -\frac{2\pi}{3}r^3\rho_i\mu b^2 + 4\pi r^2\gamma - \frac{4\pi}{3}r^3 4\bar{\gamma}/d_{sg} \quad \text{VI-9}$$

Le diamètre critique  $d_c$  de germination correspondant au maximum de  $\Delta G$  est donc :

$$d_c(t) = 2r_c = \frac{8\gamma d_{sg}}{\rho_i(t)\mu b^2 d_{sg} + 8\bar{\gamma}} \quad \text{VI-10}$$

Il est à noter qu'en raison de l'évolution de la densité de dislocations libres  $\rho_i$  dans les zones écrouies, le diamètre critique augmente au cours de l'interphase.

La Figure VI-2 correspond à des conditions de vitesse et de température de 1220°C et 5s<sup>-1</sup>. Expérimentalement, des germes d'environ 30µm, du même ordre de grandeur que la sous-structure, ont été identifiés et mettent clairement en défaut le critère de Bailey-Hirsch. La prise en compte dans le calcul du diamètre critique de la suppression de parois préexistantes, permet un bien meilleur accord entre les diamètres critiques expérimentaux et théoriques. Pour une taille moyenne de cristallites élevée, le diamètre critique modifié converge vers le critère de Bailey-Hirsch.



**Figure VI-2 : Evolution de la taille critique suivant le critère de Bailey-Hirsch et suivant le critère modifié en fonction de la taille moyenne de cristallites. Les grandeurs sont calculées suivant les conditions de déformation 1220°C et 5s<sup>-1</sup>.**

### Nombre de sites de germination activés

Le diamètre critique établi précédemment renseigne donc sur la taille minimale permettant à un germe de croître. La fraction  $\lambda$  de sites de germination réellement activés est proportionnelle à deux quantités : la proportion de cristallites  $F$  dont la taille est supérieure à la taille critique, mais également la fraction de parois de forte désorientation  $f_{HAB}$ . En supposant que  $d_{sg}$  représente la valeur moyenne d'une distribution de type Rayleigh, l'expression de  $F$  est la suivante [CRA 09]:

$$F = \exp\left(-\frac{\pi}{4}\left(\frac{d_c}{d_{sg}}\right)^2\right) \quad \text{VI-11}$$

L'expression retenue pour le nombre maximal de site de germination, noté  $N_{max}$ , est par suite :

$$N_{max} = \lambda N_{\infty} \quad \text{VI-12}$$

$$N_{max} = \frac{1}{D_0 d_{sg}^2} f_{HAB} \exp\left(-\frac{\pi}{4}\left(\frac{d_c}{d_{sg}}\right)^2\right) \quad \text{VI-13}$$

### Vitesse de germination

Expérimentalement, pour les essais réalisés à 1000°C, une période d'incubation est nécessaire à la réorganisation des parois en une structure de cristallites (polygonisation). Aux grandes déformations, la croissance des sous-grains est le phénomène identifié responsable du retard à la recristallisation. Dans un souci d'harmonisation, une expression empirique de la vitesse germination a donc été établie plutôt qu'un modèle physique décrivant les deux phénomènes cités. En effet, les déformations par passe dans le dégrossisseur étant inférieures à 1, en termes d'enjeu industriel il est préférable de reproduire le comportement aux basses températures plutôt qu'aux grandes déformations.

L'hypothèse a été faite que cette période d'incubation n'était que thermiquement activée et était indépendante des autres paramètres (vitesse, déformation, taille de cristallites etc). Une loi de type Avrami permet de reproduire les observations précédentes, le nombre de germes activés par unité de volume  $N_v^+(t)$  évolue donc de la façon suivante :

$$N_v^+(t) = N_{max}[1 - \exp(-kt^n)] \quad \text{VI-14}$$

$$\text{avec} \quad k = k_0 \exp\left(\frac{-Q_k}{RT}\right) \quad \text{VI-15}$$

$Q_k$  est l'énergie d'activation apparente de la germination,  $k_0$  une constante.

Durant chaque incrément de temps  $dt$ , il y a apparition de nouveaux germes  $dN_v^+(t)$  de taille  $d_c(t)$  :

$$dN_v^+(t) = nkt^{n-1}N_{max}\exp(-kt^n)dt \quad \text{VI-16}$$

L'apparition de ces germes engendre un incrément de fraction recristallisée  $dX_0(t)$  qui découle de la relation VI-3:

$$dX_0(t) = \frac{\pi}{6} dN_v^+(t) d_c(t)^3 \quad \text{VI-17}$$

Cette étape génère également une diminution de la taille moyenne  $dD_0(t)$  (valeur négative) des grains recristallisés :

$$dD_0(t) = \left(d_c(t) - D(t)\right) \frac{dX_0(t)}{X(t) + dX_0(t)} \quad \text{VI-18}$$

### VI.2.3. Croissance de grains au sein des zones écrouies

Ce paragraphe concerne la fraction de grains recristallisés en contact avec des zones écrouies, à savoir  $(1 - X^p)$  d'après l'hypothèse 5). Les forces motrices pour le mouvement des parois sont :

- la densité de dislocations libres  $\rho_i$  au sein des zones écrouies (on assimile la différence de densité  $\rho_i - \rho_{RX}$  à  $\rho_i$  car  $\rho_i \gg \rho_{RX}$ ).
- l'énergie des joints et des sous-joints. On considère la croissance de grains recristallisés de taille  $D$  et d'énergie de joints de grains  $\gamma$  au sein d'une matrice de cristallites de taille  $d_{sg}$  et d'énergie  $\bar{\gamma}$ .

L'incrément de taille, noté  $dD_2(t)$  est donc :

$$dD_2(t) = 2M(1 - X^p) \left( \frac{1}{2} \rho_i \mu b^2 + \frac{2\bar{\gamma}}{d_{sg}} - \frac{2\gamma}{D(t)} \right) dt \quad \text{VI-19}$$

Au cours de cette étape, la densité de grains recristallisés reste constante, on peut donc d'après les équations VI-3 et VI-4 quantifier l'incrément  $dX_2(t)$  de la fraction recristallisée induite par cette augmentation de taille :

$$dX_2(t) = 3X \frac{dD_2(t)}{D(t)} \quad \text{VI-20}$$

### VI.2.4. Croissance de grains au sein des zones recristallisées

Ce paragraphe concerne la fraction  $X^p$  de grains recristallisés en contact avec d'autres grains recristallisés. Le terme moteur de la croissance de grains est la différence d'énergie de joints de grains. L'incrément sur la taille moyenne s'écrit :

$$dD_1(t) = 4X^p M \gamma \frac{e}{D(t)} dt \quad \text{VI-21}$$

$e$  est un paramètre ajustable, qui vaut 2 dans le formalisme du modèle de Burke-Turnbull ( $dR/dt = 2M\gamma/R$ ) [BUR 52]. Au cours de cette étape, la fraction recristallisée est inchangée, et par suite la diminution de la densité de grains recristallisés vaut d'après les équations VI-3 et VI-4:

$$dN_v^-(t) = -3 \frac{dD_1(t)}{D(t)} N_v(t) \quad \text{VI-22}$$

Pour résumer, à chaque pas de temps  $dt$ ,  $X(t)$ ,  $D(t)$  et  $N_v(t)$  évoluent suivant:

- $X(t) = X(t - dt) + dX_0(t) + dX_2(t)$  VI-23
- $D(t) = D(t - dt) + dD_0(t) + dD_1(t) + dD_2(t)$  VI-24
- $N_v(t) = N_v(t - dt) + dN_v^+(t) + dN_v^-(t)$  VI-25

### VI.2.5. Couplage CDRX / MDRX

Dans le cas général, le matériau est composé de zones recristallisées et de zones écrouies. Le principe général du modèle est de traiter séparément les passes de laminage associées à ces deux zones. A la fin de la passe de laminage, on a donc deux populations de cristallites, qui évolueront différemment au cours du maintien. A la fin du maintien, les différentes populations de grains recristallisés et de zones écrouies doivent être agrégées pour ne former qu'un seul domaine écroui et qu'un seul domaine recristallisé.

La compréhension du couplage entre ces deux modèles est facilitée par la Figure VI-3. Supposons une structure initiale recristallisée de taille  $D_0$  (entrée P1). La première passe de laminage (P1) génère une population de cristallites de taille  $d_{sg1}$ , composée d'une fraction de sous-joints  $f_{LAB1}$ . La densité de dislocations libres est  $\rho_{i1}$  (fin P1). La germination se déroule aux anciens joints de grains (de taille  $D_0$ ). L'interpasse M1 génère deux populations (fin M1) :

- un domaine recristallisé, décrit par une fraction et une taille de grains  $D_{1RX}$ . Celle-ci est vierge de sous-structure et de dislocations libres ( $\rho_i = \rho_{LAB} = 0$ ).
- un domaine écroui de fraction  $1 - X_1$ , caractérisé par des valeurs de  $d_{sg1}$  et  $f_{LAB1}$  inchangées. La restauration a diminué la quantité de dislocations libres jusqu'à la valeur  $\rho_{i1\_ECf}$  qui sera une donnée d'entrée pour la passe suivante.

Ces deux domaines sont traités séparément pour la deuxième passe. A la fin de celle-ci (fin P2) sont présents :

- une première population de cristallites issue de la déformation de la fraction recristallisée  $X_1$  et caractérisée par  $d_{sg2\_RX}$ ,  $\rho_{i2\_RX}$  et  $f_{LAB2\_RX}$ .  $D_{1RX}$  est la taille des anciens grains.

- une seconde population de cristallites issue de la déformation de la fraction non recristallisée  $1 - X_1$  caractérisée par  $d_{sg2\_EC}$ ,  $\rho_{i2\_EC}$  et  $f_{LAB2\_EC}$ .  $D_{1EC}$  est la taille des anciens grains. Avec l'hypothèse de la recristallisation en clusters, l'expression adoptée est la suivante :

$$D_{1EC} = D_0(1 - X_1)^P$$

Après le deuxième maintien (fin M2), quatre domaines sont présents dans le matériau :

- un premier domaine recristallisé, vierge de sous-structure et de dislocations libres, de fraction  $X_1X_{2RX}$  et de taille de grains  $D_{2RXX}$ .
- un premier domaine écroui, de fraction  $X_1(1 - X_{2RX})$  caractérisé par des valeurs inchangées de  $d_{sg2\_RX}$  et  $f_{LAB2\_RX}$ . La restauration a diminué la quantité de dislocations libres jusqu'à la valeur  $\rho_{i2\_RXf}$ .
- un second domaine recristallisé, vierge de sous-structure et de dislocations libres, de fraction  $(1 - X_1)X_{2EC}$  et de taille de grains  $D_{2ECRX}$ .
- un second domaine écroui, de fraction  $(1 - X_1)(1 - X_{2EC})$  caractérisé par des valeurs inchangées de  $d_{sg2\_EC}$  et  $f_{LAB2\_EC}$ . La restauration a diminué la quantité de dislocations libres jusqu'à la valeur  $\rho_{i2\_ECf}$ .

Pour le début de la troisième passe (début P3), il est commode de se ramener à une configuration où seulement une zone écrouie et une zone recristallisée sont présentes, configuration qui devient alors identique à Fin M1 / Début P2. Des moyennes arithmétiques sont effectuées sur l'ensemble des grandeurs, comme cela est explicité sur la Figure VI-3. Au sein du matériau sont donc présents pour la passe suivante :

- un domaine recristallisé, vierge de sous-structure et de dislocations libres de fraction  $X_2$  et de taille de grains  $D_{2RX}$ .
- un domaine écroui composé de cristallites, dont la fraction est  $(1 - X_2)$ . La taille  $d_{sg2}$  ainsi que la fraction de sous-joints  $f_{LAB2\_EC}$  ont été obtenues par moyenne des grandeurs correspondantes dans les deux zones écrouies.  $D_{2EC}$  est la taille des anciens grains.

A la fin de tous les maintiens interpasses suivants, cette procédure de moyenne sera effectuée. Il est dès lors possible de simuler des schémas de laminage comportant un grand nombre de passes.

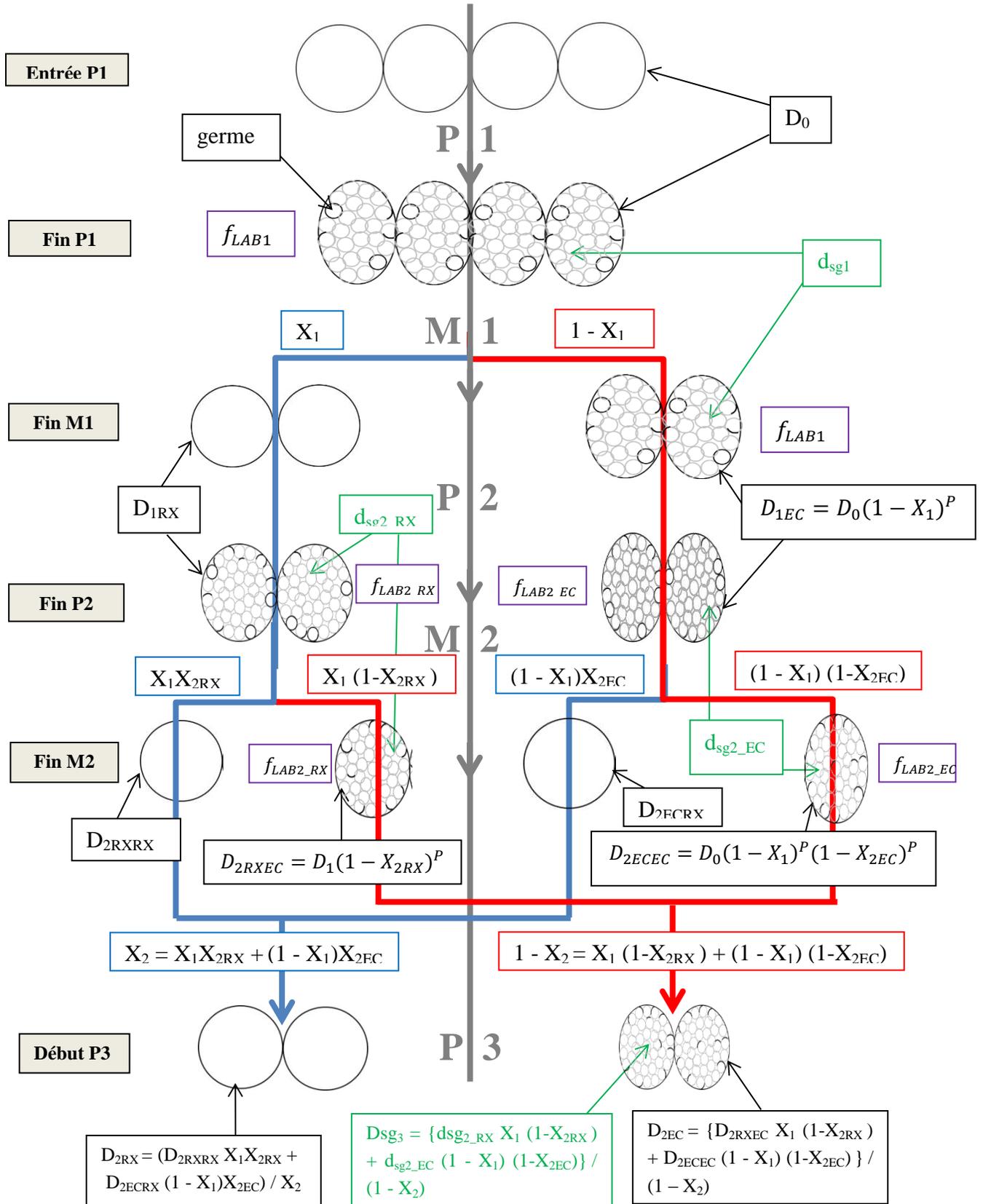


Figure VI-3 : Schématisation du déroulement de la modélisation du laminage à chaud. Les traits noirs représentent des joints de grains, les traits gris des sous-joints.

## VI.3. Détermination de paramètres du modèle

### VI.3.1. Modèle CDRX

Dans le modèle de CDRX, la vitesse de désorientation des parois est indépendante de l'angle de désorientation du sous-joint. La fonction de distribution des angles de désorientation induite par ce formalisme ne permet pas de représenter correctement l'allure des distributions expérimentales, qui est assimilable à des fonctions puissances (§ V-4). Les paramètres ajustables, que sont la fraction de nouveaux sous-joints  $\alpha$ , la fraction de dislocations annihilées par paires  $\beta$ , la vitesse de migration des joints  $v_m$  et le nombre de réseaux de dislocations  $n$  ont été optimisés de façon heuristique afin de minimiser les écarts entre les tailles de cristallites et les fractions de sous-joints expérimentales et théoriques. La valeur de l'angle de désorientation moyen des sous-joints, découlant directement de la forme de la fonction de distribution des sous-joints, est volontairement négligée dans la procédure d'optimisation.

De par les vitesses de déformation élevées associées au laminage à chaud qui génèrent des temps de déformation très courts, le modèle est très peu sensible à la vitesse de migration des joints. L'écart de taille de cristallites finale après une déformation modérée est inférieur au micron lorsque  $v_m$  évolue de  $1\mu\text{m/s}$  à  $10\mu\text{m/s}$ . On fixe donc  $v_m = 5\mu\text{m/s}$ . Concernant le choix de  $\alpha$  et de  $\beta$ , le point de départ a été de prendre une valeur raisonnable de  $\alpha$  ( $\alpha = 0,1$ ) en accord avec des travaux antérieurs [GOU 03, GAU 09].

Le meilleur jeu de paramètres identifiés est  $n = 3$   $\alpha = 0,15$  et  $\beta = 0,87$ . Ainsi, à travers ce modèle on considère que 87% des dislocations sont annihilées par paires, soit à l'intérieur des cristallites soit dans les sous-joints déjà existants, et que parmi celles qui restent, 15% participent à la formation de nouveaux sous-joints.

### VI.3.2. Modèle MDRX

#### VI.3.2.1. Energie des joints et sous-joints

L'énergie des joints de grains dans un alliage cubique centré Fe-20% Cr a été investiguée [TOD 11] pour des joints de flexion  $\langle 110 \rangle$  dans un domaine de température similaire à celui considéré au cours de ces travaux. La valeur moyenne, qui sera utilisée pour la modélisation, est  $\gamma = 0,8\text{ J}\cdot\text{m}^{-2}$ . Elle est quasi-identique avec la donnée  $\gamma = 0,79\text{ J}\cdot\text{m}^{-2}$  fournie par Murr [MUR 75] pour du fer  $\alpha$ . Pour définir l'énergie des sous-joints, la formulation de Read-Shockley (Eq VI-26) [REA 53] a été utilisée. Le choix a été fait de donner la même valeur  $\gamma_{sj}$  à tous les sous-joints. Expérimentalement, la valeur moyenne de désorientation des sous-joints était de  $\theta=4^\circ$ . Cette

dernière ainsi que la valeur classique  $\theta_c = 15^\circ$  et  $\gamma = 0,8 \text{ J.m}^{-2}$  ont été utilisées dans l'équation VI-26.

$$\gamma_{sj} = \gamma \frac{\theta}{\theta_c} \left(1 - \ln \frac{\theta}{\theta_c}\right) \quad \text{VI-26}$$

Les valeurs retenues sont donc

- $\gamma = 0,8 \text{ J.m}^{-2}$
- $\gamma_{sj} = 0,5 \text{ J.m}^{-2}$

### VI.3.2.2. Mobilité

L'expression retenue pour la mobilité est la suivante [HUM 04] :

$$M = M_0 \exp\left(-\frac{Q_m}{RT}\right) \quad \text{VI-27}$$

$M_0$  est une constante,  $Q_m$  représente l'énergie d'activation de la mobilité. Ne disposant que d'une condition expérimentale pour laquelle la croissance de grains après recristallisation complète peut être investiguée, l'expression de la mobilité et en particulier sa dépendance en température a été estimée dans des conditions de début de recristallisation, quand les interactions entre grains recristallisés peuvent être négligées et pour lesquelles on peut considérer que la force motrice est principalement due à la densité de dislocations, qui est un paramètre connu.

Les valeurs de  $Q_m$  et  $M_0$  obtenues à partir de la démarche explicitée précédemment ont été conservées et testées dans la seule condition de croissance pure à notre disposition pour définir la valeur du paramètre  $e$  de l'expression de  $dD_1$ . On obtient  $e = 2,02$  très proche de la valeur 2 du modèle de Burke-Turnbull.

La valeur de  $Q_m$  a été conservée. Après avoir défini la valeur des autres grandeurs ajustables, la minimisation de l'écart entre modèle et expérience a conduit à une valeur de  $M_0$  diminuée de 8%.  $e$  a été arrondi à la valeur 2. Les valeurs numériques retenues sont donc :

- $Q_m = 124 \text{ kJ.mol}^{-1}$
- $M_0 = 5,0 \cdot 10^{-6} \text{ m}^4 \cdot \text{J}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$
- $e = 2$

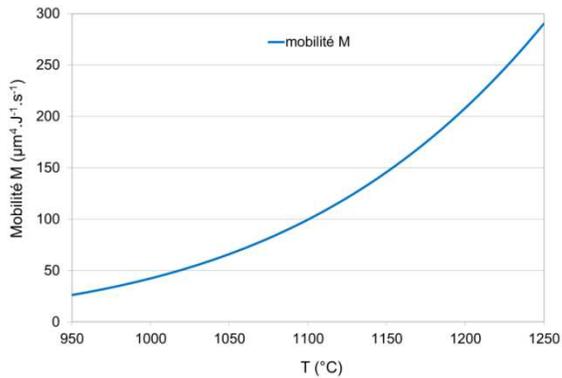


Figure VI-4 : Evolution de la mobilité avec la température

VI.3.2.3. Loi de germination

Les constatations expérimentales à 1000°C témoignent d'un temps d'incubation nécessaire à la formation de germes, phénomènes que l'on ne retrouve pas aux séries effectués à 1100°C et plus. Pour cela, une dépendance très élevée à la température doit être introduite dans l'expression du paramètre k de la loi de germination  $N_v^+$ . Pour rappel :

$$N_v^+(t) = N_{max}[1 - \exp(-kt^n)] \quad \text{et} \quad k = k_0 \exp\left(\frac{-Q_k}{RT}\right)$$

$Q_k = 1000 \text{ kJ.mol}^{-1}$  permet donc écart important pour le début de recristallisation entre les températures les plus hautes et les plus basses. La valeur de la constante  $k_0$  est ajustée sur les courbes expérimentales, pour permettre une germination quasi instantanée pour les températures les plus élevées et de plusieurs secondes pour les plus basses. Une valeur de n élevée permet de traduire un laps de temps court entre l'apparition des premiers germes et l'activation de tous les sites de germination.

Les valeurs retenues sont les suivantes :

- $Q_k = 1000 \text{ kJ.mol}^{-1}$
- $k_0 = 8,0 \cdot 10^{35} \text{ s}^{-7}$
- $n = 7$

VI.3.2.4. Restauration statique

Les données expérimentales ne permettent pas de quantifier la restauration statique au sein du matériau. La démarche a été la suivante : avoir une énergie d'activation dont la valeur est comparable à la valeur de l'énergie d'autodiffusion du fer  $\alpha$  et avoir un temps caractéristique de la restauration statique de l'ordre de quelques secondes autour de 1200°C et de quelques dizaines de secondes à 1000°C. Dans la loi  $\tau_{RV} = \tau_{RV0} \exp\left(\frac{Q_{RV}}{RT}\right)$ , le choix des valeurs est le suivant :

- $Q_{RV} = 200 \text{ kJ.mol}^{-1}$
- $\tau_{RV0} = 5 \cdot 10^{-7} \text{ s}$

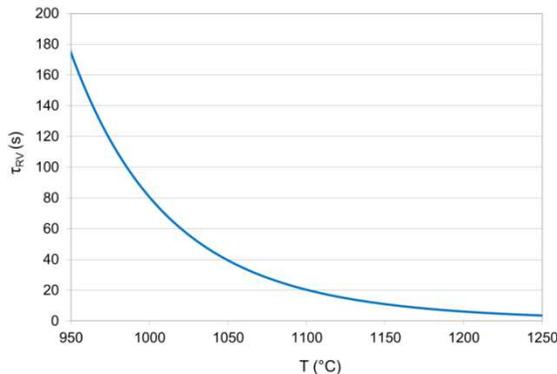


Figure VI-5 : Evolution du temps caractéristique de la restauration statique  $\tau_{RV}$  avec la température.

## VI.4. Résultats

Les différentes grandeurs de sortie des deux modèles seront présentées dans la section VI.4.1. La partie VI.4.2 sera dédiée à la comparaison entre expérience et modélisation.

### VI.4.1. Résultats préliminaires

#### VI.4.1.1. *Structure de déformation*

Les graphiques représentés sur la Figure VI-6 correspondent aux données de sortie disponibles après la simulation d'une passe de laminage. Comme cela a déjà été évoqué au § VI.1, l'ajustement des paramètres relatifs à la CDRX visait avant tout à obtenir une bonne corrélation entre les tailles de cristallites expérimentales et modélisées (Figure VI-6-b), tout en ayant le bon ordre de grandeur de fraction de joints pour des déformations modérées (Figure VI-6-c).

La fonction de répartition des angles de désorientation étant très éloignée des distributions expérimentales (Figure VI-6-e), la prédiction de la désorientation moyenne des sous-joints (Figure VI-6-f) est beaucoup trop élevée. On note également une convergence trop rapide vers la distribution stationnaire des angles de désorientation.

Quant à la comparaison des valeurs expérimentales et modélisées de la contrainte d'écoulement, on constate une bonne prédiction pour les déformations les plus faibles. En revanche, les frottements n'ayant (volontairement) pas été corrigés sur les essais de bipoinçonnement, les contraintes maximales augmentaient avec la déformation et étaient beaucoup trop élevées pour des essais aux déformations importantes. Elles sont représentées sur la Figure VI-6-a, bien qu'elles n'aient pas vraiment de signification pour ces déformations prononcées.

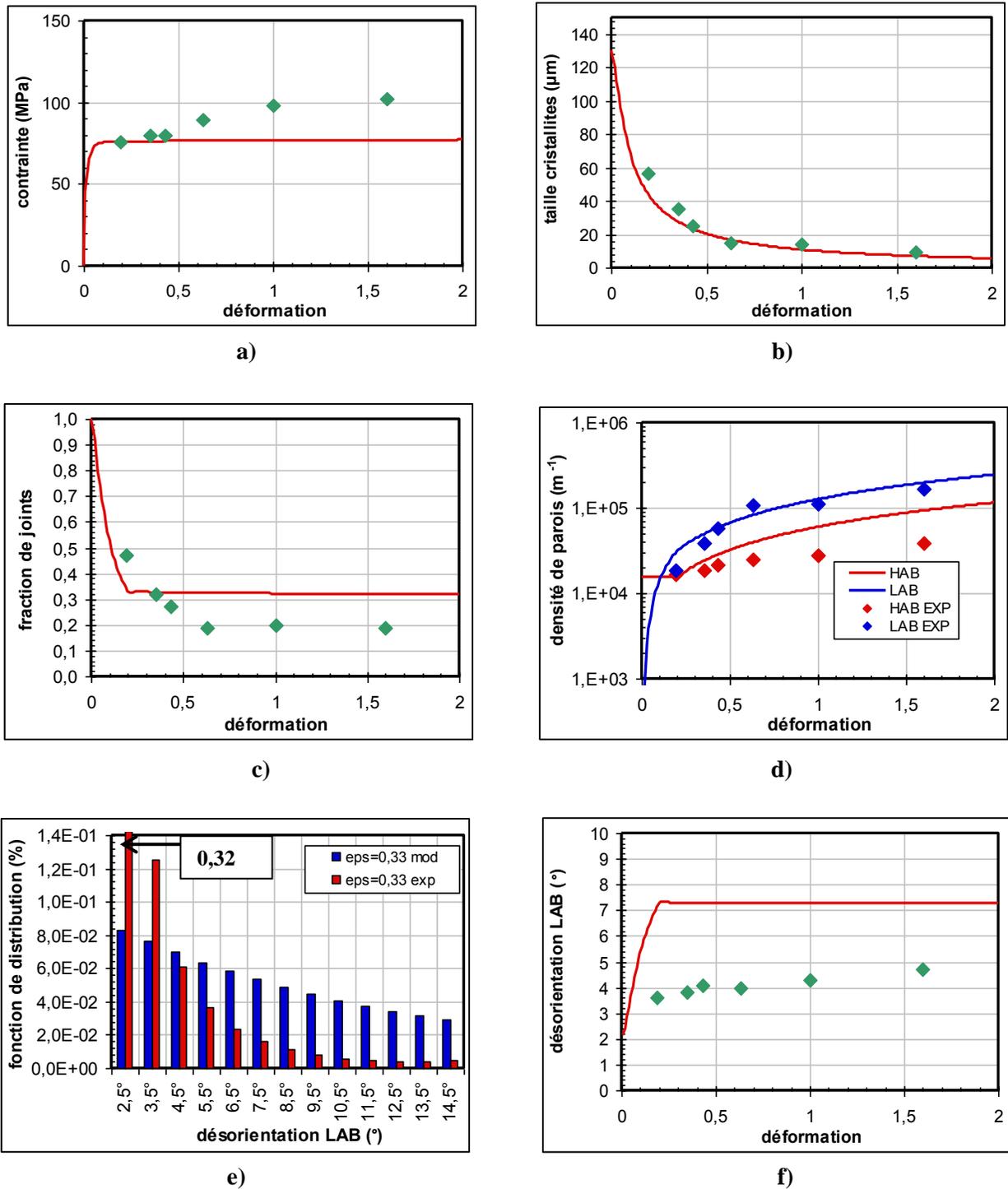


Figure VI-6 : Comparaison entre résultats expérimentaux (symboles) et modélisés (traits pleins) pour l'évolution de la contrainte maximale (a), la taille de cristallites (b), la fraction de joints de grains (c), la densité de parois (d), et la désorientation moyenne des sous-joints (f) en fonction de la déformation. (e) représente les distributions de sous-joints expérimentales et théoriques à  $\epsilon=0,33$ . Résultats obtenus pour la nuance E2, à  $1100^\circ\text{C}$  et  $25\text{s}^{-1}$ .

### VI.4.1.2. Structure après maintien

Durant le temps interpasse, on souhaite reproduire l'évolution de la fraction recristallisée (Figure VI-7-a) et de la taille des grains recristallisés (Figure VI-7-b) correspondants. Le comportement post-dynamique, comme cela a été décrit dans la présentation du modèle, est régi par diverses grandeurs.

Ainsi, la taille de grains recristallisés évolue en fonction des deux contributions  $dD1$  et  $dD2$  qui sont associées à la croissance de grains au sein des zones respectivement recristallisées et écrouies et qui évoluent de manières différentes en fonction du temps (Figure VI-7-c).

La densité volumique de grains recristallisés (Figure VI-7-d) correspond à la somme algébrique des grains déjà apparus et disparus au cours du maintien. Pour pouvoir comparer les densités volumiques issues des observations expérimentales aux valeurs fournies par le modèle, les points expérimentaux représentés sur ce schéma ont été déterminés de la façon suivante : la densité surfacique expérimentale de grains recristallisés identifiés (critère défini dans le § III.4.3.4) a été divisée par la taille moyenne. La densité volumique est donc approchée par la densité surfacique divisée par la taille des grains recristallisés, relation valable pour une distribution théorique de taille de grains uniforme. Cette extrapolation explique en partie les écarts observés. En effet, pour des conditions pour lesquelles la fraction recristallisée et la taille de grains modélisées sont en accord avec l'expérience, la densité volumique calculée à partir des observations expérimentales est inférieure à celle modélisée.

Les vitesses de création et de disparition de grains recristallisés sont reportées sur la Figure VI-7-e, qui met en évidence l'activation rapide de tous les sites de germes puis la disparition de grains recristallisés dès les premières secondes, bien avant la recristallisation complète.

La Figure VI-7-f montre qu'au cours du maintien, la densité de dislocations globale au sein du matériau diminue à mesure que la fraction recristallisée augmente et que la restauration statique contribue à diminuer la densité de dislocation dans les zones écrouies. La baisse de cette dernière contribue à la diminution de la force motrice associée à  $dD2$ .

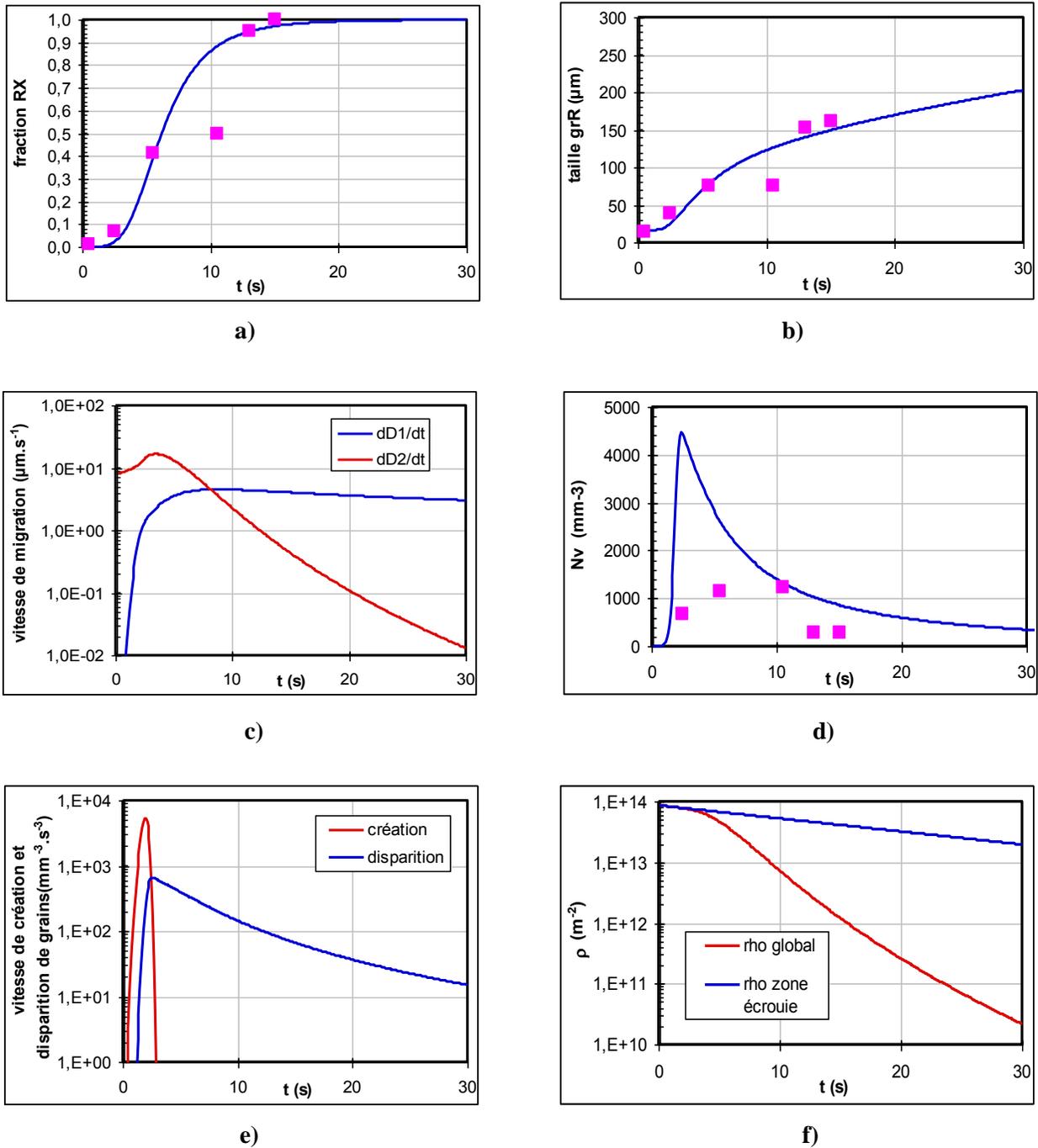


Figure VI-7 : Evolution temporelle de la fraction recristallisée (a), de la taille de grains recristallisés (b), des vitesses de migration (c), de la densité de grains recristallisée (d), des vitesses de création et de disparitions de grains recristallisés (e) et des densités de dislocations (f) modélisées. Les données expérimentales sont représentées par des symboles. Nuance E2, déformation de 0,6 à 1100°C et 25s<sup>-1</sup>.

## VI.4.2. Comparaison entre les résultats expérimentaux et modélisés

Les effets de la déformation, de la température, de la vitesse de déformation et de la taille de grains initiales seront traités pour des schémas monopasse. La modélisation de schémas multipasses sera abordée dans la section VI.4.2.5.

### VI.4.2.1. *Effet de la déformation*

L'effet de la déformation prédit par le modèle, et la cohérence avec l'expérience, est présenté pour des essais réalisés à 1100°C et 5s<sup>-1</sup>. On note tout d'abord une bonne corrélation entre les tailles de cristallites prédites et expérimentales par l'intermédiaire de la Figure VI-8 .

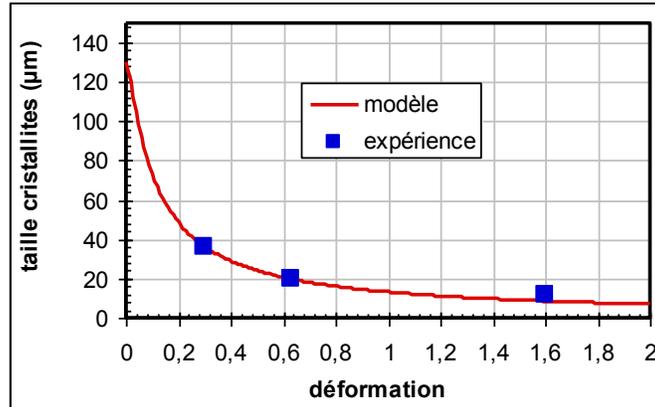


Figure VI-8 : Taille de cristallites en fonction de la déformation, à 1100°C et 5s<sup>-1</sup>.

Les évolutions temporelles de la fraction recristallisée après déformation et de la taille de grains associée sont visibles sur les Figure VI-9 et Figure VI-10. Les cinétiques de recristallisation modélisées évoluent de façon monotone et deviennent plus rapides lorsque la quantité de déformation augmente, contrairement à la constatation expérimentale qui montre une diminution significative de la vitesse de recristallisation entre les déformations  $\epsilon=0,6$  et  $\epsilon=1,6$ . Pour les séries de déformation modérées ( $\epsilon=0,3$  et  $\epsilon=0,6$ ), les tendances expérimentales sont en accord avec l'expérience. Cette variation monotone avec la déformation est principalement due à la formulation du nombre de sites potentiels de germination  $N_{\infty} = 1/D_0 d_{sg}^2$ , proportionnel à l'inverse du carré de la taille des cristallites. Il en découle alors une densité de grains recristallisés qui augmente avec la déformation et est très élevée pour  $\epsilon=1,6$  (Figure VI-11).

Pour les séries de déformation  $\epsilon=1,6$ , les constatations expérimentales (§ V.4.1.2) montraient qu'un temps de maintien supérieur à 10 secondes était nécessaire à la croissance de la sous-structure, et par conséquent la croissance des germes potentiels de recristallisation pour

permettre par la suite la recristallisation du matériau. Le modèle échoue à reproduire ce comportement aux grandes déformations puisque comme le montre la Figure VI-10, la croissance des grains débute rapidement.

Le zoom de la Figure VI-10 illustre deux points. Tout d'abord, le diamètre critique est différent suivant la quantité de déformation, de par la prise en compte de la microstructure de déformation dans le calcul de  $d_c$ .

D'autre part, la croissance initiale des grains est plus rapide lorsque la déformation augmente. En effet, au début de l'interpasse, la croissance de grains est quasiment exclusivement assurée par le terme  $dD_2(t)$ . Au sein de celui-ci, la force motrice fournie par les dislocations est la même pour les trois déformations. En revanche les contributions dues aux différences d'énergie de parois entre un grain recristallisé (apparu à la taille  $d_c$ ) et son environnement (de taille  $d_{sg}$ ) augmentent avec la quantité de déformation. Le rapport  $d_c/d_{sg}$  évolue donc avec la déformation, comme le montre le Tableau VI-1 ou bien la Figure VI-2.

$\epsilon$	$d_c$	$d_{sg}$	$d_c/d_{sg}$
0,3	27,6	37,6	0,73
0,6	19	20,6	0,92
1,6	9,5	8,5	1,13

Tableau VI-1 : Evolution de  $d_c$  et  $d_{sg}$  avec la déformation, à 1100°C et 5s<sup>-1</sup>.

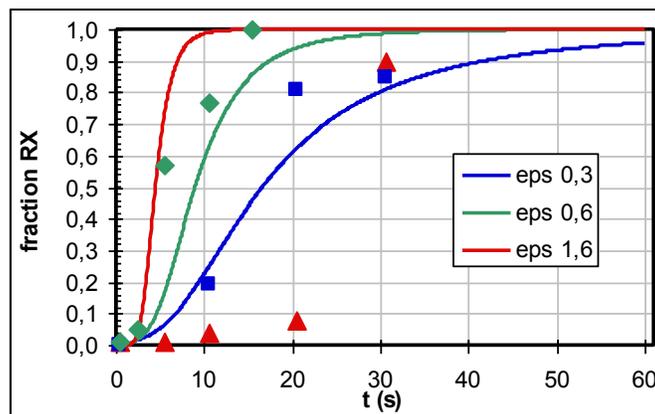


Figure VI-9: Evolution temporelle de la fraction recristallisée, à 1100°C et 5s<sup>-1</sup>. Les symboles représentent les points expérimentaux.

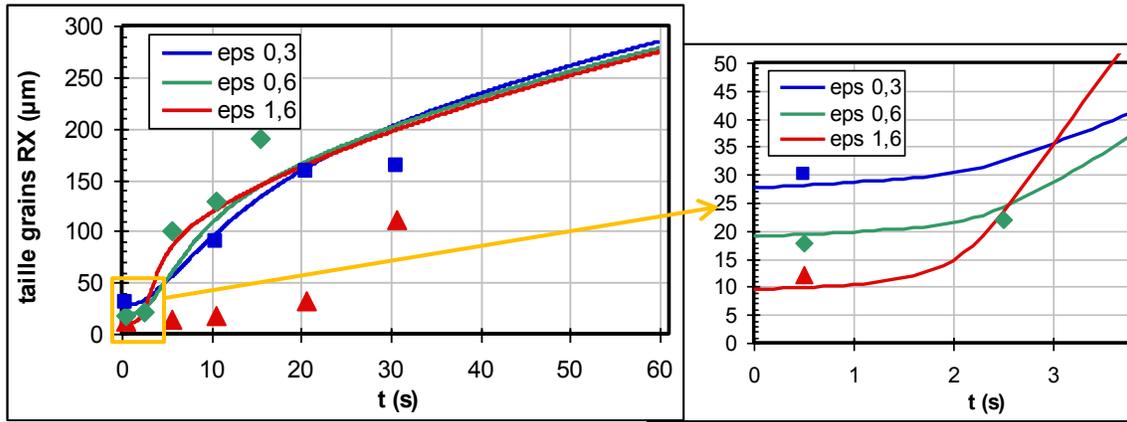


Figure VI-10: Evolution temporelle de la taille de grains recristallisés. Essais réalisés à 1100°C et 5s<sup>-1</sup>. Les symboles représentent les points expérimentaux.

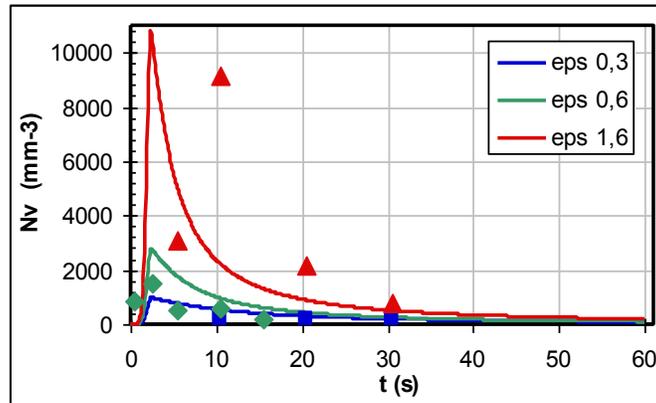


Figure VI-11 : Evolution temporelle de la densité de grains recristallisés, à 1100°C et 5s<sup>-1</sup>. Les symboles représentent les points expérimentaux.

#### VI.4.2.2. Effet de la température

D’après la Figure VI-12, la sensibilité du modèle de CDRX à la température est inférieure à ce que montrent les points expérimentaux. Les cinétiques de recristallisation post-dynamique modélisées sont cependant en accord avec les observations expérimentales (Figure VI-13). On note en particulier la transition marquée entre 1000°C et 1100°C puis le comportement quasi-similaire entre les séries à 1100°C et 1170°C.

A 1000°C, la durée de la période d’incubation, imagée par l’évolution de la densité de grains recristallisés de la Figure VI-15, est néanmoins un peu trop courte, ce qui a pour principale conséquence de provoquer trop tôt la croissance des grains et donc de prévoir une taille

de grains surestimée (Figure VI-14). A 1100°C et 1170°C, on note une bonne corrélation entre les tailles de grains modélisées et expérimentales. Le zoom montre que le diamètre critique  $d_c$  croît avec la température. La cause principale est l'écart de densité de dislocations puisque, comme écrit précédemment, la variation de taille de cristallites est relativement faible entre 1000°C et 1170°C.

Après recristallisation complète, seule la croissance de grains, et donc l'expression de  $dD_1(t)$  qui est proportionnelle au rapport  $M(t)/D(t)$  contribue au grossissement des grains. Les courbes de la Figure VI-14 mettent en évidence que ce rapport engendre une croissance plus rapide lorsque la température augmente.

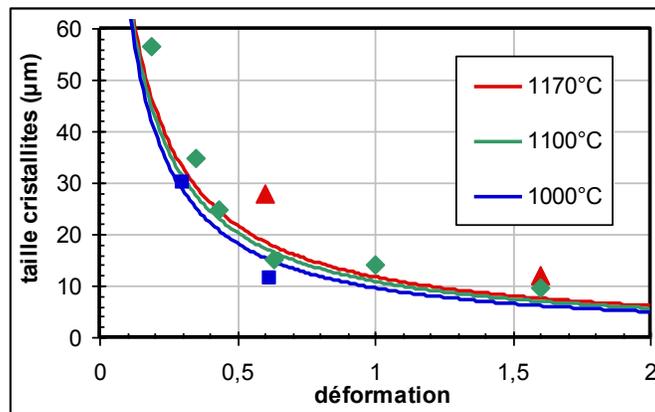


Figure VI-12: Taille de cristallites en fonction de la déformation, à 25s-1. Les symboles représentent les points expérimentaux.

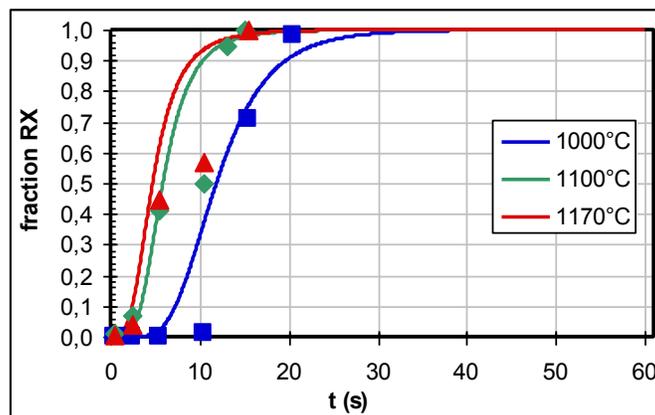


Figure VI-13: Evolution temporelle de la fraction recristallisée, à  $\epsilon=0,6$  et 25s-1. Les symboles représentent les points expérimentaux.

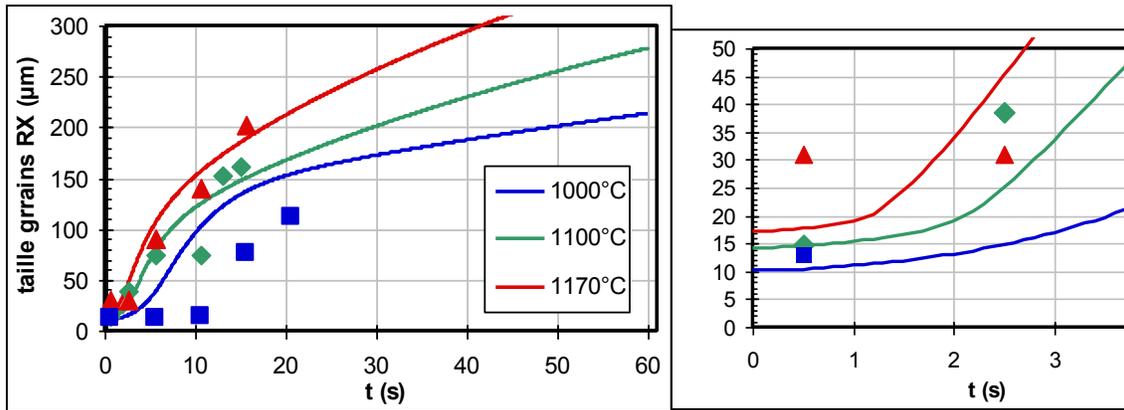


Figure VI-14 : Evolution temporelle de la taille de grains recristallisés. Essais réalisés à  $\epsilon=0,6$  et  $25s^{-1}$ . Les symboles représentent les points expérimentaux.

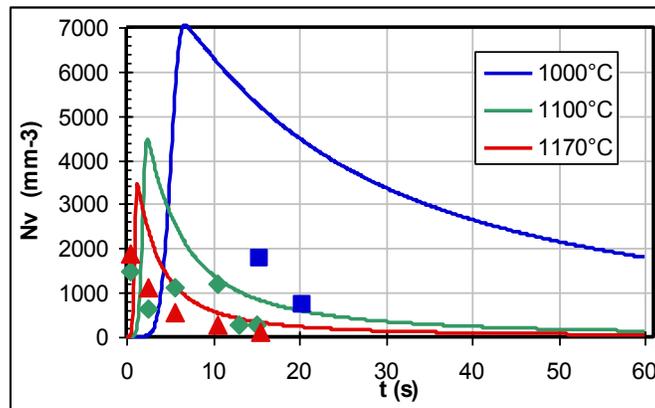


Figure VI-15 : Evolution temporelle de la densité de grains recristallisés, à  $\epsilon=0,6$  et  $25s^{-1}$ . Les symboles représentent les points expérimentaux.

#### VI.4.2.3. *Effet de la vitesse de déformation*

La Figure VI-16 illustre la sensibilité à la vitesse de déformation du modèle CDRX. Au travers des points expérimentaux à  $\epsilon=0,6$ , celle-ci semble correctement représentée, bien que le modèle sous-estime un peu la taille des cristallites obtenues. En effet, on constate un écart comparable d'environ  $5\mu m$  entre les courbes modélisées à  $100s^{-1}$  et  $5s^{-1}$  pour une déformation de 0,6.

Les cinétiques de recristallisation modélisées et expérimentales, représentées sur la Figure VI-17, sont en adéquation, l'augmentation de la vitesse de recristallisation avec la vitesse de

déformation est fidèlement représentée. Cela est dû à une présence plus importante de grains recristallisés au sein du matériau (Figure VI-19), qui croissent également plus rapidement, principalement sous l'effet d'une densité de dislocations libres plus importante. Pour toute les vitesses, les tailles de grains recristallisés convergent vers une asymptote unique (Figure VI-18) dont la pente est définie par le terme de croissance  $dD_1(t)$  puisque lui seul contribue au grossissement des grains une fois la recristallisation achevée. A cette température la croissance est de l'ordre de  $5\mu\text{m/s}$ .

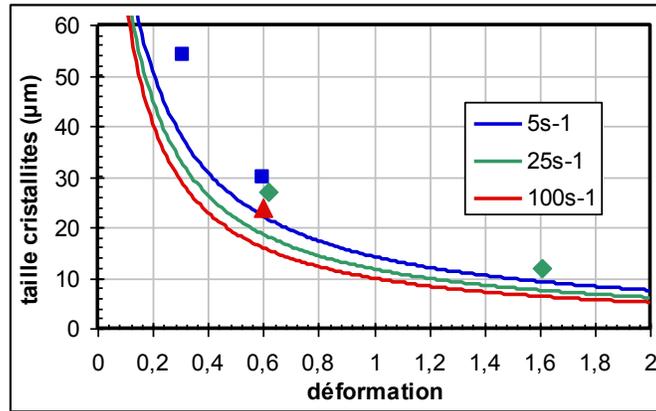


Figure VI-16: Taille de cristallites en fonction de la déformation, à  $1170^{\circ}\text{C}$ . Les symboles représentent les points expérimentaux.

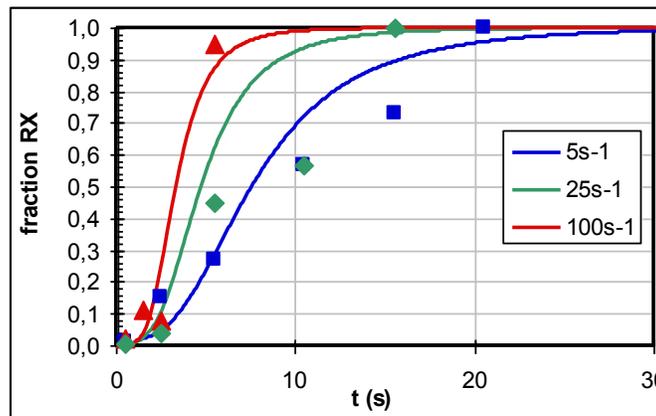


Figure VI-17 : Evolution temporelle de la fraction recristallisée, à  $\epsilon=0,6$  et  $1170^{\circ}\text{C}$ . Les symboles représentent les points expérimentaux.

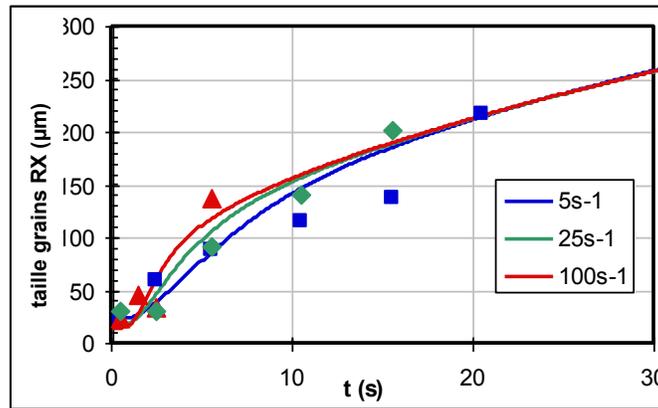


Figure VI-18 : Evolution temporelle de la taille de grains recristallisés. Essais réalisés à  $\epsilon=0,6$  et  $1170^{\circ}\text{C}$ . Les symboles représentent les points expérimentaux.

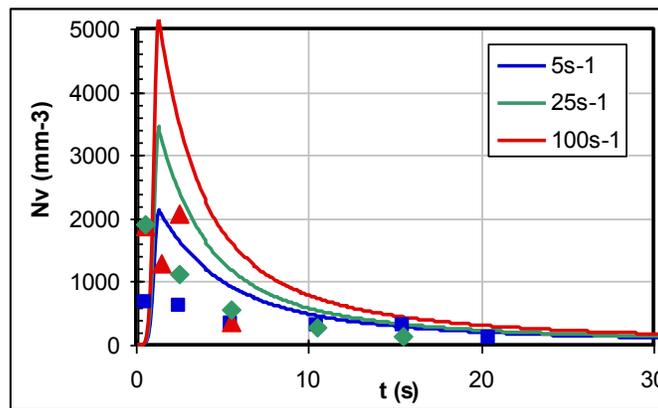


Figure VI-19 : Evolution temporelle de la densité de grains recristallisés, à  $\epsilon=0,6$  et  $1170^{\circ}\text{C}$ . Les symboles représentent les points expérimentaux.

#### VI.4.2.4. *Effet de la taille de grains initiale*

Le modèle reproduit plutôt bien l'effet de la taille de grains initiale, et ce même si l'évolution de la taille de cristallites obtenue à partir d'une taille de grains initiale de  $440\mu\text{m}$  converge trop rapidement vers la courbe associée à la taille  $d_0=130\mu\text{m}$  (Figure VI-20).

En effet une taille de grains initiale plus élevée engendre moins de sites de germination possibles (Figure VI-23). Ceci est vrai même si le modèle de CDRX donne une taille de cristallites identique, puisque la germination a lieu aux anciens joints de grains. Les grains recristallisés auront donc moins d'interactions avec d'autres grains recristallisés lorsque la microstructure avant déformation est grossière, favorisant par suite une augmentation de taille de

grains plus élevée avant recristallisation complète (Figure VI-22). Une fois en phase de croissance, les variations de tailles sont identiques et indépendantes de  $D_0$ . En terme de bilan sur la fraction recristallisée entre nombre de grains présents et vitesse de croissance, celui-ci est légèrement favorable à la taille de grains initiale la plus faible (Figure VI-21), ce qui est compatible avec les constatations expérimentales.

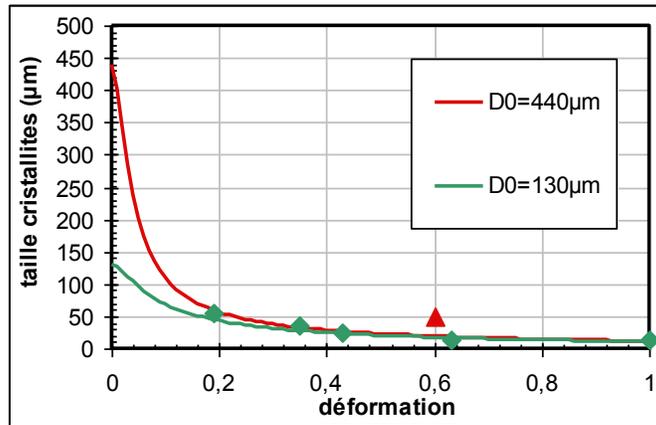


Figure VI-20 : Taille de cristallites en fonction de la déformation, à  $1100^{\circ}\text{C}$  et  $25\text{s}^{-1}$ . Les symboles représentent les points expérimentaux.

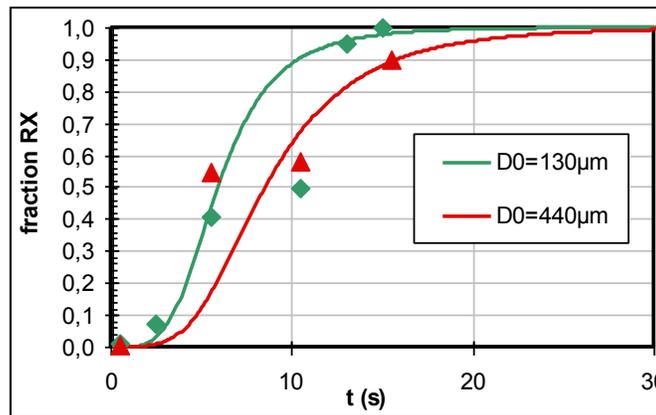


Figure VI-21: Evolution temporelle de la fraction recristallisée, à  $\epsilon=0,6$ ,  $1100^{\circ}\text{C}$  et  $25\text{s}^{-1}$ . Les symboles représentent les points expérimentaux.

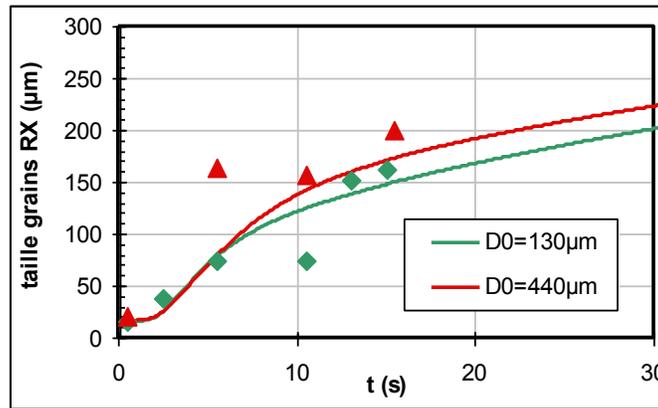


Figure VI-22 : Evolution temporelle de la taille de grains recristallisés. Essais réalisés à  $\epsilon=0,6$ ,  $1100^{\circ}\text{C}$  et  $25\text{s}^{-1}$ . Les symboles représentent les points expérimentaux.

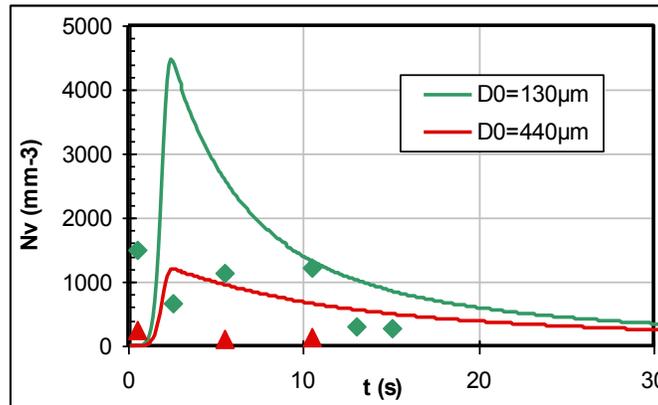


Figure VI-23: Evolution temporelle de la densité de grains recristallisés, à  $\epsilon=0,6$ ,  $1100^{\circ}\text{C}$  et  $25\text{s}^{-1}$ . Les symboles représentent les points expérimentaux.

#### VI.4.2.5. *Schémas multipasses*

On s'intéressera dans ce paragraphe au schéma de déformation double passe effectué à  $1100^{\circ}\text{C}$  et  $5\text{s}^{-1}$ . La microstructure de départ est entièrement recristallisée, avec une taille de grains de  $130\mu\text{m}$  (E2 brut). La première passe  $\epsilon_1 = 0,3$  est suivie d'un temps interpassé de 10s avant la deuxième déformation  $\epsilon_2 = 0,3$  et un maintien final de 10s.

La modélisation de la première déformation génère une taille moyenne de cristallites de  $38\mu\text{m}$  (Figure VI-24). Celle-ci conduit à la fin de la première interpassé à une microstructure

recristallisée à 28% (Figure VI-25) et une taille de grains recristallisée de  $98\mu\text{m}$  (Figure VI-26), valeurs qui sont en accord avec les résultats expérimentaux.

Au cours de la deuxième passe, la zone non recristallisée (72%) est déformée à nouveau de 0,3. Ce domaine n'ayant subi aucune évolution de microstructure au cours de l'interpasse, la taille de cristallites obtenue est équivalente à celle obtenue après une déformation de 0,6. Les grains recristallisés au cours du premier maintien génèrent une microstructure plus grossière (Figure VI-24).

L'ordre de grandeur de la taille de grains recristallisés après le deuxième maintien est respectée (Figure VI-26). On note aussi que les tailles de grains prédites issues des zones écrouies et des zones recristallisées sont très proches.

En revanche, la fraction recristallisée globale est largement surestimée au regard des résultats expérimentaux (Figure VI-25). La cause principale réside dans l'écart entre la densité volumique de grains recristallisés expérimentale et modélisée, trop importante. D'après la Figure VI-27, celle-ci est plus élevée dans le domaine n'ayant pas recristallisé au cours de la première interpasse, ce qui a pour conséquence de générer une fraction recristallisée plus importante pour cette zone. Par suite, comme ce domaine représente 72% du matériau, la fraction recristallisée globale est très dépendante du comportement au sein de ce domaine.

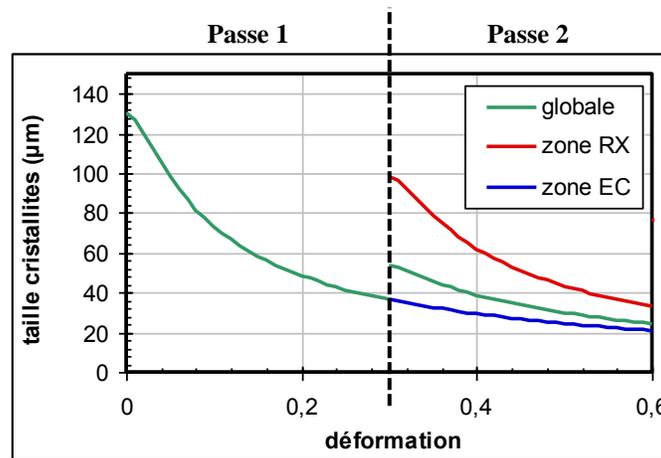


Figure VI-24: Evolution de la taille de cristallites, à  $1100^{\circ}\text{C}$  et  $5\text{s}^{-1}$ , au cours de la première passe ( $\epsilon < 0,3$ ) et durant la seconde passe ( $\epsilon > 0,3$ ).

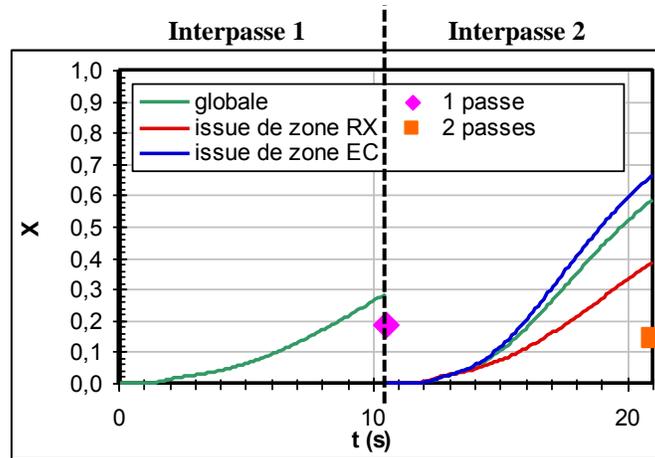


Figure VI-25 : Evolution de la fraction recristallisée, à 1100°C et 5s<sup>-1</sup>, durant le 1<sup>er</sup> interpasse (t < 10,5s) et après la 2<sup>ème</sup> passe (t > 10,5s). Les symboles représentent les points expérimentaux.

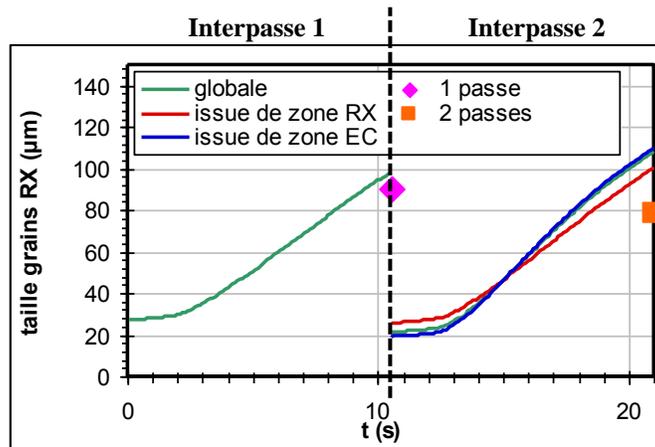


Figure VI-26 : Evolution de la taille de grains recristallisés, à 1100°C et 5s<sup>-1</sup>, durant le 1<sup>er</sup> interpasse (t < 10,5s) et après la 2<sup>ème</sup> passe (t > 10,5s). Les symboles représentent les points expérimentaux.

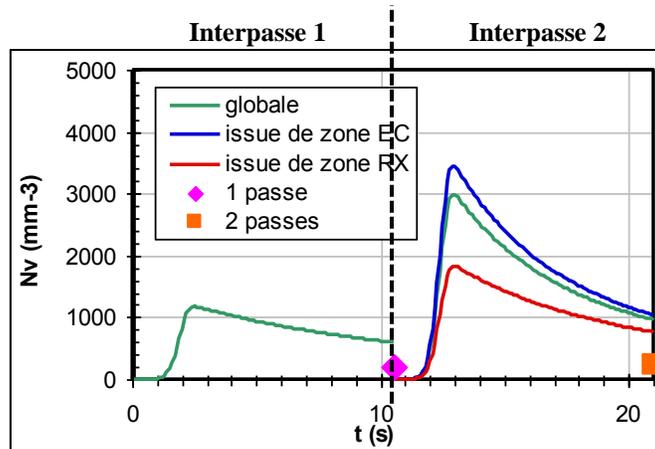


Figure VI-27 : Evolution de la densité de grains recristallisés, à 1100°C et 5s<sup>-1</sup>, durant le 1<sup>er</sup> interpasse (t < 10,5s) et après la 2<sup>ème</sup> passe (t > 10,5s). Les symboles représentent les points expérimentaux.

Comme cela a été évoqué dans la partie V.5, il est possible que les sites de germination soient consommés au cours de la première interpasse et que la deuxième déformation ne suffise pas à renouveler des conditions de germination favorables dans les zones non recristallisées. Afin de reproduire la fraction recristallisée expérimentale après deux passes, il faudrait une densité de germes  $N_{max}$  très faible (équation ci-dessous) dans le domaine n'ayant pas recristallisé. Le Tableau VI-2 regroupe les différentes grandeurs composant  $N_{max}$  associées aux trois microstructures étudiées.

$$N_{max} = \lambda N_{\infty} = f_{HAB} \exp\left(-\frac{\pi}{4} \left(\frac{d_c}{d_{sg}}\right)^2\right) \frac{1}{D_0 d_{sg}^2}$$

N° de la passe	Microstructure avant la passe	$\frac{1}{D_0 d_{sg}^2}$ ( $mm^{-3}$ )	$f_{HAB}$	$\exp\left(-\frac{\pi}{4} \left(\frac{d_c}{d_{sg}}\right)^2\right)$	$\Lambda$	$N_{max}$ ( $mm^{-3}$ )
1	RX	5860	0,33	0,65	0,21	1235
2	RX	9209	0,34	0,63	0,21	1949
	EC	22873	0,32	0,61	0,17	3749

**Tableau VI-2 : Grandeurs caractéristiques de la germination pour différentes microstructures. Déformation à 1100°C et 5s<sup>-1</sup>.**

Dans la formulation de la densité potentielle de sites de germination  $N_{\infty} = 1/D_0 d_{sg}^2$ , la dépendance en  $d_{sg}$  est prépondérante. Après une passe de laminage, la taille de la sous-structure  $d_{sg}$  issue d'une zone écrouie est toujours inférieure à la taille de la sous-structure issue d'une zone recristallisée (21 $\mu$ m et 33 $\mu$ m respectivement pour ce cas) et contribue ainsi à générer davantage de sites potentiels de germination dans les domaines écrouis.

La formulation de  $N_{\infty}$  ne devrait cependant pas être remise en cause. En effet, cette expression est basée sur un critère purement géométrique, à savoir le nombre de cristallites par unité de volume au contact avec les anciens joints de grains. Une approximation raisonnable est faite pour l'estimation de la taille des anciens grains pour la zone n'ayant pas recristallisé.

En revanche, l'efficacité de la germination  $\lambda$ , qui correspond donc au pourcentage de cristallites en contact avec les anciens joints de grains qui deviennent des germes, est une expression semi-empirique. Le terme en exponentielle correspond au pourcentage de cristallites de taille supérieure à la taille critique  $d_c$ . Il est aisé à comprendre que la germination est facilitée

par une quantité importante de joints de forte désorientation. Une relation de proportionnalité a été choisie vis-à-vis de la fraction de joints de grains. La formulation de cette efficacité de germination est certainement trop simple.

Une discussion plus complète à propos des paramètres du modèle est effectuée dans la partie VI.6, après la présentation de l'étude de deux cas se rapprochant des problématiques industrielles dans la section VI.5. Pour résumer, pour des schémas multipasses, la densité de grains recristallisés et donc la fraction recristallisée sont surestimées. L'expression de l'efficacité de la germination  $\lambda$  est certainement celle qui nécessiterait d'être approfondie afin de mieux reproduire l'évolution de la microstructure au cours d'un schéma multipasse.

## VI.5. Etude de cas

Dans cette partie deux cas particuliers seront présentés afin de montrer l'utilité que peut avoir ce modèle dans l'élaboration de schémas industriels de laminage optimisés. Même si les fractions recristallisées peuvent être surestimées comme l'a montré la partie précédente, les tendances fournies par le modèle peuvent être exploitées.

### VI.5.1. Température de début de laminage

Cette étude est consacrée à l'influence de la température de réchauffage des brames et par conséquent la température de début de laminage. On souhaite répondre aux questions ci-dessous :

- Quelle est la température générant les fractions recristallisées les plus élevées ?
- Comment évoluent les tailles et densités de grains recristallisés ?

La microstructure considérée ainsi que les conditions de laminage utilisées pour cette étude sont les suivantes :

- un matériau entièrement recristallisé à l'état initial, la taille de grains associée étant  $d_0 = 3000\mu m$ ,
- une vitesse de déformation  $\dot{\epsilon} = 5s^{-1}$ ,
- un schéma de laminage de trois passes identiques  $\epsilon_1 = \epsilon_2 = \epsilon_3 = 0,3$ ,
- trois temps interpasses de 15s,
- un refroidissement de  $2^\circ C/s$  durant les interpasses,
- $T_0 = 1200^\circ C$  pour le schéma **A** (donc  $\epsilon_1$  à  $1200^\circ C$ ,  $\epsilon_2$  à  $1170^\circ C$ ,  $\epsilon_3$  à  $1140^\circ C$ )
- $T_0 = 1240^\circ C$  pour le schéma **B** (donc  $\epsilon_1$  à  $1240^\circ C$ ,  $\epsilon_2$  à  $1210^\circ C$ ,  $\epsilon_3$  à  $1180^\circ C$ )

Comme le montre la Figure VI-28, le niveau de contrainte est bien sûr plus élevé dans le cas du schéma de laminage effectué à plus basse température. L'écart relatif est d'environ 15% entre les deux schémas.

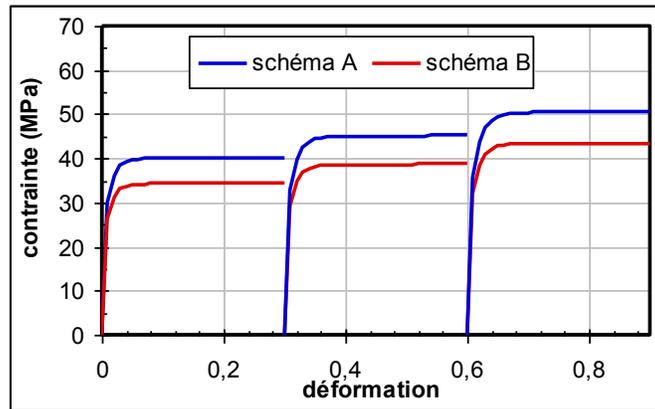


Figure VI-28: Courbes contrainte-déformation modélisées associées aux schémas de laminage A et B.

La Figure VI-29 représente les évolutions de la taille de cristallites, de la fraction recristallisée, de la taille et de la densité de grains recristallisés pour les deux schémas.

On ne constate aucune différence notable en termes de fractions recristallisées après chaque interpasse. Peu de germes sont formés au cours de la première passe, conduisant à une fraction recristallisée inférieure à 2%. Du fait de cette valeur extrêmement faible, les grandeurs caractéristiques globales du matériau pour les interpasses 2 et 3 sont quasiment confondues avec les valeurs issues des zones écrouies. La fragmentation plus prononcée de la microstructure au cours des passes 2 et 3 favorise la germination et donc une recristallisation plus importante pour les deux schémas.

Les évolutions de taille de grains recristallisés diffèrent quelque peu. Après la première passe, la taille de grains recristallisés est plus élevée pour le schéma A. Le produit de la force motrice par la mobilité est favorable à la température la plus basse. A contrario, les tailles de grains après les passes 2 et 3 sont plus élevées pour le schéma B, pour lequel les densités de dislocations plus faibles avant interpasse sont contrebalancées par une mobilité des joints plus élevée.

Pour conclure, dans les conditions de laminage considérées, un écart de 40°C dans la température initiale n'influe que très peu sur l'évolution des microstructures.

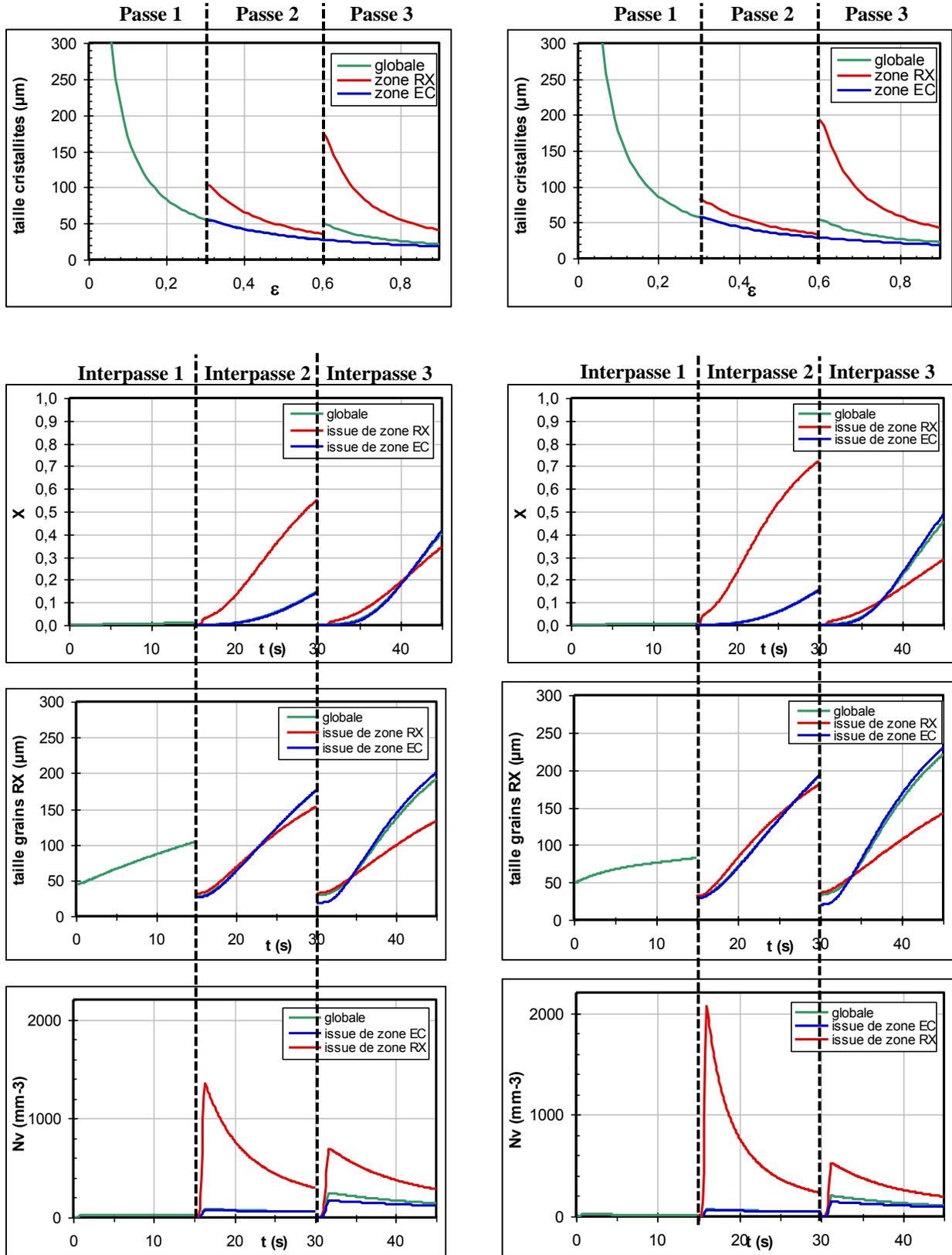


Figure VI-29 : Evolution de la taille de cristallites, de la fraction recristallisée, de la taille et de la densité de grains recristallisés pour le schéma A (gauche  $T_0=1200^\circ\text{C}$ ) et le schéma B (droite  $T_0=1240^\circ\text{C}$ )

## VI.5.2. Schéma de déformation

Cette section est consacrée à l'influence de la répartition de la réduction entre passes pour une déformation cumulée donnée. On simule ici les trois dernières passes du dégrossisseur en cherchant à déterminer :

- Quel est le schéma permettant le meilleur taux de recristallisation ?
- Comment varie le temps de maintien permettant d'obtenir une recristallisation complète après la 3<sup>ème</sup> passe ?

La microstructure considérée ainsi que les conditions de laminage sont les suivantes :

- un matériau entièrement recristallisé à l'état initial, la taille de grains associée étant  $d_0 = 150\mu m$ ,
- une vitesse de déformation  $\dot{\epsilon} = 25s^{-1}$ ,
- deux premières interpasses de 10s,
- un maintien de 40s après la troisième passe,
- une température initiale de 1100°C,
- un refroidissement de 2°C/s durant les interpasses et le maintien (donc  $\epsilon_1$  à 1100°C,  $\epsilon_2$  à 1080°C,  $\epsilon_3$  à 1060°C),
- schéma **A** :  $\epsilon_1 = 0,13$   $\epsilon_2 = 0,13$   $\epsilon_3 = 0,34$
- schéma **B** :  $\epsilon_1 = 0,34$   $\epsilon_2 = 0,13$   $\epsilon_3 = 0,13$

Les évolutions de la taille de cristallites, de la fraction recristallisée, de la taille et de la densité de grains recristallisés pour les deux schémas sont représentées sur la Figure VI-30.

Tout d'abord, on constate que les grains recristallisés ont des tailles similaires pour ces deux schémas, à savoir une centaine de microns à la fin des deux premières interpasses, et environ 180 $\mu m$  après 40s du maintien final.

Concernant les fractions recristallisées, le schéma A, c'est-à-dire avec la déformation principale effectuée au cours de la passe 3, est celui qui permet la recristallisation la plus rapide après la dernière passe. Un maintien de 20s (soit  $t=40s$  sur le graphique) est nécessaire à l'obtention d'une fraction recristallisée supérieure à 95%. Après le même maintien, la fraction recristallisée n'est que de 83% pour le schéma B. Par ailleurs, on constate pour ce schéma que la cinétique de fin de recristallisation est lente comparée au schéma A, l'écart étant causé par une densité de grains recristallisés bien plus faible au cours du dernier maintien pour le schéma B ( $N_{max}$  est de l'ordre de 5000mm<sup>-3</sup> et 2000mm<sup>-3</sup> respectivement).

Même si la cinétique de recristallisation finale est plus lente lorsque la déformation principale est effectuée en premier, ce schéma présente l'avantage de fournir des taux de recristallisation intermédiaires plus importants. De manière générale, des recristallisations multiples contribueront à l'affaiblissement de la texture locale et globale au sein du matériau et à la mise en forme finale du produit. Ainsi, le pourcentage de grains initiaux n'ayant recristallisé ni pendant la première interpasse ni pendant la deuxième est 43% pour le schéma A contre 10% pour le schéma B.

Contrairement à l'étude précédente qui montrait que peu de changement dans les fractions et tailles de grains recristallisés étaient attendus par une modification de la température initiale de laminage, le choix des différents taux de réductions, pour une déformation cumulée équivalente, peut grandement influencer sur les évolutions de fractions recristallisées intermédiaires et finales. Cette étude met en avant les compromis industriels à trouver entre, par exemple, des recristallisations multiples intermédiaires et un maintien final long pour une recristallisation complète (schéma B) ou bien peu de recristallisation intermédiaire mais une recristallisation finale complète atteinte plus rapidement (schéma A).

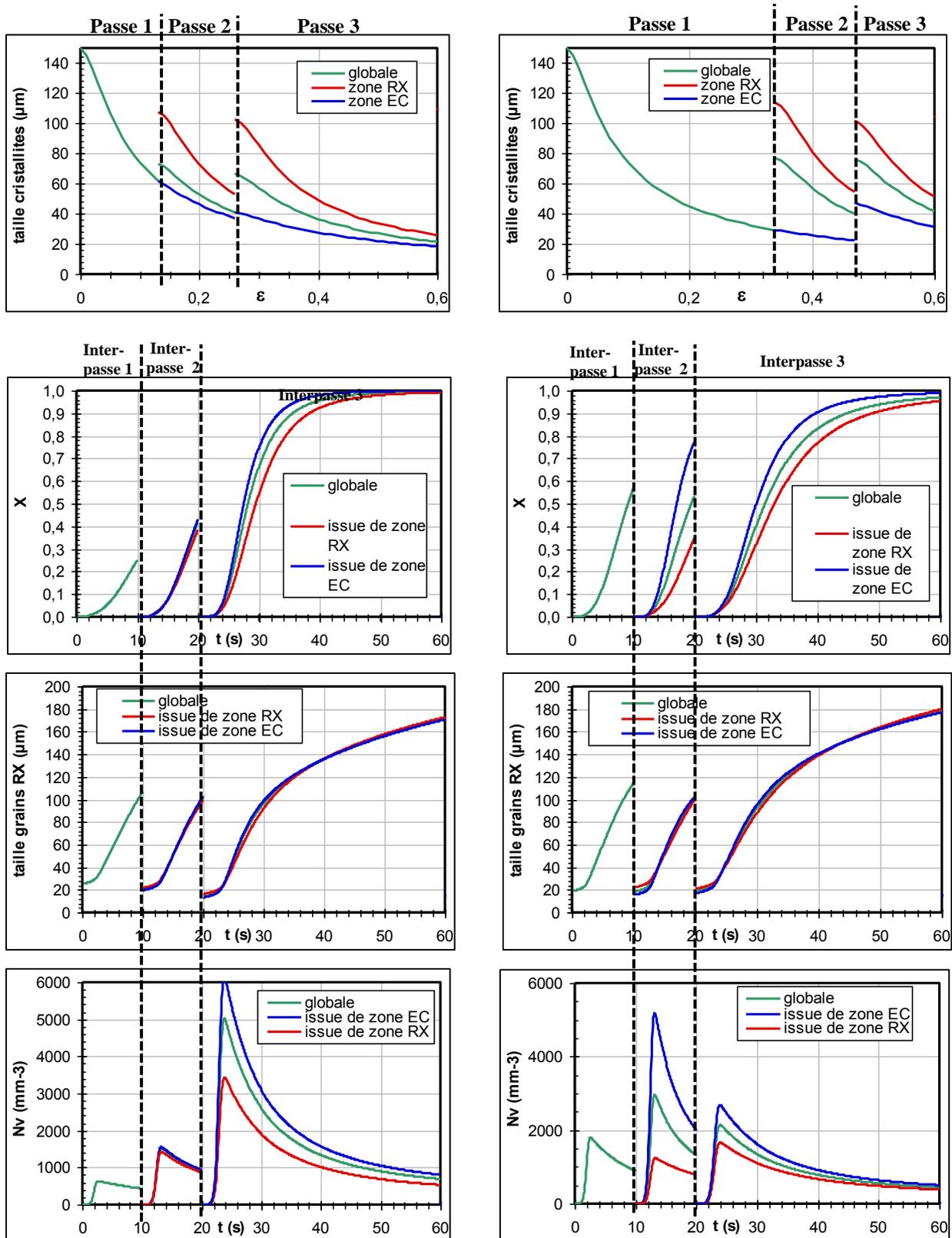


Figure VI-30: Evolution de la taille de cristallites, de la fraction recristallisée, de la taille et de la densité de grains recristallisés pour le schéma A (gauche) et le schéma B (droite).

## VI.6. Conclusions

Le couplage du modèle de CDRX développé par Gourdet et Montheillet [GOU 03], modifié par l'introduction d'un paramètre  $\beta$  traduisant l'annihilation de dislocations par paires, avec un modèle original de recristallisation post-dynamique permet de simuler la succession de passes et de temps interpasses qui constitue un schéma de laminage à chaud.

Au sein du matériau, dans le cas général, des zones recristallisées et des zones écrouies sont présentes. Ces domaines sont traités séparément au cours de la passe et de l'interpasse. A la fin d'une interpasse, lorsque deux zones écrouies et deux zones recristallisées sont présentes, on prend la moyenne des grandeurs caractéristiques de ces domaines pour ne reformer plus qu'une seule zone recristallisée et une seule zone écrouie homogènes.

Les effets de la température, de la vitesse de déformation, de la taille de grains initiale sur les évolutions microstructurales prévus par le modèle sont en accords avec les résultats expérimentaux obtenus au cours d'essais monopasses.

Le modèle échoue en revanche à représenter la variation non monotone des cinétiques de recristallisation avec la quantité de déformation observée expérimentalement. Aux déformations très élevées, les cinétiques sont largement surestimées. En effet, expérimentalement, la croissance préalable de la sous-structure au sein d'un matériau présentant une forte texture de fibre  $\alpha$  est nécessaire à la formation de germes de recristallisation au sein de ces microstructure très déformées, phénomène qui n'est pas pris en compte dans ce modèle.

Concernant les essais multipasses, les fractions recristallisées modélisées sont supérieures aux valeurs expérimentales. La cause la plus probable de cet écart est une germination trop prononcée dans les zones n'ayant pas recristallisé au cours de l'interpasse précédente, générant une fraction recristallisée trop importante dans ces domaines et par suite une fraction recristallisée globale trop élevée. Le critère d'efficacité de la germination  $\lambda$ , nécessiterait une expression plus complète pour reproduire plus fidèlement les résultats expérimentaux.

Les deux études de cas présentées dans la partie VI.5 montrent que même si les fractions recristallisées peuvent être surestimées dans le cas de schémas multipasses, ce modèle permet par des études comparatives de prédire qualitativement l'influence des modifications de paramètres de laminage sur la microstructure du matériau.

Afin de décrire de façon plus exacte le comportement du matériau au cours du laminage à chaud, des améliorations futures pourraient être apportées. En effet, dans ce modèle déjà assez complexe, des phénomènes ont été négligés ou approximatés. Une liste non exhaustive est présentée ci-dessous :

- La formulation d'un nouveau diamètre critique qui rend la germination toujours possible, contrairement au critère de Bailey-Hirsch, a permis de décrire fidèlement les cinétiques de recristallisation pour des déformations faibles et modérées. Cependant, aux grandes déformations, le retard à la recristallisation dû à la croissance des cristallites permettant à certaines d'atteindre une taille critique ne peut être reproduit puisque des germes sont présents dès le début du maintien avec la formulation actuelle.

- L'effet de la texture, pouvant générer localement des niveaux d'écrouissage différents et donc une aptitude à la germination et/ ou croissance de grains non homogène au sein du matériau, n'intervient pas dans ce modèle.

- Le modèle ne tient pas compte de facteurs de forme pour les grains déformés, cette approximation est d'autant plus discutable que la déformation est prononcée. Ce critère pourrait intervenir dans l'efficacité de la germination  $\lambda$ .

- La restauration statique dans le matériau n'a pas été quantifiée expérimentalement, une étude rigoureuse permettrait une évaluation plus précise de la loi d'évolution de celle-ci.

## VII. Conclusions et perspectives

Afin d'améliorer les propriétés de mise en forme et d'aspect de surface des tôles d'aciers inoxydables ferritiques, une meilleure connaissance de l'évolution de la microstructure et de la texture au cours de la fabrication, et particulièrement durant le laminage à chaud, est nécessaire. En effet, en raison de l'absence de transformation de phase pouvant effacer les conséquences du laminage à chaud sur la microstructure et la texture, l'optimisation de celles-ci à l'état final du produit passe par des schémas de laminage à chaud contrôlés permettant des recristallisations intermédiaires plus complètes et plus nombreuses.

### **Recristallisation dynamique**

Les aciers inoxydables ferritiques stabilisés étudiés donnent lieu à une recristallisation dynamique continue (CDRX) au cours de la déformation à chaud. L'écrouissage du matériau génère des dislocations dont une partie se réarrange, par restauration dynamique, dans des parois de faible désorientation. Celles-ci apparaissent tout d'abord au voisinage des joints de grains. Au fur et à mesure que la déformation se poursuit, des sous-joints se forment dans tout le grain, et l'absorption de dislocations par ces parois conduit à leur désorientation progressive, certaines d'entre elles pouvant devenir de nouveaux joints de grains. La microstructure de déformation est donc une structure de cristallites, plus ou moins bien définie suivant les conditions de déformation.

Les passes de laminage étant des déformations modérées, le domaine stationnaire, pour lequel aucune trace de la microstructure initiale ne subsiste, n'est pas atteint. La microstructure de déformation est donc constituée des anciens joints de grains, clairement identifiables, d'une majorité de sous-joints faiblement désorientés, mais également de nouvelles parois plus fortement désorientées ( $\theta > 10^\circ$ ) localisées principalement au voisinage des anciens joints de grains.

Le long de ces anciens joints de grains, une partie des cristallites est susceptible de devenir les germes de la recristallisation post-dynamique qui peut avoir lieu au cours du temps interpasse séparant deux passes de laminage. L'obtention d'une microstructure recristallisée à la fin du temps interpasse dépend des conditions opératoires. En effet, la microstructure initiale, la quantité de déformation, la température et la vitesse de déformation influent sur la germination et la vitesse de croissance de nouveaux grains recristallisés et donc sur la microstructure à la fin du temps interpasse.

Une étude rhéologique basée sur des essais de compression uniaxiale à chaud a permis la détermination de paramètres d'écrouissage et de restauration dynamique, sensibles à la température et à la vitesse de déformation. Ces paramètres sont utilisés dans un modèle de CDRX précédemment développé, qui permet de décrire les résultats expérimentaux concernant l'évolution de la microstructure et de l'état de contrainte dans le matériau au cours de la déformation.

Expérimentalement donc, les contraintes maximales sont atteintes vers  $\varepsilon=0,2$ . Celles-ci sont plus élevées pour la nuance E2 bi-stabilisée au Ti + Nb, principalement à cause d'une quantité de Nb en solution solide plus importante. L'évolution de la contrainte maximale expérimentale avec la température et la vitesse de déformation est parfaitement décrite par une loi pseudoplastique  $\sigma_m = kZ^m$  qui traduit l'équivalence entre une augmentation/diminution de la température et une diminution/augmentation de la vitesse de déformation.

Les simulations expérimentales de passes de laminage à chaud ont été effectuées par des essais de bipoinçonnement sur machine Gleeble 3500. Lorsque les conditions de déformation sont plus sévères, on note un affinement de la microstructure. Les variations de taille de cristallites, dans les gammes de température (1000°C à 1220°C) et de vitesse de déformation ( $5s^{-1}$  à  $100s^{-1}$ ) étudiées, sont par ailleurs plus sensibles à la température. De plus, à 1000°C, la polygonisation de la sous-structure n'est que peu avancée, les microstructures de déformation sont très écrouies et ne présentent que peu de cellules aisément identifiables. Au contraire, aux hautes températures, la restauration dynamique prononcée engendre une microstructure composée de cristallites clairement définies.

Les textures de déformation sont dominées par les composantes de la fibre  $\alpha$  principalement et dans une moindre mesure par les orientations appartenant à la fibre  $\gamma$ . L'intensité de la fibre  $\alpha$  augmente avec la quantité de déformation et/ou avec le paramètre de Zener-Hollomon. Concernant la présence de composantes de la fibre  $\gamma$  aux déformations modérées, elle est également plus intense lorsque  $Z$  augmente. A  $\varepsilon=1,6$ , les variations des composantes de la fibre  $\gamma$  ne montrent pas de tendances claires.

### **Recristallisation post-dynamique**

Suivant les conditions opératoires, on peut observer la croissance de grains recristallisés, engendrant la recristallisation, partielle ou complète, lente ou rapide, du matériau. La faculté du matériau déformé de générer instantanément une densité de germes élevée est le facteur clé pour obtenir une cinétique de recristallisation rapide. Avant de revenir plus en détail sur la formation des germes de recristallisation, rappelons les principaux résultats concernant l'influence des conditions opératoires sur la recristallisation post-dynamique, ainsi que ses caractéristiques.

### Influence des conditions opératoires

Alors que pour des déformations modérées une augmentation de la **déformation** générerait une accélération des cinétiques de recristallisation par une augmentation de la densité de germes, les essais effectués aux grandes déformations ( $\varepsilon=1,6$ ) ont montré que la croissance de grains recristallisés était inhibée pendant au moins les dix premières secondes du temps interpasses.

Une transition marquée des cinétiques de recristallisation a été observée entre les essais effectués à 1000°C et à des **températures** plus élevées. En effet, la recristallisation démarre instantanément aux températures les plus élevées quand une période d'incubation était nécessaire à 1000°C, permettant la formation de germes par restauration statique. Au-dessus de 1100°C, les cinétiques de recristallisation sont proches, même si on constate quelques différences en fonction de la quantité et de la vitesse de déformation. Il s'agit d'un équilibre entre la densité de germes créés, la force motrice et la mobilité des joints. En moyenne, la cinétique de recristallisation la plus rapide est attendue vers 1150-1170°C.

On note une cinétique un peu plus élevée et une taille de grains en fin de recristallisation plus faible lorsque la **vitesse de déformation** augmente, conséquence d'une densité de germes et d'une force motrice plus importantes.

Une seule étude a été faite concernant l'effet de la **taille de grain initiale**. Celle-ci suggère que les cinétiques de recristallisation sont comparables. Les grains initiaux les plus gros génèrent moins de sites de germination, mais les grains recristallisés croissent plus vite, du fait des interactions moindres entre voisins.

Concernant l'influence de la **composition chimique**, la nuance E1 mono-stabilisée au Nb, recristallise beaucoup moins bien que la nuance E2 bi-stabilisée au Nb+Ti. Le début de la recristallisation est retardé, très peu de sites de germination sont activés pour E1 et la taille des grains recristallisés est plus faible. Une texture de déformation plus marquée pour E1 ainsi qu'un niveau d'écrouissage plus faible générant moins de force motrice sont les facteurs les plus probables pour justifier ces différences.

Enfin, les **schémas multipasses** ont engendré des fractions recristallisées très faibles au regard de celles obtenues après une déformation monopasse équivalente, la densité et les tailles de grains recristallisés étant toutes deux inférieures. Il semble que les sites de germination soient tous consommés durant la première interpasse et que les déformations suivantes ne permettent pas de renouveler des conditions favorables à la germination.

### Caractéristiques liées à la recristallisation

L'étude de la recristallisation post-dynamique a mis en évidence plusieurs phénomènes qui ont été pris en compte dans le modèle, exception faite de la texture.

1. Les grains recristallisés ne sont pas répartis de façon homogène, ils sont regroupés sous forme de clusters du fait d'une germination localisée très majoritairement aux anciens joints de grains.
2. Au cours du temps interpasse, il y a simultanément de plusieurs phénomènes :
  - la germination, décrite ci-dessous,
  - la croissance des grains recristallisés au sein des zones écrouies,
  - la croissance de grains recristallisés au sein des zones recristallisées, entraînant la disparition des grains les plus petits.
3. La restauration statique diminue la densité de dislocations libres  $\rho_i$  durant les temps interpasses.
4. Par rapport aux microstructures de déformation, les microstructures recristallisées présentent une texture bien moins accentuée.

### Germination

La germination se déroule aux joints de grains. Une partie des cristallites formées au cours de la déformation croissent par SIBM et consomment la matrice écrouie environnante. Les sites de germination potentiels  $N_\infty$  sont l'ensemble des cristallites se situant aux joints de grains. Ils sont donc d'autant plus nombreux que les tailles des grains avant déformation  $D_0$  et les cristallites formées  $d_{sg}$  sont petites.

Toutes ces cristallites ne deviennent pas des germes. Expérimentalement, il a été mis en évidence que les germes de recristallisation remplissent trois critères :

- ils possèdent une désorientation interne moyenne faible, et donc contiennent très peu de dislocations,
- ils sont délimités de parois désorientées de plus de  $10^\circ$ ,
- leur taille dépasse un diamètre critique  $d_c$ .

Le critère de Bailey-Hirsch, classiquement utilisé pour définir la taille critique des germes de recristallisation, a été mis en défaut dans de nombreux cas expérimentaux, la taille critique étant largement surestimée. Une nouvelle définition de ce critère a donc été proposée pour la modélisation de la germination. Cette formulation, en prenant en compte l'élimination de la surface des parois préexistantes après la déformation et le remplacement de celles-ci par la surface des germes, diminue la taille critique  $d_c$  et rend la germination toujours possible.

Pour traduire dans le modèle de recristallisation le fait que seule une partie des germes potentiels, respectant les hypothèses précédentes, vont effectivement créer de nouveaux grains recristallisés, un critère d'efficacité de la germination  $\lambda$  fut introduit. Par suite, l'expression de la densité maximale de germes créée est la suivante :

$$N_{max} = \lambda N_{\infty} = f_{HAB} \exp\left(-\frac{\pi}{4} \left(\frac{d_c}{d_{sg}}\right)^2\right) \frac{1}{D_0 d_{sg}^2}$$

Enfin, suite aux constatations expérimentales concernant l'influence de la température sur la germination, la densité volumique de germes activés  $N_v^+(t)$ , évolue au cours du temps et est thermiquement activée, ce qui permet de reproduire pour les températures les plus basses le temps d'incubation nécessaire à la formation de ces germes de recristallisation :

$$N_v^+(t) = N_{max}[1 - \exp(-kt^n)] \quad \text{avec} \quad k = k_0 \exp\left(\frac{-Q_k}{RT}\right)$$

## Bilan

La formulation des équations de germination et de croissance des grains permet de restituer correctement la majeure partie des résultats expérimentaux.

- L'augmentation de la vitesse de déformation génère des cristallites plus petites, une fraction de joints de grains plus grande et donc plus de germes. L'augmentation de la densité de dislocations libres fournit également une force motrice plus élevée.
- L'augmentation de la taille de grains initiale, qui est déjà intrinsèquement moins favorable à une densité de sites de germination élevée, génère en plus des cristallites plus grosses, ce qui est également défavorable. Les grains recristallisés auront en revanche une taille plus élevée.
- Pour des déformations modérées, l'augmentation du taux de réduction par passe forme des cristallites plus petites et favorise également la formation de parois de forte désorientation, entraînant une densité de grains recristallisés plus importante et une cinétique de recristallisation plus rapide.
- Lorsque la température diminue, l'apparition des germes est retardée.

Deux observations expérimentales ne sont cependant pas correctement reproduites par ce modèle de recristallisation.

- Le retard à la recristallisation observé pour les cas de déformation  $\epsilon=1,6$ .
- Le nombre réduit de germes activés au cours de la dernière passe, et donc la faible recristallisation constatée pour les schémas multipasses.

Ce modèle de recristallisation permet de modéliser des schémas de laminage à chaud. En raison d'une densité de grains recristallisés prédite trop importante dans les zones écrouies pour des schémas multipasses, les fractions recristallisées modélisées sont surestimées par rapport aux résultats expérimentaux. Il est tout de même possible, par des études comparatives entre des schémas de laminage différents, d'identifier des conditions de déformation plus favorables à la recristallisation du matériau.

Il y a bien entendu des contraintes industrielles à respecter, en termes de sollicitations mécaniques (efforts imposés aux cylindres de laminage) mais aussi de logique économique (durée et coût du process). Dans la mesure du possible, les préconisations suivantes permettraient probablement d'améliorer la microstructure de l'ébauche à la sortie du dégrossisseur en permettant des recristallisations plus complètes du matériau.

1. Une augmentation de la vitesse de déformation favorise une densité de grains recristallisés élevée, accélère les cinétiques de recristallisation et affine la taille de grains associée à une recristallisation complète.
2. La température associée à la recristallisation la plus rapide est d'environ 1150°C. Afin de favoriser une recristallisation intermédiaire importante dans le schéma de laminage cinq passes au dégrossisseur, il pourrait être intéressant de coupler cette température optimale avec d'autres conditions favorables à la recristallisation, à savoir appliquer un taux de réduction proche de la déformation maximale pour une passe ( $\epsilon \approx 0,6$ ) et un temps interpasse significatif.
3. La série d'essais réalisés à  $\epsilon=0,3$  1220°C et  $5s^{-1}$  et  $D_0=130\mu m$  montre qu'une recristallisation complète est peu probable du fait du peu de sites de germination possibles. Ces conditions sont proches de la première passe de laminage, excepté pour  $D_0$  qui est d'un ordre de grandeur plus grand dans un schéma industriel et qui générera donc encore moins de germes. Une fraction recristallisée extrêmement faible est attendue, un temps interpasse minimal est donc préconisé pour conserver une durée de laminage constante si l'on souhaite augmenter une autre interpasse comme suggéré dans le point 2.

## **Perspectives**

Les perspectives de ces travaux relèvent à la fois du domaine expérimental et de l'aspect modélisation.

### Essais préconisés

- La vitesse de migration des joints de grains après recristallisation complète n'a que très peu été étudiée, quelques essais de bipoinçonnement avec des longs maintiens post-déformation pourraient être intéressants pour valider les cinétiques de croissance de grains dans une microstructure recristallisée.
- Un écart marqué de cinétique de recristallisation a été identifié entre des essais à  $\epsilon=0,6$  et  $\epsilon=1,6$ . Il serait intéressant d'identifier les cinétiques pour des déformations intermédiaires telles que  $\epsilon=0,9$  et  $\epsilon=1,2$  par exemple.
- Seuls des maintiens de 10s après la dernière passe ont été effectués après des schémas multipasses et pour cette durée les fractions recristallisées étaient très faibles. Des temps de maintiens plus long seraient nécessaires pour savoir si la recristallisation est seulement retardée (un comportement du type de celui observé aux grandes déformations) ou bien réellement inhibée.
- L'adoucissement provoqué par la restauration statique est assez mal connu. Des essais mécaniques simples (traction ou compression uniaxiale par exemple) suivis de divers maintiens, réalisés à basse température pour éviter la superposition des phénomènes de recristallisation et de restauration (entre 700°C et 900°C par exemple), et dont l'adoucissement serait caractérisé par de la microdureté, permettraient d'élaborer une loi de restauration plus rigoureuse, notamment vis-à-vis de la dépendance en température.

### Amélioration du modèle

Plusieurs axes de travail existent pour rendre le modèle de recristallisation plus prédictif.

- Une meilleure description de la fonction de distribution des angles de désorientation dans le modèle de CDRX pourrait être effectuée.
- La loi de restauration statique pourrait être améliorée suivant la méthode décrite ci-dessus.
- La vitesse de formation de la densité de germes au sein du matériau est parfois surestimée par le modèle. En particulier, la vitesse de migration des sous-joints, permettant la création de germes, ne peut être négligée aux grandes déformations.
- L'introduction d'un facteur de forme des grains caractérisant l'état déformé ainsi que la prise en compte de la texture globale seraient deux axes à développer, pour reproduire plus fidèlement les densités de grains recristallisés observées expérimentalement aux grandes déformations.



## Références bibliographiques

- [AKA 94] AKAMATSU S., HASEBE M., SENUMA T., MATSUMURA Y. & AKISUE O.  
Thermodynamic calculation of solute carbon and nitrogen in Nb and Ti added extra-low carbon steels, *ISIJ Intern.*, 34, n° 1, pp. 9-16, 1994
- [AKB 02] AKBARI G.H. & SELLARS C.M.  
Static restoration processes in warm rolled interstitial free steel, *Mat. Sci. Tech.*, 18, pp.895-891, 2002
- [BAI 48] BAIN E.C. & ABORN R.H.  
Chromium-Iron Phase Diagram, *Metals Handbook, American Society for Metals*, p. 1194, 1948
- [BAI 62] BAILEY J.E. & HIRSCH P.B.  
The recrystallization process in some polycrystalline metals. *Proceedings of the Royal Society of London A*, 267, pp.11-30, 1962
- [BAS 59] BASINSKI Z.S.  
Thermally activated glide in FCC metals and its application to the theory of strain hardening, *Phil. Mag.*, vol.4, pp. 393-432, 1959
- [BEL 95] BELYAKOV A.N. & KAIBYSHEV R.O.  
Deformation mechanisms in a high-chromium ferritic steel: *The Physics of Metals and Metallography*, 79, pp. 212-228, 1995
- [BUR 52] BURKE J. & TURNBULL D.  
Recrystallization and grain growth, *Progress in Metal Physics*, 3, pp. 220-244, 1952
- [CAH 56] CAHN J.W.  
Transformation kinetics during continuous rolling, *Acta Metall.*, 4, pp. 572-575, 1956

- [CAH 62] CAHN J.W.  
The Impurity drag effect in grain boundaries, *Acta Metall.*, 10, pp. 789-798, 1962
- [CAS 90] CASTRO R.  
Historique des aciers inoxydables (chap1), issu de l'ouvrage « Les aciers inoxydables », *les Editions de Physique*, 1990
- [CAS 12] CASTAN C.  
Etude de la recristallisation au cours du laminage à chaud d'aciers à basse densité fer-aluminium, *Thèse*, Ecole des Mines de Saint-Etienne, 2012
- [CHA 67] CHAO H.C.  
The mechanism of ridging in ferritic stainless steels, *Trans. ASM*, 60, pp. 37-50
- [COU 05] COURTOIS E.  
Etude de la précipitation des carbures et des carbonitrides de niobium dans la ferrite par microscopie électronique en transmission et techniques associées, *Thèse*, INSA Lyon, 2005
- [CHO 00] CHOVET C.  
Evolution des microstructures et des textures en grande déformation à chaud d'un alliage Al-Mg-Si. Caractérisation du mécanisme de recristallisation dynamique continue, *Thèse*, Ecole des Mines de Saint-Etienne, 2000
- [CRA 09] CRAM D.G. ZUROB H.S. BRECHET Y.J.M. & HUTCHINSON C.R.  
Modelling discontinuous dynamic recrystallization using a physically based model nucleation, *Acta Mater.*, 57, pp.5218-5228, 2009
- [DOH 97] DOHERTY R.D, HUGHES D.A, HUMPHREYS F.J., JONAS J.J., JENSEN D.J., KASSNER M.E, KING W.E., MCNELLEY T.R. , MCQUEEN H.J. & ROLLETT A.D.  
Current issues in recrystallization: a review, *Mat. Sci. Eng.*, vol. A, 238, pp. 219-274, 1997
- [EVA 04] EVANS R.W. & SCHARNING P.J.,  
Systematic errors in flow stress measurement for the hot plane strain compression test, *Mat. Sci. Technol.*, 20, pp.431-440, 2004

- [FAB 00] FABREGUE P.  
Métallurgie du laminage à chaud, *Techniques de l'ingénieur*, M7860, 2000
- [FRO 82] FROST H.J. & ASHBY M.F.  
Deformation mechanism maps, *Pergamon Press*, 1982
- [FUJ 96] FUJITA N., OHMURA K., KIKUCHI M., SUZUKI T., FUNAKI S. & HIROSHIGE I.  
Effect of Nb on high-temperature properties for ferritic stainless steel, *Scripta Mater.*, 35, pp. 705-710, 1996
- [FUJ 99] FUJIMURA H. & TSUGE S.  
Effect of C, Ti, Nb on recrystallization behavior after hot deformation in 16% Cr ferritic stainless steel, *Proceedings of the 4<sup>th</sup> international conference on Recrystallization and Related Phenomena*, Ed. T. Sakai and H.G. Suzuki, The Japan Institute of Metals, pp. 763-768, 1999
- [GAU 09] GAUDOUT B.  
Modélisation des évolutions microstructurales et étude de la lubrification par film solide lors du filage à chaud d'alliages de Zirconium, *Thèse*, Ecole des Mines de Paris, 2009
- [GAV 01] GAVARD L.  
Recristallisation dynamique d'aciers inoxydables austénitiques de haute pureté, *Thèse*, Ecole des Mines de Saint-Etienne, 2001
- [GER 03] GERBER Ph., TARASIUK J., CHAUVEAU. Th. & BACROIX B.  
A quantitative analysis of the evolution of texture and stored energy during annealing of cold rolled copper, *Acta Mater.*, 51, pp. 6359-6371, 2003
- [GHO 02] GHOSH G. & OLSON G.B.  
The isotropic shear modulus of multicomponent Fe-base solid solutions, *Acta Mater.*, 50, pp. 2655-2675, 2002
- [GLO 72] GLOVER G. & SELLARS C.M.  
Static recovery after hot deformation of  $\alpha$ -iron, *Metall. Mat. Trans. B*, 3, pp. 2271-2280, 1972

- [GLO 73] GLOVER G. & SELLARS C.M.  
Recovery and Recrystallization during High Temperature of alpha-iron, *Metall. Mat. Trans. B*, 4, pp. 765-775, 1973
- [GOU 97] GOURDET S.  
Etude des mécanismes de recristallisation au cours de la déformation à chaud de l'aluminium, *Thèse*, Ecole des Mines de Saint-Etienne, 1997
- [GOU 03] GOURDET S. & MONTHEILLET F.,  
A model of continuous dynamic recrystallization, *Acta Mater.*, 51, pp. 2685-2699, 2003
- [HIL 65] HILLERT M.  
On the theory of normal and abnormal grain growth, *Acta Metall.*, 13, pp. 227-231, 1965
- [HIL 76] HILLERT M. & SUNDMAN B.  
A treatment of the solute drag on moving grain boundaries and phase interfaces in binary alloys, *Acta Metall.*, 24, pp.731-743, 1976
- [HIN 06] HINTON J.S.  
Laboratory simulation of microstructural evolution in AISI 430 Ferritic Stainless Steel during the Steckel Mill Process, *Thèse*, Université de Sheffield, 2006
- [HÖL 91] HÖLSCHER M., RAABE D. & LÜCKE K.  
Rolling and recrystallization texture of bcc steels, *Steel research*, 62, p. 567, 1991
- [HUA 11] HUANG K.  
Towards the modeling of recrystallization phenomena in multi-pass conditions – Application to 304L Steel, *Thesis*, Mines ParisTech, 2011
- [HUH 01] HUH M.Y. & ENGLER O.  
Effect of intermediate annealing on texture, formability and ridging of 17%Cr ferritic stainless steel sheet, *Mat. Sci. Eng.*, A308, pp.74-87, 2001

- [HUM 04] HUMPHREYS F.J. & M. HATHERLY  
Recrystallization and Related Annealing Phenomena (second edition), *Elsevier*, 2004
- [HUT 08] HUTCHINSON C.R., ZUROB H.S., SINCLAIR C.W. & BRECHET Y.J.M  
The comparative effectiveness of Nb solute and NbC precipitates at impeding grain-boundary motion in Nb steels, *Scripta Mater.*, 59, pp.635-637, 2008
- [JAC 09] JACQUET G.  
Etude de la cinétique de recristallisation au cours du laminage à chaud de l'acier ferritique inoxydable K45, rapport interne Aperam, 2009
- [JOH 64] JOHNSON R.  
Interstitials and vacancies in alpha-iron, *Phys. Rev. A*, 134-5, pp. 1329-1336, 1964
- [KAN 08] KANG H.G., HUH M.Y., PARK S.H. & ENGLER O.  
Effect of lubrication during hot rolling on the evolution of trough-thickness textures in 18%Cr ferritic stainless steel , *Steel Res. Int.*,79, pp.489-496, 2008
- [KES 97] KESTENBACH H.J.  
Dispersion hardening by niobium carbonitride precipitation in ferrite, *Mater. Sci. Technol.*, pp. 731-739, 1997
- [KOC 76] KOCKS U.F.  
Laws for work-hardening and low-temperature creep, *J. Eng. Mater. Tech.*, 98, pp. 76-85, 1976
- [LAA 91] LAASRAOUI A. & JONAS J.J.  
Prediction of steel flow stresses at high temperatures and strain rates, *Met. Trans.*, 22A, pp. 1545-1558, 1991
- [LAC 90] LACOMBE P., BAROUX B., BERANGER G.  
Les aciers inoxydables, *les Editions de Physique*, 1990

- [LOV 06] LOVEDAY M.S., MAHON G.J., ROEBUCK B., LACEY A.J., PALMIERE E.J., SELLARS C.M. & VAN DER WINDEN M.R.  
Measurement of flow stress in hot plane strain compression tests, *Mat. High Temp.*, 23, pp. 85-118, 2006
- [LÜC 57] LÜCKE K. & DETERT K.  
A quantitative theory of grain boundary motion and recrystallization in metals in the presence of impurities, *Acta Metall.*, 5, pp. 628-637, 1957
- [McQ 89] McQUEEN H.J., SOLBERG J.K., RYUM N. & NES E.  
Evolution of flow stress in aluminium during ultra-high straining at elevated temperatures. Part II, *Phil. Mag. A.*, vol. 60, pp. 473-485, 1989
- [MEC 81] MECKING H. & KOCKS U.F.  
Kinetics of flow and strain-hardening, *Acta Metall.*, 29, pp.1865-1875, 1981
- [MEH 13] MEHTONEN S.V., KARJALAINEN L.P. & PORTER D.A.  
Hot deformation behavior and microstructure evolution of a stabilized high-Cr ferritic stainless steel, *Mat. Sci. Eng. A*, 2013
- [MON 09] MONTHEILLET F.  
Métallurgie de la mise en forme à chaud, *Techniques de l'Ingénieur*, M3031, 2009
- [MON 09 b] MONTHEILLET F. & DESRAYAUD C.  
Essais rhéologiques à chaud, *Techniques de l'Ingénieur*, M3009, 2009
- [MUR 75] MURR L.E.  
Interfacial phenomena in metals and alloys, *Addison-Wesley*, p.131
- [OLI 03] OLIVEIRA T.R.  
Effet du niobium et du titane sur la déformation à chaud d'aciers inoxydables ferritiques stabilisés, *Thèse*, Ecole des Mines de Saint-Etienne, 2003
- [PER 04] PERRARD F.  
Caractérisation et modélisation de la précipitation du carbure de niobium et du cuivre dans les aciers bas carbone, *Thèse*, Grenoble INP, 2004

- [POU 04] POUCHOU J.L. & al  
L'analyse EBSD, Principes et applications, *EDP Sciences*, pp.1-23, 2004
- [RAA 92] RAABE D. & LÜCKE K.  
Texture and microstructure of hot rolled steel, *Scripta Metall. Mater.*, 26, pp. 1221-1226, 1992
- [RAA 03] RAABE D.  
Overview on basic types of hot rolling textures of steels, *Steel research*, 74, pp. 327-337, 2003
- [RAY 94] RAY R.K., JONAS J.J. & HOOK R.V.  
Cold rolling and annealing textures in low carbon and extra low carbon steels, *Int. Mater. Rev.*, 39, pp. 129-172, 1994
- [REA 53] READ W.T.  
Dislocations in metals, *McGraw Hill*, 1953
- [REG 01] REGLE H.  
Mechanisms of microstructure and texture evolution during recrystallization of ferritic steels sheets, *Proceedings 1<sup>st</sup> International Conference Recrystallization and Grain Growth*, pp. 707-717, 2001
- [ROB 78] ROBERTS W. & AHLBLOM B  
A nucleation criteria for dynamic recrystallization during hot working, *Acta Mater.*, 26, pp.801-813, 1978
- [ROS 59] ROSSARD C. & BLAIN P.  
Evolution de la structure de l'acier sous l'effet de la déformation plastique à chaud, *Mém. Sci. Rev. Métall.*, 56, pp. 285-300, 1959
- [SAK 91] SAKAI T., SAITO Y., MATSUO M. & KAWASAKI K.  
Inhomogenous texture formation in high speed hot rolling of ferritic stainless steel, *ISIJ International*, 31, pp. 86-94, 1991

- [SAL 03] SALVATORI S.  
Effect of solidification structure and thermomechanical processing on microstructure and texture of ferritic stainless steels, *Thermec*, Part 1, p. 1379, 2003
- [SAN 75] SANDSTRÖM R. & LAGNEBORDG R.  
A controlling factor for dynamic recrystallization, *Acta Metall*, 23, pp. 387-398, 1975
- [SEL 66] SELLARS C.M. TEGART W.J.  
La relation entre la résistance et la structure dans la déformation à chaud, *Mém. Sci. Rev. Métall.*, 68, pp.731-746, 1966
- [SHI 03] SHIN H.J, AN J.K, PARK S.H, & LEE D.N.  
The effect of texture on ridging of ferritic stainless steel, *Acta Mater.*, 51, pp. 4693-4706, 2003
- [SIN 07] SINCLAIR C.W., HUTCHINSON C.R. & BRECHET Y.  
The effect of Nb on the recrystallization and grain growth of ultra-high-purity  $\alpha$ -Fe: a combinatorial approach, *Metall. Mat. Trans.A*, 38, pp. 821-830, 2007
- [SMI 48] SMITH C.S. & ZENER C.  
Grains, phases and interfaces: an interpretation of microstructure, *Transactions of the Metallurgical Society of AIME.*, 175, pp. 15-51, 1948
- [TAK 67] TAKECHI H., KATO H. & NAKAYAMA T.  
The mechanism of ridging phenomenon in 17% chromium stainless steel sheets, *Trans JIM*, 31, pp. 717-723, 1967
- [THO 02] THOMAS B., SCHMITT J.H.  
Durcissement des aciers – Mécanismes M4340, *Techniques de l'ingénieur*, M4340, 2002
- [TOD 11] TODA-CARABELLO I., BRISTOXE P.D & CAPDEVILLA C.  
A molecular dynamics study of grain boundary free energies, migration mechanisms and mobilities in a bcc Fe-20Cr alloy, *Acta Mater.*, 60, pp. 1116-1128, 2012

- [VAT 96] VATNE H.E., FURU T., ØRSUND R. & NES S.  
Modelling recrystallization after hot deformation of Aluminium, *Acta Mater.*, 44, pp.4463-4473, 1996
- [VER 97] VERDIER M., BRECHET Y. & GUYOT P.  
Recovery of AlMg alloys: flox stress and strain hardening property, *Acta Mater.*, 47, pp.127-134, 1997
- [WAN 12] WANG W., HELBERT A.L, BAUDIN T., BRISSET F. & PRENELLE R.  
Reinforcement of the Cube texture during recrystallization of a 1050 Al alloy partially recrystallized and 10% cold-rolled, *Mater. Charac.*, 64, pp.1-7, 2012
- [WRI 72] WRIGHT R.  
Anisotropic plastic flow in ferritic stainless steel and the roping phenomenon, *Metall. Mater. Trans. B*, 3, 83-91, 1972
- [YAM 81] YAMAMOTO S.  
Proceedings of Thermomechanical processing of microalloyed austenite, Pittsburg, p. 613, 1981
- [YAZ 03] YAZAWA Y., OZAKI Y., KATO Y. & FURUKIMI O.  
Development of ferritic stainless steel sheets with excellent deep drawability by {111} recrystallization texture control, *JSAE Review*, 24, pp. 483-488, 2003
- [ZEN 44] ZENER C. & HOLLOMON J.H.  
Effect of strain rate on the plastic flow of steel, *Applied Physics*, 15, pp. 22-32 1944
- [ZUR 06] ZUROB H.S., BRECHET Y. & DUNLOP J.  
Quantitative criterion for recrystallization nucleation in single-phase alloys : prediction of critical strain and incubation times, *Acta Mater.*, 54, 3983-3990, 2006



NNT : 2013 EMSE 0716

Grégoire JACQUET

## STUDY OF RECRYSTALLIZATION KINETICS OF STABILIZED FERRITIC STAINLESS STEELS DURING HOT ROLLING

Speciality : Material Science and Engineering

Keywords : ferritic stainless steels, hot rolling, continuous dynamic recrystallization, post-dynamic recrystallization, microstructure, modelling

### Abstract :

Stabilized ferritic stainless steels are as efficient as austenitic stainless steels in many areas and less expensive. However, they suffer from a lower formability (forming + roping defect). It is therefore necessary to optimize the final microstructures and textures of these products, which requires in particular a better understanding of the evolution of the material during hot rolling.

Plane strain compression tests carried out on a Gleeble® machine, reproducing the deformation during hot rolling in the center of the material, permitted to perform single- and multi-pass rolling schedules. The effects of deformation, temperature, strain rate, initial grain size and chemical composition on dynamic (during a rolling pass) and post- dynamic (during an inter-pass time) evolutions were investigated.

A hot rolling pass fragments the microstructure and creates crystallites by continuous dynamic recrystallization (CDRX). A part of these crystallites becomes nuclei for the post-dynamic recrystallization (PDRX) during inter-pass time. The latter is characterized by the simultaneous activation of new nuclei and growth of recrystallized grains, not only within strain-hardened zones but also at the expense of other grains already recrystallized.

The coupling of an existing CDRX model with a PDRX model based on experimental results allows to simulate multi-pass hot rolling schedules and to reproduce the effects of most of the operating parameters.

NNT : 2013 EMSE 0716

Grégoire JACQUET

## ÉTUDE DE LA CINÉTIQUE DE RECRISTALLISATION AU COURS DU LAMINAGE A CHAUD D'ACIERS INOXYDABLES FERRITIQUES STABILISÉS

Spécialité : Science et Génie des Matériaux

Mots clefs : aciers inoxydables ferritiques stabilisés, laminage à chaud, recristallisation dynamique continue, recristallisation post-dynamique, microstructure, modélisation

Résumé :

Les aciers inoxydables ferritiques stabilisés, aussi performants dans de nombreux domaines et moins chers que les aciers inoxydables austénitiques, souffrent cependant d'une formabilité inférieure (mise en forme + défaut de chiffonnage / roping). Il convient donc d'optimiser les microstructures et textures finales de ces produits, et cela passe entre autres par une meilleure connaissance de l'évolution du matériau durant le laminage à chaud (LAC).

Des essais de bipoinçonnement effectués sur une machine Gleeble<sup>®</sup>, simulant la compression plane à cœur du matériau durant le LAC, ont permis de réaliser des schémas de laminage mono et multipasses. Les effets de la déformation, de la température, de la vitesse de déformation, de la taille de grains initiale et de la composition chimique sur les évolutions dynamiques (durant une passe de laminage) et post-dynamiques (durant un temps interpasse) ont été investigués.

Une passe de LAC fragmente la microstructure en cristallites par recristallisation dynamique continue (RDC). Une partie de ces cristallites formées deviendront les germes de la recristallisation post-dynamique (RPD) au cours du temps interpasse. Celui-ci se caractérise par la simultanéité d'activation de nouveaux germes, de la croissance de grains recristallisés au sein de zones écrouies mais également au détriment d'autres grains recristallisés.

Le couplage d'un modèle de RDC existant avec un modèle de RPD créé à partir des observations expérimentales, permet de simuler des schémas de LAC multipasses et de retranscrire les effets de la majorité des paramètres opératoires.